

Vysoké učení technické v Brně
Brno University of Technology

Fakulta strojního inženýrství
Ústav konstruování / Odbor metodiky konstruování

Faculty of Mechanical Engineering
Institute of Machine and Industrial Design / Department of Design Theory

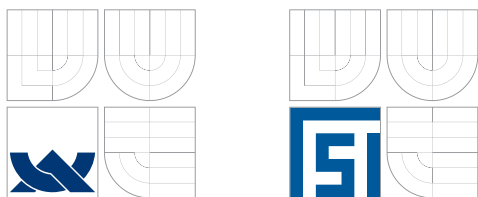
Studium tenkých mazacích filmů spektroskopickou reflektometrií

[Pojednání ke státní doktorské zkoušce]
[Discourse on the Dissertation Thesis]

Autor práce: **Ing. Vladimír Čudek**
Author

Brno 2008





Fakulta strojního inženýrství
Ústav konstruování / Odbor metodiky konstruování

Faculty of Mechanical Engineering
Institute of Machine and Industrial Design / Department of Design Theory

Studium tenkých mazacích filmů spektroskopickou reflektometrií

[Pojednání ke státní doktorské zkoušce]
[Discourse on the Dissertation Thesis]

Autor práce: **Ing. Vladimír Čudek**
Author

Vedoucí práce: **Doc. Ing. Ivan Křupka, Ph.D.**
Supervisor

OBSAH

OBSAH	3
1. ÚVOD	4
2. VYMEZENÍ ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY A PŘEDBĚŽNÉHO CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE	5
3. SHRnutí SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ	8
3.1 Optický design	8
3.2 Měřicí metody	9
3.2.1 Monochromatická a chromatická interferometrie	10
3.2.2 Metoda posunutí píku a ROII (relative optical interference intensity)	12
3.2.3 Spektroskopická reflektometrie	13
4. ANALÝZA, INTERPRETACE A ZHODNOCENÍ POZNATKŮ ZÍSKANÝCH NA ZÁKLADĚ REŠERŠE	18
5. CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE A NÁVRH ZPŮSOBU JEJÍHO ŘEŠENÍ	19
6. SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÍ DISERTAČNÍ PRÁCE	20
6.1 Úprava stávající měřicí aparatury	20
6.2 Optický design pro spektroskopickou reflektometrii	21
6.3 Stanovení optických vlastností ocelové kuličky	22
7. ZÁVĚR	24
8. LITERATURA	25
9. PŘEHLED OZNAČENÍ	28

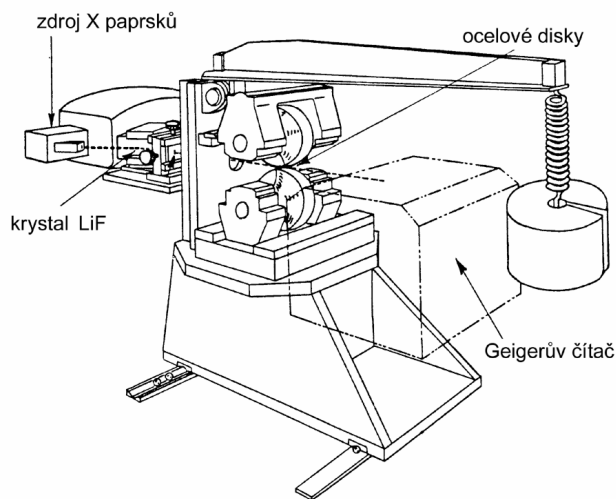
1. ÚVOD

Toto pojednání ke státní doktorské zkoušce se zabývá přehledem stávajících měřicích metod používaných při studiu mazacích filmů a vývojem nové optické metody, založené na spektroskopické reflektometrii. Vzhledem k tloušťkám těchto filmů jsou na metody kladeny vysoké nároky a to nejen na přesnost, ale také na rozsah, který se pohybuje od nanometrů až po mikrometry. Za pomoci výsledků získaných experimentálním studiem, lze studovat mnohé děje v tribologických soustavách za různých provozních podmínek a pro různá maziva, přičemž získané poznatky lze využívat především k detailnějšímu poznání elastohydrodynamického a mezného mazání.

2. VYMEZENÍ ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY A PŘEDBĚŽNÉHO CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE

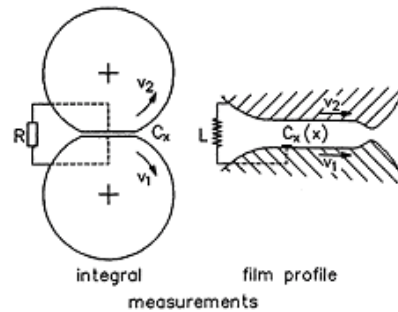
S postupným rozvojem techniky a výrobních technologií jak v oblasti běžně používaných strojních mechanismů, tak i v oblasti mikromechanismů, dochází k postupnému snižování tloušťky mazacích filmů v strojních tribologických soustavách. Na konci devatenáctého století se minimální tloušťka mazacího filmu (v kluzných ložiscích) pohybovala v řádech 10^{-4} až 10^{-5} m [1]. V dnešní době u vysoce zatížených strojních součástí, jakými jsou např. valivá ložiska či ozubené převody, dosahuje minimální tloušťka mazacího filmu hodnot 10^{-6} až 10^{-7} m, což popisuje teorie elastohydrodynamického (EHD) mazání objevená počátkem druhé poloviny dvacátého století. Při smíšeném mazání spojeném s plastickou deformací povrchových nerovností může mazací film dosahovat až tloušťky 10^{-8} nebo dokonce 10^{-9} m.

První metoda reálného měření tenkých mazacích filmů, kterou použili poprvé koncem 50. let 20. století Sibley a kol. [2], byla založena na použití X paprsků. Jako zdroj sloužil kolimovaný monochromatický svazek, jenž procházel skrz disky i mazací film. Experimentální uspořádání bylo srovnatelné s průchodem paprsků štěrbinou, kdy záření procházející ocelovými disky bylo absorbováno, na rozdíl od záření, procházejícího mazacím filmem. Díky tomu bylo možné prošlé záření detekované Geigerovým čítačem porovnat s kalibrační tabulkou, získanou pro štěrbinu se známou šířkou a tím stanovit tloušťku mazacího filmu pro různé hodnoty třecích povrchů, zatížení i viskozitu maziva.



Obr.1 Dvoudiskové zařízení pro studium tloušťky mazacích filmů pomocí X paprsků [3].

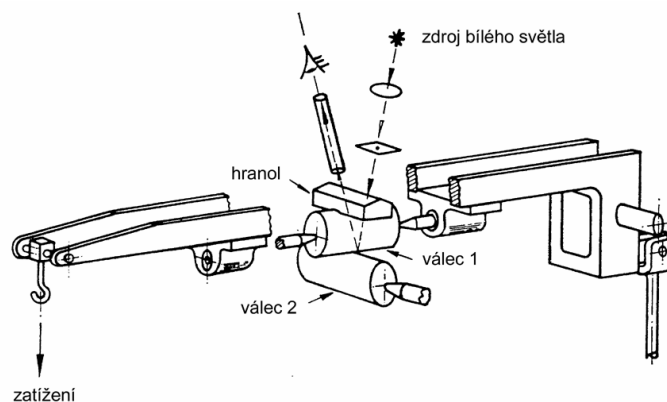
Druhá měřicