

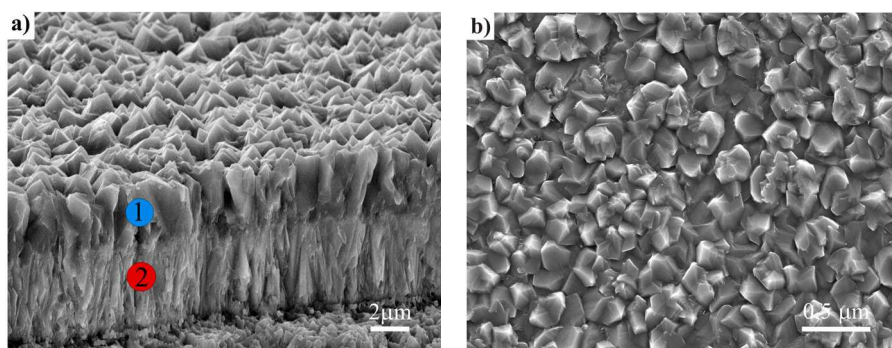
4. Wyniki badań oraz ich dyskusja

4.1. Struktura, skład chemiczny oraz fazowy badanych powłok

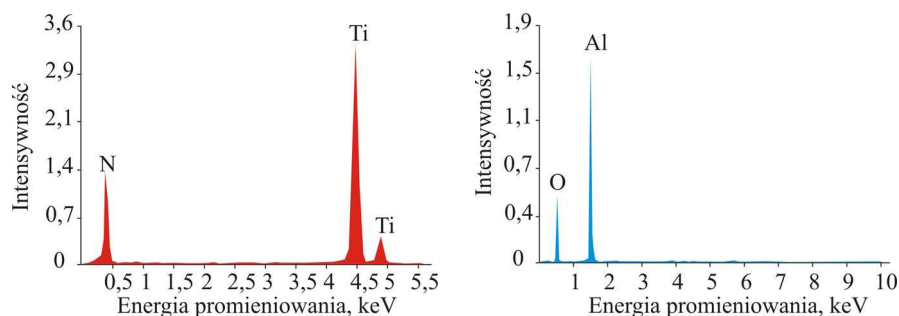
Wykonane badania metalograficzne pozwalają stwierdzić, że badane tlenkowe ceramiczne materiały narzędziowe na bazie Al_2O_3 , narzędziowa ceramika azotkowa Si_3N_4 oraz cermetale narzędziowe charakteryzują się zwartą strukturą. W wyniku badań faktograficznych, wykonanych w elektronowym mikroskopie skaningowym, analizowanych powłok CVD i PVD stwierdzono, że naniesione powłoki wykazują jedno-, dwu- lub wielowarstwową strukturę w zależności do zastosowanego systemu warstw, a poszczególne warstwy są równomiernie nałożone i szczelnie przylegają do siebie oraz do materiału podłoża. Struktura poszczególnych warstw uzależniona jest od materiału podłoża oraz rodzaju i warunków procesu. W przypadku powłok $\text{Ti}+(\text{Ti},\text{Al})\text{N}$, $\text{Ti}+(\text{Ti},\text{Al})(\text{C}_x\text{N}_{1-x})$, uzyskanych przy różnych udziałach N_2 i CH_4 w komorze pieca próżniowego, oraz $\text{Ti}+(\text{Ti},\text{Al})\text{C}$, naniesionych w magnetronowym procesie PVD, struktura kolumnowa faz ze wzrostem stężenia węgla w powłokach staje się bardziej zwarta i trudniej zaobserwować wyraźny rozdział pomiędzy kolumnami, natomiast powłoki o wysokim stężeniu węgla (>20% atomowo) charakteryzują się strukturą o charakterze szklistym (rys. 24, 25). W powłokach uzyskanych w wysokotemperaturowym procesie CVD oraz łukowym PVD również wyraźnie widoczna jest struktura kolumnowa poszczególnych warstw, gdy powłokę tworzą takie fazy, jak TiN , $\text{Ti}(\text{C},\text{N})$ oraz $(\text{Ti},\text{Al})\text{N}$.

Chropowatość powłok (określona przez R_a) naniesionych na spiekanej stali szybko tnącej PM HS6-5-3-8 w magnetronowym procesie PVD jest zdecydowanie niższa niż w przypadku powłok uzyskanych techniką CVD oraz w łukowym procesie PVD (tabl. 6,7). Tak niską wartość chropowatości określoną przez R_a należy wiązać z topografią powierzchni powłok, a wynika ona z zastosowanego procesu nanoszenia. Na powłokach uzyskanych w magnetronowym procesie PVD stwierdzono występowanie jedynie pojedynczych mikrocząstek w kształcie kropeł, o rozmiarach od kilku dziesiątych do $0,5 \mu\text{m}$ (rys. 24, 25), podczas gdy są one liczniejsze w pozostałych obu procesach (rys. 20, 23), gdy warstwą zewnętrzną nie jest Al_2O_3 – w tych przypadkach na powierzchni powłok stwierdzono występowanie cząstek w kształcie wielościanów, charakterystycznych dla tego typu warstwy (rys. 16, 22). Badania składu chemicznego mikrocząstek w kształcie kropeł przy użyciu

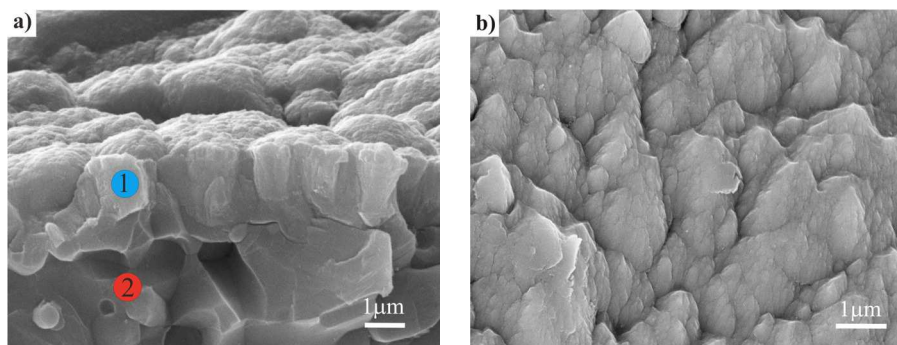
spektrometru energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego EDS wskazują, że we wnętrzu mikrocząstek przeważa tytan, co sugeruje, że są to krople ciekłego metalu, krzepnące na powierzchni podłoża. Obserwacje topografii powierzchni analizowanych powłok z wykorzystaniem metod mikroskopii skaningowej wykazują, że obserwowane na powierzchni charakterystyczne zakończenia kolumn tworzących odpowiednie powłoki mają kształt odwróconych piramid, stożków, wielościanów lub kraterów. Na podstawie obserwacji uzyskanych obrazów topografii analizowanych powierzchni trudno jest jednak jednoznacznie wskazać różnice pomiędzy poszczególnymi powłokami (rys. 16-24).



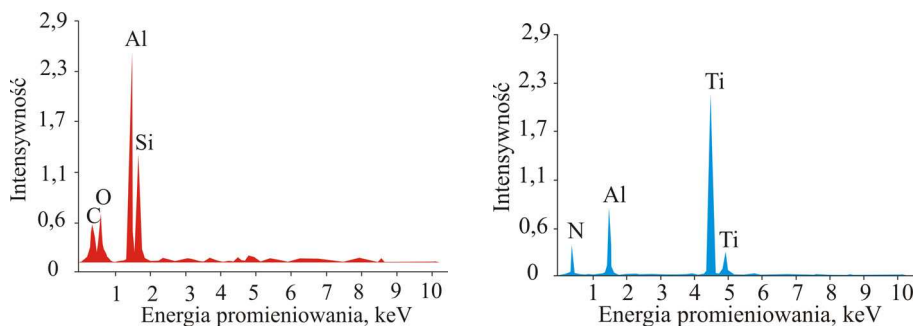
Rysunek 16. a) Powierzchnia przelomu powłoki $TiN+Al_2O_3$ uzyskanej na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4 w wysokotemperaturowym procesie CVD oraz b) odpowiadający jej obraz topografii powierzchni (detektor SE)



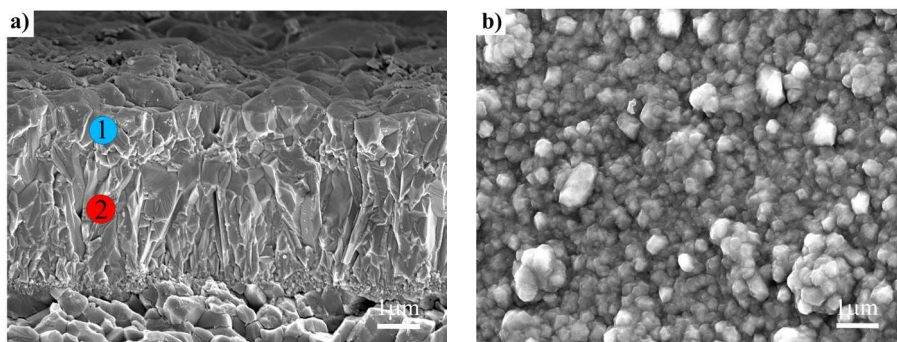
Rysunek 17. Wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego z mikroobszaru odpowiednio 1 i 2, zgodnie z rys. 16a



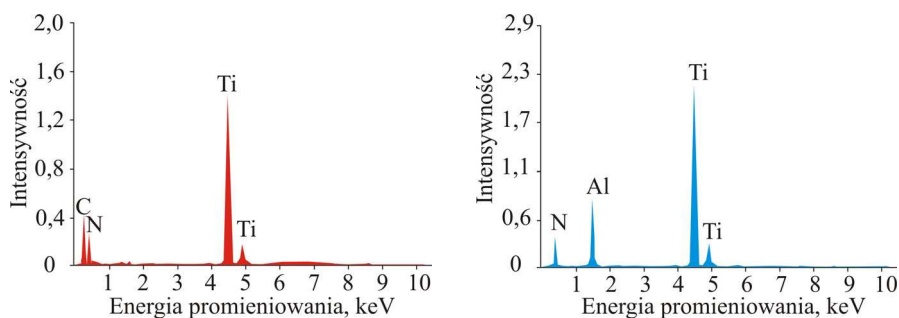
Rysunek 18. a) Powierzchnia przelomu powłoki (Ti,Al)N uzyskanej na podłożu z ceramiki narzędziowej Al_2O_3+SiC w łukowym procesie PVD oraz b) odpowiadający jej obraz topografii powierzchni (detektor SE)



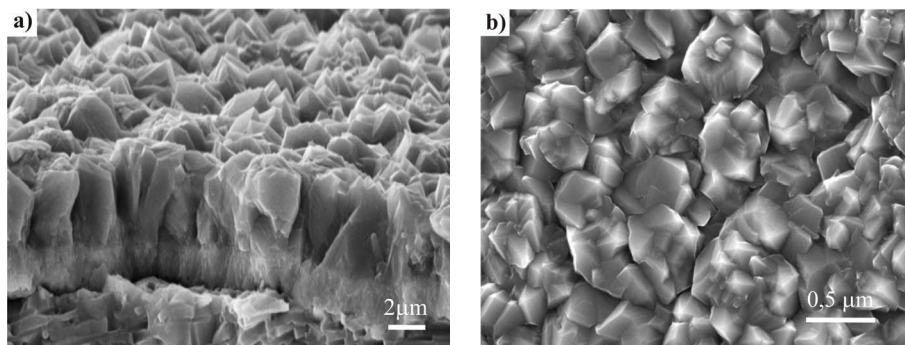
Rysunek 19. Wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego z mikroobszaru odpowiednio 1 i 2 zgodnie z rys. 18a



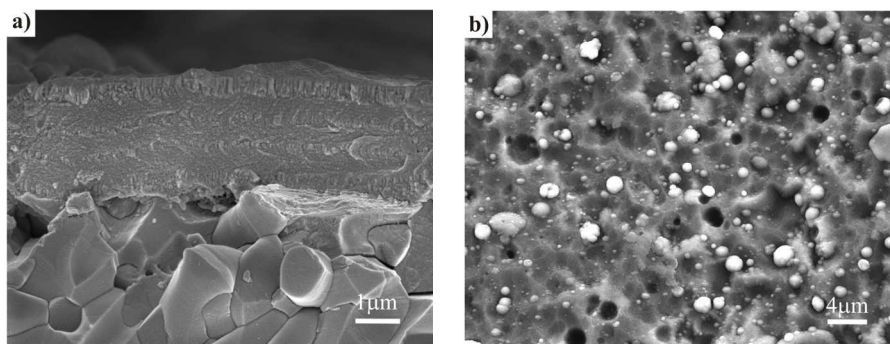
Rysunek 20. a) Powierzchnia przelomu powłoki Ti(C,N)+TiN uzyskanej na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4 w wysokotemperaturowym procesie CVD (detektor InLens) oraz b) odpowiadający jej obraz topografii powierzchni (detektor SE)



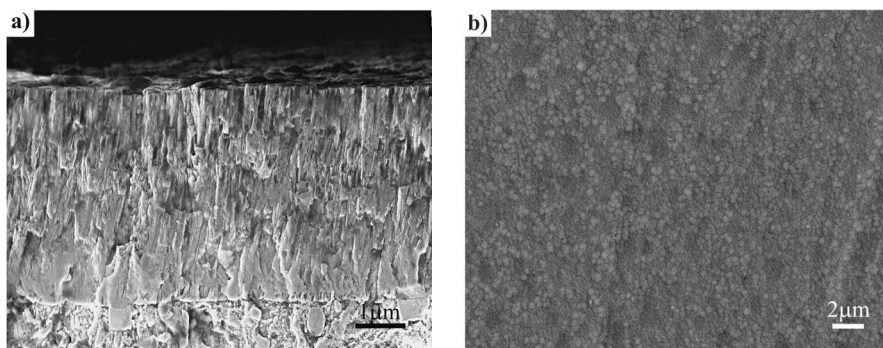
Rysunek 21. Wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego z mikroobszaru odpowiednio 1 i 2, zgodnie z rys. 20a



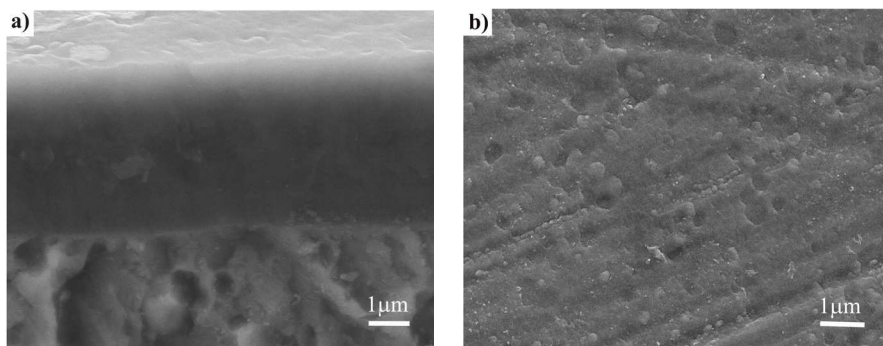
Rysunek 22. a) Przelom powłoki $TiN+Al_2O_3$ uzyskanej na podłożu z ceramiki narzędziowej Al_2O_3+SiC w wysokotemperaturowym procesie CVD oraz b) odpowiadający jej obraz topografii powierzchni (detektor SE)



Rysunek 23. a) Przelom powłoki $TiN+multi(Ti,Al,Si)N+TiN$ uzyskanej na podłożu z ceramiki narzędziowej Al_2O_3+SiC w łukowym procesie PVD oraz b) odpowiadający jej obraz topografii powierzchni (detektor SE)

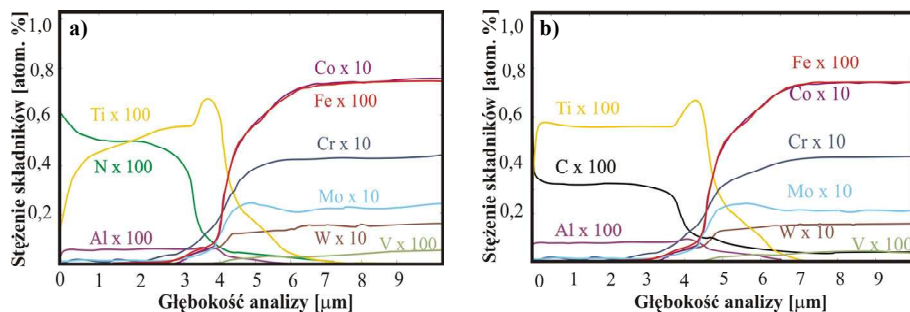


Rysunek 24. a) Przelom powłoki (Ti,Al)N uzyskanej w magnetrionowym procesie PVD (detektor InLens) oraz b) odpowiadający jej obraz topografii powierzchni (detektor SE) – temperatura procesu 500°C



Rysunek 25. a) Przelom powłoki (Ti,Al)C uzyskanej w magnetrionowym procesie PVD oraz b) odpowiadający jej obraz topografii powierzchni (temperatura procesu 500°C, detektor SE)

Badania składu chemicznego powłok uzyskanych w magnetrionowym procesie PVD wykonane metodą wyładowania optycznego spektroskopii emisyjnej potwierdzają obecność tytanu, azotu, węgla oraz aluminium, a ilościowy skład pierwiastków (tabl. 2) tworzących powłokę określono na głębokości 1 μm na podstawie przekroju profili analizowanych powłok (rys. 26) sporządzonych w trakcie badania. Badania składu chemicznego powłok uzyskanych w łukowym procesie PVD oraz wysokotemperaturowym CVD wykonane z wykorzystaniem systemu EDS (rys. 17, 19, 21) potwierdzają występowanie odpowiednich pierwiastków we wszystkich analizowanych warstwach, przy czym ze względu na małą grubość naniesionych



Rysunek 26. Zmiany stężenia składników powłok: a) $Ti+(Ti,Al)N$ oraz b) $Ti+(Ti,Al)C$ uzyskanych w $500^{\circ}C$ oraz materiału podłoża (magnetonowy proces PVD)

warstw i charakterystykę padającej wiązki, w niektórych przypadkach zastosowana metoda pozwala na średni pomiar energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego dla dwóch lub więcej warstw badanej powłoki.

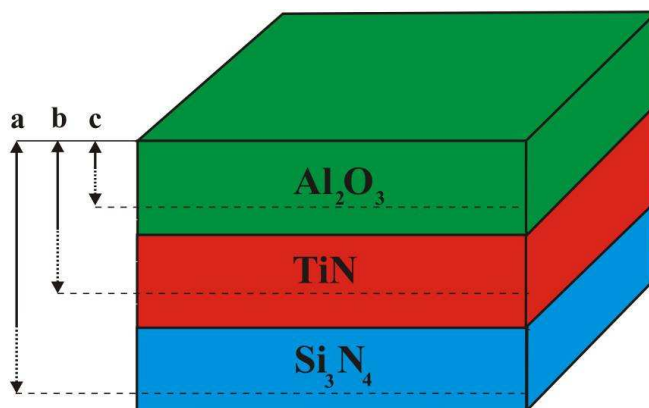
Zastosowana metoda rentgenowskiej jakościowej analizy fazowej przeprowadzona w geometrii Bragga-Brentano potwierdza występowanie odpowiednich faz w badanych podłożach oraz materiałach powłoki. Niektóre ze zidentyfikowanych refleksów na analizowanych dyfraktogramach są przesunięte w kierunku niższych lub wyższych kątów odbicia oraz ich intensywność odbiega od wartości podanych w kartotekach JCPDS,

Tablica 2. Wyniki analizy składu chemicznego powłok uzyskanych w magnetonowym procesie PVD na spiekanej stali szybko tnącej PM HS6-5-3-8

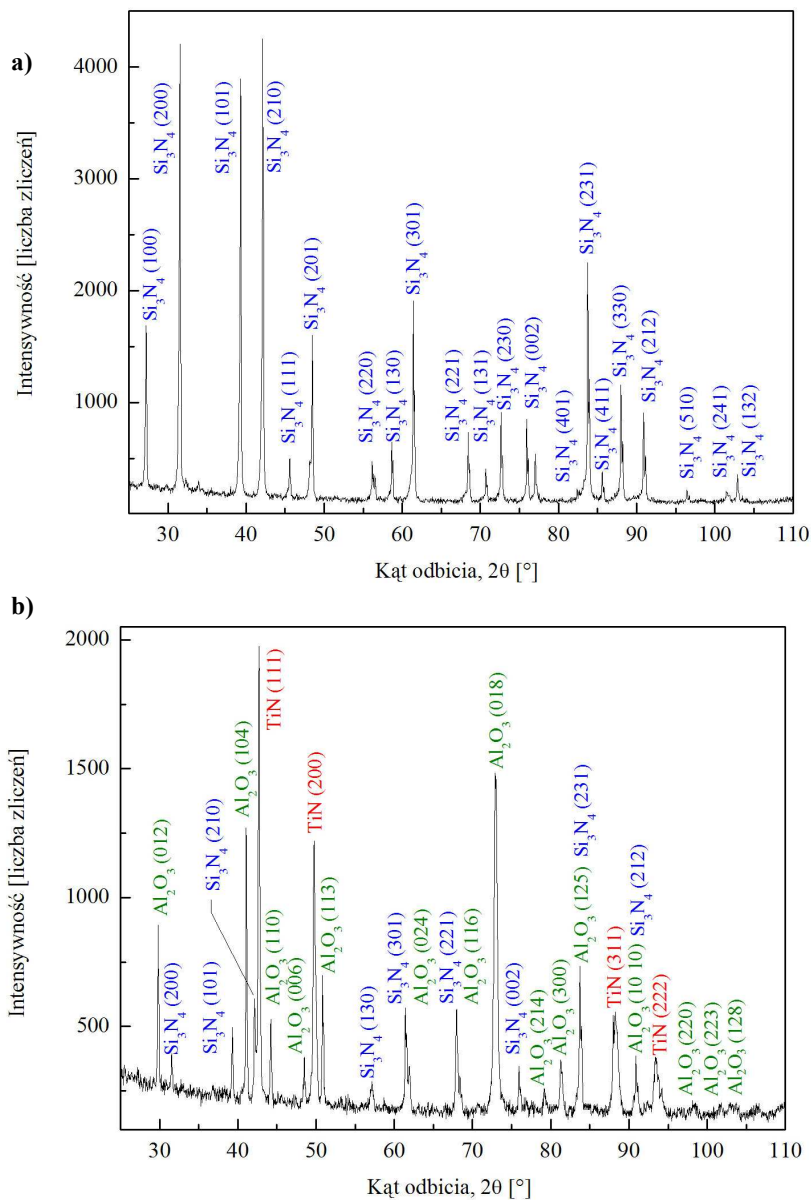
Typ powłoki (atmosfera pieca)	Temperatura procesu, [$^{\circ}C$]	Atomowe stężenie pierwiastków, [%]			
		Ti	N	C	Al
$Ti+(Ti,Al)N$ (100% N_2)	460	48	42	-	9
	500	44	51	-	5
	540	43	51	-	3
$Ti+(Ti,Al)(C,N)$ (75% N_2 :25% CH_4)	460	59	28	4	8
	500	60	28	4	7
	540	58	31	4	4
$Ti+(Ti,Al)(C,N)$ (50% N_2 :50% CH_4)	460	58	24	11	6
	500	67	15	10	7
	540	63	19	11	6
$Ti+(Ti,Al)(C,N)$ (25% N_2 :75% CH_4)	460	62	10	21	6
	500	60	10	23	6
	540	59	11	25	6
$Ti+(Ti,Al)C$ (100% CH_4)	460	58	-	32	8
	500	57	-	34	8
	540	55	-	36	8

co może wskazywać na występowanie tekstury oraz ściskających lub rozciągających naprężeń wewnętrznych w badanych powłokach – fakt często spotykany w powłokach nanoszonych techniką PVD i CVD [20, 95].

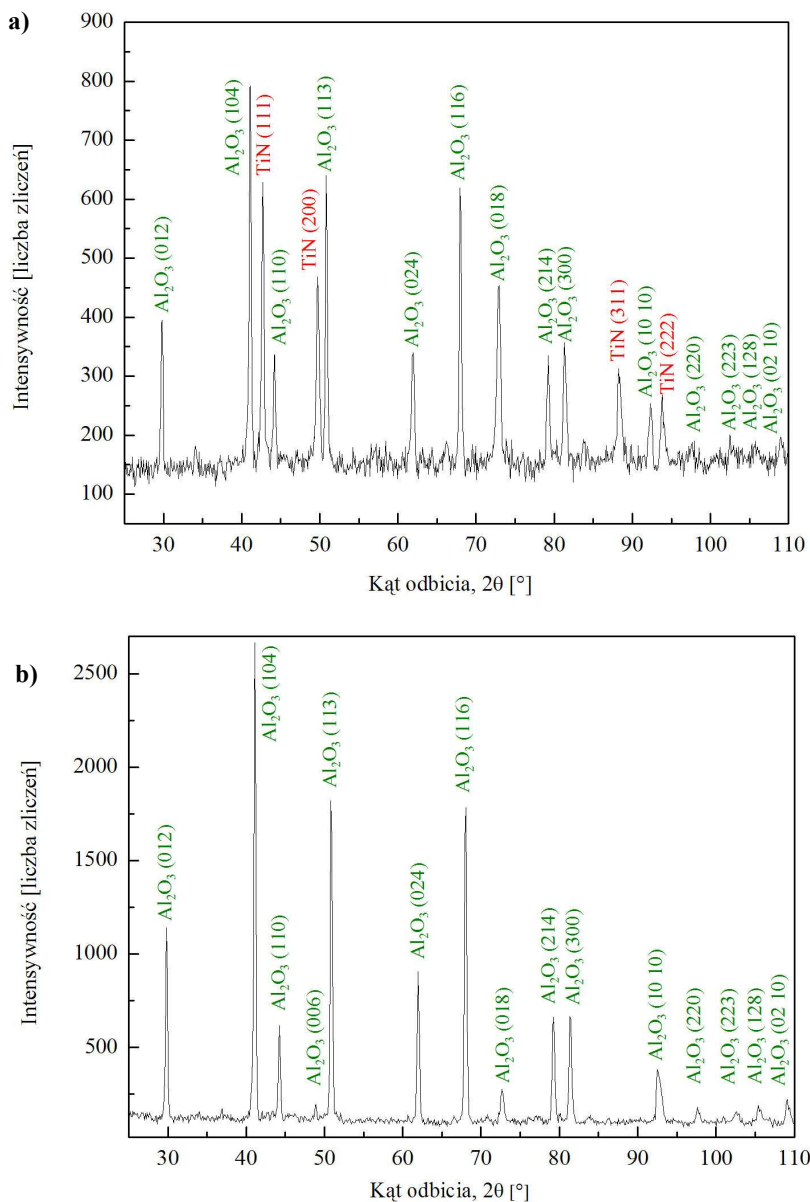
Ze względu na nakładanie się refleksów materiału podłoża i powłoki/powłok oraz ich intensywność, utrudniającą czasami analizę otrzymanych wyników, oraz w celu uzyskania dokładniejszej informacji z kolejnych warstw analizowanych materiałów zastosowano dodatkowo technikę dyfrakcji przy stałym kącie padania (SKP) pierwotnej wiązki rentgenowskiej z wykorzystaniem kolimatora wiązki równoległej przed detektorem proporcjonalnym. Dzięki możliwości rejestracji dyfraktogramów przy niskich kątach padania wiązki pierwotnej na powierzchnię próbki, istnieje możliwość otrzymywania linii dyfrakcyjnych od cienkich warstw w wyniku zwiększenia objętości materiału biorącego udział w dyfrakcji oraz uzyskiwania informacji o zmieniającym się składzie fazowym na różnej głębokości badanego materiału – nieprzekraczającej głębokości wnikania wiązki promieni przy ich prostopadłym padaniu na próbkę [96]. Wykonane przy takich założeniach badania potwierdzają odpowiednią kolejność warstw (rys. 27-29) w analizowanych powłokach.



Rysunek 27. Schemat ułożenia warstw w powłoce $\text{TiN}+\text{Al}_2\text{O}_3$ uzyskanej w wysokotemperaturowym procesie CVD na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4 oraz obszary objęte dyfrakcją w zależności od zastosowanej geometrii pomiaru: a) geometria Bragg-Brentano, b) geometria stałego kąta padania $\alpha_x = 3^\circ$, c) geometria stałego kąta padania $\alpha_x = 1^\circ$

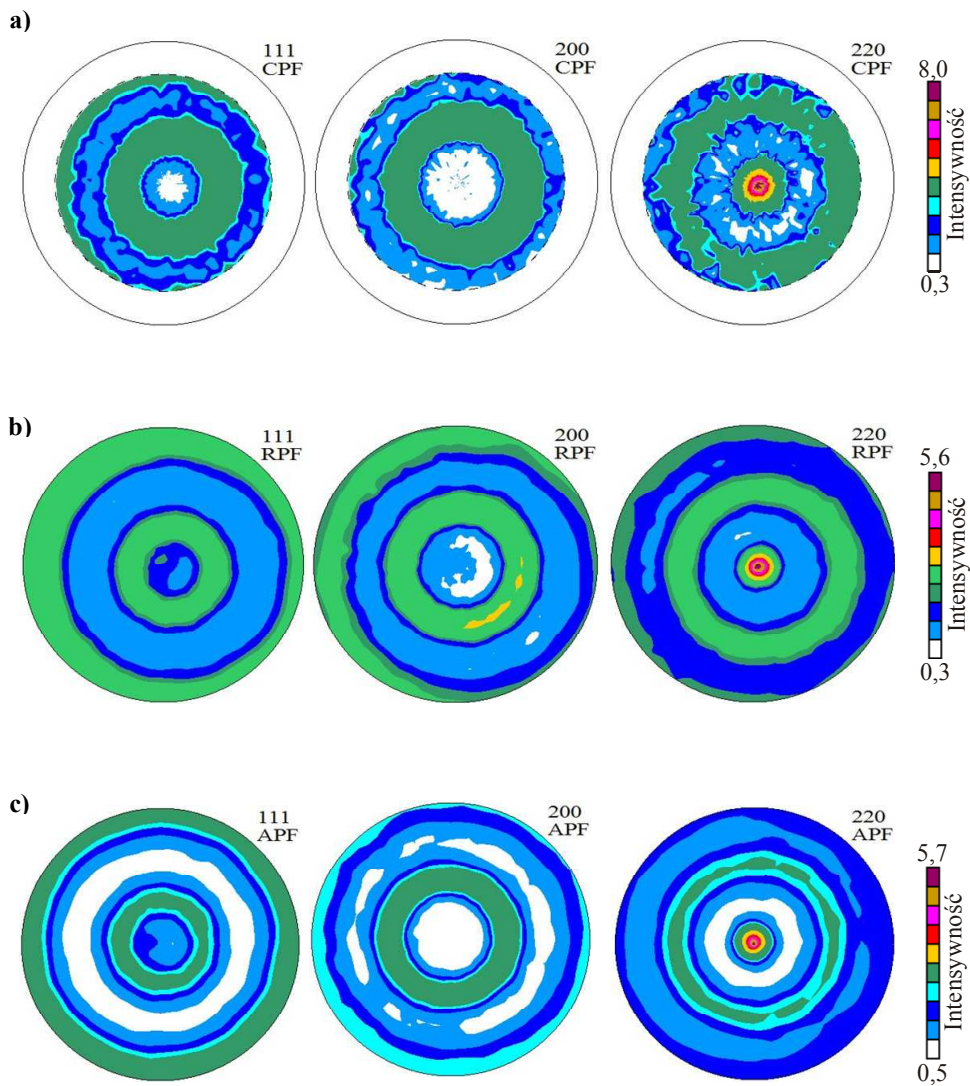


Rysunek 28. Dyfraktogramy rentgenowskie uzyskane w geometrii Bragg-Brentano a) ceramiki azotkowej oraz b) powłoki TiN+Al₂O₃ otrzymanej w wysokotemperaturowym procesie CVD na podłożu z Si₃N₄



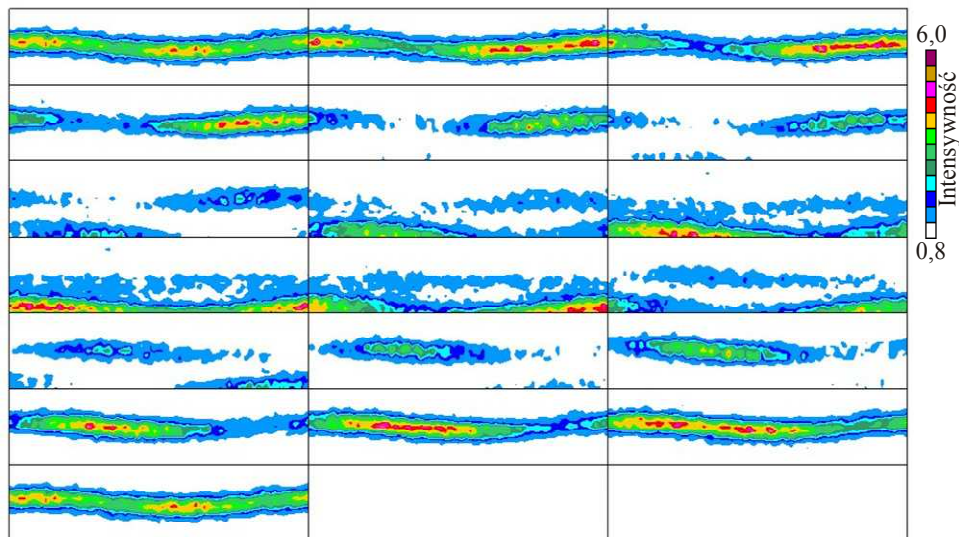
Rysunek 29. Dyfraktogramy rentgenowskie powłoki $TiN+Al_2O_3$ otrzymanej w wysokotemperaturowym procesie CVD na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4 uzyskane w geometrii stałego kąta padania: a) kąt wiązki pierwotnej $\alpha_x = 3^\circ$, b) kąt wiązki pierwotnej $\alpha_x = 1^\circ$

Analizę tekstury badanych powłok przeprowadzono metodą odbiciową. Koncentryczny rozkład intensywności figur biegunowych, zmieniający się wzdłuż promienia tych figur, wskazuje na obecność składowej osiowej tekstury powłok uzyskanych w łukowym oraz magnetronowym procesie PVD. Obszary wzrostu intensywności na zarejestrowanych figurach, niezależnie od warunków uzyskania powłok w magnetronowym procesie PVD, odpowiadają obecności włókien $\langle 110 \rangle$ o kierunku zbliżonym do kierunku prostopadłego względem płaszczyzny próbki. W zależności od parametrów otrzymania powłoki kierunek włókien $\langle 110 \rangle$ jest odchylony od normalnej do powierzchni powłok od 1 do 4° , a odchylenie wyróżnionej osi uzależnione jest od atmosfery pieca próżniowego oraz temperatury procesu i zmniejsza się ze wzrostem napięcia prądu zasilającego w trakcie procesu ich nanoszenia. Obraz tekstury przykładowej powłoki uzyskanej w magnetronowym procesie PVD przedstawiono w postaci figur biegunowych eksperymentalnych oznaczonych jako CPF, kompletnych figur biegunowych obliczonych z FRO oznaczonych jako RPF, figur biegunowych wyznaczonych z FRO po transformacji oznaczonych jako APF (rys. 30) oraz FRO przed i po transformacji (rys. 31). Obliczenia udziałów objętościowych składowych tekstury przeprowadzono wykorzystując całkowanie tych składowych w przestrzeni FRO poddanej transformacji. W obliczeniach udziałów objętościowych zidentyfikowanych składowych tekstury uwzględniono rozmycie kątowe ($\Delta\Phi$, $\Delta\phi_1$, $\Delta\phi_2$), które mieściło się w zakresie $10\text{-}15^\circ$. Uzyskane wyniki obliczeń udziałów zidentyfikowanej składowej, w zależności od warunków uzyskania powłok, przedstawiono w tablicy 3. Można sądzić, że w przypadku analizowanych powłok preferowaną orientacją powinna być $\langle 111 \rangle$, gdyż jest to płaszczyzna o najgęstszym ułożeniu atomów i ona powinna być prostopadła do strumienia plazmy. Wprowadzenie dodatkowego źródła energii, którym w analizowanym przypadku był piec próżniowy, powoduje nachylenie orientacji $\langle 111 \rangle$ do osi magnetronu, czego efektem jest obserwowana tekstura $\langle 110 \rangle$ analizowanych powłok, a jej nasilenie w głównej mierze uzależnione jest od składu atmosfery roboczej i warunków uzyskania powłok. W celu określenia, czy wyróżniona orientacja w analizowanych powłokach uzyskanych w magnetronowym procesie PVD nie jest dziedziczona, zmierzono figury biegunowe materiału podłoża i tytanowej warstwy pośredniej. Na podstawie analizy figur biegunowych oraz FRO stwierdzono, że rozkład orientacji krystalitów w materiale podłoża oraz w warstwie pośredniej jest bardzo bliski rozkładowi równoprawdopodobnemu,

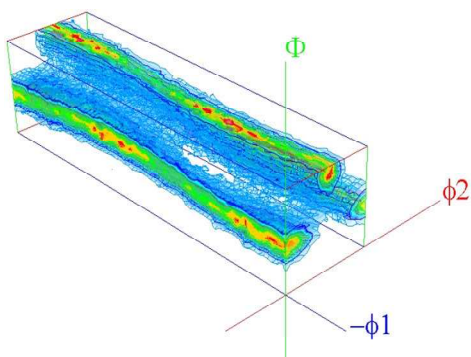


Rysunek 30. Figury biegunowe (111), (200) i (220) powłoki (Ti,Al)N uzyskanej w magnetronowym procesie PVD na podłożu ze spiekanej stali szybko tnącej PM HS6-5-3-8 w 540°C: a) eksperymentalne, b) obliczone z FRO, c) obliczone z FRO po transformacji

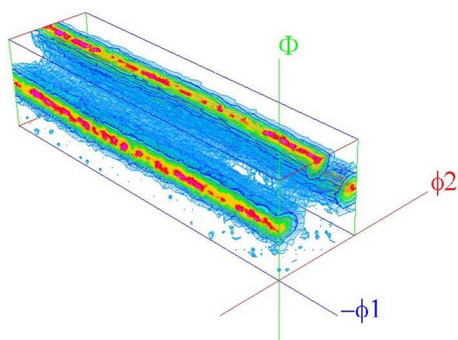
a)



b)



c)



Rysunek 31. Funkcja rozkładu orientacji powłoki (Ti,Al)N uzyskanej w magnetonowym procesie PVD na podłożu ze spiekanej stali szybkoctnącej PM HS6-5-3-8 w 540°C:
a) przekrój po φ_2 (dla kolejnych wartości φ_2 : 0, 5, 10...90°), b) widok 3D FRO,
c) widok 3D FRO po transformacji

Tablica 3. Udziały objętościowe tekstury, odchylenie wyróżnionej osi oraz warunki uzyskania powłok w magnetronowym procesie PVD na podłożu ze spiekanej stali szybko tnącej

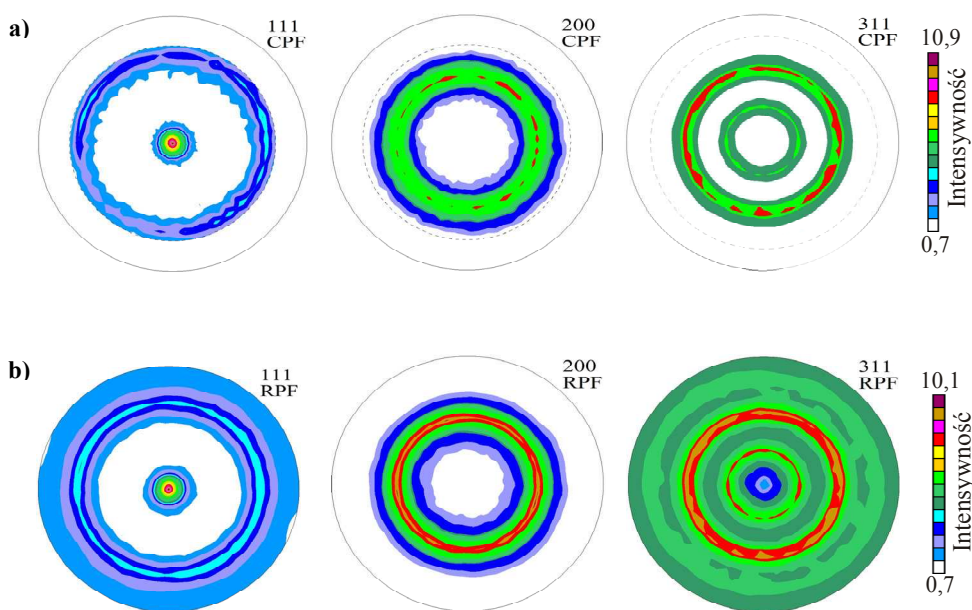
Typ powłoki	Temperatura procesu [°C]	Atmosfera pieca próżniowego	U magnetronu [V]	I magnetronu [A]	Udział objętościowy składowej <110> w obszarach objętych dyfrakcją [%]	Odchylenie wyróżnionej osi od normalnej do powierzchni [°]
Ti+(Ti,Al)N	460	100%N ₂	380	7	59	2
Ti+(Ti,Al)N	500	100%N ₂	390	8	53	1
Ti+(Ti,Al)N	540	100%N ₂	360	8	46	4
Ti+(Ti,Al)(C,N)	460	75%N ₂ :25%CH ₄	385	6	75	3
Ti+(Ti,Al)(C,N)	500	75%N ₂ :25%CH ₄	390	6	67	2
Ti+(Ti,Al)(C,N)	540	75%N ₂ :25%CH ₄	400	6	55	1
Ti+(Ti,Al)(C,N)	460	50%N ₂ :50%CH ₄	380	6	53	4
Ti+(Ti,Al)(C,N)	500	50%N ₂ :50%CH ₄	420	6	35	-
Ti+(Ti,Al)(C,N)	540	50%N ₂ :50%CH ₄	395	6	55	3
Ti+(Ti,Al)(C,N)	460	25%N ₂ :75%CH ₄	420	6	34	-
Ti+(Ti,Al)(C,N)	500	25%N ₂ :75%CH ₄	400	6	37	1
Ti+(Ti,Al)(C,N)	540	25%N ₂ :75%CH ₄	400	5	42	1
Ti+(Ti,Al)C	460	100%CH ₄	395	5	35	1
Ti+(Ti,Al)C	500	100%CH ₄	400	5	48	-
Ti+(Ti,Al)C	540	100%CH ₄	410	5	61	-

co wskazuje, że obecność włókien <110> || KW w powłokach zewnętrznych nie jest związana ani z teksturą podłoża, ani z teksturą warstwy pośredniej.

W przypadku powłok uzyskanych w łukowym procesie PVD, ze względu na nakładanie się w większości przypadków refleksów materiału podłoża i powłoki/powłok, nie udało się przeprowadzić pełnej analizy FRO dla zastosowanej symetrycznej geometrii Bragga-Brentano pomiaru figur biegunowych, z wyjątkiem powłoki TiN uzyskanej na podłożu z ceramiki narzędziowej Al₂O₃+SiC, w której udział objętościowy wyróżnionej składowej <111> wynosi ok. 46% (rys. 32, 33). Pomiar figur biegunowych w geometrii stałego kąta padania ($\alpha_x = 1^\circ$) wykazują, że zastosowanie dodatkowego kąta w stosunku do geometrii symetrycznej powoduje, że współrzędne figury biegunowej w układzie próbki nie mogą być wyrażone bezpośrednio przez współrzędne wektora dyfrakcji w tym układzie. Uzyskana w ten sposób figura, w zależności od kąta 2θ jej rejestracji, może być wewnętrznie sprzeczna, przez co nie jest odpowiednim zbiorem danych do odtworzenia wiarygodnej, trójwymiarowej funkcji rozkładu orientacji. Szczegółowo zagadnienia związane z rentgenowską tomografią teksturową przedstawił Bonarski [97], opisując odpowiednie procedury pomiarowe dla różnych geometrii pomiaru figur biegunowych. Zgodnie z [97], uzyskana figura biegunowa w geometrii stałego

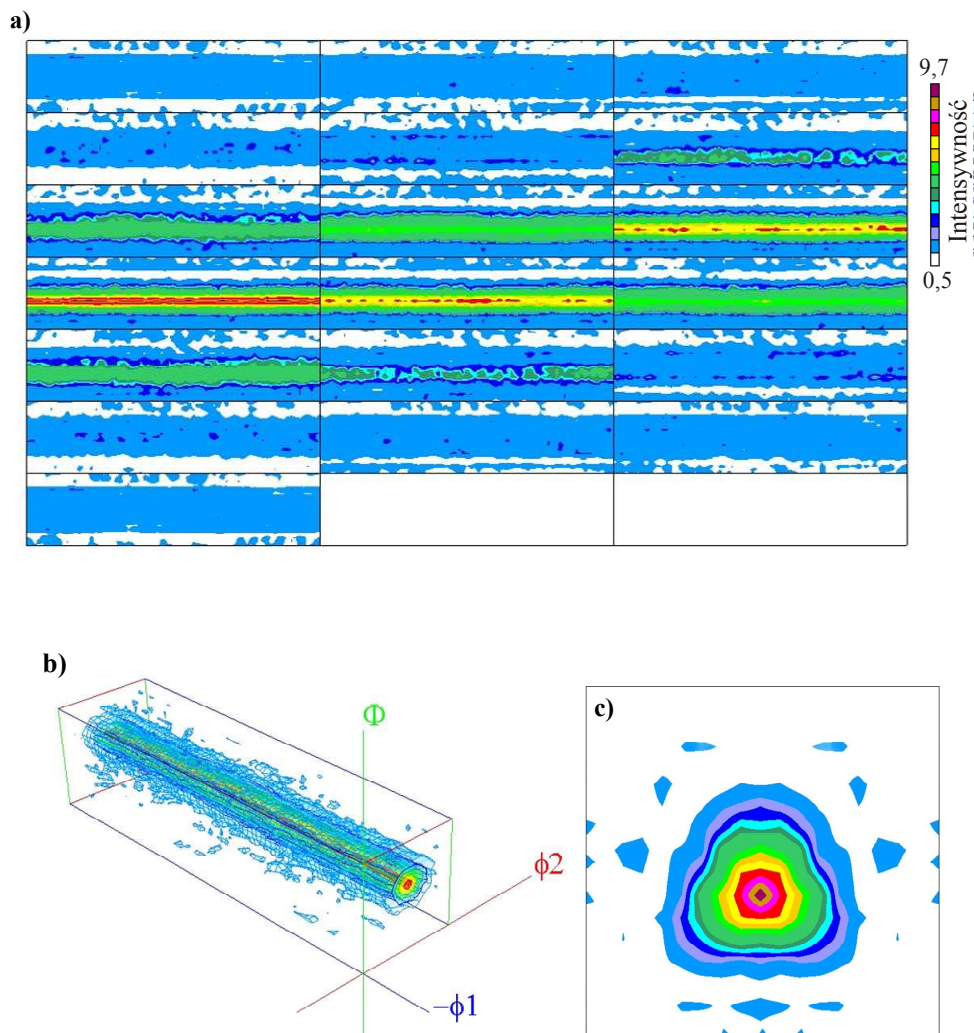
kąta padania musi być przetransformowana do figur normalnych, a następnie poddana interpolacji, gdyż jest „niekompletna” na brzegach i w części środkowej, aby przeprowadzić pełną analizę FRO. Analiza tekstury wykonana dla powłok uzyskanych w łukowym procesie PVD pozwala stwierdzić, na podstawie jakościowej analizy zarejestrowanych pojedynczych figur biegunowych, że niezależnie od materiału podłoża w powłokach TiN, TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N, TiN+(Ti,Al,Si)N, TiN+multi(Ti,Al,Si)N+TiN wyróżnioną płaszczyzną wzrostu jest płaszczyzna z rodziny $\{111\}$, natomiast w przypadku powłok (Ti,Al)N tekstura osadzanych warstw jest bardzo słaba.

Analiza figur biegunowych powłok uzyskanych w wysokotemperaturowym procesie CVD dowodzi, że ich tekstura jest bardzo słaba, a gęstość rzutów biegunów waha się w granicach od 0,9 do 1,1 gęstości odpowiadającej rozkładowi równoprawdopodobnemu.



Rysunek 32. Figury biegunowe (111), (200) i (311) powłoki TiN uzyskanej w łukowym procesie PVD na podłożu z ceramiki narzędziowej Al_2O_3+SiC :

a) eksperymentalne, b) obliczone z FRO

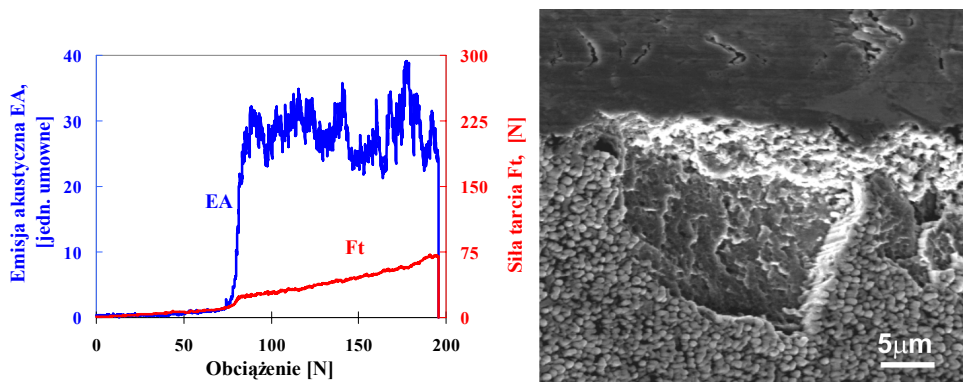


Rysunek 33. Funkcja rozkładu orientacji powłoki TiN uzyskanej w lukowym procesie PVD na podłożu z ceramiki narzędziowej wykonanej z Al_2O_3+SiC : a) przekrój po φ_2 (dla kolejnych wartości φ_2 : 0, 5, 10...90°), b) widok 3D FRO, c) FRO wyznaczone na podstawie figur biegunowych poddanych symetryzacji (przekrój po φ_1)

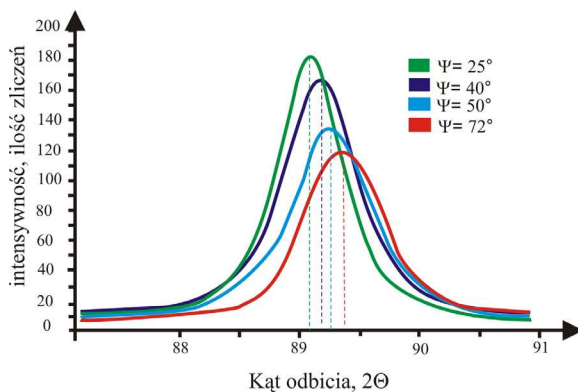
4.2. Własności mechaniczne oraz eksploatacyjne badanych powłok

Aby naniesiona na narzędziu powłoka mogła należycie spełnić swoje zadanie, musi charakteryzować się odpowiednimi własnościami użytkowymi zdeterminowanymi przez liczne czynniki, spośród których należy wymienić: właściwą strukturę, skład chemiczny i fazowy, odpowiednią twardość i grubość, a przede wszystkim dużą przyczepność do materiału podłoża [21, 22]. Zależność przyczepności analizowanych powłok do materiału podłoża od warunków procesu ich uzyskania oceniono metodą „scratch-testu” przy zmiennym obciążeniu, ustalając wartość obciążenia krytycznego L_c , pozwalającego wyznaczyć wartości siły wywołującej uszkodzenie powłoki (tabl. 6 i 7). Obciążenie krytyczne L_c ustalono jako odpowiadające przyrostowi natężenia emisji akustycznej (rys. 34), sygnalizującej zapoczątkowanie wykruszania się powłoki. Najwyższe wartości obciążenia krytycznego, $L_c > 100$ N, stwierdzono dla powłok (Ti,Al)N i (Ti,Al)C uzyskanych w magnetronowym procesie PVD naporowanych odpowiednio w 460 i 540°C na podłożu ze spiekanej stali szybko tnącej oraz TiN+(Ti,Al,Si)N i (Ti,Al)N uzyskanych w łukowym procesie PVD odpowiednio na podłożu z cermetali narzędziowych i ceramice narzędziowej wykonanej z Al_2O_3+SiC . W przypadku powłok uzyskanych w wysokotemperaturowym procesie CVD wartość obciążenia krytycznego zawiera się w granicach 25,8 do 85,2 N, jeśli podłożem jest ceramika azotkowa Si_3N_4 , a powłokę tworzy kombinacja warstw odpowiednio TiC+TiN oraz TiN+ Al_2O_3 .

Charakter uszkodzeń odpowiedzialny za inicjowanie wykruszeń, obserwowany w mikroskopie skaningowym na styku rysa-powłoka, uzależniony jest od rodzaju procesu i kombinacji zastosowanych warstw, a można tu głównie wymienić: powstawanie na krawędziach wykruszeń w kształcie drobnych kraterów, które w niektórych przypadkach związane są z lokalną delaminacją fragmentu powłoki (magnetronowy proces PVD), konforemne pęknięcia wywołane rozciąganiem, przechodzące w pojedyncze złączenia (łukowy proces PVD), delaminację okresową i wykruszenia jedno- i obustronne oraz lokalne rozwarstwienie i następujące w konsekwencji przesuwanie rozerwanych fragmentów powłoki (wysokotemperaturowy proces CVD) [17, 35]. Uzyskane wyniki oceny przyczepności uzależnione są od rodzaju zastosowanych warstw, ich grubości i składu chemicznego oraz fazowego, a także od materiału, na którym zostały wytworzone, co w konsekwencji wpływa na wartość naprężeń w analizowanych powłokach (wyniki pomiaru naprężeń i ich wpływ na przyczepność do materiału podłoża przedstawiono w dalszej części pracy).



Rysunek 34. Zależność emisji akustycznej EA i siły tarcia Ft od wielkości siły obciążającej oraz odpowiadający jej obraz uszkodzenia obserwowany w mikroskopie skaningowym dla powłoki $Ti+(Ti,Al)N$ otrzymanej w $540^{\circ}C$



Rysunek 35. Wykres zmian położenia refleksu (311) powłoki $Ti+(Ti,Al)N$ uzyskanej w $540^{\circ}C$ dla wybranych wartości kąta ψ

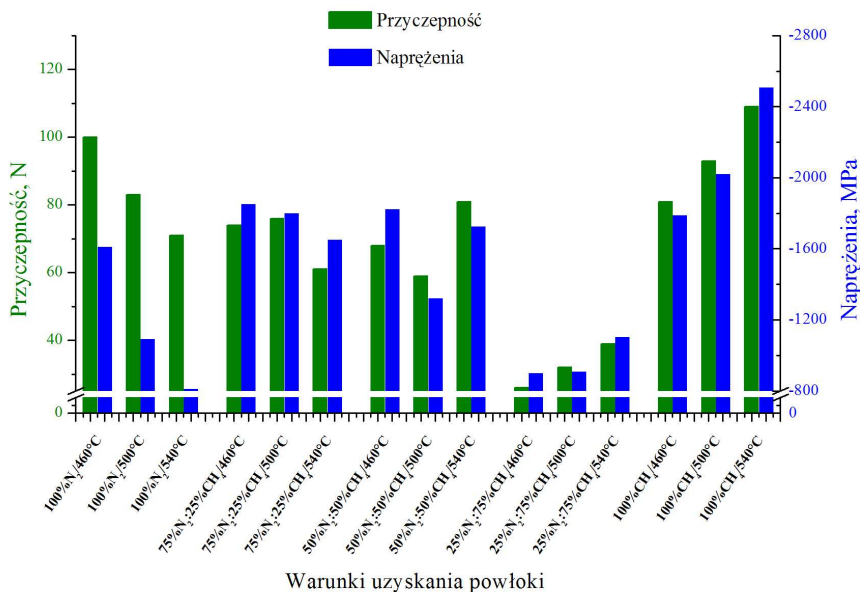
Pomiary naprężeń analizowanych materiałów wykonano dwoma metodami, a uzyskane rezultaty przedstawiono w tablicach 4 i 5. Pomiary naprężeń metodą $\sin^2\psi$ wykonano dla trzech kątów φ ustawienia próbek względem układu początkowego, którym była oś goniometru każdorazowo w dwóch przeciwnych kierunkach ($\varphi = 90$ i 270° , $\varphi = 150$ i 330° , $\varphi = 210$ i 30°). Zastosowanie takiej geometrii pomiaru umożliwia obserwację zmian stanu naprężenia w wybranych kierunkach badanego materiału i wyznaczenie jego największej wartości [98-100]. W przypadku powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD ocenę naprężeń metodą

$\sin^2\psi$ przeprowadzono na podstawie analizy refleksów (311) (rys. 35) ze względu na uprzywilejowany $\langle 110 \rangle$ kierunek ich wzrostu. Dla powłok uzyskanych w łukowym procesie PVD i wysokotemperaturowym CVD naprężenia określono na podstawie analizy przesunięcia refleksu zarejestrowanego przy jak najwyższej wartości kąta 2θ pozbawionego oddziaływania na jego kształt i położenie pozostałych składowych badanego materiału (materiał podłoża, ewentualnie inne warstwy wchodzące w skład powłoki). Położenia zarejestrowanych refleksów wyznaczone były metodą dopasowania krzywych Gaussa. W metodzie $\sin^2\psi$ do oceny naprężeń preferowane są refleksy zarejestrowane przy wyższych wartościach kąta 2θ z uwagi na większą czułość na odkształcenia i mniejszy błąd uzyskanych rezultatów, co jednak nie zawsze możliwe jest do osiągnięcia w badaniach eksperymentalnych, gdy zbyt mała intensywność pików, wynikająca z tekstury analizowanych powłok, rozległy bądź nieregularny kształt oraz relatywnie mała głębokość wnikania promieniowania rentgenowskiego przy wysokich kątach odbicia uniemożliwiają poprawną i prawidłową ich ocenę.

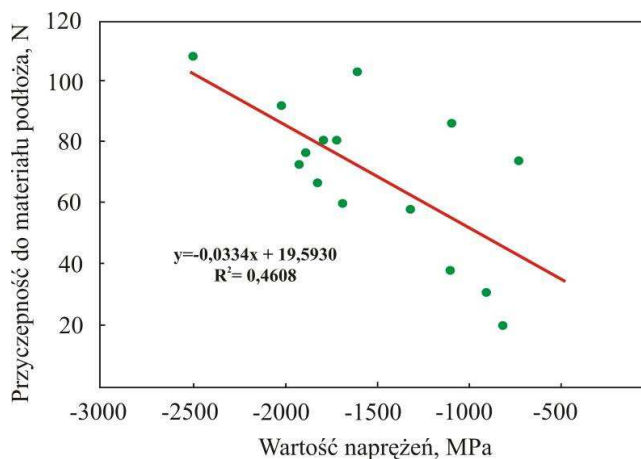
W przypadku badania powłok wielowarstwowych i/lub powłok o składzie fazowym zbliżonym do materiału podłoża zastosowanie takiej geometrii pomiaru nie zawsze gwarantuje uzyskanie poprawnych wyników pomiarów na skutek nakładania się refleksów poszczególnych składników badanych materiałów. Z tego powodu pomiary naprężeń analizowanych powłok przeprowadzono dodatkowo metodą $g\text{-}\sin^2\psi$. Metoda $g\text{-}\sin^2\psi$ określania naprężeń oparta na geometrii stałego kąta padania została zaproponowana przez Van Hackera [101] oraz Quaeqhaegensa i Knuyta [102], a następnie rozwinięta przez Skrzypka. Ostatecznie algorytm do obliczeń naprężeń został zastosowany przez Skrzypka oraz Baczmąńskiego [33, 91, 103]. Metoda $g\text{-}\sin^2\psi$ charakteryzuje się wykorzystaniem wielu linii dyfrakcyjnych od płaszczyzn $\{hkl\}$ w przeciwieństwie do klasycznej metody $\sin^2\psi$, wykorzystującej jedną linię dyfrakcyjną [104]. Główną zaletą metody $g\text{-}\sin^2\psi$ w odniesieniu do klasycznej metody $\sin^2\psi$ pomiaru naprężeń, gdzie mamy do czynienia ze zmienną efektywną głębokością wnikania promieniowania rentgenowskiego w badany materiał, jest prawie stała jej wartość dla ustalonej wartości α_x , która może być zmieniana przez wybór kąta padania lub dobór różnego typu promieniowania. Ponadto, w metodzie tej zmienne refleksy $\{hkl\}$ płaszczyzn krystalograficznych są jednocześnie wykorzystywane w procedurze pomiarowej wyznaczania naprężeń oraz metoda ta może być łatwo zastosowana dla zmiennych geometrii pomiaru [33, 91, 99, 103, 104].

4. Wyniki badań oraz ich dyskusja

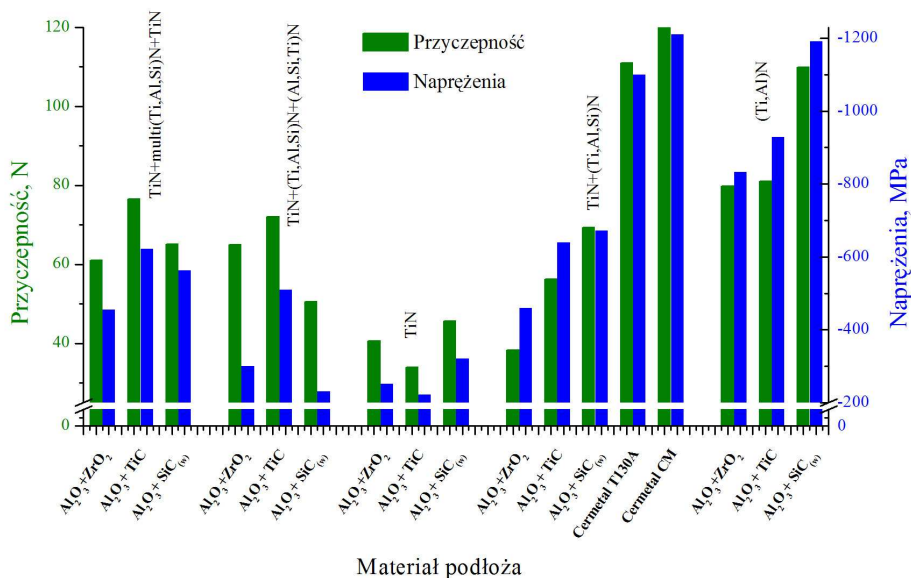
Pomiary naprężeń każdorazowo przeprowadzono na powłoce zewnętrznej i, o ile było to możliwe, w zależności od rodzaju materiału podłoża, własności oraz kombinacji zastosowanych warstw, w powłoce do niej przylegającej, korzystając z jednej lub obu nieniszczących metod pomiaru tej wielkości. Wyniki przeprowadzonych badań makronaprężeń własnych analizowanych powłok (wyznaczonych dla magnetronowego procesu PVD metodą $\sin^2\psi$ oraz metodą $g\text{-sin}\sin^2\psi$ dla łukowego procesu PVD) wskazują na zależności pomiędzy wielkością naprężeń i przyczepnością badanych powłok do podłoża (rys. 36-38). Wartość przyczepności do materiału podłoża od naprężeń występujących w powłokach można opisać zależnością analityczną $y=-0,0334x+19,5930$ (rys. 37) dla magnetronowego procesu PVD oraz $y=-0,0691x+26,3277$ dla procesu łukowego (rys. 39). Oceniając zależność pomiędzy naprężeniami i przyczepnością powłok uzyskanych w magnetronowym oraz łukowym procesie PVD, stwierdzono wysokie współczynniki korelacji, wynoszące odpowiednio $r=0,679$ oraz $r=0,913$. Istotność wykazanych korelacji potwierdzono przy użyciu testu wykorzystującego statystykę t (wzór 3) podlegającą rozkładowi Studenta z liczbą stopni swobody równą $n-2$ na poziomie istotności $\alpha_{\text{stat}}=0,05$ (tabl. 11, zbiorcze zestawienie analiz statystycznych).



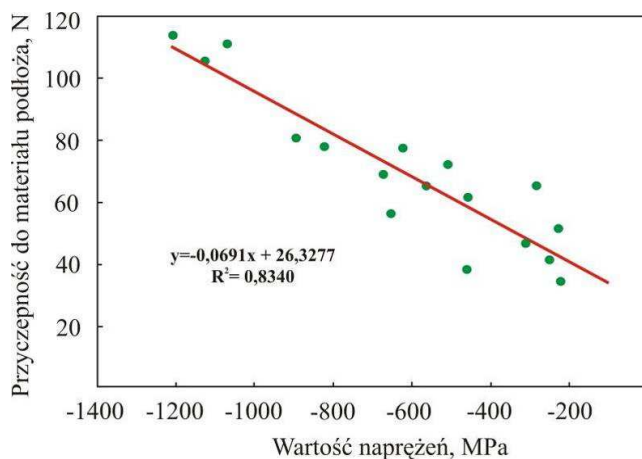
Rysunek 36. Zależność przyczepności i naprężeń od warunków uzyskania powłok w magnetronowym procesie PVD



Rysunek 37. Zależność przyczepności od wartości naprężeń wyznaczonych metodą $\sin^2\psi$ dla powłok uzyskanych w magnetonowym procesie PVD



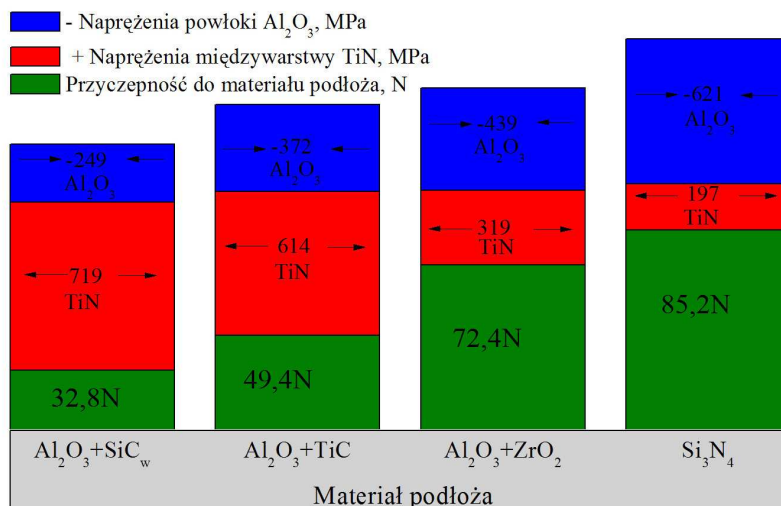
Rysunek 38. Zależność przyczepności i naprężeń od materiału podłoża powłok uzyskanych w lukowym procesie PVD



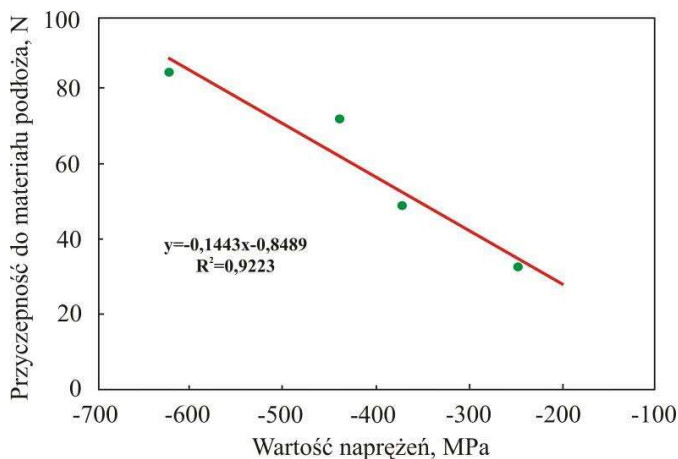
Rysunek 39. Zależność przyczepności od wartości naprężeń wyznaczonych metodą $g\text{-sin } \sin^2\psi$ dla powłok uzyskanych w lukowym procesie PVD

Wyniki przeprowadzonych badań makronaprężeń własnych (określonych metodą $g\text{-sin}^2\psi$) powłok $\text{TiN}+\text{Al}_2\text{O}_3$ uzyskanych w procesie CVD wskazują na zależności pomiędzy wielkością naprężeń powłok i ich przyczepnością do materiału podłoża (rys. 40). Wartość przyczepności do materiału podłoża od naprężeń występujących w powłokach można opisać zależnością analityczną $y=-0,1447x-0,8489$ (rys. 41). Oceniając zależność pomiędzy naprężeniami w warstwie zewnętrznej wykonanej z Al_2O_3 a jej przyczepnością do materiału podłoża stwierdzono wysoką (współczynnik korelacji $r=0,960$) i istotną ($t=4,871$ wobec $t_{\text{kryt}}=4,303$) korelację (tabl. 11).

W zależności od ich wartości naprężenia własne mogą niekorzystnie lub pozytywnie oddziaływać na układ podłoże-powłoka, a co za tym idzie decydować o zastosowaniu wytworzonych narzędzi w późniejszych ich użyciu. Ściskające naprężenia (rys. 42 i 44 – „ujemne” nachylenie prostej uzyskane w czasie pomiarów naprężeń) zwiększają odporność na pękanie oraz do pewnej wartości, uzależnionej od grubości, składu fazowego i chemicznego oraz materiału, na którym zostały uzyskane, minimalizują odpryskiwanie powłoki, zwiększając jej przyczepność do podłoża [91]. Przeciwny typ naprężeń (rys. 43 i 45 – „dodatnie” nachylenie prostej uzyskane w czasie pomiarów naprężeń), czyli naprężenia rozciągające, mogą przyspieszyć zniszczenie powłoki podczas przyłożonego obciążenia zewnętrznego. Bardzo istotnym czynnikiem wpływającym na stan naprężeń wewnętrznych w powłokach



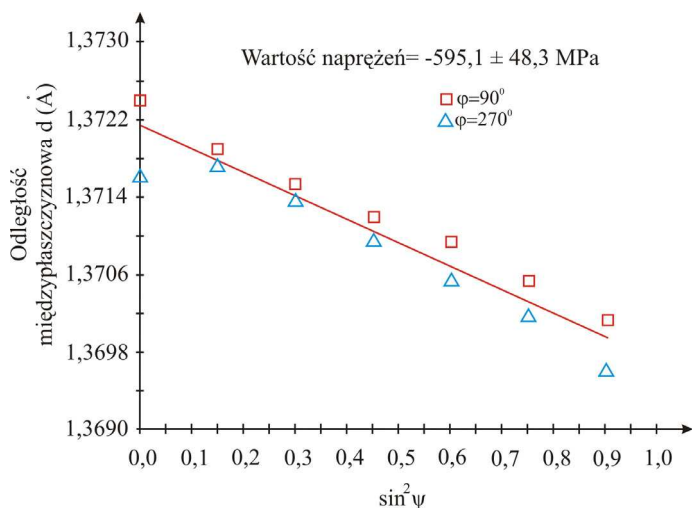
Rysunek 40. Schemat oddziaływania naprężeń określonych metodą $g\text{-sin}^2\psi$ w międzywarstwie pośredniej oraz powloce zewnętrznej na przyczepność powłok $TiN+Al_2O_3$ uzyskanych w procesie CVD w zależności od materiału podłoża



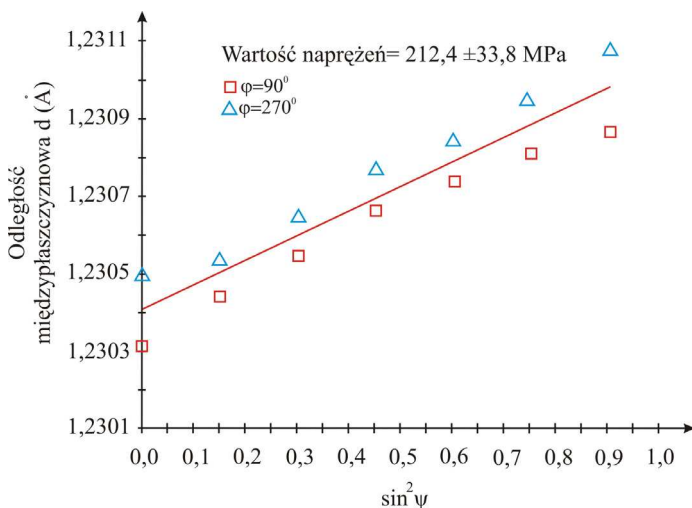
Rysunek 41. Zależność przyczepności od wartości naprężeń określonych w warstwie zewnętrznej metodą $g\text{-sin}^2\psi$ dla powłok $TiN+Al_2O_3$ uzyskanych w procesie CVD

jest struktura, która ściśle jest związana z techniką jej uzyskania, składem chemicznym i fazowym, teksturą, temperaturą procesu oraz rodzajem podłoża, na którym została otrzymana [91, 103]. Ponadto, stwierdzono wzrost wartości naprężeń ze wzrostem grubości powłok, analizując i porównując warstwy o zbliżonym składzie fazowym uzyskane na jednakowym podłożu. Zjawisko to zostało opisane przez Thorntona i Hoffmana w pracy [105]. W teście przyczepności na zarysowanie, naprężenie ścinające w strefie przejściowej jest wywołane oddziaływaniem obciążonego penetratora w kierunku normalnym na układ powłoka – podłoże. Naprężenia spowodowane przez nacisk przesuwającego się penetratora są przekazywane przez powłokę do strefy przejściowej. Grubsze powłoki w tym przypadku wymagają większego obciążenia w celu osiągnięcia tych samych naprężeń tnących w strefie przejściowej między powłoką a materiałem podłoża.

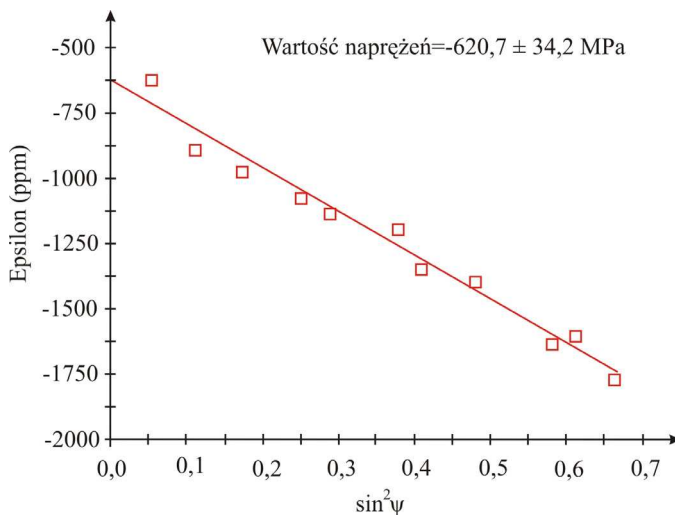
Sheeja w pracy [22] przedstawił zależności: grubości i naprężeń oraz grubości i przyczepności do materiału podłoża diamentopodobnych powłok węglowych, wykazując podobne korelacje. Naniesiona międzywarstwa Ti w przypadku powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD między powierzchnią próbek i powłokami wpływa na relaksację naprężeń w zewnętrznych powłokach $Ti+(Ti,Al)N$, $Ti+(Ti,Al)(C_xN_{1-x})$ uzyskanych przy różnych stężeniach N_2 i CH_4 w komorze pieca próżniowego oraz $Ti+(Ti,Al)C$ w wyniku różnicy pomiędzy wartościami współczynników rozszerzalności cieplnej materiałów powłoki i podłoża, a także ze względu na graniczną rozpuszczalność Fe w Ti. Podobny efekt stwierdzono w przypadku powłok uzyskanych w wysokotemperaturowym procesie CVD oraz łukowym PVD dla międzywarstwy znajdującej się w bezpośrednim położeniu z materiałem podłoża, a świadczą o tym uzyskane rezultaty pomiaru naprężeń powłok $TiN+Al_2O_3$ uzyskanych procesie CVD na podłożu z materiałów ceramicznych (rys. 40). Wpływ oddziaływania międzywarstwy pośredniej na strukturę i własności powłok potwierdzono w pracach innych autorów [21, 23, 106]. Porównując obie techniki pomiaru naprężeń, stwierdzono, że prawidłowy dobór jednej z nich uzależniony jest w głównej mierze od struktury oraz własności badanych materiałów. Dla niewykazujących tekstury powłok złożonych z wielu warstw dających wiele odbić dyfrakcyjnych bardziej wskazana jest metoda $g\text{-sin}^2\psi$, gdzie rezultaty pomiaru naprężeń obarczone są mniejszym błędem, a w niektórych przypadkach są niemożliwe do uzyskania metodą klasyczną. Najlepszym przykładem są uzyskane rezultaty pomiaru naprężeń powłok otrzymanych w wysokotemperaturowym procesie CVD, gdy analizowaną powłoką było Al_2O_3 ,



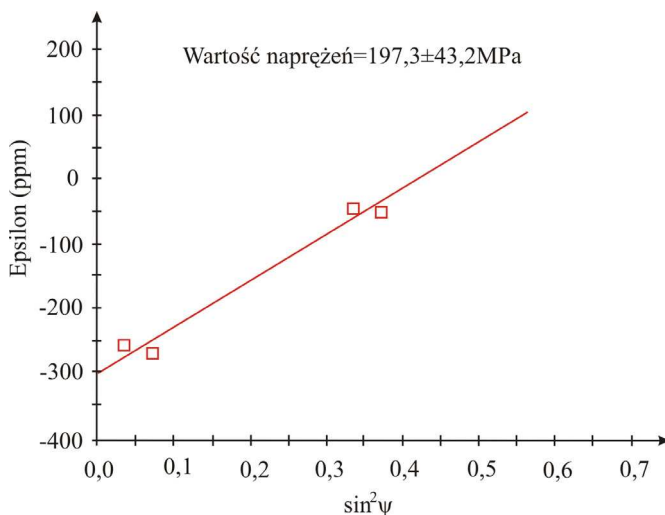
Rysunek 42. Zmiany wartości odległości międzypłaszczyznowej d refleksu (300) warstwy Al_2O_3 w funkcji $\sin^2 \psi$ (pomiar naprężeń metodą $\sin^2 \psi$ dla różnych wartości φ ustawienia próbek względem osi goniometru, powłoka $TiN+Al_2O_3$ uzyskana na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4)



Rysunek 43. Zmiany wartości odległości międzypłaszczyznowej d refleksu (222) warstwy pośredniej TiN w funkcji $\sin^2 \psi$ (pomiar naprężeń metodą $\sin^2 \psi$ dla różnych wartości φ ustawienia próbek względem osi goniometru, powłoka $TiN+Al_2O_3$ uzyskana na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4)



Rysunek 44. Zmiany wartości epsilon (ppm) określającej odkształcenie sieci krystalograficznej warstwy Al_2O_3 w funkcji $\sin^2 \psi$ (pomiar naprężeń metodą $g\text{-}\sin^2 \psi$, powłoka $TiN + Al_2O_3$ uzyskana na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4)



Rysunek 45. Zmiany wartości epsilon (ppm) określającej odkształcenie sieci krystalograficznej warstwy pośredniej TiN w funkcji $\sin^2 \psi$ (pomiar naprężeń metodą $g\text{-}\sin^2 \psi$, powłoka $TiN + Al_2O_3$ uzyskana na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4)

ze względu na brak tekstury i relatywnie dużo odbić dyfrakcyjnych od jednej fazy w odniesieniu do innych powłok. Dla wykazujących silną teksturę powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD wartości naprężeń obarczone mniejszym błędem uzyskano dla pomiarów przeprowadzonych klasyczną metodą $\sin^2\psi$. Analizując powłoki uzyskane w łukowym procesie PVD, z wyjątkiem powłok (Ti,Al)N, gdzie dla obu metod pomiaru uzyskano zbliżone wartości błędu ze względu na nakładanie się refleksów podłoża i analizowanych warstw oraz niewielką ich grubość, bardziej praktyczna w zastosowaniu okazała się technika pomiaru naprężeń w geometrii stałego kąta padania.

Zarówno skład chemiczny i fazowy, warunki i rodzaj procesu oraz materiał podłoża i kombinacja zastosowanych warstw oraz tekstura wpływają na mikrotwardość badanych powłok. W przypadku powłok otrzymanych w magnetronowym procesie PVD w atmosferze zawierającej 100% N₂ oraz 75% N₂ i 25% CH₄ stwierdzono wzrost wartości twardości ze wzrastającym stężeniem Al w określonym zakresie (3%-9%) stężeń tego pierwiastka w powłokach (rys. 46 i 47). Mechanizm oddziaływania Al na strukturę i własności powłok (Ti,Al)N opisano w pracach [107, 108] uzyskując zbliżone rezultaty z prezentowanymi. Dla powłok węglkowych i powłok węgliko-azotkowych uzyskanych w atmosferze zawierającej 75% CH₄ i 25% N₂ stwierdzono wzrost twardości ze wzrostem stężenia węgla oraz węgla i azotu w powłokach przy relatywnie stałym stężeniu Al. Wzrost stężenia węgla w analizowanych powłokach można wiązać z ułatwioną dysocjacją CH₄ w wyższej temperaturze procesu nanoszenia. Ponadto, zaobserwowano wzrost twardości ze wzrostem udziału objętościowego składowej <110> tekstury w analizowanych powłokach. W wyniku przeprowadzonych badań mikrotwardości stwierdzono, że naniesienie na materiały ceramiczne powłok PVD i CVD powoduje wzrost twardości warstwy wierzchniej, zawierającej się w przedziale 2150-3950 HV, czyli nawet o 100% w odniesieniu do twardości podłoża. W przypadku powłok uzyskanych w łukowym procesie PVD najwyższe twardości wykazują warstwy TiN+multi(Ti,Al,Si)N+TiN niezależnie od rodzaju materiału podłoża. Wyraźną korelację pomiędzy naprężeniami i przyczepnością oraz naprężeniami i mikrotwardością stwierdzono w przypadku powłok (Ti,Al)N niewykazujących uprzywilejowanej orientacji wzrostu, uzyskanych na ceramicznych materiałach narzędziowych (rys. 48).

W przypadku powłok CVD wyższą twardością charakteryzują się powłoki z warstwą zewnętrzną Al₂O₃ niż TiN.

4. Wyniki badań oraz ich dyskusja

Tablica 4. Wyniki pomiaru naprężeń powłok uzyskanych w lukowym oraz magnetronowym procesie PVD wykonane metodą $\sin^2\psi$ oraz $g\text{-}\sin^2\psi$

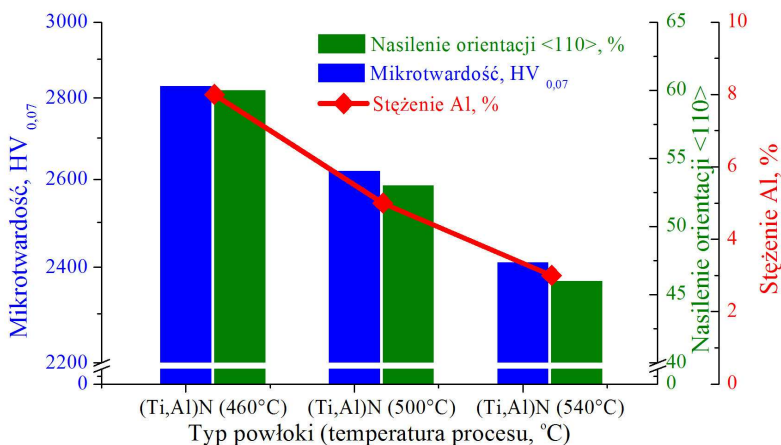
Rodzaj procesu	Material podłoża	Typ powłoki	Grubość powłoki [μm]	Metoda $\sin^2\psi$ [MPa]	Metoda $g\text{-}\sin^2\psi$ [MPa]
PVD lukowy (550°C)	Al ₂ O ₃ +ZrO ₂	TiN+(Ti,Al,Si)N	1,9	-	-461±45
	Al ₂ O ₃ +TiC	TiN+(Ti,Al,Si)N	2,4	-	-651±74
	Al ₂ O ₃ +SiC _(w)	TiN+(Ti,Al,Si)N	2,5	-	-672±62
	Al ₂ O ₃ +ZrO ₂	TiN	1,1	-	-251±56
	Al ₂ O ₃ +TiC	TiN	1,3	-	-221±71
	Al ₂ O ₃ +SiC _(w)	TiN	1,1	-298±46	-311±75
	Al ₂ O ₃ +ZrO ₂	TiN+multi(Ti,Al,Si)N +TiN	2,3	-	-455±54
	Al ₂ O ₃ +TiC	TiN+multi(Ti,Al,Si)N +TiN	2,7	-	-621±63
	Al ₂ O ₃ +SiC _(w)	TiN+multi(Ti,Al,Si)N +TiN	2,8	-	-551±59
	Al ₂ O ₃ +ZrO ₂	(Ti,A)IN	2,2	-791±29	-822±34
	Al ₂ O ₃ +TiC	(Ti,A)IN	2,2	-798±27	-893±29
	Al ₂ O ₃ +SiC _(w)	(Ti,A)IN	2,1	-1144±24	-1128±32
	Al ₂ O ₃ +ZrO ₂	TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N	2,2	-	-284±51
	Al ₂ O ₃ +TiC	TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N	2,2	-	-509±63
	Al ₂ O ₃ +SiC _(w)	TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N	2,5	-	-231±58
	Cermetal T130A	TiN+(Ti,Al,Si)N	4,6	-	-1070±42
Cermetal CM	TiN+(Ti,Al,Si)N	4,5	-	-1211±39	
PVD magnetronowy (100%N ₂ /460°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)N	6,9	-1611±44	-1523±98
PVD magnetronowy (100%N ₂ /500°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)N	3,9	-1093±27	-976±78
PVD magnetronowy (100%N ₂ /540°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)N	3,7	-774±32	-791±81
PVD magnetronowy (75%N ₂ ;25%CH ₄ /460°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	6,6	-1923±37	-2023±84
PVD magnetronowy (75%N ₂ ;25%CH ₄ /500°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	6,4	-1871±31	-1791±67
PVD magnetronowy (75%N ₂ ;25%CH ₄ /540°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	3,8	-1689±29	-1579±77
PVD magnetronowy (50%N ₂ ;50%CH ₄ /460°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	6,8	-1821±79	-
PVD magnetronowy (50%N ₂ ;50%CH ₄ /500°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	7,8	-1321±74	-
PVD magnetronowy (50%N ₂ ;50%CH ₄ /540°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	7,6	-1724±93	-
PVD magnetronowy (25%N ₂ ;75%CH ₄ /460°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	5,8	-841±34	-723±58
PVD magnetronowy (25%N ₂ ;75%CH ₄ /500°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	4,9	-908±27	-891±59
PVD magnetronowy (25%N ₂ ;75%CH ₄ /540°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	5,1	-1102±29	-1012±71
PVD magnetronowy (100%CH ₄ /460°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)C	4	-1789±31	-1890±79
PVD magnetronowy (100%CH ₄ /500°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)C	4,2	-2021±32	-2108±88
PVD magnetronowy (100%CH ₄ /540°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)C	4,6	-2508±44	-2645±77

Tablica 5. Wyniki pomiaru naprężeń powłok uzyskanych w wysokotemperaturowym procesie CVD wykonane metodą $\sin^2 \psi$ oraz $g\text{-}\sin^2 \psi$

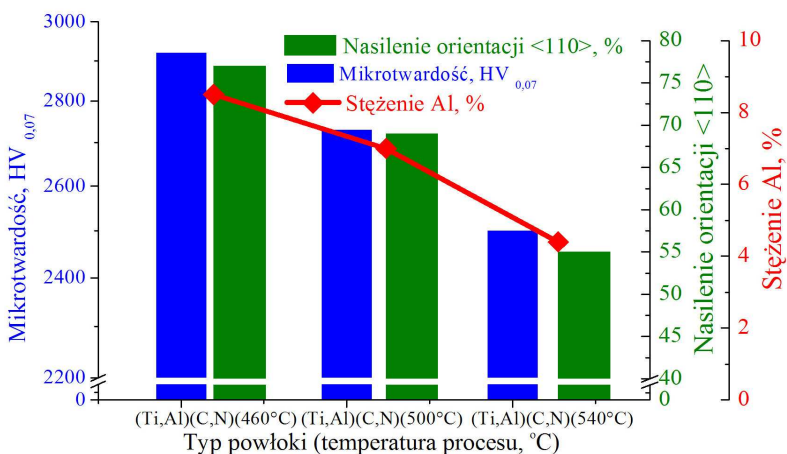
Material podłoża	Typ powłoki (układ warstw)	Grubość powłoki [μm]	Rodzaj powłoki ,z której uzyskano informację (zewnętrzna/ pośrodkowa)	Metoda $\sin^2 \psi$, [MPa]	Metoda $g\text{-}\sin^2 \psi$, [MPa]
Si ₃ N ₄	TiN+Al ₂ O ₃	9,6	Al ₂ O ₃	-595±48	-621±34
			TiN	212±34	197±43
Si ₃ N ₄	TiN+Al ₂ O ₃ +TiN	3,8	TiN	-	-97±43
			Al ₂ O ₃	-99±34	-151±23
Si ₃ N ₄	TiN+Al ₂ O ₃ +TiN+Al ₂ O ₃ +TiN	5,1	TiN	-	-120±32
			Al ₂ O ₃	-	-191±26
Si ₃ N ₄	Al ₂ O ₃ +TiN	2,7	TiN	69±61	-89±59
			Al ₂ O ₃	-105±32	-123±21
Si ₃ N ₄	TiC+TiN	5,4	TiN	-59±29	-49±43
			TiC	-142±33	-129±41
Si ₃ N ₄	Ti(C,N)+TiN	4,2	TiN	-	-89±42
			Ti(C,N)	-	-219±52
Si ₃ N ₄	Ti(C,N)+Al ₂ O ₃ +TiN	9,5	TiN	-	-69±34
			Al ₂ O ₃	-	-108±27
Si ₃ N ₄	Ti(C,N)+Al ₂ O ₃	5,2	Al ₂ O ₃	-452±43	-421±29
			Ti(C,N)	-86±55	-76±33
Al ₂ O ₃ +ZrO ₂	TiN+Al ₂ O ₃	6,4	Al ₂ O ₃	-	-439±27
			TiN	-	319±56
Al ₂ O ₃ +TiC	TiN+Al ₂ O ₃	5,3	Al ₂ O ₃	-	-372±33
			TiN	-	614±52
Al ₂ O ₃ +SiC _(w)	TiN+Al ₂ O ₃	7,3	Al ₂ O ₃	-	-249±29
			TiN	-	719±58

Na podstawie wykonanych badań skrawności stwierdzono, że nanoszenie powłok w procesach PVD i CVD na ceramicznych materiałach narzędziowych powoduje zwiększenie ich odporności na zużycie ściernie, co bezpośrednio wpływa na wydłużenie okresu trwałości ostrza skrawającego. Prezentowane wyniki wskazują, że zmniejszenie szybkości zużycia powierzchni przyłożenia płytek skrawających z naniesionymi powłokami uzależnione jest od ich struktury i topografii powierzchni, składu chemicznego i fazowego, własności mechanicznych oraz materiału podłoża, na którym zostały uzyskane. Otrzymane wyniki badań przedstawiono w postaci wykresów zależności szerokości pasma zużycia na powierzchni przyłożenia VB w funkcji

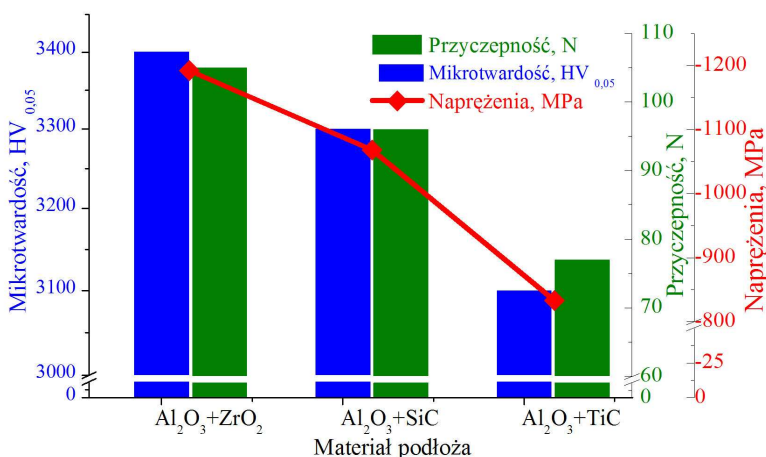
czasu trwania testu przy określonych warunkach realizacji eksperymentu, a uzyskane rezultaty mają charakter porównawczy. Na podstawie technologicznej próby toczenia stwierdzono najwyższą poprawę trwałości ostrza, porównując powłoki $\text{TiN}+\text{Al}_2\text{O}_3$ uzyskane na różnych podłożach oraz powłoki uzyskane na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4 (rys. 49) otrzymane w wysokotemperaturowym procesie CVD, odpowiednio gdy materiałem podłoża była ceramika



Rysunek 46. Korelacja mikrotwardości, tekstury i stężenia Al w powłokach $(\text{Ti,Al})\text{N}$ w zależności od temperatury procesu ich uzyskania (magnetonowy proces PVD)



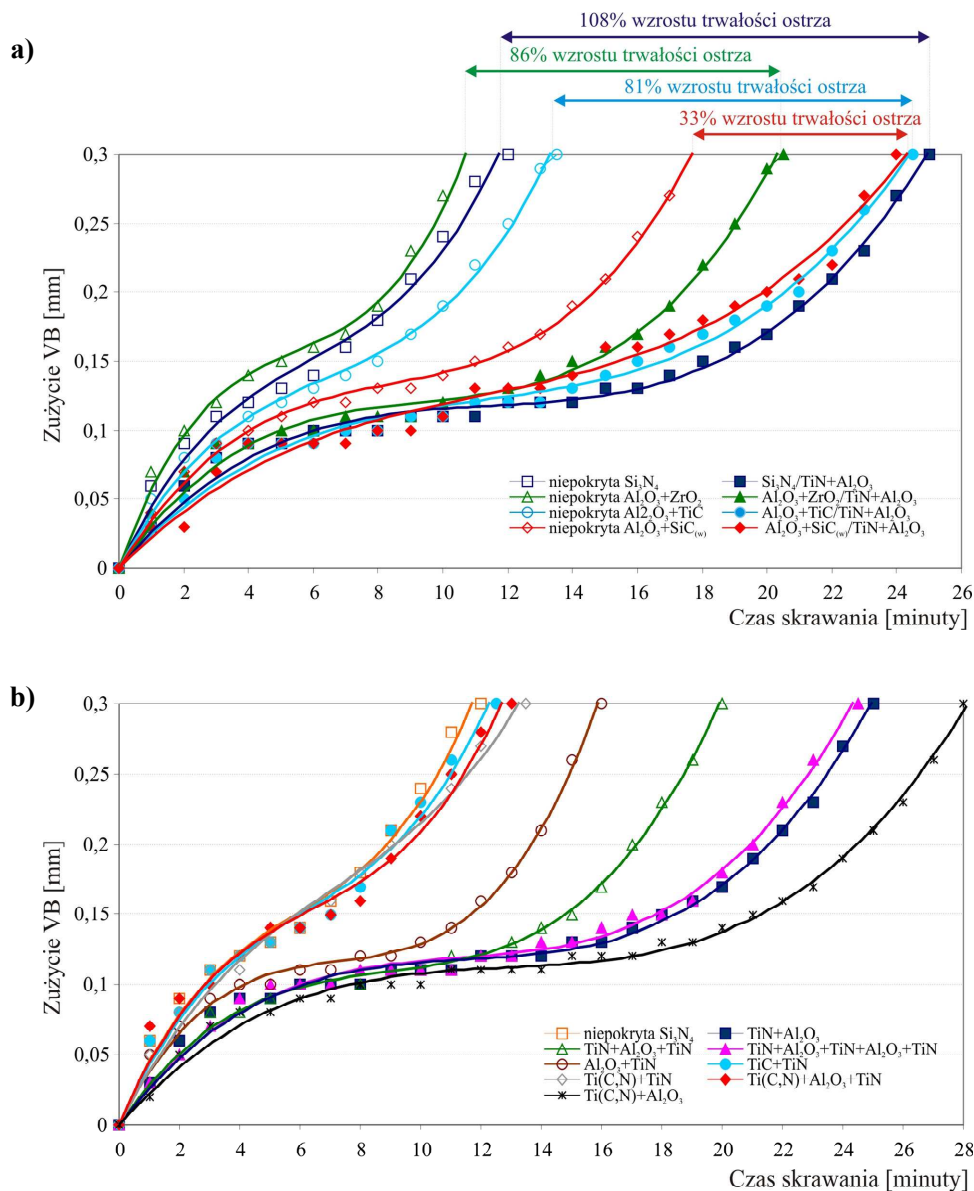
Rysunek 47. Korelacja mikrotwardości, tekstury i stężenia Al w powłokach $(\text{Ti,Al})(\text{C,N})$ w zależności od temperatury procesu ich uzyskania (magnetonowy proces PVD, atmosfera pieca próżniowego – 75% N_2 : 25% CH_4)



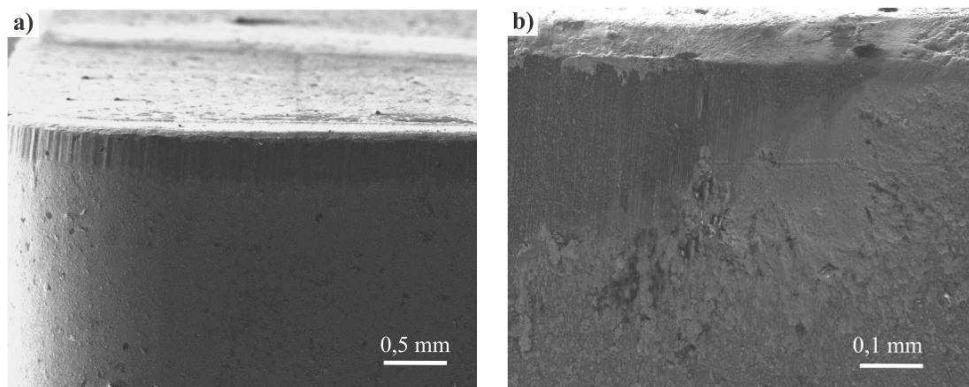
Rysunek 48. Oddziaływanie materiału podłoża na uzyskane rezultaty pomiaru mikrotwardości, przyczepności oraz naprężeń wyznaczonych metodą $g\text{-sin}^2\psi$ powłok (Ti,Al)N uzyskanych w łukowym procesie PVD

narzędziowa Si_3N_4 a powłoką zewnętrzną $\text{Ti}(\text{C},\text{N})+\text{Al}_2\text{O}_3$. Wymienione powłoki charakteryzują się bardzo dobrą przyczepnością do materiału podłoża oraz wysoką mikrotwardością. Wysoka przyczepność analizowanych powłok, określona przez wartość obciążenia L_c odpowiedzialnego za uszkodzenie powłoki, wynosi odpowiednio 85,2 i 68,3 N, a wartość naprężeń ściskających określona metodą $g\text{-sin}^2\psi$ odpowiednio -595 i -421 MPa. W przypadku powłok uzyskanych w łukowym procesie PVD stwierdzono zbliżone korelacje, a najwyższą poprawę trwałości ostrza stwierdzono dla powłoki $\text{TiN}+(\text{Ti},\text{Al},\text{Si})\text{N}$ uzyskanej na podłożu z cermetu T130A. W tabelicy 6 przedstawiono wyniki pomiarów własności mechanicznych oraz eksploatacyjnych powłok uzyskanych w łukowym procesie PVD oraz wysokotemperaturowym CVD. W wyniku analizy metalograficznej, przeprowadzonej w skaningowym mikroskopie elektronowym, stwierdzono, że najczęściej występujące rodzaje uszkodzeń trybologicznych, zidentyfikowane w badanych materiałach, to uszkodzenia mechaniczno-ściernie oraz pęknięcia termiczne powierzchni przyłożenia, powstawanie krateru na powierzchni natarcia oraz narost wióra na krawędzi skrawającej (rys. 50 i 51) [19, 109-111].

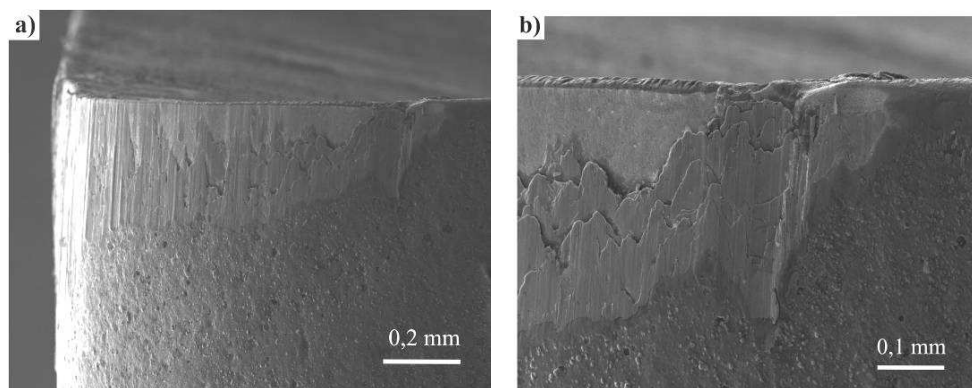
W celu określenia własności użytkowych powłok uzyskanych w magnetonowym procesie PVD wykonano badania erozyjne, których wyniki przedstawiono w tabelicy 7. Wykonane badania wykazały, że odporność erozyjna badanych powłok uzależniona jest w głównej mierze od składu fazowego i chemicznego, mikrotwardości oraz przyczepności do materiału podłoża.



Rysunek 49. Wykresy zależności szerokości pasma zużycia na powierzchni przyłożenia VB od czasu skrawania dla: a) powłok $\text{TiN}+\text{Al}_2\text{O}_3$ uzyskanych w procesie CVD na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4 oraz ceramice narzędziowej $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$, $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}$, $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$, b) powłok uzyskanych w wysokotemperaturowym procesie CVD na podłożu z ceramiki Si_3N_4



Rysunek 50. a) Widok zużycia powierzchni przyłożenia cermetu T130A z naniesioną powłoką $TiN+(Ti,Al,Si)N$ b) szczegół z rysunku a



Rysunek 51. a) Widok zużycia powierzchni przyłożenia ceramiki narzędziowej wykonanej z Al_2O_3+SiC z naniesioną powłoką $TiN+Al_2O_3$ b) szczegół z rysunku a

4. Wyniki badań oraz ich dyskusja

Tablica 6. Wyniki pomiaru własności mechanicznych oraz eksploatacyjnych materiału podłoża oraz powłok uzyskanych w łukowym procesie PVD i wysokotemperaturowym CVD

Materiał podłoża	Typ powłoki	Parametr chropowatości R_a [μm]	Mikro-twardość $HV_{0,05}$	Przyczepność [N]	Własności eksploatacyjne	
					Trwałość ostra T (min)	% wzrostu
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$	TiN+(Ti,Al,Si)N	0,43	2200	38,3	14	27
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$	TiN+(Ti,Al,Si)N	0,37	2530	56,2	18,5	30
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}_{(w)}$	TiN+(Ti,Al,Si)N	0,37	2300	69,4	20	11
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$	TiN	0,41	2300	40,6	12,5	14
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$	TiN	0,21	2400	33,8	13,5	0
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}_{(w)}$	TiN	0,31	2670	45,7	25	39
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$	TiN+multi(Ti,Al,Si)N +TiN	0,37	3700	61,9	14,5	32
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$	TiN+multi(Ti,Al,Si)N +TiN	0,27	3950	76,6	21,5	59
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}_{(w)}$	TiN+multi(Ti,Al,Si)N +TiN	0,39	3800	66,1	28	56
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$	(Ti,Al)N	0,23	3200	78,2	16	45
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$	(Ti,Al)N	0,12	3100	79,6	17	26
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}_{(w)}$	(Ti,Al)N	0,26	3300	104,6	31	72
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$	TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N	0,39	2150	65,3	15	36
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$	TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N	0,24	2950	72,2	19	41
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}_{(w)}$	TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N	0,32	2450	50,6	24	33
Cermetal T130A	TiN+(Ti,Al,Si)N	0,36	3350	111,1	26,5	76
Cermetal CM	TiN+(Ti,Al,Si)N	0,23	3300	114,8	29,5	73
Si_3N_4	TiN+ Al_2O_3	0,45	3250	85,2	25	108
Si_3N_4	TiN+ Al_2O_3 +TiN	0,13	2800	50,4	20	67
Si_3N_4	TiN+ Al_2O_3 +TiN+ Al_2O_3 +TiN	0,52	3050	55,7	24,5	104
Si_3N_4	Al_2O_3 +TiN	0,23	2700	29,1	16	33
Si_3N_4	TiC+TiN	0,25	2050	25,8	12,5	4
Si_3N_4	Ti(C,N)+TiN	0,15	2225	34,1	13,5	13
Si_3N_4	Ti(C,N)+ Al_2O_3 +TiN	0,28	2030	30,8	13	8
Si_3N_4	Ti(C,N)+ Al_2O_3	0,25	3250	68,3	28	133
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$	TiN+ Al_2O_3	0,43	3400	72,4	20,5	86
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$	TiN+ Al_2O_3	0,29	3350	49,4	24,5	81
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}_{(w)}$	TiN+ Al_2O_3	0,44	3100	32,8	24	33
Cermetal T130A	-	0,21	2490	-	15	-
Cermetal CM	-	0,37	2450	-	17	-
Si_3N_4	-	0,08	1870	-	12	-
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$	-	0,21	1850	-	11	-
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$	-	0,09	1970	-	13,5	-
$\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}_{(w)}$	-	0,26	1870	-	18	-

Tablica 7. Wyniki pomiaru własności mechanicznych oraz odporności erozyjnej powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD na podłożu ze spiekanej stali szybkołnącej PM HS6-5-3-8

Warunki procesu	Typ powłoki	Parametr chropowatości R_a [μm]	Mikro-twardość $HV_{0,07}$	Przy-czepność [N]	Własności eksploatacyjne [$\text{s}/\mu\text{m}$]
PVD magnetronowy (100%N ₂ /460°)	Ti+(Ti,Al)N	0,05	2790	104,2	8,9
PVD magnetronowy (100%N ₂ /500°)	Ti+(Ti,Al)N	0,05	2620	87,7	5,4
PVD magnetronowy (100%N ₂ /540°)	Ti+(Ti,Al)N	0,07	2410	72,9	4,9
PVD magnetronowy (75%N ₂ :25%CH ₄ /460°)	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,04	2920	74,2	9,8
PVD magnetronowy (75%N ₂ :25%CH ₄ /500°)	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,05	2730	77,4	8,3
PVD magnetronowy (75%N ₂ :25%CH ₄ /540°)	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,06	2560	61,3	5,7
PVD magnetronowy (50%N ₂ :50%CH ₄ /460°)	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,06	2810	68,2	8,9
PVD magnetronowy (50%N ₂ :50%CH ₄ /500°)	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,08	2320	59,1	2,8
PVD magnetronowy (50%N ₂ :50%CH ₄ /540°)	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,07	2780	81,8	7,4
PVD magnetronowy (25%N ₂ :75%CH ₄ /460°)	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,06	2520	24,5	2,5
PVD magnetronowy (25%N ₂ :75%CH ₄ /500°)	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,08	2610	32,7	4,1
PVD magnetronowy (25%N ₂ :75%CH ₄ /540°)	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,07	2690	39,2	4,4
PVD magnetronowy (100%CH ₄ /460°)	Ti+(Ti,Al)C	0,04	2640	81,4	7,6
PVD magnetronowy (100%CH ₄ /500°)	Ti+(Ti,Al)C	0,07	2980	93,6	7,3
PVD magnetronowy (100%CH ₄ /540°)	Ti+(Ti,Al)C	0,07	3290	109,6	10,8

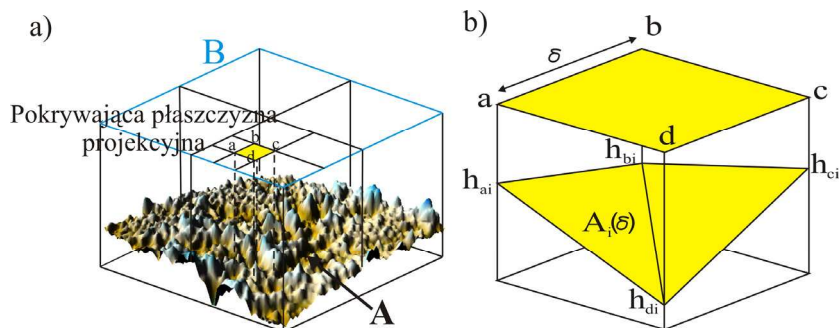
4.3. Analiza fraktalna i multifraktalna badanych powłok

4.3.1. Opracowanie metodyki wyznaczania wymiaru fraktalnego

W niniejszym opracowaniu do wyznaczania wymiaru fraktalnego powierzchni powłok uzyskanych w procesach PVD i CVD zastosowano zmodyfikowaną metodę rzutowego pokrycia (ang. projective covering metod – PCM) [60]. Metoda PCM została opracowana pod koniec ubiegłego wieku i zastosowana do wyznaczania wymiaru fraktalnego powierzchni skał, a następnie wielokrotnie wykorzystywana w badaniach powierzchni różnorodnych materiałów inżynierskich [51-53, 112-120].

W metodzie PCM wymiar fraktalny powierzchni o nieregularnym kształcie wyznaczany jest na podstawie wyników pomiaru wysokości próbki w wybranych punktach pomiarowych. Wymaga się, aby rozmiar analizowanego fragmentu próbki w obu kierunkach był jednakowy. W trakcie analizy wykonywanych jest zazwyczaj 512x512 pomiarów wysokości próbki, gdzie pierwsza liczba stanowi liczbę linii skanowania, natomiast druga jest liczbą punktów pomiarowych w każdej z nich. Odległość między punktami, podobnie jak odległość pomiędzy liniami, jest stała i jednakowa. Liczba punktów i linii pomiarowych może być inna niż 512, jednak ze względu na zastosowany algorytm powinna wynosić 2^n , gdzie n jest liczbą naturalną. Ze względu na schemat wykonywania pomiarów metoda PCM może być bezpośrednio stosowana do analizy wyników otrzymanych przy użyciu mikroskopu AFM.

Na rysunku 52a schematycznie przedstawiono powierzchnię analizowanego fragmentu próbki, oznaczoną symbolem A. Pomocniczo wprowadzono dodatkową powierzchnię, oznaczoną symbolem B, nazywaną powierzchnią projekcyjną. Powierzchnia projekcyjna, w kształcie kwadratu, jest dzielona na dużą liczbę małych kwadratów o jednakowej długości boków. Podział odbywa się w sposób sekwencyjny. W pierwszym kroku (pierwszy etap podziału) cała powierzchnia projekcyjna dzielona jest na cztery (2x2) mniejsze kwadraty. W następnym kroku (drugi etap podziału) każdy z otrzymanych kwadratów jest dzielony na cztery mniejsze części. Procedura powtarzana jest aż do osiągnięcia założonej skali podziału, przy czym liczba etapów podziału wynosi $(n-1)$. W przypadku gdy wykonanych jest 512x512 pomiarów wysokości próbki, liczba kroków podziału wynosi 9. W każdym (poczynając od zerowego) kroku podziału na powierzchni projekcyjnej wyznaczane są punkty, których rzuty na analizowaną powierzchnię są jednocześnie punktami, w których dokonano pomiaru wysokości próbki.



Rysunek 52. Metoda rzutowego pokrycia: a) podział płaszczyzny projekcyjnej B siatką kwadratów wraz z rzutem na analizowaną powierzchnię A oraz b) powiększenie jednego elementu podziału pokrywającej płaszczyzny projekcyjnej wraz z rzutem na fragment analizowanej powierzchni

W wybranym kwadracie, oznaczonym indeksem i , o wierzchołkach $abcd$ (rys 50b), wartości wysokości próbki odpowiadające punktom w narożach kwadratu na powierzchni projekcyjnej wynoszą odpowiednio h_{ai} , h_{bi} , h_{ci} oraz h_{di} . Pole fragmentu próbki, której rzutem jest wybrany kwadrat $abcd$, jest oznaczone symbolem $A_i(\delta)$, gdzie δ jest długością boku kwadratu w danym kroku podziału. Liczba kwadratów $N_K(\delta)$, na którą została podzielona płaszczyzna projekcyjna, zależy od kroku podziału i i wynosi $N_K(\delta) = 2^{2K}$, gdzie K jest numerem kroku podziału płaszczyzny projekcyjnej. Długość boku δ kwadratu utworzonego w wyniku K -tego podziału wynosi $\delta=L/2^K$, gdzie L jest zakresem skanowania.

Całkowite pole powierzchni $A(\delta)$ analizowanego fragmentu próbki może być wyznaczone jako suma powierzchni fragmentów, na które została podzielona:

$$A(\delta) = \sum_{i=1}^{N_K(\delta)} A_i(\delta) \quad (4)$$

Powyższy wzór może być zastosowany w praktyce jedynie wówczas, gdy znana jest postać analityczna funkcji opisującej analizowaną powierzchnię. W ogólnym przypadku możliwe jest jedynie wyznaczenie wartości przybliżonej.

Dla dowolnego zbioru fraktalnego (np. krzywa, powierzchnia) liczba $N(\delta)$ „pudełek” o boku długości δ (w przypadku powierzchni w przestrzeni 3D są to sześciany o boku δ) potrzebna do pokrycia rozważanego zbioru spełnia zależność [54, 121]:

$$N(\delta) \propto \delta^{-D} \quad (5)$$

gdzie D oznacza wymiar fraktalny rozpatrywanego zbioru (D_s dla powierzchni w przestrzeni 3D). Przybliżoną wartość pola powierzchni fraktalnej można wyznaczyć jako iloczyn $N(\delta)$ oraz pola kwadratu o zadanej długości boku (δ^2):

$$A(\delta) = N(\delta)\delta^2 \quad (6)$$

Wykorzystanie zależności (5) we wzorze (6) prowadzi do:

$$A(\delta) \propto \delta^{2-D_s} \quad (7)$$

Z przedstawionej zależności wynika, że:

- Jedynie dla powierzchni, dla których $D_s=2$, możliwe jest wyznaczenie dokładnej (jeżeli znana jest postać analityczna funkcji opisującej jej kształt) lub przybliżonej (jeżeli postać analityczna funkcji nie jest znana) wartości pola powierzchni. W przypadku wyznaczania wartości przybliżonej zwiększenie liczby podziałów (zagęszczenie punktów pomiarowych) powoduje zmniejszenie błędu wyznaczania wartości pola analizowanej powierzchni, która zbliża się asymptotycznie do wartości poprawnej.
- W przypadku powierzchni fraktalnych ($D_s \neq 2$) nie jest możliwe wyznaczenie dokładnej ani przybliżonej wartości pola powierzchni próbki, gdyż wartość $A(\delta)$ systematycznie wzrasta przy każdym kolejnym kroku podziału.
- Zależność (7) umożliwia wyznaczenie wartości wymiaru fraktalnego rozważanej powierzchni.

Zależność (7) można zapisać w postaci równości:

$$A(\delta) = C\delta^{2-D_s} \quad (8)$$

gdzie C jest współczynnikiem proporcjonalności. Po jej obustronnym zlogarytmowaniu otrzymuje się:

$$\ln A(\delta) = \ln(C\delta^{2-D_s}) \quad (9)$$

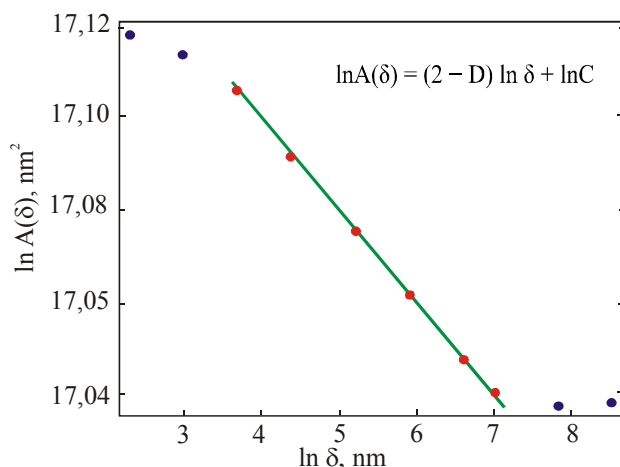
oraz po przekształceniach matematycznych:

$$\ln A(\delta) = (2 - D_s) \ln \delta + \ln C \quad (10)$$

Wzór (10) przedstawia liniową zależność w układzie podwójnie logarytmicznym, w którym oś odciętych określa $\ln \delta$, natomiast oś rzędnych określa $\ln A(\delta)$. W celu wyznaczenia przybliżonej wartości wymiaru fraktalnego, w układzie podwójnie logarytmicznym wyznacza się punkty $(\ln \delta, \ln A(\delta))$ dla przynajmniej kilku wartości długości δ (rys. 53). Następnie otrzymane dane są aproksymowane funkcją liniową. Szukana wartość wymiaru fraktalnego jest wyznaczana na podstawie zależności:

$$D_s = 2 - \beta \quad (11)$$

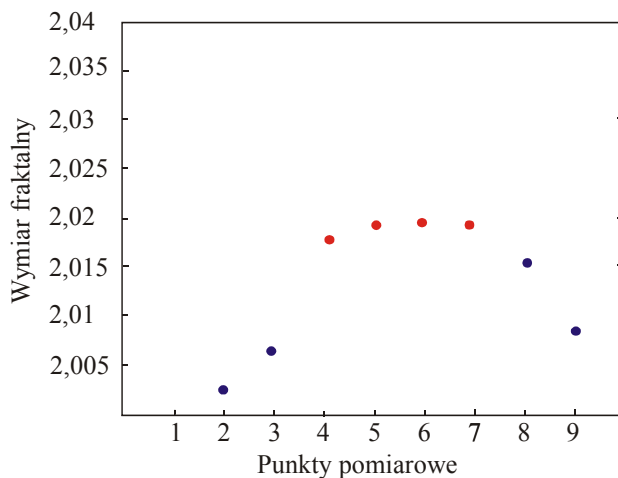
gdzie β równa się współczynnikowi kierunkowemu otrzymanej prostej.



Rysunek 53. Wykres umożliwiający wyznaczenie wartości wymiaru fraktalnego metodą PCM na podstawie zależności $A(\delta) \approx \delta^{2-D_s}$ (powłoka TiN uzyskana w łukowym procesie PVD na podłożu wykonanym z ceramiki narzędziowej z $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$)

W przypadku teoretycznych powierzchni fraktalnych wyznaczone punkty będą leżały dokładnie wzdłuż linii prostej. W przypadku powierzchni rzeczywistych warunek ten zazwyczaj nie jest spełniony i wyznaczona wartość wymiaru fraktalnego zależy od wyboru

punktów, do których dopasowuje się prostą. Z tego względu autor pracy zastosował wykresy pomocnicze, które ułatwiają prawidłowy wybór punktów, na podstawie których wyznacza się wymiar fraktalny (wyznaczenie zakresu samopodobieństwa) (rys. 54). Kolejne n-te punkty na wykresie pomocniczym są wyznaczone jako współczynnik kierunkowy prostej aproksymowanej metodą najmniejszych kwadratów 3 punktów na wykresie bilogarytmicznym, otrzymanych odpowiednio dla (n-2), (n-1) i n kroku podziału płaszczyzny projekcyjnej.



Rysunek 54. Wykres zmian wartości wymiaru fraktalnego wskazujący zakres samopodobieństwa; punkty wybrane do wyznaczenia wartości wymiaru fraktalnego D_s (kolor czerwony) mają zbliżoną, stałą wartość (powłoka TiN uzyskana w łukowym procesie PVD na podłożu wykonanym z ceramiki narzędziowej $Al_2O_3+ZrO_2$)

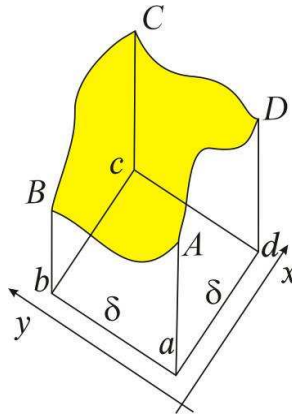
Bardzo istotny, ze względu na uzyskiwane wyniki, jest sposób wyznaczania wartości pola powierzchni fragmentu próbki $A_i(\delta)$, występującej we wzorze (4) (rys. 52). W pracy [60] podano następującą zależność służącą do wyznaczenia tej wielkości:

$$A_i(\delta) = \frac{1}{2}(\sqrt{\delta^2 + (h_{ai} - h_{di})^2} \sqrt{\delta^2 + (h_{di} - h_{ci})^2} + \sqrt{\delta^2 + (h_{ai} - h_{bi})^2} \sqrt{\delta^2 + (h_{bi} - h_{ci})^2}) \quad (12)$$

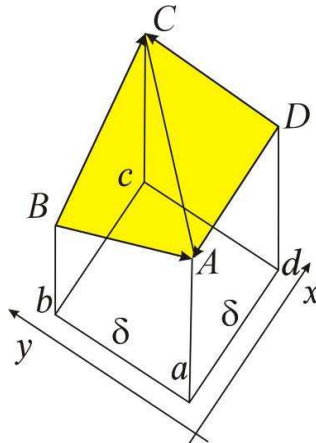
Ponieważ wykorzystanie tego wzoru prowadzi w szczególnych przypadkach do uzyskiwania nieprawidłowych wyników (w wyniku obliczeń wykonywanych dla generowanych komputerowo zestawów danych modelujących powierzchnie o dużej chropowatości otrzymywano zawyżone wartości wymiaru fraktalnego $D_s > 3$), stwierdzono, że nie jest on wystarczająco precyzyjny, co skłoniło autora niniejszego opracowania do jego

zweryfikowania i sformułowania innej zależności do wyznaczenia pola powierzchni fragmentu próbki $A_i(\delta)$.

Pole powierzchni $A_i(\delta)$ wyznaczonej przez dowolną funkcję $h(x,y)$ na kwadracie $abcd$ (tzw. pole płata powierzchniowego) (rys. 55) jest określone całką:



Rysunek 55. Powierzchnia $A_i(\delta)$ określona przez dowolną funkcję $h(x,y)$ na kwadracie o wierzchołkach a,b,c,d



Rysunek 56. Szkic powierzchni $A_i(\delta)$ przedstawiający punkty, w których znana jest wartość funkcji $h(x,y)$

$$P_{abcd} = \iint_{abcd} \sqrt{1 + \left(\frac{\partial h}{\partial x}\right)^2 + \left(\frac{\partial h}{\partial y}\right)^2} dx dy \quad (13)$$

co wymaga znajomości analitycznej postaci funkcji $h(x,y)$, opisującej kształt analizowanej powierzchni. W przypadku gdy z pomiarów AFM znane są jedynie wartości funkcji $h(x,y)$ w czterech narożach rozważanego kwadratu, należy wyprowadzić zależność, która pozwoli wyznaczyć przybliżoną wartość pola powierzchni na podstawie znajomości tylko wartości funkcji w węzłach siatki (punktach a,b,c i d). Na rysunku 56 zaznaczono punkty (A, B, C i D) analizowanego fragmentu powierzchni $A_i(\delta)$, w których znane są wartości funkcji $h(x,y)$, czyli punkty, w których wykonano pomiary wysokości. Punkty te mają następujące współrzędne:

$$A(x, y, h_{ai}), \quad B(x, y + \delta, h_{bi}), \quad C(x + \delta, y + \delta, h_{ci}), \quad D(x + \delta, y, h_{di}) \quad (14)$$

Przyjmując oznaczenia zgodnie z rysunkiem 56, rozpatrywaną powierzchnię można na kwadracie abcd przybliżyć dwoma trójkątami ABC i CDA. Pole trójkąta ABC można wyznaczyć jako pole trójkąta zbudowanego na wektorach BA i BC:

$$P_{ABC} = \frac{1}{2} \left| \vec{BA} \times \vec{BC} \right| = \frac{1}{2} \left| \vec{BA} \right| \left| \vec{BC} \right| \sin \varphi \quad (15)$$

gdzie \times oznacza iloczyn wektorowy, \parallel oznacza długość wektora, a φ jest kątem pomiędzy wektorami BA i BC. Podobnie pole trójkąta CDA można wyznaczyć jako pole trójkąta zbudowanego na wektorach DA i DC:

$$P_{CDA} = \frac{1}{2} \left| \vec{DA} \times \vec{DC} \right| \quad (16)$$

Ponieważ dla dwóch dowolnych wektorów $u = (u_x, u_y, u_z)$ i $v = (v_x, v_y, v_z)$, długość ich iloczynu wektorowego można wyznaczyć ze wzoru:

$$\left| \vec{u} \times \vec{v} \right| = \sqrt{\begin{vmatrix} u_y & u_z \\ v_y & v_z \end{vmatrix}^2 + \begin{vmatrix} u_z & u_x \\ v_z & v_x \end{vmatrix}^2 + \begin{vmatrix} u_x & u_y \\ v_x & v_y \end{vmatrix}^2} \quad (17)$$

więc odpowiednie wektory przyjmują postać:

$$\begin{aligned}\vec{BA} &= (0, -\delta, h_{ai} - h_{bi}), \\ \vec{BC} &= (\delta, 0, h_{ci} - h_{bi}), \\ \vec{DA} &= (-\delta, 0, h_{ai} - h_{di}), \\ \vec{DC} &= (0, \delta, h_{ci} - h_{di}).\end{aligned}\tag{18}$$

Korzystając ponownie z definicji iloczynu wektorowego (zależność 16), otrzymuje się:

$$\left| \vec{BA} \times \vec{BC} \right| = \delta \sqrt{\delta^2 + (h_{ai} - h_{bi})^2 + (h_{ci} - h_{bi})^2}\tag{19}$$

$$\left| \vec{DA} \times \vec{DC} \right| = \delta \sqrt{\delta^2 + (h_{ai} - h_{di})^2 + (h_{ci} - h_{di})^2}\tag{20}$$

Sumując pola trójkątów ABC i CDA, otrzymano odmienny niż podany w pracy [60] wzór na przybliżoną wartości pola $A_i(\delta)$ fragmentu rozważanej powierzchni:

$$A_i(\delta) = \frac{1}{2} \delta (\sqrt{\delta^2 + (h_{ai} - h_{bi})^2 + (h_{ci} - h_{bi})^2} + \sqrt{\delta^2 + (h_{ai} - h_{di})^2 + (h_{ci} - h_{di})^2})\tag{21}$$

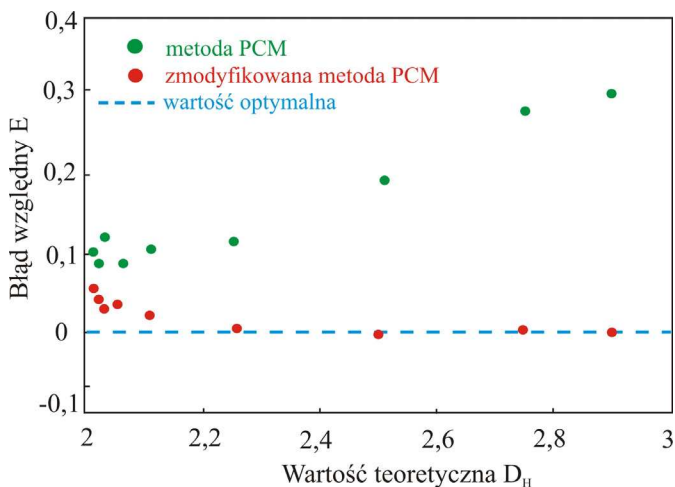
który następnie wykorzystano w obliczeniach i dalszej części pracy.

Poprawność wyprowadzonego wzoru (21), określającego wartość pola $A_i(\delta)$ powierzchni o nieregularnym kształcie, oraz zmodyfikowanej metody PCM wyznaczania wymiaru fraktalnego została przetestowana przy użyciu zestawów danych modelujących powierzchnie o dowolnie wybranej, zadanej wartości wymiaru fraktalnego D_H i szczegółowo omówiona w pracy własnej [55]. W tym celu wygenerowano po dziewięć zestawów danych o ułamkowych wartościach wymiaru fraktalnego, zmieniających się w zakresie od $D_H = 2,01$ do 2,9, wykorzystując trzy różne algorytmy: dwie wersje algorytmu losowego przemieszczania środka oraz algorytm Falconera. Nie zaobserwowano istotnych różnic pomiędzy wynikami uzyskanymi z użyciem obu algorytmów modelowania powierzchni. Dla wszystkich zastosowanych algorytmów generowania powierzchni przy użyciu zmodyfikowanej metody PCM uzyskano wartości wymiaru fraktalnego w zakresie [2,3), podczas gdy wykorzystując dotychczas stosowaną metodę często uzyskiwano błędne wartości $D_s > 3$, zwłaszcza w przypadku $D_H > 2,5$. Na podstawie uzyskanych rezultatów

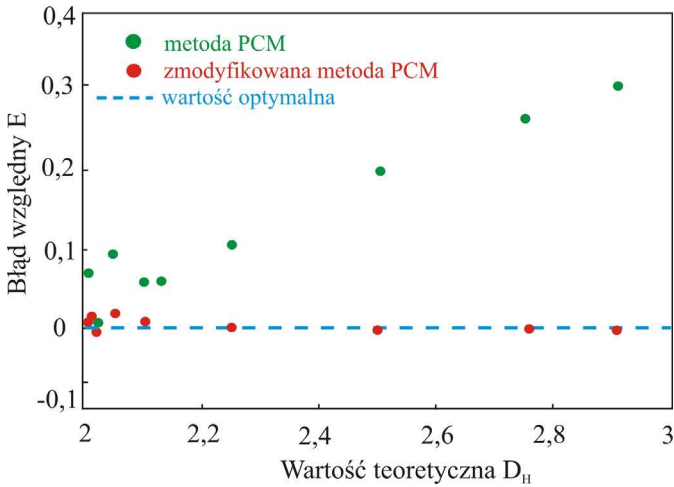
stwierdzono, że wykorzystanie w metodzie PCM zmodyfikowanego wzoru na pole powierzchni o nieregularnym kształcie daje wyniki bardziej zbliżone do teoretycznych niż obliczenia oparte na zależności (12). Różnice pomiędzy wynikami otrzymywanymi dotychczas stosowaną i nową metodą są szczególnie istotne w przypadku powierzchni o silnie rozwiniętej nieregularnej powierzchni ($D_H > 2,2$). Powyższe spostrzeżenia potwierdzają także uzyskane wartości sumy błędów względnych otrzymanych w obliczeniach wykorzystujących oba wzory. Błąd względny określono zależnością:

$$E = \frac{|D_s - D_H|}{D_H} \quad (22)$$

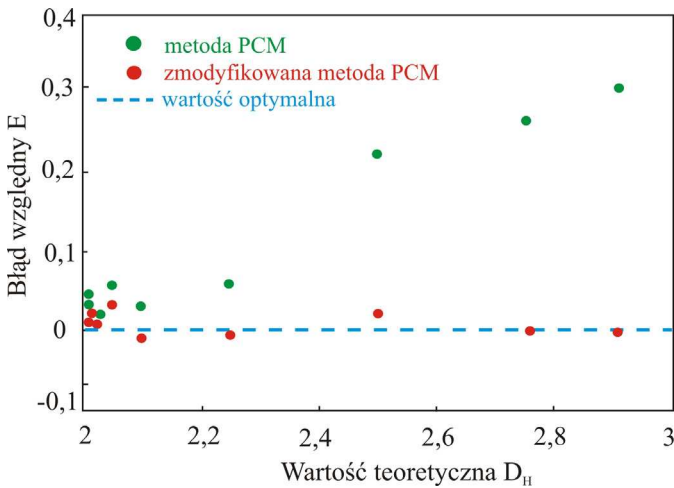
gdzie D_s oznacza obliczoną wartość wymiaru fraktalnego, natomiast D_H oznacza teoretyczną wartość wymiaru fraktalnego, odpowiadającą rozważanej powierzchni (rys. 57-59).



Rysunek 57. Porównanie wartości błędów względnych E wyznaczania wymiaru fraktalnego otrzymanych metodą PCM i zmodyfikowaną metodą PCM dla zestawów danych modelujących powierzchnie o różnych wartościach wymiaru fraktalnego, uzyskanych przy użyciu algorytmu losowego przemieszczania środka (wersja Peitgena i Sautera)



Rysunek 58. Porównanie wartości błędów względnych E wyznaczania wymiaru fraktalnego otrzymanych metodą PCM i zmodyfikowaną metodą PCM dla zestawów danych modelujących powierzchnie o różnych wartościach wymiaru fraktalnego, uzyskanych przy użyciu algorytmu losowego przemieszczania środka (wersja Martyna)



Rysunek 59. Porównanie wartości błędów względnych E wyznaczania wymiaru fraktalnego otrzymanych metodą PCM i zmodyfikowaną metodą PCM dla zestawów danych modelujących powierzchnie o różnych wartościach wymiaru fraktalnego, uzyskanych przy użyciu algorytmu Falconera

4.3.2. Opracowanie metodyki wyznaczania widma multifraktałnego

W dalszej części opracowania szczegółowo przedstawiono metodykę multifraktałnego opisu topografii powierzchni, w postaci umożliwiającej wykorzystanie do analizy danych uzyskiwanych w trakcie badań z wykorzystaniem mikroskopu AFM. Rozważania związane z metodyką multifraktałnego opisu topografii powierzchni w zasadniczej części są oparte na pracy Xie [60]. Podobnie jak w przypadku wyznaczania wymiaru fraktałnego metodą PCM autor zmodyfikował sposób wyznaczania pola $A_i(\delta)$ powierzchni o nieregularnym kształcie [55].

Rezultaty analizy multifraktałnej zazwyczaj przedstawia się w postaci widma multifraktałnego. W celu jego wyznaczenia dla zestawu danych pomiarowych otrzymanych dla danej powierzchni wprowadza się pomocniczą powierzchnię projekcyjną oraz dokonuje sekwencyjnego podziału analizowanej powierzchni na mniejsze fragmenty, których rzutami na powierzchnię projekcyjną są kwadraty o boku δ , w sposób właściwy dla metody PCM wyznaczania powierzchniowego wymiaru fraktałnego. Następnie definiowana jest miara każdego fragmentu powierzchni (prawdopodobieństwo związane z każdym fragmentem powierzchni):

$$P_i(\delta) = \frac{A_i(\delta)}{A(\delta)} \quad (23)$$

Z każdym fragmentem powierzchni związany jest również wskaźnik osobliwości α_i (zwany także wskaźnikiem osobliwości Höldera):

$$P_i(\delta) \propto \delta^{\alpha_i} \quad (24)$$

Zależność (24) jest podobna do zależności (7), a zasadnicza różnica polega na tym, że we wzorze (24) skalowaniu podlega nie wielkość powierzchni, ale prawdopodobieństwo związane z każdym jej fragmentem. Następnie analizowana powierzchnia jest dzielona na podzbiory, przy czym w każdym z nich fragmenty powstałe w wyniku podziału mają inną wartość wskaźnika osobliwości α_i . Jeżeli $N_\alpha(\delta)$ oznacza liczbę fragmentów powierzchni $A_i(\delta)$, którym odpowiada wskaźnik osobliwości zawarty pomiędzy α i $\alpha + d\alpha$, to wówczas można zdefiniować funkcję $f(\alpha)$, zwaną widmem multifraktałnym, jako wymiar fraktałny zbioru fragmentów

powierzchni, mających wskaźnik osobliwości α . Liczba wybranych fragmentów powierzchni opisywana jest wówczas zależnością:

$$N_{\alpha}(\delta) \approx \delta^{-f(\alpha)} \quad (25)$$

W następnej kolejności określana jest nowa funkcja, zwana funkcją podziału:

$$Z_q(\delta) = \sum_{i=1}^{N(\delta)} (P_i(\delta))^q, \quad q \in R \quad (26)$$

Korzystając z tej zależności można zdefiniować uogólniony wymiar fraktalny $D(q)$ w następujący sposób:

$$D(q) = \frac{1}{q-1} \lim_{\delta \rightarrow 0} \frac{\log Z_q(\delta)}{\log \delta} = \frac{1}{q-1} \lim_{\delta \rightarrow 0} \frac{\log \sum_{i=1}^{N(\delta)} (P_i(\delta))^q}{\log \delta} \quad (27)$$

Dla funkcji podziału $Z_q(\delta)$ prawdziwa jest zależność:

$$Z_q(\delta) \approx \delta q^{\alpha(q)-f(\alpha(q))} \quad (28)$$

Po wprowadzeniu pomocniczej funkcji $\tau(q)$:

$$\tau(q) = q\alpha(q) - f(\alpha(q)) \quad (29)$$

poprzednią zależność można zapisać w postaci:

$$Z_q(\delta) \approx \delta^{\tau(q)} \quad (30)$$

Różniczkując zależność (29), otrzymuje się:

$$\frac{d}{dq} \tau(q) = \alpha(q) \quad (31)$$

Zależność (29) nazywana jest transformacją Legendre'a. Wykorzystując zależności (28), (29) i (30) można wyznaczyć związek pomiędzy funkcją pomocniczą $\tau(q)$ i uogólnionym wymiarem fraktalnym $D(q)$ [122]:

$$\tau(q) = (q - 1)D(q) \quad (32)$$

Kolejny etap wymaga skonstruowania jednoparametrowej rodziny unormowanych miar $\mu(q)$, gdzie dla zadanej wartości wykładnika q miara (prawdopodobieństwo) przypisana i -temu fragmentowi, którego rzutem jest kwadrat o boku δ , jest określona następująco [123-124]:

$$\mu_i(q, \delta) = \frac{(P_i(\delta))^2}{\sum_{i=1}^{N(\delta)} (P_i(\delta))^q} = \frac{(P_i(\delta))^q}{Z_q(\delta)} \quad (33)$$

Korzystając z (27) i (32), można napisać:

$$\tau(q) = \lim_{\delta \rightarrow 0} \frac{\log Z_q(\delta)}{\log(\delta)} = \lim_{\delta \rightarrow 0} \frac{\log \sum_{i=1}^{N(\delta)} (P_i(\delta))^q}{\log \delta} \quad (34)$$

Wykorzystując relację (31) oraz zdefiniowaną powyżej miarę, otrzymuje się wzór na wskaźnik osobliwości α , w postaci:

$$\alpha(q) = \lim_{\delta \rightarrow 0} \frac{\sum_{i=1}^{N(\delta)} (\mu_i(q, \delta) \log P_i(\delta))}{\log \delta} \quad (35)$$

Podobną zależność można wyprowadzić dla widma multifraktalnego $f(\alpha)$ [123]:

$$f(q) = \lim_{\delta \rightarrow 0} \frac{\sum_i^{N(\delta)} (\mu_i(q, \delta) \log \mu_i(q, \delta))}{\log \delta} \quad (36)$$

Zależność (27) pozwala wyznaczyć uogólniony wymiar fraktalny dla wykładników $q \neq 1$.

Przyjmując $D(1) = \lim_{q \rightarrow 1} D(q)$, otrzymuje się równość:

$$D(1) = \alpha(1) = f(\alpha(1)) \quad (37)$$

Opierając się na podanych zależnościach można napisać algorytmy pozwalające wyznaczyć widmo multifraktalne $f(\alpha)$ (jako zależność parametryczną, w której parametrem jest wykładnik q) oraz wymiar uogólniony $D(q)$. W pracy [55] przedstawiono algorytm metody momentów [125] oraz algorytm Chhabr'ego-Jensena [123, 124] i wykazano, że nie ma

istotnych różnic pomiędzy wynikami otrzymanymi przy ich wykorzystaniu. Wyniki prezentowane w dalszej części publikacji uzyskano przy użyciu algorytmu Chhabr'ego-Jensena, którego kolejne kroki są następujące:

1. Ustalenie wartości wykładnika q_k , $k = 1, 2, \dots, n_q$, oraz długości boków kwadratów powstałych w wyniku podziału powierzchni projekcyjnej δ_j , $j = 1, 2, \dots, n_\delta$.
2. Utworzenie pokrycia dziedziny powierzchni (nośnika miary) kwadratami o boku δ_j , dla $j = 1, 2, \dots, n_\delta$, a następnie dla każdego fragmentu wyznaczenie wartości miary $P_i(\delta_j)$ (zależność 23).
3. Wyznaczenie dla każdego fragmentu wartości unormowanej miary $\mu_i(q_k, \delta_j)$ dla zadanych wartości δ_j i zadanych wykładników q_k (zależność 33).
4. Wyznaczenie wartości wskaźnika osobliwości $\alpha(q_k)$, dla zadanych wartości wykładników q_k , jako współczynników kierunkowych prostych aproksymujących wykresy zależności

$$\sum_{i=1}^{N(\delta)} (u_i(q_k, \delta) \log(P_i(\delta))) \quad (38)$$

od $\log \delta$ (jest to konsekwencją zależności 35).

5. Wartości widma multifraktalnego $f(q_k)$, dla zadanych wartości wykładników q_k , są wyznaczone jako współczynniki kierunkowe prostych aproksymujących wykresy zależności:

$$\sum_{i=1}^{N(\delta)} (u_i(q_k, \delta) \log u_i(q_k, \delta)) \quad (39)$$

od $\log \delta$ (jest to konsekwencją zależności 36).

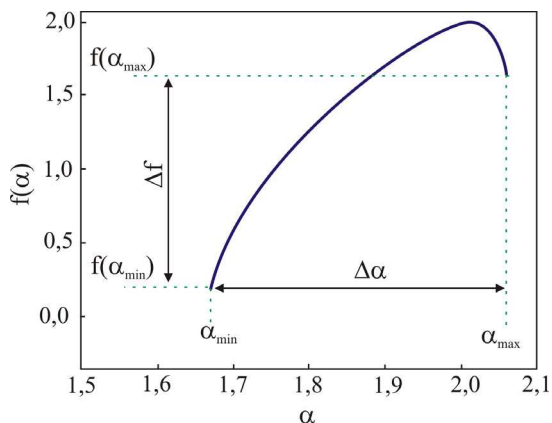
6. Wartości uogólnionego wymiaru fraktalnego $D(q_k)$, dla zadanych wartości wykładników q_k , $q_k \neq 1$, są wyznaczone jako iloraz współczynnika kierunkowego prostej aproksymującej wykres zależności

$$\log \sum_{i=1}^{N(\delta)} (P_i(\delta))^{q_k} \quad (40)$$

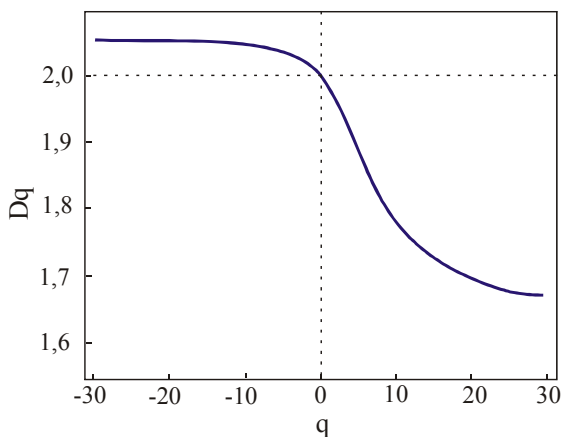
od $\log \delta$ i dwumianu $q - 1$ (jest to konsekwencją zależności 27). Natomiast dla $q_k = 1$ przyjmujemy $D(1) = \alpha(1)$ (relacja 37).

W wyniku zastosowania przedstawionego wcześniej algorytmu otrzymuje się dwa równoważne wykresy – widmo multifraktalne $f(\alpha)$ (rys. 60) oraz spektrum $D(q)$ (uogólniony wymiar fraktalny) (rys. 61). Analiza kształtu funkcji przedstawionych na tych wykresach pozwala analizować cechy geometryczne badanych powierzchni oraz porównywać między sobą różne pod względem kształtu powierzchni.

Mając na uwadze fakt, że wykresy są równoważne, w dalszej części opracowania zdecydowano stosować jedynie pierwszy sposób prezentacji wyników.



Rysunek 60. Przykładowe widmo multifraktalne $f(\alpha)$



Rysunek 61. Przykładowe spektrum $D(q)$

Na rysunku 60 przedstawiono przykładowy widok widma multifraktalnego, które ma kształt krzywej dzwonowej. Najważniejszymi wielkościami charakteryzującymi jego kształt są: szerokość widma $\Delta\alpha$ i różnica wysokości jego ramion Δf . Szerokość widma $\Delta\alpha$ jest wyznaczana jako:

$$\Delta\alpha = \alpha_{\max} - \alpha_{\min} \quad (41)$$

podczas gdy różnica wysokości jego ramion Δf jest zdefiniowana następująco:

$$\Delta f = f(\alpha_{\min}) - f(\alpha_{\max}) \quad (42)$$

Przekształcenie zależności (23) i (24) do postaci:

$$\alpha_i = \frac{\ln A_i(\delta)}{\ln(\delta)} - \frac{\ln A(\delta)}{\ln(\delta)} - \frac{\ln C}{\ln(\delta)} \quad (43)$$

gdzie C jest stałą proporcjonalności, ułatwia zrozumienie informacji zawartych w kształcie widma multifraktalnego. Biorąc pod uwagę zależność (7), składnik $\frac{\ln A(\delta)}{\ln(\delta)}$ może być

interpretowany (z dokładnością do stałej, równej 2) jako powierzchniowy wymiar fraktalny analizowanej powierzchni D_s , natomiast składnik $\frac{\ln A_i(\delta)}{\ln(\delta)}$ może być interpretowany jako

wymiar fraktalny w i-tym punkcie (D_i). Powierzchniowy wymiar fraktalny D_s jest wartością stałą na analizowanej powierzchni, zawartą w przedziale [2,3). Wartość $D_s = 2$ odpowiada np. powierzchni płaskiej. Wartość $D_s = 3$ mogłaby odpowiadać abstrakcyjnej „nieskończenie chropowatej” powierzchni, jednak wymiar fraktalny rzeczywistych analizowanych obiektów jest zawsze niższy. Wymiar fraktalny D_i w ogólnym przypadku nie jest wartością stałą i zmienia się w zależności od wyboru punktu, w którym jest wyznaczany. Wartości D_i zawierają się teoretycznie w przedziale [2,3), natomiast w praktyce zakres ten jest węższy.

Na podstawie przedstawionych rozważań można stwierdzić:

- W przypadku obiektów monofrakalnych widmo redukuje się do pojedynczego punktu. Dla takich powierzchni w każdym punkcie wartość wymiaru D_i jest stała i równa D_s . Również różnica pomiędzy nimi jest stała (z dokładnością do stałej) i α_i przyjmuje tylko jedną wartość. Przykładem, który może stanowić przybliżenie powierzchni monofraktalnej, jest powierzchnia bardzo gładka, czyli taka, dla której różnica wysokości

poszczególnych punktów powierzchni są zanedbywalnie małe (dużo mniejsze niż odległość pomiędzy punktami, w których wykonywane są pomiary i/lub mniejsze od rozdzielczości urządzenia pomiarowego). Wymiar fraktalny takiej powierzchni wynosi 2, natomiast widmo multifraktalne redukuje się do pojedynczego punktu.

- Szerokość widma multifraktalnego świadczy o występowaniu obszarów o różnej wartości wymiaru fraktalnego. Dla jednorodnej powierzchni wartości wymiaru w poszczególnych fragmentach zmieniają się w wąskim zakresie, co widoczne jest w postaci wąskiego zakresu zmienności α_i . W przypadku powierzchni, której topografia jest zróżnicowana (zawierająca fragmenty zarówno o małej, jak i dużej różnicy maksymalnej i minimalnej wysokości pomiędzy punktami występującymi na analizowanej powierzchni), wartości wymiaru w poszczególnych fragmentach są zróżnicowane, co widoczne jest w szerokim zakresie zmienności α_i .
- Uwzględniając zależność (43) oraz mając na uwadze, że dla dowolnej powierzchni D_s jest wartością stałą oraz większą lub równą 2, α_i przyjmuje wartość maksymalną (α_{max}), gdy lokalny wymiar fraktalny (D_i) przyjmuje wartość minimalną (wynoszącą 2, co odpowiada obszarom płaskim). Na tej podstawie można przyjąć, że prawe ramię widma multifraktalnego odpowiada obszarom płaskim, charakterystycznym dla dużych powierzchni wypukłych lub wklęsłych.
- Analogicznie α_i przyjmuje wartość minimalną (α_{min}), jeśli lokalny wymiar fraktalny (D_i) przyjmuje wartość maksymalną. Na tej podstawie można przyjąć, że lewe ramię widma multifraktalnego odpowiada obszarom silnie nieregularnym, charakterystycznym dla powierzchni zawierających drobne nierówności, opisywanych przez wysoką wartość wymiaru.

Bezpośrednio z zależności (25) wynika, że parametry $f(\alpha_{max})$ i $f(\alpha_{min})$ odzwierciedlają liczbę fragmentów powierzchni związanych z maksymalnym ($N_{Pmax}(\delta) = N_{amin} \sim \delta^{-f(\alpha_{min})}$) i minimalnym ($N_{Pmin}(\delta) = N_{amax} \sim \delta^{-f(\alpha_{max})}$) prawdopodobieństwem. Wartość $\Delta f = f(\alpha_{min}) - f(\alpha_{max})$ jest miarą stosunku liczby fragmentów powierzchni z najwyższym prawdopodobieństwem (duże nierówności) do liczby fragmentów powierzchni z najniższym prawdopodobieństwem (drobne, gęsto upakowane nierówności) ($N_{Pmax}(\delta)/N_{Pmin}(\delta) = \delta^{-\Delta f}$). Jeśli wartość $\Delta f > 0$, to analizowana powierzchnia jest zdominowana przez obszary opisywane przez wysoką wartość prawdopodobieństwa, jeśli natomiast $\Delta f < 0$, to dominują obszary opisywane przez niską jego wartość [126, 127].

4.3.3. Wyniki analizy fraktalnej i multifraktalnej badanych powłok

Analizę fraktalną i multifraktalną badanych powłok uzyskanych w magnetronowym oraz łukowym procesie PVD oraz wysokotemperaturowym CVD przeprowadzono na podstawie rezultatów uzyskanych przy użyciu mikroskopu AFM. Wstępne pomiary wykonywano w zakresach pomiarowych wynoszących 1, 2, 5 i 10 μm , jednak nie wszystkie analizy potwierdziły fraktalne własności badanych powłok. Przykładowo, dla zakresu pomiarowego wynoszącego 10 μm dla powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD wyznaczona wartość wymiaru fraktalnego wynosi 2. Podobny efekt występuje dla zakresu pomiarowego wynoszącego 2 μm , a zwłaszcza 1 μm w przypadku próbek, na powierzchni których stwierdzono duże ziarna (powłoki uzyskane w wysokotemperaturowym procesie CVD), gdzie przy zastosowaniu odpowiednio dużych powiększeń analizowane fragmenty próbki są powierzchniami płaskimi (punkty na wykresie bilogarytmicznym ułożone poziomo, $D_s = 2$). Wyniki badań własnych, które autor przedstawił w pracach [51, 53, 128, 129], pozwalają stwierdzić, że ze względu na możliwość porównywania rezultatów uzyskanych dla powłok otrzymywanych we wszystkich trzech procesach nanoszenia, odpowiedni zakres skanowania wynosi 5 μm .

Trójwymiarowe obrazy topografii powierzchni powłok otrzymane na podstawie danych z pomiarów wykonanych przy użyciu mikroskopu AFM stanowią cenne źródło informacji na temat kształtu powierzchni, jednak ich interpretacja i porównywanie są trudne, subiektywne i często prowadzi do fałszywych wniosków. Wygląd tych wykresów w znacznym stopniu zależy od sposobu ich prezentacji (zastosowanych barw i ich intensywności, perspektywy itp.) oraz użytej skali w osi z. Jednocześnie zastosowanie zasady, że dla wszystkich porównywanych próbek na osi z występuje ta sama jednostka, zwłaszcza jednostka równa jednostce występującej na osiach x i y, sprawia, że wykresy stają się nieczytelne. Z tego względu obrazy topografii powierzchni powłoki otrzymane na podstawie danych z pomiarów wykonanych przy użyciu mikroskopu AFM mogą jedynie dawać wyobrażenie na temat kształtu powierzchni, ale nie powinny być wykorzystywane w bardziej zaawansowanych analizach.

Wykonanie pomiarów przy użyciu mikroskopu AFM i uzyskanie cyfrowego zapisu topografii analizowanych powierzchni stworzyło możliwość wyznaczenia dwuwymiarowego parametru chropowatości R_{2D} , który w porównaniu do klasycznych wielkości wyznaczanych wzdłuż jednego odcinka, umożliwia uzyskanie wartości bardziej reprezentatywnych. Chropowatość jest powszechnie stosowaną wielkością opisującą kształt powierzchni

i w pierwszej kolejności powinna być rozpatrywana podczas porównywania i oceniania kształtu topografii powłok.

Chropowatość R_{2D} wyznaczona na podstawie pomiarów uzyskanych przy użyciu mikroskopu AFM jest wielkością informującą o tym, w jakim stopniu analizowany obszar różni się od powierzchni płaskiej, natomiast nie wskazuje, co spowodowało tę różnicę, której źródłem mogą być dwa różne czynniki:

- falistość powierzchni (występowanie nieregularności o dużej amplitudzie),
- chropowatość właściwa (występowanie gęsto ułożonych nieregularności o małej amplitudzie).

Analiza fraktalna umożliwia rozróżnienie tych czynników, a dodatkowo, dzięki wyznaczeniu widma multifraktalnego, ocenę jednorodności analizowanych obiektów. Kolejne etapy analizy fraktalnej obejmują:

- wykonanie wykresu bilogarytmicznego,
- wykonanie wykresu pomocniczego wskazującego poprawny wybór zakresu fraktalności,
- wyznaczenie powierzchniowego wymiaru fraktalnego D_s ,
- wyznaczenie widma multifraktalnego oraz określenie wielkości, które je opisują.

Ułożenie punktów na wykresie bilogarytmicznym określa stopień rozwinięcia analizowanej powierzchni i jednocześnie wskazuje czynniki, które na niego wpływają: falistość powierzchni lub chropowatość właściwa. Na podstawie wykresu bilogarytmicznego oceniana jest również fraktalność analizowanego zbioru danych. Wykonanie wykresu pomocniczego ułatwia poprawny wybór zakresu fraktalności lub podjęcie decyzji, że analizowany zbiór danych nie jest obiektem fraktalnym.

Analizując kształt widma multifraktalnego można wnioskować o jednorodności badanych powierzchni. Powierzchnie jednorodne, których poszczególne fragmenty nie różnią się między sobą, charakteryzują się wąskim widmem (mała różnica $\alpha_{\max} - \alpha_{\min}$), które może się poszerzać, gdy kształt analizowanej powierzchni będzie bardziej nieregularny i zróżnicowany w różnych obszarach. Ze względu na zastosowaną metodykę wyznaczania widma multifraktalnego analizowanych powłok przyjęto, że jego maksimum występuje dla $\alpha = 2$. Ponieważ wartości $\alpha < 2$ odpowiadają prawdopodobieństwom o niskich wartościach i jednocześnie nieregularnościom o małej amplitudzie, więc poszerzenie widma multifraktalnego z lewej strony jest charakterystyczne dla powierzchni niejednorodnych, zawierających drobne ziarna.

Analogicznie, poszerzenie widma z prawej strony (dla wartości $\alpha > 2$) świadczy o występowaniu dużych ziaren i/lub obszarów płaskich. Dodatnia różnica wysokości ramion widma $\Delta f = f(\alpha_{\max}) - f(\alpha_{\min}) > 0$ świadczy o tym, że w analizowanej powierzchni dominują drobne ziarna, w przeciwnym wypadku ($\Delta f < 0$) przeważają duże nieregularności, opisywane przez wysoką wartość prawdopodobieństwa. Chociaż szerokość widma multifraktalnego jest powszechnie wiązana z jednorodnością analizowanej powierzchni, interpretacja jego kształtu nie jest jednoznaczna. Inne czynniki (np. chropowatość, wymiar powierzchniowy) dodatkowo wpływają na wartości opisujące wygląd widma multifraktalnego. Z tego względu nie jest uzasadnione analizowanie wartości opisujących kształt widma multifraktalnego otrzymanych dla powierzchni powłok różniących się jednocześnie składem chemicznym i fazowym, warunkami i rodzajem procesu ich uzyskania oraz materiałem podłoża, na którym zostały wytworzone. Zagadnienia związane z interpretacją kształtu widma multifraktalnego wymagają dalszych intensywnych badań, jednak już dziś można wskazać pewne praktyczne zastosowania, np. do kontroli jakości oraz powtarzalności procesu nanoszenia powłok. Każdy wzrost wartości parametru $\Delta\alpha$ powyżej lub poniżej pewnej, określonej dla danego procesu wartości krytycznej będzie sygnałem informującym o niestabilności warunków nanoszenia. W przypadku powierzchni otrzymanych w warunkach różniących się zmianą jednego czynnika, analiza multifraktalna może być wykorzystana do oceny jego wpływu na topografię otrzymanych powłok.

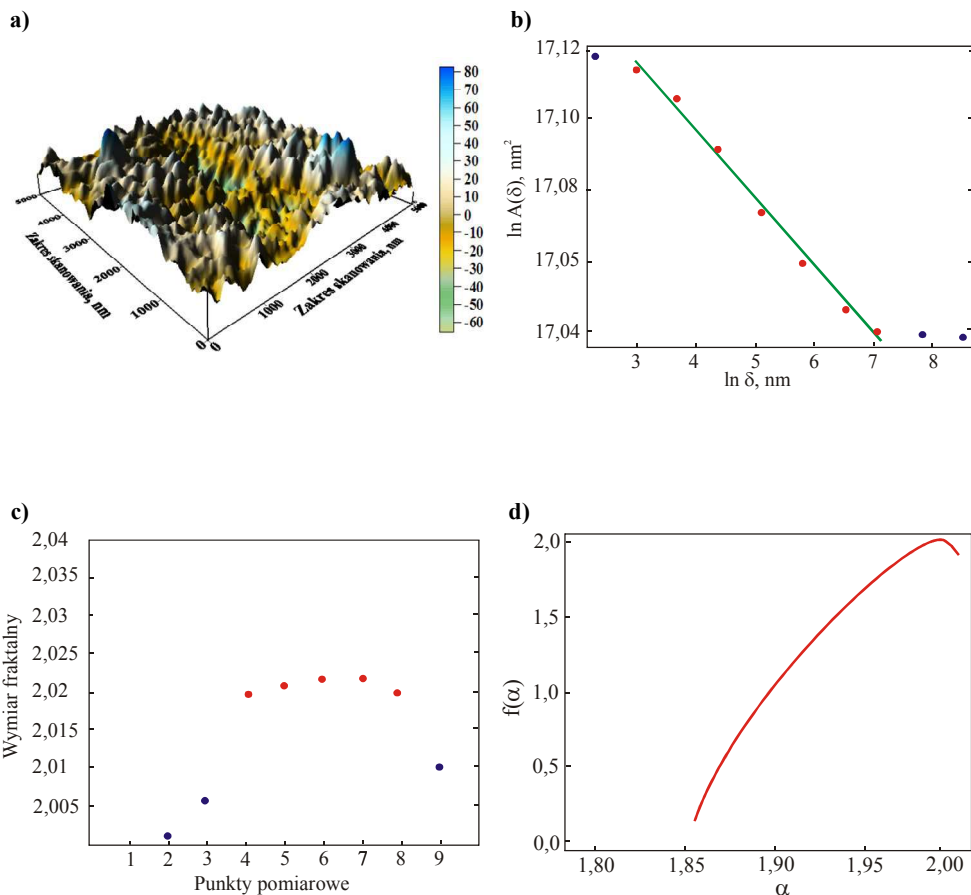
Rezultaty analizy fraktalnej i multifraktalnej oraz wartości R_{2D} badanych powłok przedstawiono w tablicach 8 i 9. Na podstawie przeprowadzonych analiz można stwierdzić, że wszystkie rozpatrywane powłoki, niezależnie od rodzaju procesu ich wytworzenia oraz zastosowanego materiału podłoża, wykazują fraktalny charakter powierzchni, o czym świadczą liniowe, w określonych zakresach, wykresy bilogarytmiczne wykorzystane do wyznaczenia wymiaru fraktalnego D_s (rys. 62b-75b).

O topografii powłok decyduje wiele czynników, wśród których główną rolę odgrywa rodzaj procesu i warunki ich uzyskania, rodzaj podłoża oraz skład chemiczny i fazowy osadzanych warstw. W dalszej części pracy omówiono wyniki analizy fraktalnej i multifraktalnej badanych powłok oraz dla każdego rodzaju procesu (magnetronowy i łukowy PVD oraz wysokotemperaturowy CVD) przedstawiono przykładowe obrazy topografii powierzchni powłok uzyskane w wyniku badań przy użyciu mikroskopu AFM oraz

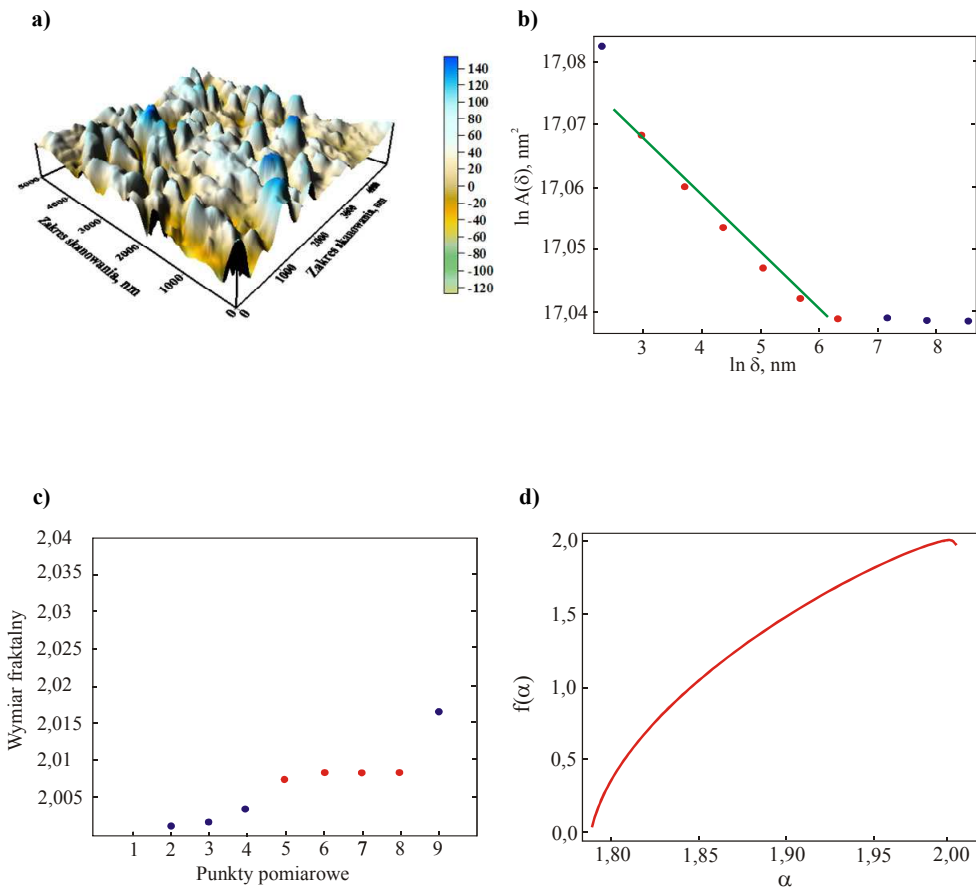
odpowiadające im wykresy pomocnicze i bilogarytmiczne, na podstawie których wyznaczono wymiar fraktalny, a także widma multifraktalne uzyskane zmodyfikowaną metodą PCM (rys. 62-75).

Analizując wyniki otrzymane dla powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD (tabl. 8), stwierdzono, że wartość ich wymiaru fraktalnego D_s mieści się w zakresie 2,009-2,036, natomiast ich chropowatość R_{2D} w zakresie 0,021-0,091 μm .

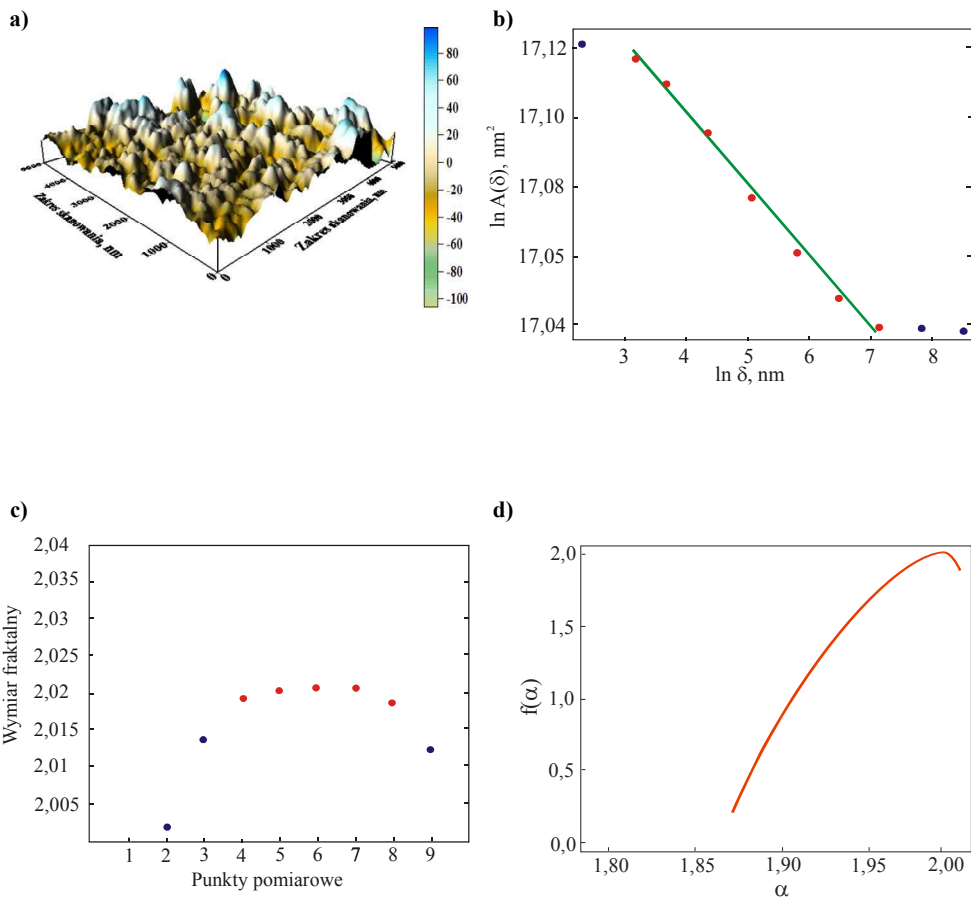
Na rysunkach 62-64 przedstawiono obrazy topografii powierzchni oraz rezultaty analizy fraktalnej i multifraktalnej (zakres skanowania 5 μm) dla powłok (Ti,Al)(C,N) uzyskanych w magnetronowym procesie PVD na podłożu ze spiekanej stali szybko tnącej PM HS6-5-3-8 w 460°C, 500°C oraz 540°C w atmosferze zawierającej 50% CH₄ i 50% N₂. Porównywane powierzchnie charakteryzują się zbliżoną, niską wartością chropowatości, określonej przez R_{2D} (<0,05 μm). Widoczna jest różnica pomiędzy wartościami D_s i R_{2D} powłok uzyskanych w 460°C i 540°C ($D_s = 2,021$ i $R_{2D} = 0,037$ oraz $D_s = 2,023$ i $R_{2D} = 0,025$) oraz w 500°C ($D_s = 2,009$ i $R_{2D} = 0,021$). Analizując wykresy bilogarytmiczne uzyskane dla trzech różnych temperatur, można stwierdzić, że dla kilku pierwszych kroków podziału (kolejno $\delta=5; 2,5; 1,25; 0,625$ μm) wartości $\ln A(\delta)$ utrzymują się na stałym poziomie, co dowodzi, że rozwinięcie powierzchni (od wartości $\ln A(\delta = 5 \mu\text{m}) = 17,03 \text{ nm}^2$ do wartości $\ln A(\delta = 9,8 \text{ nm}) = 17,12 \text{ nm}^2$) (lub $17,07 \text{ nm}^2$ dla powłoki uzyskanej w 500°C) jest konsekwencją występowania na analizowanych powierzchniach gęsto ułożonych nieregularności o małej amplitudzie (ziaren), co potwierdzają obrazy otrzymane przy użyciu mikroskopu AFM (rys. 62a-64a) oraz uzyskane wartości D_s (tabl. 8). Porównując widma multifraktalne stwierdzono, że wśród prezentowanych powierzchni powłoka uzyskana w 500°C jest najbardziej niejednorodna ($\Delta\alpha = 0,217$), a jednocześnie zawiera najmniej nierówności o dużej amplitudzie ($\alpha_{\text{max}} = 2,004$). Dla powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD otrzymano dodatnią różnicę wysokości ramion widm $\Delta f > 0$, co potwierdza, że w analizowanych powierzchniach dominują drobne ziarna (rozwinięcie powierzchni związane jest z występowaniem chropowatości właściwej, a nie falistości powierzchni). Na rysunkach 65-67 przedstawiono analogiczne obrazy i wykresy uzyskane dla zakresu skanowania równego 2 μm . Spostrzeżenia i wnioski otrzymane dla zakresu skanowania wynoszącego 5 μm pozostają prawdziwe również w tym przypadku, co potwierdza, że w skali 2-5 μm dla omawianych powłok wybór zakresu skanowania nie ma wpływu na wyniki analizy fraktalnej i multifraktalnej.



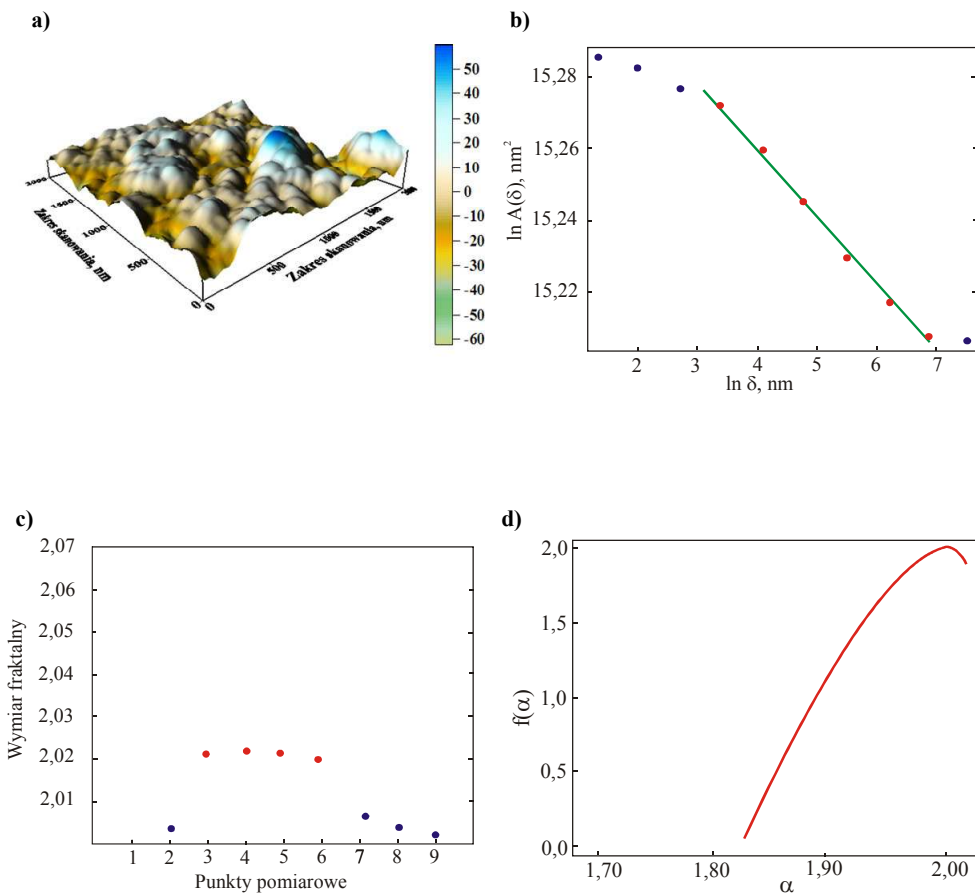
Rysunek 62. a) Obraz topografii powierzchni powłoki (Ti,Al)(C,N) uzyskanej w magnetronowym procesie PVD w 460°C na podłożu ze spiekanej stali szybkoznaczej PM HS6-5-3-8 (50%N₂:50%CH₄) (AFM, 5 μm), b) bilogarytmiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, c) wykres pomocniczy wskazujący prawidłowy wybór punktów na wykresie bilogarytmicznym oraz d) widmo multifrakcyjne analizowanej powierzchni powłoki



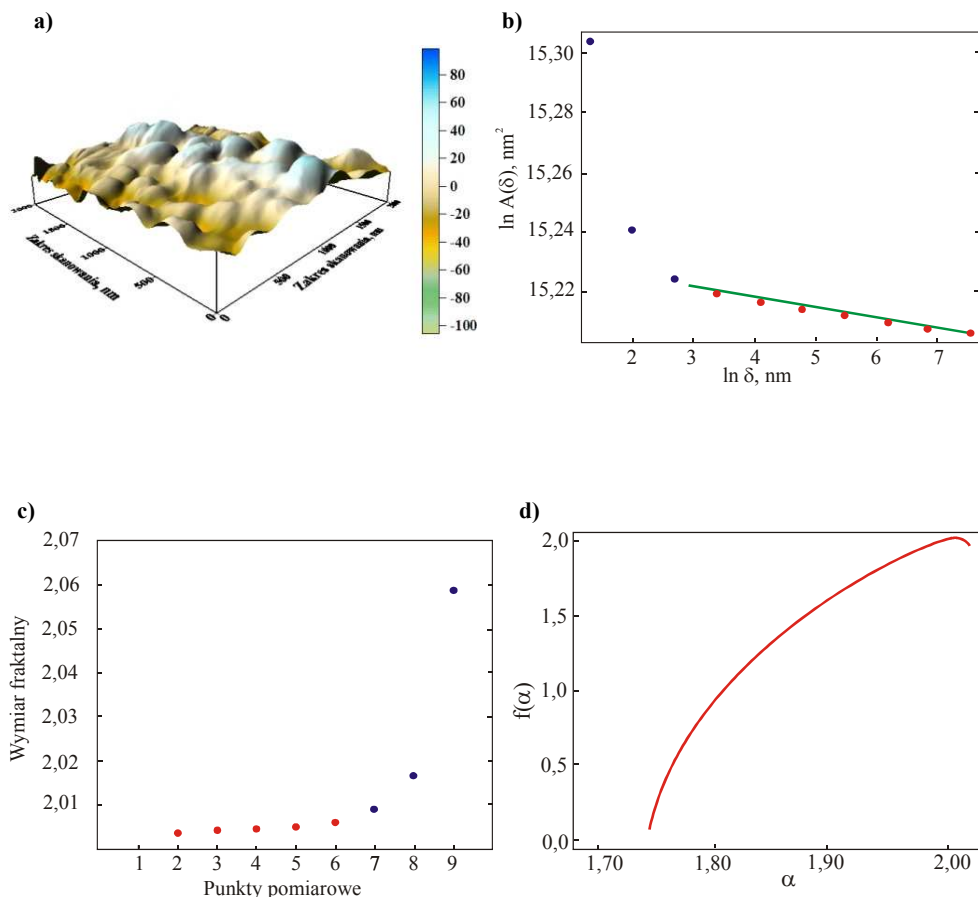
Rysunek 63. a) Obraz topografii powierzchni powłoki $(\text{Ti,Al})(\text{C,N})$ uzyskanej w magnetronowym procesie PVD w 500°C na podłożu ze spiekanej stali szybkoznającej PM HS6-5-3-8 ($50\%\text{N}_2:50\%\text{CH}_4$) (AFM, $5 \mu\text{m}$), b) bilogarytmiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, c) wykres pomocniczy wskazujący prawidłowy wybór punktów na wykresie bilogarytmicznym oraz d) widmo multifrakcyjne analizowanej powierzchni powłoki



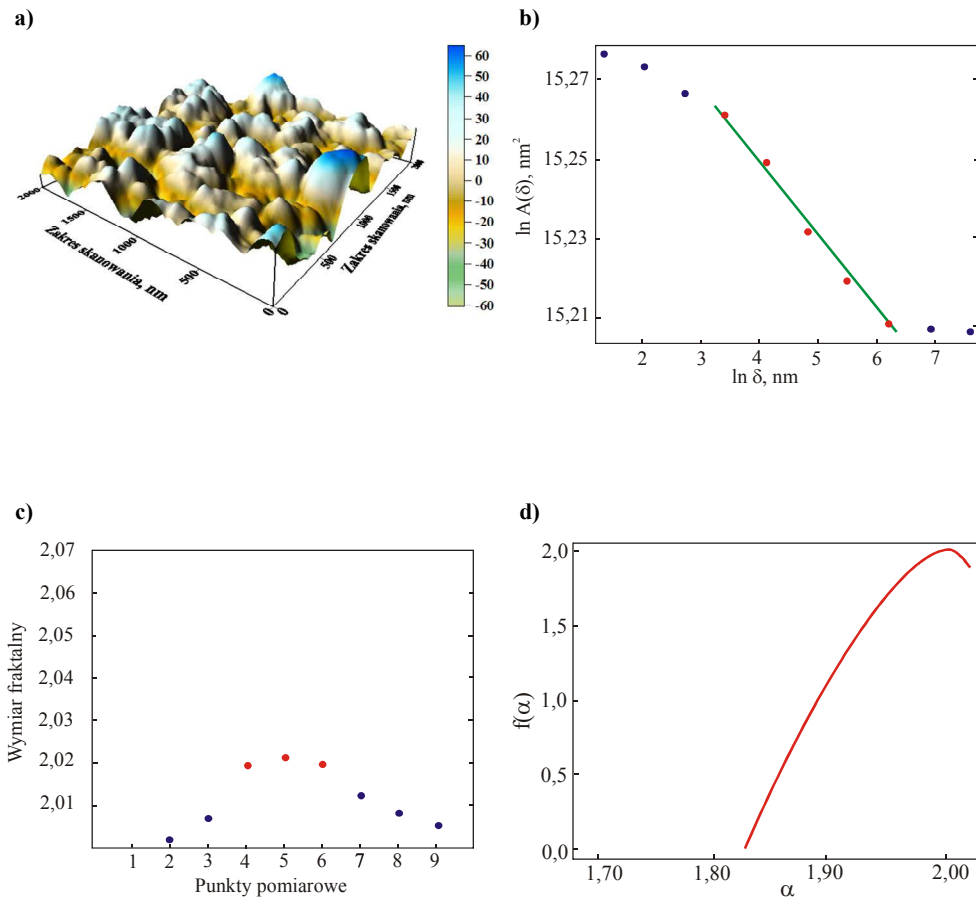
Rysunek 64. a) Obraz topografii powierzchni powłoki (Ti,Al)(C,N) uzyskanej w magnetronowym procesie PVD w 540°C na podłożu ze spiekanej stali szybkoznaczącej PM HS6-5-3-8 (50%N₂:50%CH₄) (AFM, 5 μm), b) bilogarytmiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, c) wykres pomocniczy wskazujący prawidłowy wybór punktów na wykresie bilogarytmicznym oraz d) widmo multifraktalne analizowanej powierzchni powłoki



Rysunek 65. a) Obraz topografii powierzchni powłoki (Ti,Al)(C,N) uzyskanej w magnetronowym procesie PVD w 460°C na podłożu ze spiekanej stali szybkołączącej PM HS6-5-3-8 (50%N₂:50%CH₄) (AFM, 2 μm), b) bilogarytmiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, c) wykres pomocniczy wskazujący prawidłowy wybór punktów na wykresie bilogarytmicznym oraz d) widmo multifrakcyjne analizowanej powierzchni powłoki



Rysunek 66. a) Obraz topografii powierzchni powłoki (Ti,Al)(C,N) uzyskanej w magnezonowym procesie PVD w 500°C na podłożu ze spiekanej stali szybkoznającej PM HS6-5-3-8 (50%N₂:50%CH₄) (AFM, 2 μm), b) bilogarytmiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, c) wykres pomocniczy wskazujący prawidłowy wybór punktów na wykresie bilogarytmicznym oraz d) widmo multifraktalne analizowanej powierzchni powłoki



Rysunek 67. a) Obraz topografii powierzchni powłoki (Ti,Al)(C,N) uzyskanej w magnetronowym procesie PVD w 540°C na podłożu ze spiekanej stali szybko tnącej PM HS6-5-3-8 (50%N₂:50%CH₄) (AFM, 2 μm), b) bilogarytmiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, c) wykres pomocniczy wskazujący prawidłowy wybór punktów na wykresie bilogarytmicznym oraz d) widmo multifraktalne analizowanej powierzchni powłoki

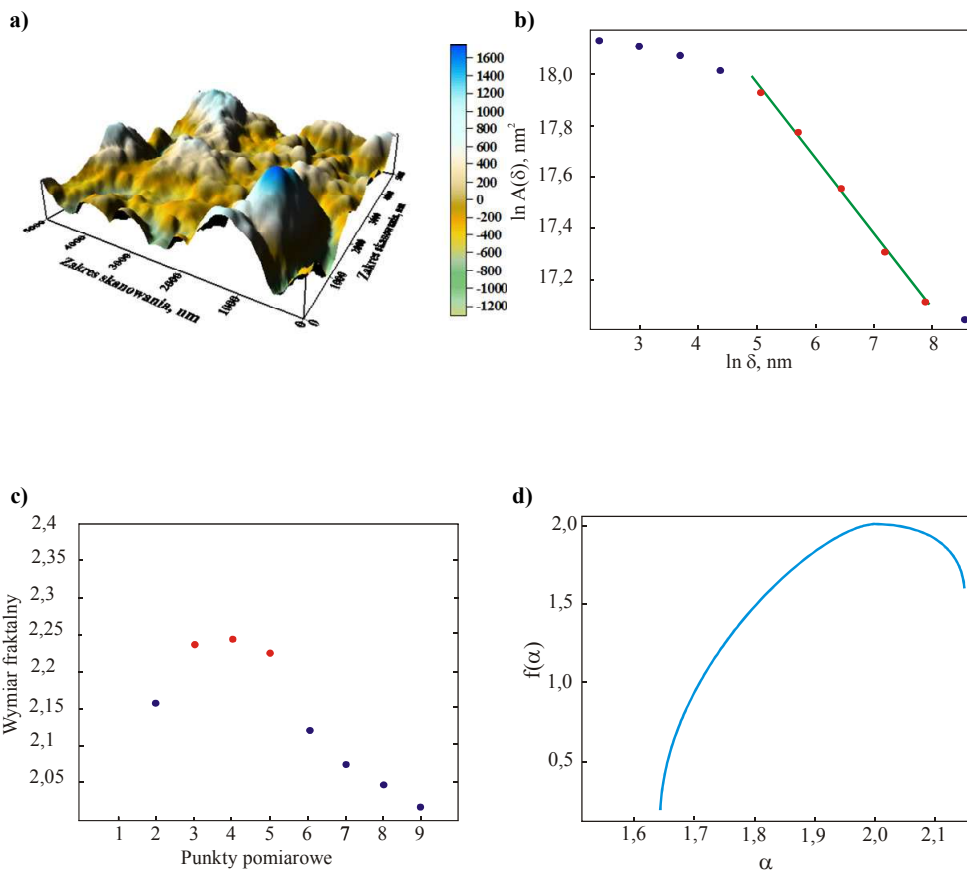
Analizując wyniki otrzymane dla powłok uzyskanych w łukowym procesie PVD, stwierdzono, że ich wartość wymiaru fraktalnego mieści się w zakresie 2,006-2,252, natomiast chropowatość określona przez parametr R_{2D} w zakresie od 0,037 do 0,564 μm (tabl. 9).

Na rysunkach 68-70 przedstawiono obrazy topografii powierzchni oraz rezultaty analizy fraktalnej i multifraktalnej powłok $\text{TiN}+\text{multi}(\text{Ti},\text{Al},\text{Si})\text{N}+\text{TiN}$ uzyskanych w łukowym procesie PVD na podłożu z ceramiki narzędziowej $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}$, $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$ oraz $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$. Powłoki uzyskane na podłożu wykonanym z ceramiki $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}$ oraz $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$ wykazują zbliżoną, wysoką chropowatość ($R_{2D} \approx 0,4 \mu\text{m}$) w porównaniu do powłoki, gdy podłożem jest ZrO_2 ($R_{2D} \approx 0,09 \mu\text{m}$). Podobne relacje otrzymano dla wartości wymiaru fraktalnego (istotnie niższa wartość wymiaru fraktalnego $D_s \approx 2,02$ topografii powierzchni powłoki $\text{TiN}+\text{multi}(\text{Ti},\text{Al},\text{Si})\text{N}+\text{TiN}$ w porównaniu do powłoki, gdy podłożem jest ceramika biała ZrO_2). Analizując wykresy bilogarytmiczne uzyskane dla trzech prezentowanych zestawów danych pomiarowych, można stwierdzić, że wartości $\ln A(\delta)$ systematycznie wzrastają, poczynając już od pierwszych kroków podziału (wartości uzyskane dla $\delta = 5 \mu\text{m} <$ wartości uzyskanych dla $\delta = 2,5 \mu\text{m} <$ wartości uzyskanych dla $\delta = 1,25 \mu\text{m} < \dots$ itd.), co wskazuje, że analizowane powierzchnie zawierają również nieregularności o dużej amplitudzie. Rozwinięcie powierzchni (od wartości $\ln A(\delta = 5 \mu\text{m}) = 17,03 \text{ nm}^2$ do wartości $\ln A(\delta = 9,8 \text{ nm}) = 17,12 \text{ nm}^2$ dla powłoki uzyskanej na podłożu z ceramiki narzędziowej $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$ i ponad $17,8 \text{ nm}^2$ dla podłoża z ceramiki narzędziowej wykonanej z $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}$ oraz $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$) jest efektem jednoczesnego występowania na analizowanej powierzchni gęsto ułożonych nieregularności o małej i dużej amplitudzie, co potwierdzają obrazy AFM. Porównanie widm multifraktalnych wykazuje, że wśród trzech analizowanych powierzchni powłoka uzyskana na podłożu z ceramiki narzędziowej wykonanej z $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$ jest najbardziej jednorodna ($\Delta\alpha = 0,167$), a jednocześnie zawiera najmniej nierówności o dużej amplitudzie ($\alpha_{\text{max}} = 2,013$). Powłoki uzyskane na $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}$ oraz $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$ są znacznie bardziej niejednorodne ($\Delta\alpha > 0,5$) i zawierają (szczególnie w przypadku powłoki uzyskanej na podłożu wykonanym z $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}$) nieregularności o dużej amplitudzie (odpowiednio $\alpha_{\text{max}} = 2,09$ i $2,15$). Podobnie jak dla powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD, powłoki uzyskane w łukowym procesie charakteryzują się dodatnią różnicą wysokości ramion widm $\Delta f > 0$. Porównując kształt widm multifraktalnych topografii powierzchni powłok uzyskanych w obu procesach, stwierdzono, że powłoki uzyskane na materiałach ceramicznych w łukowym procesie PVD są

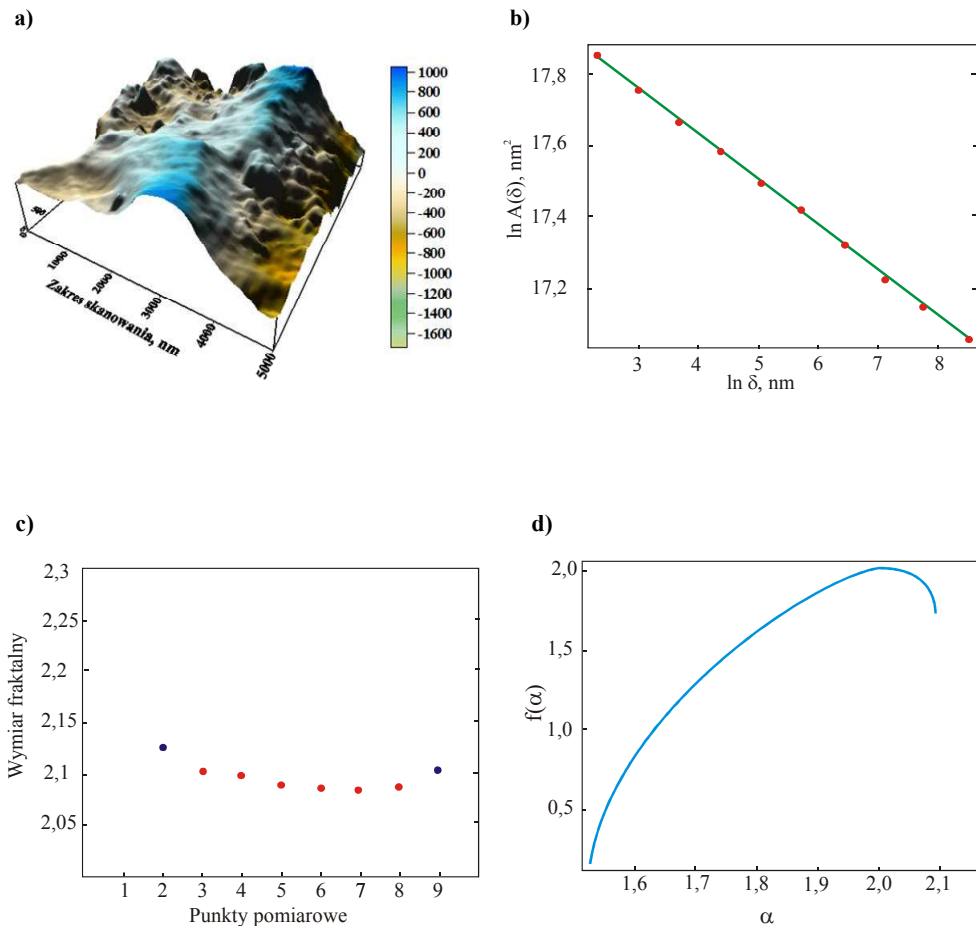
bardziej niejednorodne i w niektórych przypadkach zawierają większe ziarna (rozwiniecie powierzchni związane jest z występowaniem falistości powierzchni) niż w przypadku powłok osadzanych na podłożu ze spiekanej stali szybkotnącej w procesie magnetronowym.

Analizując wyniki otrzymane dla powłok uzyskanych w wysokotemperaturowym procesie CVD, stwierdzono, że ich wartości wymiaru fraktalnego mieszczą się w zakresie 2,015-2,071, natomiast chropowatość R_{2D} w zakresie 0,079-0,531 μm .

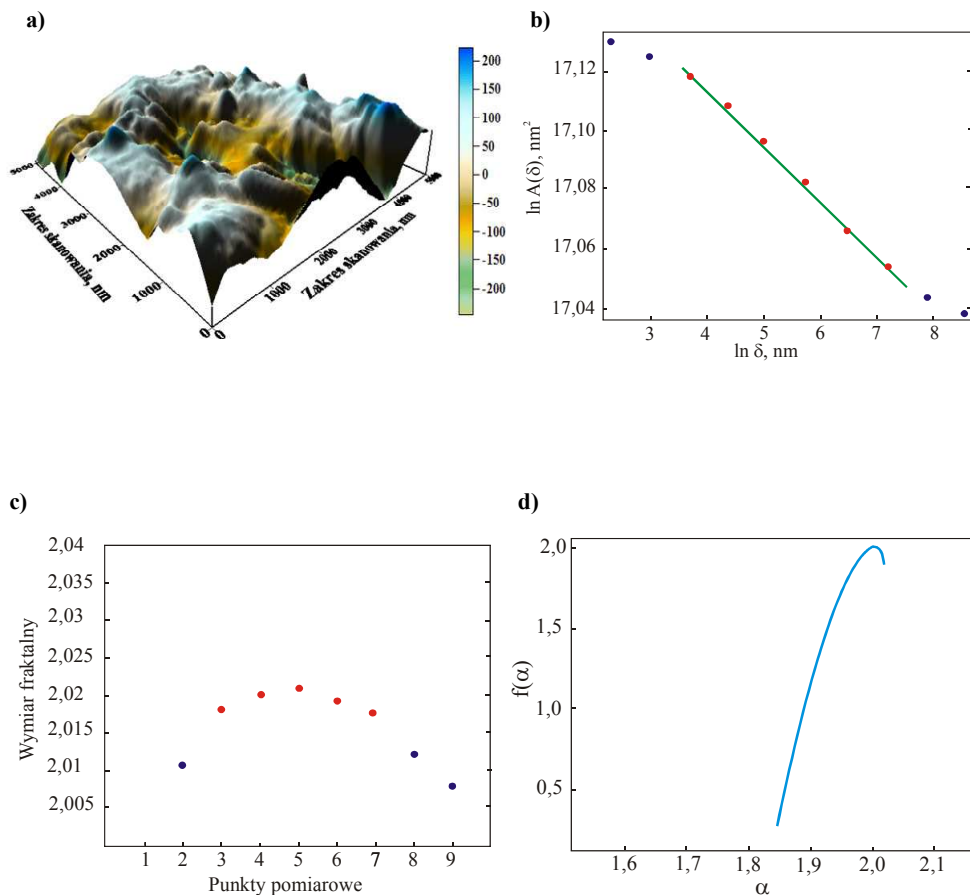
Na wykresach 71-75 przedstawiono obrazy topografii powierzchni oraz rezultaty analizy fraktalnej i multifraktalnej dla powłok uzyskanych w wysokotemperaturowym procesie CVD dla różnych podłoży, gdy warstwą zewnętrzną było Al_2O_3 . Powłoki $\text{Ti}(\text{C},\text{N})+\text{Al}_2\text{O}_3$ oraz $\text{TiN}+\text{Al}_2\text{O}_3$ uzyskane na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4 charakteryzują się niższą chropowatością ($R_{2D} < 0,1 \mu\text{m}$) w porównaniu z pozostałymi badanymi, natomiast wartości wymiaru fraktalnego są dla nich zbliżone ($D_s = 2,03-2,07$). Analizując i porównując wykresy bilogarytmiczne uzyskane dla powłok charakteryzujących się wysoką chropowatością określoną przez parametr R_{2D} (podłoża z ceramiki narzędziowej wykonanej z $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiC}$, $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiC}$, $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$), stwierdzono, że dla ostatnich kroków podziału płaszczyzny projekcyjnej wartości $\ln A(\delta)$ nie wzrastają tak mocno w odniesieniu do początkowych. Efekt ten wskazuje na występowanie nieregularności o dużej amplitudzie w postaci dużych ziaren o gładkich ścianach, co potwierdzają prezentowane obrazy AFM (rys. 71a-75a). W przypadku analizowanych powłok uzyskanych w wysokotemperaturowym procesie CVD nie występuje zależność pomiędzy wartością chropowatości R_{2D} a wymiarem fraktalnym D_s , co wynika z faktu, że wysoka wartość R_{2D} związana jest z falistością powierzchni (występowanie nieregularności o dużej amplitudzie), a nie z chropowatością właściwą. Niejednorodność powierzchni potwierdzają uzyskane wartości szerokości widma multifraktalnego ($\Delta\alpha = 0,29-0,56$), natomiast występowanie nierówności o dużej amplitudzie – wysokie wartości α_{max} . Dla wszystkich analizowanych powłok uzyskanych w wysokotemperaturowym procesie CVD otrzymano dodatnią różnicę wysokości ramion widm multifraktalnych $\Delta f > 0$, jednak różnica jest zdecydowanie mniejsza niż w procesach PVD. Prawe ramię widma multifraktalnego przesuwają się w stronę wyższych wartości α , natomiast lewe ulega skróceniu (rys. 71d-75d), co wskazuje na rosnącą rolę dużych nieregularności (dużych ziaren), opisywanych przez wysokie wartości prawdopodobieństwa.



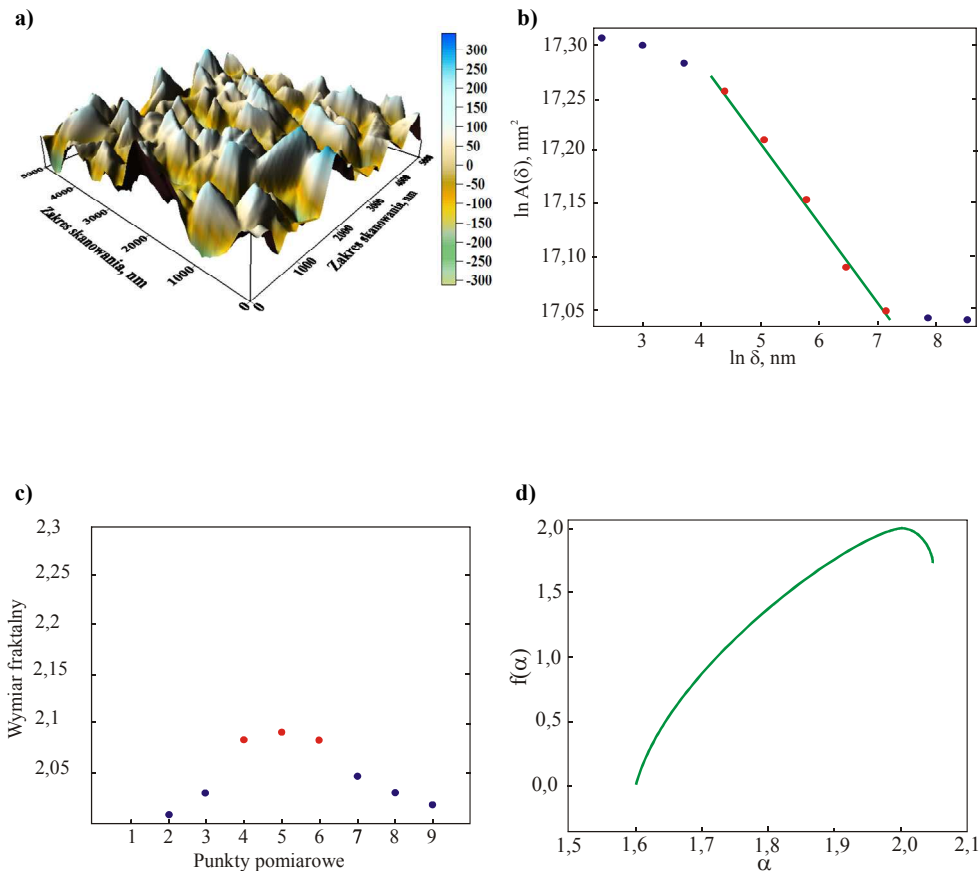
Rysunek 68. a) Obraz topografii powierzchni powłoki $TiN+multi(Ti,Al,Si)N+TiN$ uzyskanej w łukowym procesie PVD na podłożu z ceramiki narzędziowej wykonanej z Al_2O_3+SiC (AFM, $5 \mu m$), b) bilogarymiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, c) wykres pomocniczy wskazujący prawidłowy wybór punktów na wykresie bilogarymicznym oraz d) widmo multifraktalne analizowanej powierzchni powłoki



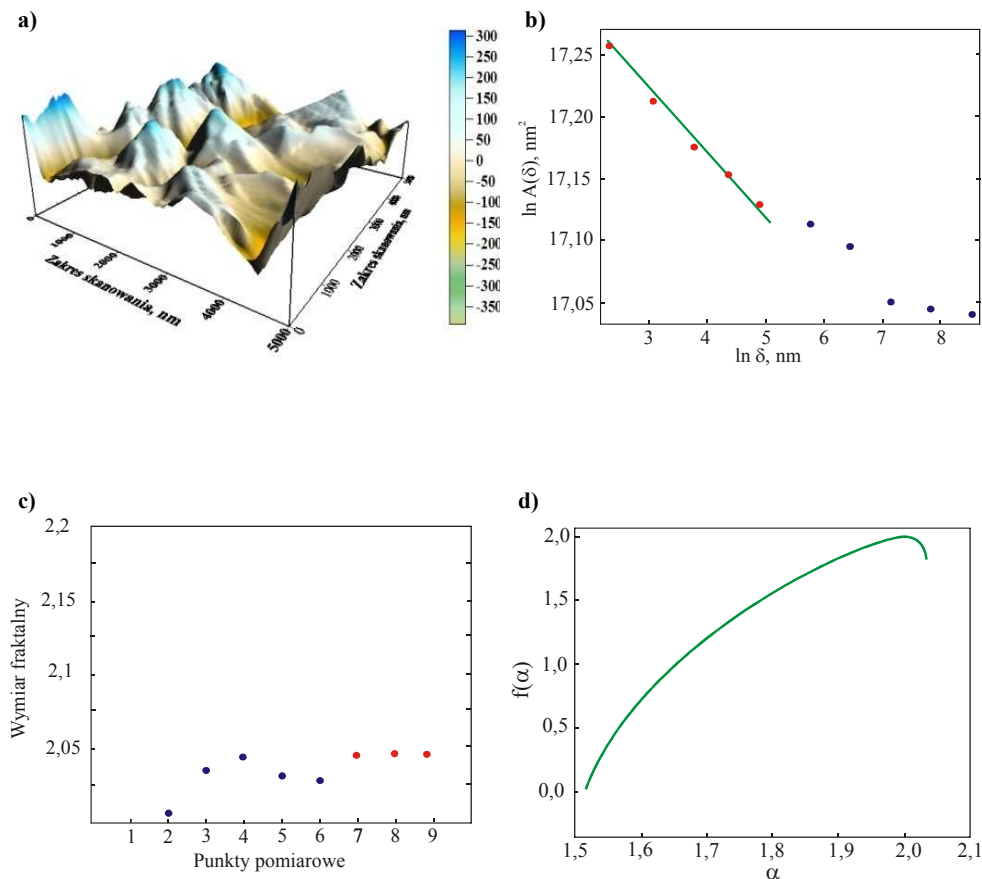
Rysunek 69. a) Obraz topografii powierzchni powłoki $TiN+multi(Ti,Al,Si)N+TiN$ uzyskanej w łukowym procesie PVD na podłożu z ceramiki narzędziowej wykonanej z Al_2O_3+TiC (AFM, 5 μm), b) bilogarytmiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, c) wykres pomocniczy wskazujący prawidłowy wybór punktów na wykresie bilogarytmicznym oraz d) widmo multifraktalne analizowanej powierzchni powłoki



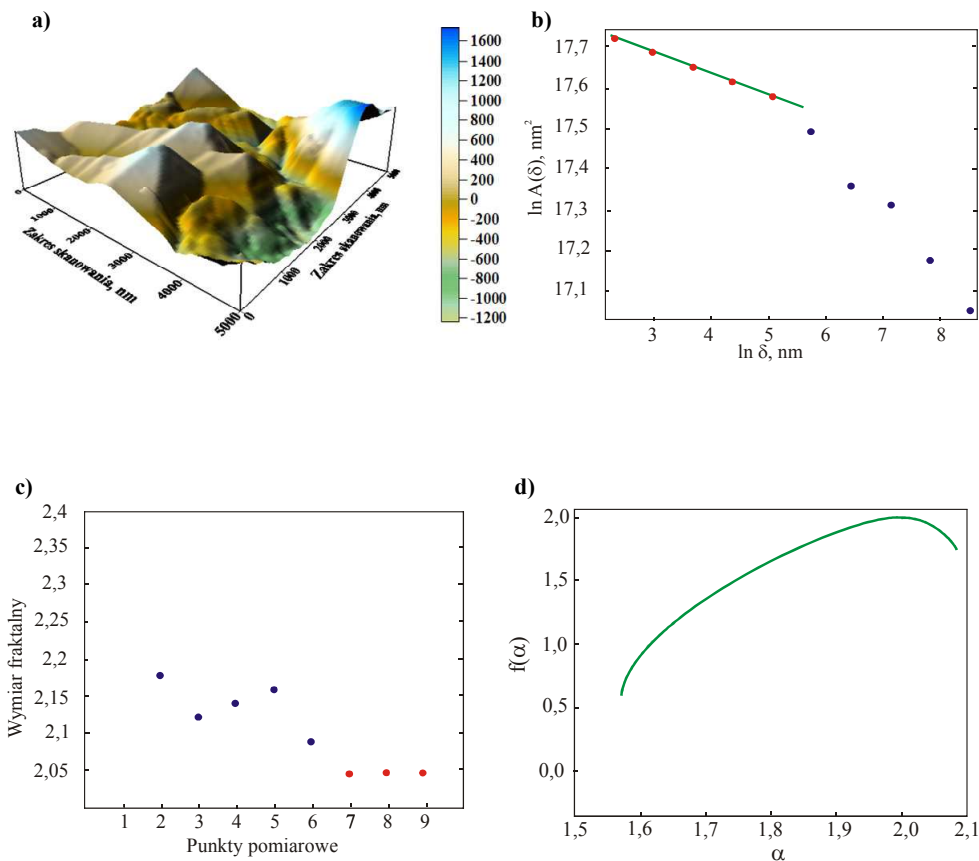
Rysunek 70. a) Obraz topografii powierzchni powłoki $TiN+multi(Ti,Al,Si)N+TiN$ uzyskanej w łukowym procesie PVD na podłożu z ceramiki narzędziowej wykonanej z $Al_2O_3+ZrO_2$ (AFM, 5 μm), b) bilogarytmiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, c) wykres pomocniczy wskazujący prawidłowy wybór punktów na wykresie bilogarytmicznym oraz d) widmo multifraktalne analizowanej powierzchni powłoki



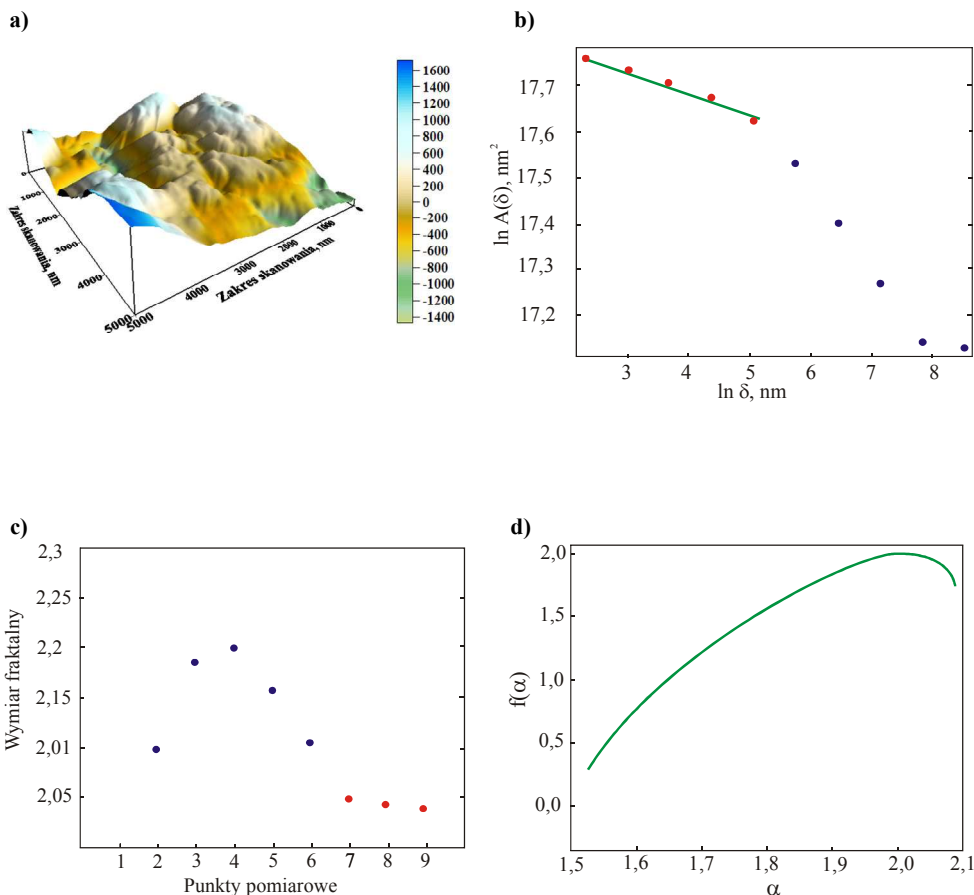
Rysunek 71. a) Obraz topografii powierzchni powłoki $Ti(C,N)+Al_2O_3$ uzyskanej w wysokotemperaturowym procesie CVD na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4 (AFM, 5 μm), b) bilogarytmiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, c) wykres pomocniczy wskazujący prawidłowy wybór punktów na wykresie bilogarytmicznym oraz d) widmo multifrakcyjne analizowanej powierzchni powłoki



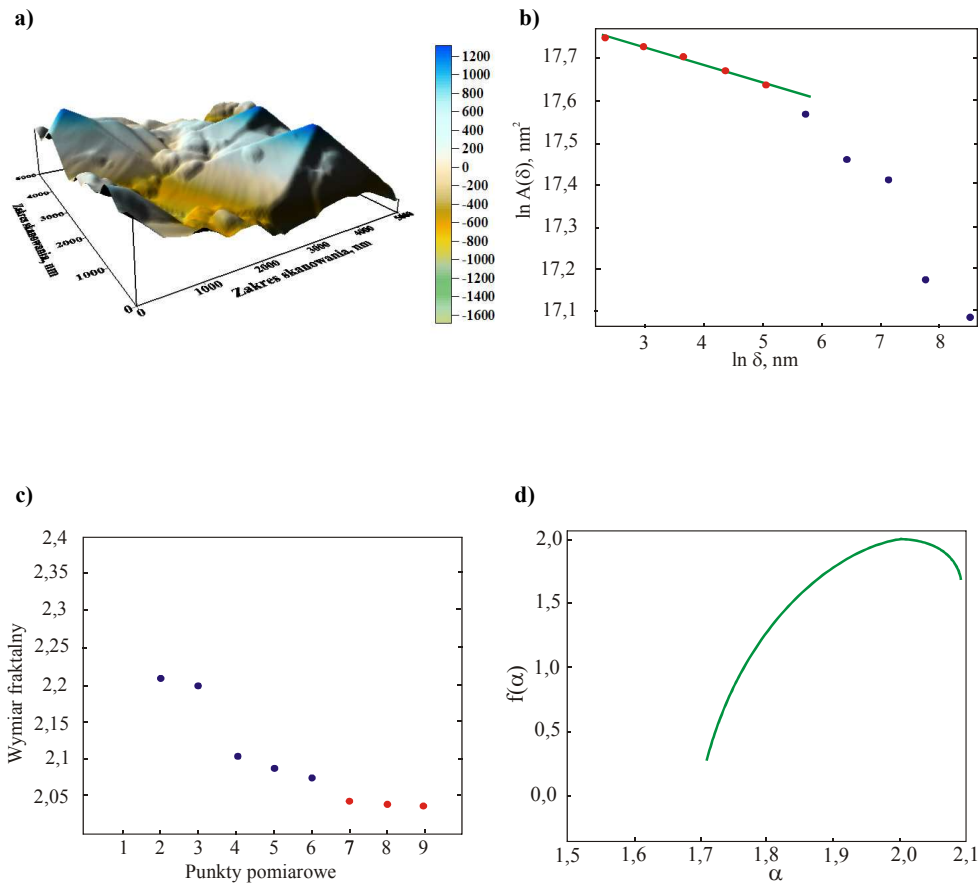
Rysunek 72. a) Obraz topografii powierzchni powłoki $TiN+Al_2O_3$ uzyskanej w wysokotemperaturowym procesie CVD na podłożu z ceramiki azotkowej Si_3N_4 (AFM, 5 μm), b) bilogarytmiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, c) wykres pomocniczy wskazujący prawidłowy wybór punktów na wykresie bilogarytmicznym oraz d) widmo multifraktalne analizowanej powierzchni powłoki



Rysunek 73. a) Obraz topografii powierzchni powłoki $\text{TiN}+\text{Al}_2\text{O}_3$ uzyskanej w wysokotemperaturowym procesie CVD na podłożu z ceramiki narzędziowej wykonanej z $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$ (AFM, $5 \mu\text{m}$), b) bilogarytmiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, c) wykres pomocniczy wskazujący prawidłowy wybór punktów na wykresie bilogarytmicznym oraz d) widmo multifrakalne analizowanej powierzchni powłoki



Rysunek 74. a) Obraz topografii powierzchni powłoki $TiN+Al_2O_3$ uzyskanej w wysokotemperaturowym procesie CVD na podłożu z ceramiki narzędziowej wykonanej z Al_2O_3+TiC (AFM, $5\ \mu m$), b) bilogarytmiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, c) wykres pomocniczy wskazujący prawidłowy wybór punktów na wykresie bilogarytmicznym oraz d) widmo multifrakalne analizowanej powierzchni powłoki



Rysunek 75. a) Obraz topografii powierzchni powłoki TiN+Al₂O₃ uzyskanej w wysokotemperaturowym procesie CVD na podłożu z ceramiki narzędziowej wykonanej z Al₂O₃+SiC (AFM, 5 μm), b) bilogarytmiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, c) wykres pomocniczy wskazujący prawidłowy wybór punktów na wykresie bilogarytmicznym oraz d) widmo multifraktalne analizowanej powierzchni powłoki

Tablica 8. Wyniki analizy fraktalnej i multifraktalnej oraz wartości R_{2D} powłok uzyskanych w wysokotemperaturowym procesie CVD i magnetyronowym PVD oraz podłoża z azotkowej ceramiki narzędziowej Si_3N_4

Rodzaj i warunki procesu	Materiał podłoża	Typ powłoki	R_{2D} , [μm]	D_s	a_{min}	a_{max}	Δa	$f(a_{max})$	$f(a_{min})$
CVD (1000°C)	Si_3N_4	TiN+ Al_2O_3	0,098±0,008	2,046±0,005	1,679±0,032	2,067±0,008	0,388±0,033	0,276±0,029	1,838±0,016
	Si_3N_4	TiN+ Al_2O_3 +TiN	0,170±0,021	2,034±0,005	1,697±0,054	2,021±0,002	0,325±0,054	0,005±0,002	1,865±0,022
	Si_3N_4	TiN+ Al_2O_3 +TiN+ Al_2O_3 +TiN	0,163±0,019	2,046±0,007	1,657±0,067	2,032±0,003	0,375±0,067	0,004±0,036	1,821±0,031
	Si_3N_4	Al_2O_3 +TiN	0,166±0,022	2,030±0,004	1,550±0,048	2,032±0,006	0,481±0,048	0,016±0,003	1,830±0,033
	Si_3N_4	TiC+TiN	0,079±0,011	2,014±0,002	1,723±0,051	2,014±0,004	0,291±0,051	0,003±0,031	1,905±0,017
	Si_3N_4	Ti(C,N)+TiN	0,095±0,012	2,021±0,003	1,681±0,049	2,019±0,015	0,338±0,051	0,004±0,021	1,861±0,019
	Si_3N_4	Ti(C,N)+ Al_2O_3 +TiN	0,146±0,017	2,019±0,002	1,708±0,053	2,089±0,008	0,381±0,054	0,268±0,042	1,700±0,051
	Si_3N_4	Ti(C,N)+ Al_2O_3	0,089±0,008	2,071±0,007	1,604±0,041	2,046±0,009	0,442±0,042	0,007±0,028	1,728±0,049
	Al_2O_3 +ZrO ₂	TiN+ Al_2O_3	0,482±0,039	2,041±0,004	1,570±0,045	2,084±0,011	0,514±0,046	0,591±0,061	1,744±0,027
	Al_2O_3 +TiC	TiN+ Al_2O_3	0,531±0,043	2,039±0,005	1,524±0,052	2,087±0,014	0,563±0,054	0,278±0,028	1,751±0,023
	Al_2O_3 +SiC _(w)	TiN+ Al_2O_3	0,511±0,048	2,028±0,003	1,708±0,031	2,089±0,001	0,381±0,031	0,268±0,027	1,700±0,031
	Si_3N_4	-	-	0,031±0,003	2,008±0,001	1,832±0,022	2,005±0,002	0,172±0,022	0,009±0,009
PVD (100%N ₂ /460°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)N	0,025±0,002	2,021±0,002	1,876±0,014	2,009±0,001	0,133±0,014	0,186±0,023	1,921±0,011
PVD (100%N ₂ /500°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)N	0,040±0,004	2,018±0,001	1,787±0,043	2,016±0,001	0,229±0,043	0,005±0,019	1,915±0,014
PVD (100%N ₂ /540°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)N	0,034±0,005	2,014±0,001	1,774±0,019	2,007±0,002	0,233±0,019	0,055±0,009	1,936±0,008
PVD (75%N ₂ :25%CH ₄ /460°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,035±0,003	2,029±0,003	1,775±0,029	2,014±0,001	0,239±0,029	0,006±0,042	1,854±0,019
PVD (75%N ₂ :25%CH ₄ /500°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,033±0,003	2,024±0,003	1,767±0,023	2,011±0,001	0,243±0,023	0,053±0,005	1,923±0,008
PVD (75%N ₂ :25%CH ₄ /540°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,041±0,004	2,017±0,002	1,702±0,042	2,011±0,002	0,309±0,042	0,008±0,034	1,921±0,009
PVD (50%N ₂ :50%CH ₄ /460°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,037±0,005	2,020±0,002	1,865±0,024	2,011±0,001	0,146±0,024	0,032±0,004	1,901±0,012
PVD (50%N ₂ :50%CH ₄ /500°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,021±0,003	2,009±0,001	1,788±0,041	2,004±0,001	0,217±0,041	0,002±0,001	1,963±0,005
PVD (50%N ₂ :50%CH ₄ /540°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,025±0,004	2,023±0,002	1,875±0,021	2,012±0,001	0,137±0,021	0,215±0,031	1,892±0,016
PVD (25%N ₂ :75%CH ₄ /460°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,043±0,003	2,010±0,001	1,701±0,033	2,007±0,002	0,305±0,033	0,004±0,004	1,953±0,007
PVD (25%N ₂ :75%CH ₄ /500°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,026±0,002	2,012±0,002	1,757±0,029	2,010±0,001	0,252±0,029	0,004±0,042	1,936±0,008
PVD (25%N ₂ :75%CH ₄ /540°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)(C,N)	0,032±0,003	2,013±0,001	1,837±0,016	2,007±0,001	0,170±0,016	0,007±0,005	1,949±0,006
PVD (100%CH ₄ /460°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)C	0,026±0,002	2,015±0,001	1,757±0,025	2,010±0,002	0,252±0,025	0,006±0,032	1,936±0,008
PVD (100%CH ₄ /500°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)C	0,043±0,004	2,024±0,002	1,701±0,031	2,007±0,002	0,305±0,031	0,003±0,003	1,953±0,006
PVD (100%CH ₄ /540°C)	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)C	0,046±0,008	2,036±0,006	1,658±0,048	2,040±0,004	0,381±0,038	0,007±0,009	1,754±0,025

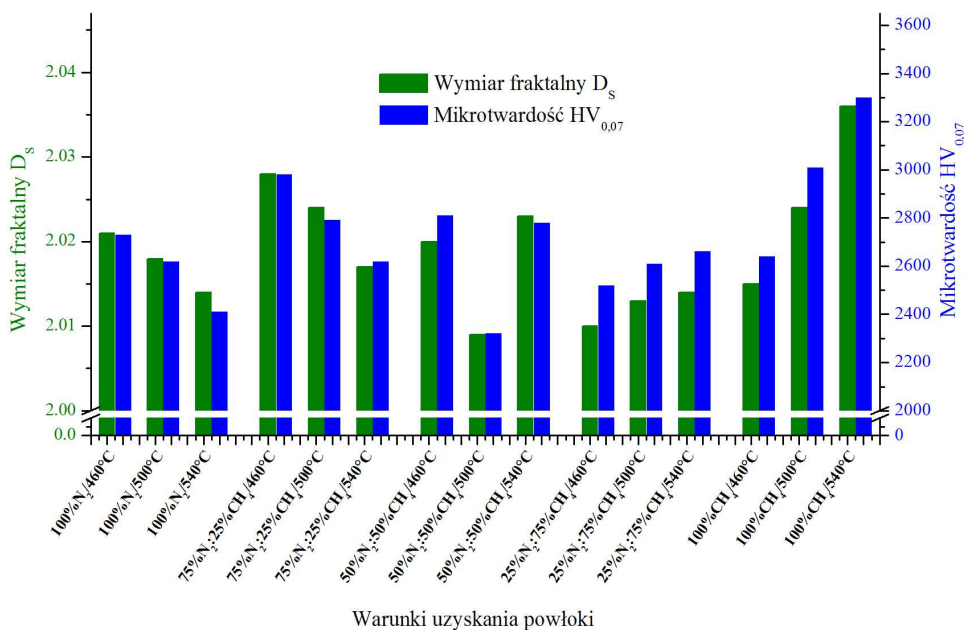
Tablica 9. Wyniki analizy fraktalnej i multifraktalnej oraz wartości R_{2D} powłok uzyskanych w tlenkowym procesie PVD oraz podłoża z tlenkowej ceramiki narzędziowej i cermetali

Material podłoża	Typ powłoki	R_{2D} , [mm]	D_s	α_{min}	α_{max}	$\Delta\alpha$	$f(\alpha_{max})$	$f(\alpha_{min})$
$Al_2O_3+ZrO_2$	TiN+(Ti,Al,Si)N	0,408±0,033	2,029±0,003	1,637±0,038	2,039±0,005	0,403±0,038	0,231±0,025	1,772±0,025
Al_2O_3+TiC	TiN+(Ti,Al,Si)N	0,095±0,012	2,027±0,003	1,740±0,026	2,008±0,001	0,268±0,026	0,004±0,031	1,947±0,009
$Al_2O_3+SiC_{(w)}$	TiN+(Ti,Al,Si)N	0,184±0,023	2,016±0,002	1,651±0,067	2,025±0,003	0,375±0,067	0,216±0,029	1,875±0,014
$Al_2O_3+ZrO_2$	TiN	0,133±0,017	2,018±0,002	1,807±0,021	2,014±0,001	0,207±0,021	0,006±0,043	1,897±0,016
Al_2O_3+TiC	TiN	0,037±0,005	2,006±0,001	1,865±0,024	2,004±0,001	0,139±0,024	0,003±0,003	1,963±0,005
$Al_2O_3+SiC_{(w)}$	TiN	0,564±0,054	2,122±0,018	1,532±0,057	2,118±0,019	0,586±0,060	0,216±0,033	1,764±0,033
$Al_2O_3+ZrO_2$	TiN+multi(Ti,Al,Si)N+TiN	0,087±0,009	2,019±0,005	1,846±0,016	2,013±0,003	0,167±0,016	0,284±0,051	1,897±0,019
Al_2O_3+TiC	TiN+multi(Ti,Al,Si)N+TiN	0,470±0,044	2,252±0,036	1,645±0,043	2,147±0,021	0,502±0,048	0,190±0,022	1,588±0,051
$Al_2O_3+SiC_{(w)}$	TiN+multi(Ti,Al,Si)N+TiN	0,440±0,037	2,128±0,022	1,530±0,081	2,091±0,014	0,561±0,082	0,182±0,026	1,735±0,027
$Al_2O_3+ZrO_2$	(Ti,Al)N	0,260±0,029	2,032±0,004	1,788±0,022	2,026±0,004	0,238±0,022	0,280±0,031	1,862±0,015
Al_2O_3+TiC	(Ti,Al)N	0,082±0,007	2,014±0,002	1,779±0,029	2,014±0,002	0,236±0,029	0,003±0,042	1,900±0,018
$Al_2O_3+SiC_{(w)}$	(Ti,Al)N	0,351±0,031	2,045±0,005	1,745±0,029	2,032±0,003	0,287±0,029	0,241±0,029	1,948±0,006
$Al_2O_3+ZrO_2$	TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N	0,261±0,025	2,034±0,004	1,612±0,054	2,0438±0,008	0,431±0,055	0,0113±0,002	1,800±0,034
Al_2O_3+TiC	TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N	0,236±0,019	2,060±0,008	1,642±0,061	2,038±0,004	0,396±0,061	0,092±0,011	1,823±0,019
$Al_2O_3+SiC_{(w)}$	TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N	0,237±0,025	2,029±0,003	1,573±0,049	2,031±0,003	0,458±0,049	0,311±0,039	1,888±0,021
Cermetal T130A	TiN+(Ti,Al,Si)N	0,409±0,037	2,100±0,009	1,607±0,089	2,078±0,012	0,472±0,090	0,141±0,002	1,778±0,051
Cermetal CM	TiN+(Ti,Al,Si)N	0,306±0,041	2,101±0,007	1,541±0,099	2,074±0,011	0,532±0,103	0,228±0,012	1,744±0,031
$Al_2O_3+ZrO_2$	-	0,060±0,006	2,009±0,001	1,818±0,019	2,007±0,001	0,190±0,019	0,001±0,029	1,945±0,006
Al_2O_3+TiC	-	0,033±0,003	2,009±0,001	1,831±0,023	2,006±0,001	0,175±0,023	0,004±0,014	1,951±0,007
$Al_2O_3+SiC_{(w)}$	-	0,043±0,004	2,008±0,001	1,828±0,021	2,006±0,001	0,178±0,021	0,002±0,039	1,960±0,008
Cermetal T130A	-	0,180±0,021	2,153±0,021	1,483±0,078	2,131±0,015	0,648±0,079	0,009±0,018	1,533±0,083
Cermetal CM	-	0,412±0,044	2,164±0,016	1,671±0,043	2,142±0,022	0,472±0,048	0,329±0,036	1,586±0,042

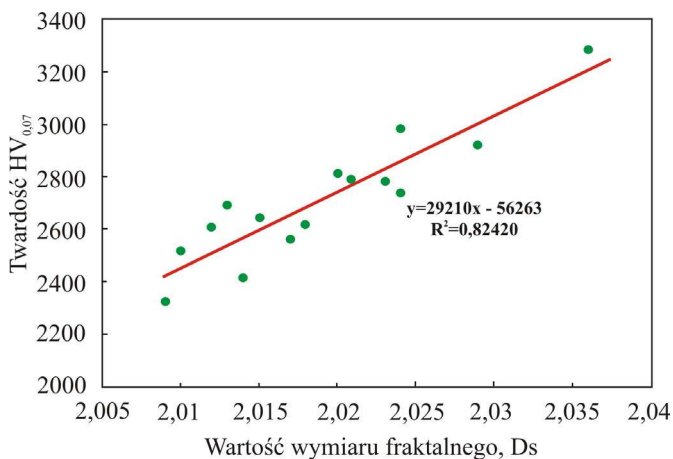
4.4. Ustalenie korelacji pomiędzy wybranymi własnościami badanych powłok a ich wymiarem fraktalnym

Złożony sposób oddziaływania składu fazowego, będącego konsekwencją składu chemicznego, przyczepność analizowanych powłok do wykorzystanego materiału podłoża korelująca z wartością naprężeń wewnętrznych, zastosowana kombinacja warstw, a także kształt topografii powierzchni decydują o uzyskanych własnościach mechanicznych i eksploatacyjnych.

Wyniki pomiaru mikrotwardości i wartości wymiaru fraktalnego powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD przedstawiono na rysunku 76. Wyniki przeprowadzonych analiz wskazują na korelację pomiędzy twardością i wartością wymiaru fraktalnego (rys. 77) opisywaną zależnością analityczną $y=29210x-56263$. Wykonane analizy statystyczne wykazały silną dodatnią korelację liniową (współczynnik korelacji $r=0,908$) pomiędzy wartością wymiaru fraktalnego i twardością.



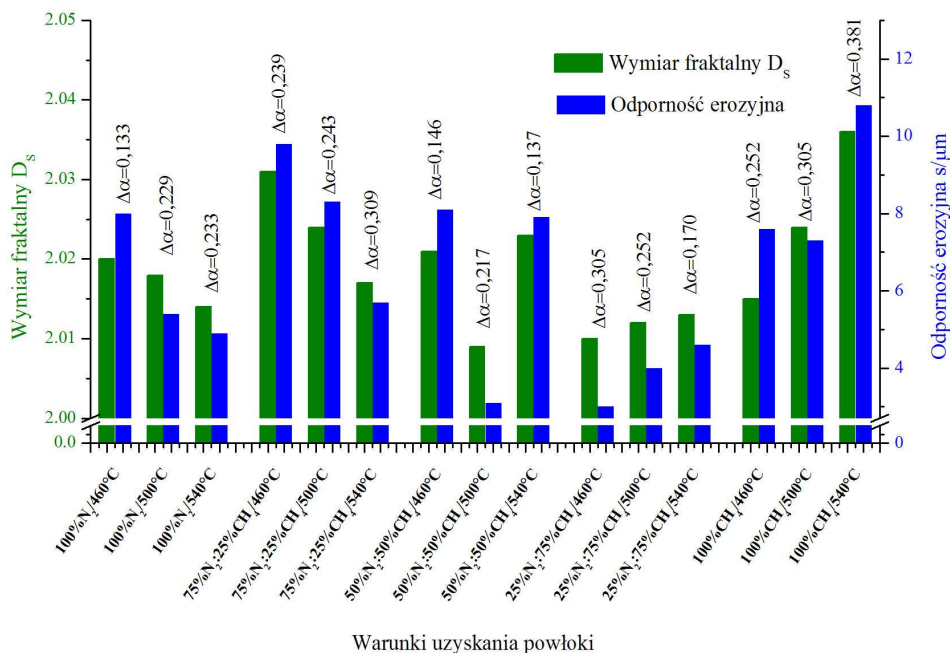
Rysunek 76. Zestawienie uzyskanych wyników wartości wymiaru fraktalnego D_s i pomiaru twardości powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD



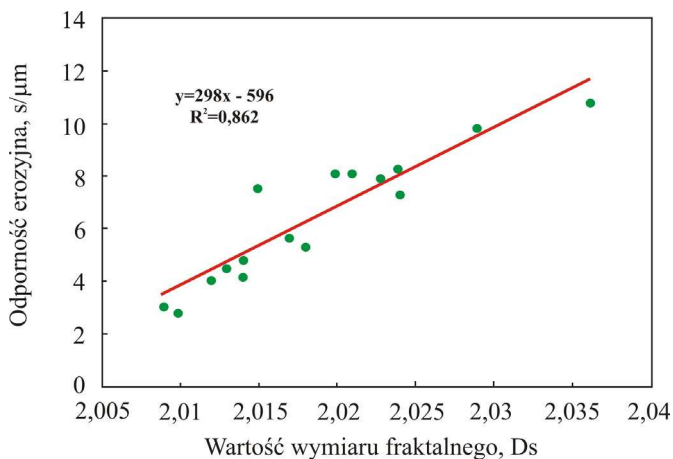
Rysunek 77. Korelacja pomiędzy twardością i wartością wymiaru fraktalnego dla powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD

Aby ocenić istotność współczynnika korelacji, obliczono wartość empirycznej statystyki testowej $t=7,807$, którą następnie porównano z wartością krytyczną $t_{kryt} = 2,16$ (odczytaną z tablicy rozkładu t-Studenta dla poziomu istotności $\alpha_{stat}=0,05$). Ponieważ $t > t_{kryt}$, więc oceniany współczynnik korelacji uznano za istotny. Uzyskane rezultaty można wiązać z kształtem topografii analizowanych powierzchni powłok. Zmniejszeniu szerokości kolumn towarzyszy wzrost wartości wymiaru fraktalnego oraz podwyższenie twardości. Wyższe wartości wymiaru fraktalnego mogą świadczyć o bardziej nieregularnej, rozbudowanej powierzchni. Wzrost rozwinięcia powierzchni, któremu towarzyszy wzrost wartości wymiaru fraktalnego, można tłumaczyć występowaniem większej ilości kolumn gęściej upakowanych, a więc i węższych. W przypadku powierzchni zawierających szersze kolumny rozwinięcie powierzchni i wartość wymiaru fraktalnego są niższe.

Na rysunku 78 przedstawiono uzyskane wyniki wartości wymiaru fraktalnego oraz odporności erozyjnej powłok w zależności od warunków magnetronowego procesu PVD, z uwzględnieniem wartości parametru $\Delta\alpha$ określającego stopień nieregularności analizowanej powierzchni. Stwierdzono korelację pomiędzy odpornością erozyjną omawianych powłok a wartością wymiaru fraktalnego opisywaną zależnością analityczną $y=298x-596$ (rys. 79), uzyskując współczynnik korelacji $r=0,929$. Ponieważ wartość empirycznej statystyki testowej $t=9,012$ jest wyższa od wartości krytycznej $t_{kryt} = 2,16$, pozwala to stwierdzić istotność ocenianego współczynnika.

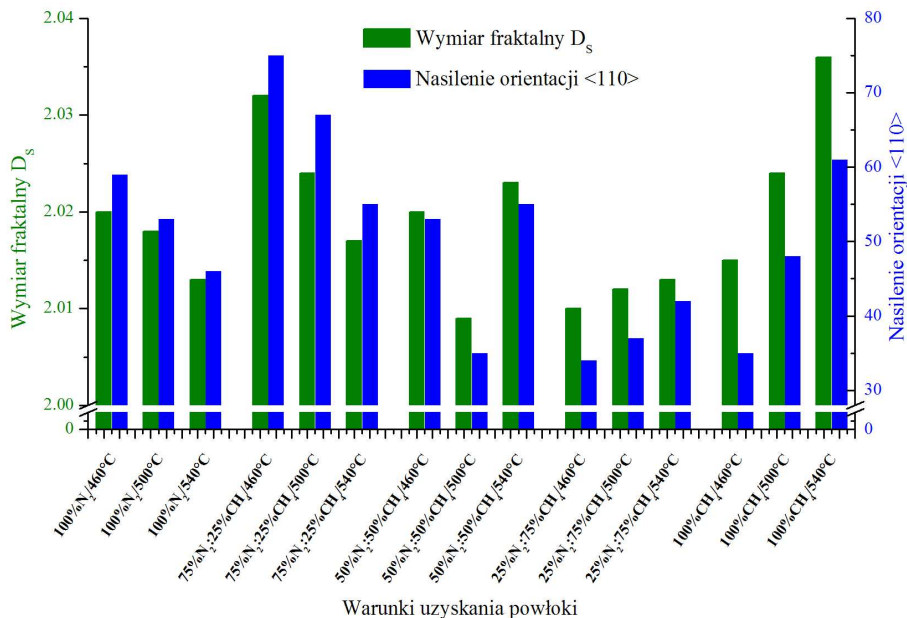


Rysunek 78. Zestawienie uzyskanych wyników wartości wymiaru fraktalnego D_s , parametru $\Delta\alpha$ oraz odporności erozyjnej powłok uzyskanych w magnetonowym procesie PVD



Rysunek 79. Korelacja pomiędzy odpornością erozyjną i wartością wymiaru fraktalnego dla powłok uzyskanych w magnetonowym procesie PVD

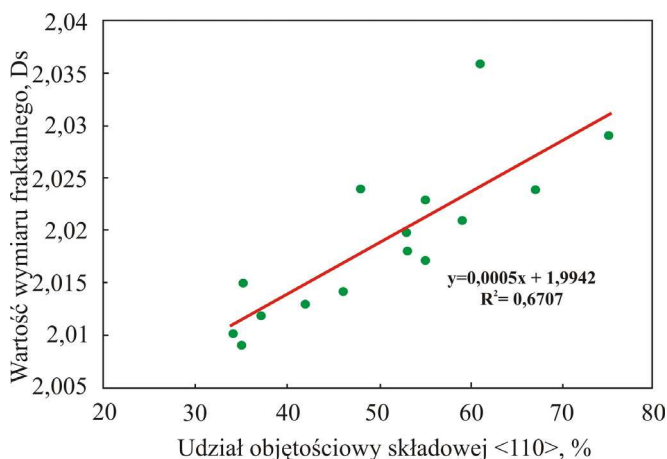
Dla badanych powłok stwierdzono, że z wielkości fraktalnych, opisujących analizowane topografie powierzchni powłok, najbardziej istotna jest wartość wymiaru fraktalnego D_s oraz szerokość widma multifraktalnego $\Delta\alpha$. Powłoki wykazujące wyższe wartości wymiaru fraktalnego charakteryzują się wyższą odpornością erozyjną, a porównując powłoki o zbliżonej jego wartości, lepsze własności eksploatacyjne wykazują powłoki o mniejszej wartości $\Delta\alpha$, a więc bardziej jednorodne. W przypadku testu erozyjnego, wykonanego dla powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD, proszkowy erodent wydobywa się z dyszy przy zadanym ciśnieniu i uderza o badaną powierzchnię próbki ustawionej pod ustalonym kątem. Można sądzić, że w przypadku tego testu zastosowanego do powłok o zbliżonej wartości wymiaru fraktalnego D_s , mniejszą odporność erozyjną wykazują powłoki o wyższej wartości parametru $\Delta\alpha$ (rys. 78), gdzie występują większe i szersze, wyrastające na powierzchnię zakończenia kolumn. Miejsca te, niezależnie od parametrów uzyskania powłoki, są prawdopodobnie odpowiedzialne za zainicjowanie procesu ich uszkodzenia. Proces ten wiąże się z postępującym pogłębianiem i uszkodzeniem w tych miejscach aż do całkowitego odsłonięcia materiału podłoża i usunięcia materiału powłoki.



Rysunek 80. Zestawienie uzyskanych wyników wartości wymiaru fraktalnego D_s i nasilenia orientacji $\langle 110 \rangle$ powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD

Na rysunku 80 zestawiono wyniki wartości wymiaru fraktalnego i nasilenia wyróżnionej orientacji wzrostu analizowanych powłok PVD w zależności od warunków ich uzyskania. Pomiedzy wartością wymiaru fraktalnego i udziałem składowej <110> stwierdzono istotną dodatnią korelację (rys. 81), opisaną funkcją $y=0,0005x+1,9942$ (współczynnik korelacji $r=0,819$, wartość empirycznej statystyki testowej $t=5,146$, wartość krytyczna $t_{kryt}=2,160$).

Analiza udziału składowej <110> w analizowanych powłokach od temperatury ich uzyskania wykazała silne ujemne korelacje dla powłok otrzymanych w atmosferze zawierającej wysokie stężenie azotu (100%N₂ oraz 75%N₂ i 25%CH₄) oraz silne dodatnie korelacje w przypadku atmosfery zawierającej wysokie stężenie węgla (25%N₂ i 75%CH₄ oraz 100%CH₄), których istotność została potwierdzona przez porównanie obliczonych wartości empirycznych statystyki testowej t z wartością krytyczną $t_{kryt}=12,706$. Analogiczne relacje stwierdzono dla zależności wymiaru fraktalnego od temperatury nanoszenia powłok, jednak w tym przypadku przeprowadzone analizy statystyczne nie potwierdziły ich istotności (tabl.10). W przypadku powłok uzyskanych w łukowym procesie PVD oraz wysokotemperaturowym CVD stwierdzono zdecydowanie wyższe wartości wymiaru fraktalnego i wyższe wartości parametru $\Delta\alpha$.



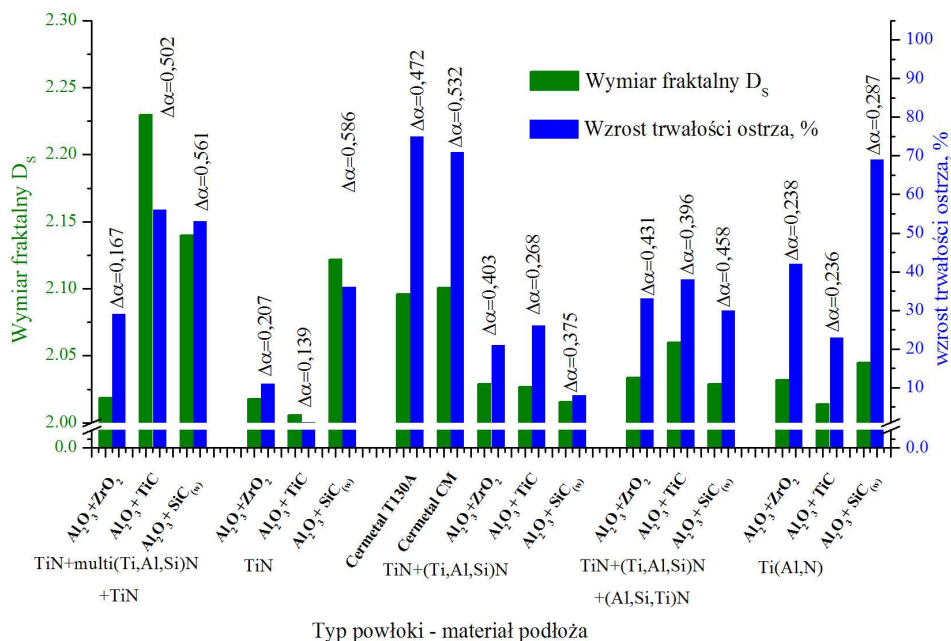
Rysunek 81. Korelacja pomiędzy wartością wymiaru fraktalnego i udziałem objętościowym składowej <110> dla powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD

Tablica 10. Zestawienie wartości statystycznych wyznaczonych na poziomie istotności $\alpha_{stat}=0,05$ zależności tekstury oraz wymiaru fraktalnego od temperatury nanoszenia powłok uzyskanych w magnetronowym procesie PVD (wartość krytyczna $t_{kryt}=12,706$)

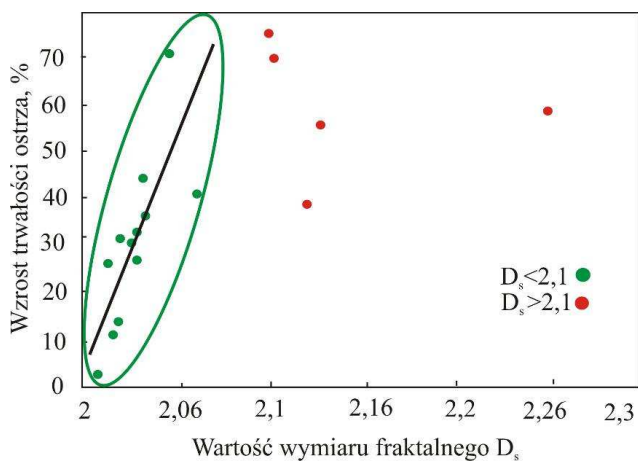
Typ powłoki	Atmosfera pieca	Zależności tekstury od temperatury nanoszenia		Zależności wymiaru od temperatury nanoszenia	
		Współczynnik korelacji liniowej r	Wartość statystyki Testowej t	Współczynnik korelacji liniowej r	Wartość statystyki Testowej t
Ti+(Ti,Al)N	100%N ₂	-0,999	16,455 > t _{kryt}	- 0,997	12,124 < t _{kryt}
Ti+(Ti,Al)(C,N)	75%N ₂ :25%CH ₄	-0,993	31,176 > t _{kryt}	- 0,995	10,392 < t _{kryt}
Ti+(Ti,Al)(C,N)	50%N ₂ :50%CH ₄	0,091	0,055 < t _{kryt}	0,203	0,209 < t _{kryt}
Ti+(Ti,Al)(C,N)	25%N ₂ :75%CH ₄	0,990	29,445 > t _{kryt}	0,982	5,196 < t _{kryt}
Ti+(Ti,Al)C	100%CH ₄	0,999	37,278 > t _{kryt}	0,997	12,124 < t _{kryt}

Na rysunku 82 przedstawiono uzyskane wyniki wartości wymiaru fraktalnego oraz własności eksploatacyjnych w zależności od materiałów podłoży, z uwzględnieniem wartości parametru $\Delta\alpha$ dla powłok otrzymywanych w łukowym procesie PVD. Zaobserwowano dodatnią korelację pomiędzy wartością wymiaru fraktalnego i wzrostem trwałości ostrza (współczynnik korelacji $r=0,601$, wartość empirycznej statystyki testowej $t=2,914$, wartość krytyczna $t_{kryt}=2,131$) (rys. 82).

Niska wartość współczynnika korelacji liniowej własności eksploatacyjnych i fraktalnych odzwierciedla niejednorodność powłok na bazie azotku tytanu, uzyskanych w łukowym procesie PVD, określoną przez wysoką wartość $\Delta\alpha$. Powłoki otrzymywane w łukowym procesie PVD charakteryzują się znacznie szerszym zakresem wartości wymiaru fraktalnego niż powłoki uzyskane w pozostałych procesach. Rozpatrując wyniki pomiarów odpowiadających powłokom opisywanym przez niską wartość wymiaru fraktalnego ($D_s < 2,1$), uzyskano wysoką wartość współczynnika korelacji pomiędzy wartością wymiaru fraktalnego i własnościami eksploatacyjnymi ($r=0,760$, $t=3,698$, $t_{kryt}=2,228$) (rys. 83).

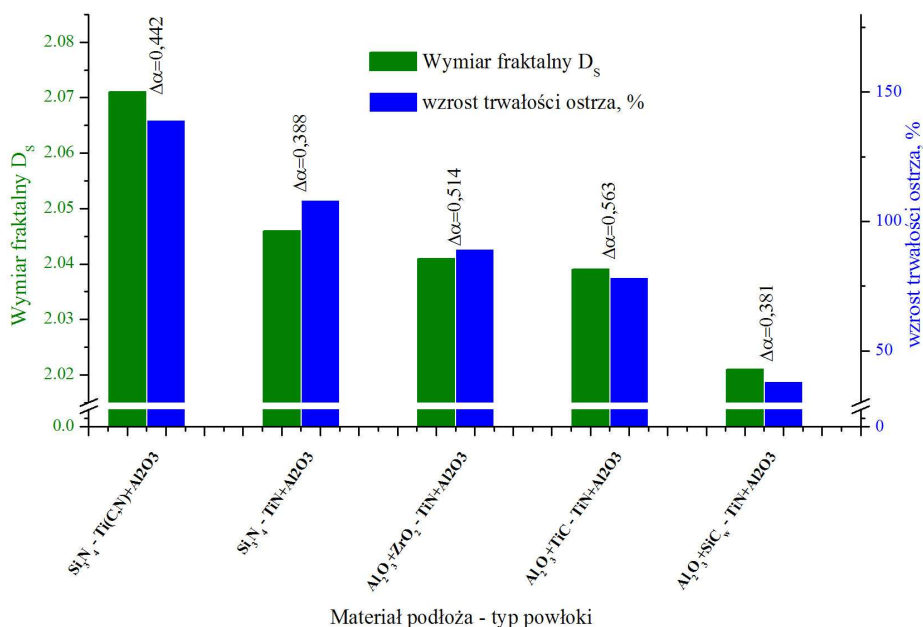


Rysunek 82. Zestawienie uzyskanych wyników wartości wymiaru fraktalnego D_s , parametru $\Delta\alpha$ oraz własności eksploatacyjnych powłok uzyskanych w łukowym procesie PVD

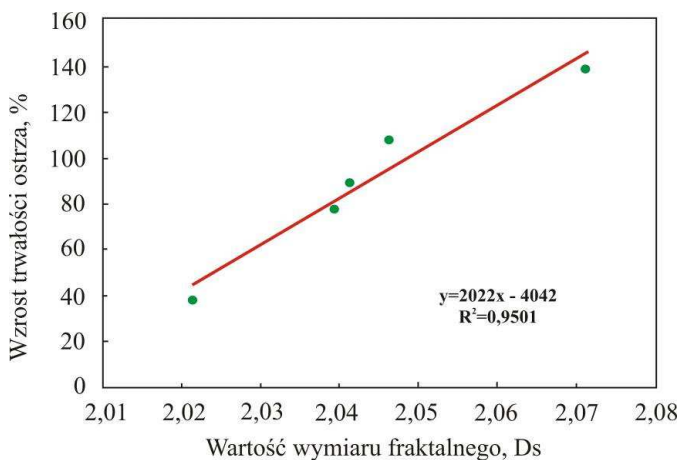


Rysunek 83. Zależność uzyskanych wartości wymiaru fraktalnego i własności eksploatacyjnych określonych w teście skrawności powłok uzyskanych w łukowym procesie PVD

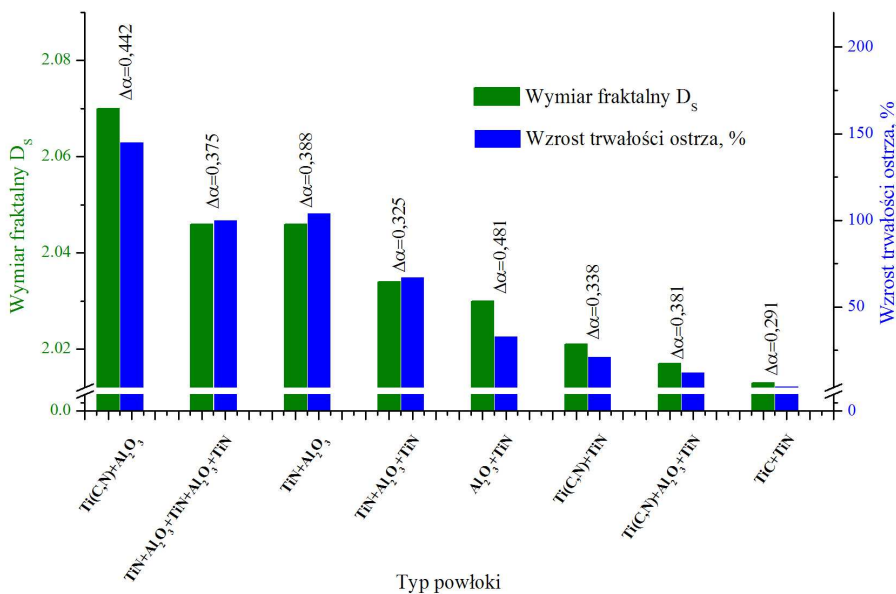
W przypadku powłok uzyskanych w wysokotemperaturowym procesie CVD dla wariantów, gdy powłoka zewnętrzna jest wykonana z Al_2O_3 (rys. 84), a na jej powierzchni występują charakterystyczne wielościanny, które można odnieść do obserwowanych stożków/kolumn w przypadku powłok uzyskanych na podłożu ze spiekanej stali szybko tnącej oraz gdy materiałem podłoża jest ceramika azotkowa Si_3N_4 (rys. 86), stwierdzono podobną zależność własności eksploatacyjnych określonych w teście skrawności i wielkości fraktalnych, jak w przypadku powłok uzyskanych w magnetronowym i łukowym procesie PVD. W pierwszym przypadku uzyskano współczynnik korelacji pomiędzy wartościami wymiaru fraktalnego i wzrostem trwałości ostrza $r=0,975$ (postać analityczna funkcji $y=2022x-4042$, rys. 85), natomiast dla powłok uzyskanych na podłożu wykonanym z Si_3N_4 $r=0,958$ (postać analityczna funkcji $y=2619x-0,9169$, rys. 87). Szczegółowe wyniki analiz statystycznych z uwzględnieniem wartości krytycznych badanych powłok uzyskanych w magnetronowym i łukowym procesie PVD oraz wysokotemperaturowym CVD dla omówionych wariantów przedstawiono w tabelicy 11.



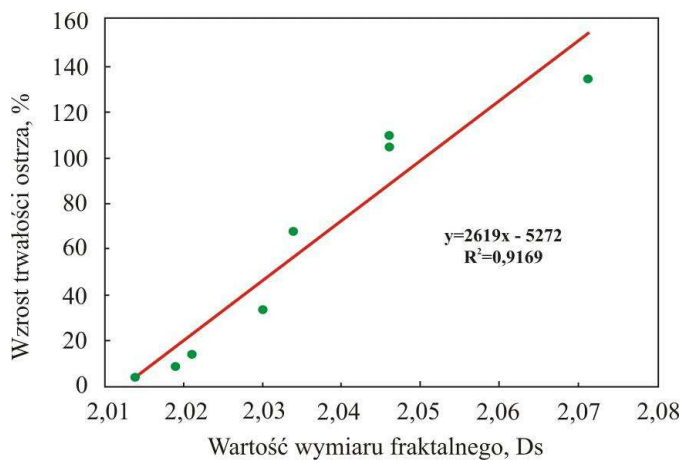
Rysunek 84. Zestawienie uzyskanych wyników wartości wymiaru fraktalnego D_s , parametru $\Delta\alpha$ oraz własności eksploatacyjnych powłok uzyskanych w wysokotemperaturowym procesie CVD (warstwa zewnętrzna z Al_2O_3)



Rysunek 85. Korelacja pomiędzy wzrostem trwałości ostrza i wartością wymiaru fraktalnego dla powłok uzyskanych w procesie CVD (warstwa zewnętrzna z Al_2O_3)



Rysunek 86. Zestawienie uzyskanych wyników wartości wymiaru fraktalnego D_s , parametru $\Delta\alpha$ oraz własności eksploatacyjnych powłok uzyskanych w wysokotemperaturowym procesie CVD (podłoże z ceramiki azotkowej Si_3N_4)



Rysunek 87. Korelacja pomiędzy wzrostem trwałości ostrza i wartością wymiaru fraktalnego dla powłok uzyskanych w procesie CVD (podłoże z ceramiki azotkowej Si_3N_4)

Tablica 11. Zestawienie uzyskanych wartości statystycznych korelacji pomiędzy wybranymi własnościami powłok uzyskanymi w magnetronomowym i lukoowym procesie PVD oraz wysokotemperaturowym CVD

Rodzaj procesu	Material podłoża	Typ powłoki	Wielkości, dla których wyznaczono korelacje	Wartość współczynnika w korelacji liniowej r	Wartość statystyki testowej	Wartość krytyczna testu t Studenta
PVD magnetronomowy	PM HS6-5-3-8	Ti+(Ti,Al)N, Ti+(Ti,Al)(C _x N _{1-x}), Ti+(Ti,Al)C	➤ Przyczepność naprężenia	0,679	3,333	2,160
			➤ twardość wymiar fraktalny	0,908	7,807	2,160
			➤ odporność erozyjna wymiar fraktalny	0,929	9,012	2,160
			➤ wymiar fraktalny tekstura	0,819	5,146	2,160
PVD magnetronomowy	1) Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ , 2) Al ₂ O ₃ +TiC, 3) Al ₂ O ₃ +SiC _(w) , 4) cermet CM, 5) cermet T130A	TiN*, TiN+multi(Ti,Al,Si)N+TiN*, (Ti,Al)N*, TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N*, TiN+(Ti,Al,Si)N**, (* - powłoki uzyskane na podłożach 1-3, **-powłoka uzyskana na podłożach 1-5)	➤ przyczepność naprężenia	0,913	8,683	2,131
			➤ trwałość ostrza wymiar fraktalny	0,601	2,914	2,131
CVD wysokotemperaturowy	1) Si ₃ N ₄ 2) Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ 3) Al ₂ O ₃ +TiC 4) Al ₂ O ₃ +SiC _(w)	Ti ₂ N+Al ₂ O ₃ * Ti(C,N)+Al ₂ O ₃ ** (* - powłoki uzyskane na podłożach 1-4, **-powłoka uzyskana na podłożu 1)	➤ trwałość ostrza ➤ wymiar fraktalny	0,975	7,557	3,182
	Si ₃ N ₄	TiN+Al ₂ O ₃ , TiN+Al ₂ O ₃ +TiN, TiN+Al ₂ O ₃ +TiN+Al ₂ O ₃ +TiN, Al ₂ O ₃ +TiN, TiC+TiN, Ti(C,N)+TiN, Ti(C,N)+Al ₂ O ₃ +TiN, Ti(C,N)+Al ₂ O ₃	➤ trwałość ostrza ➤ wymiar fraktalny	0,958	8,136	2,447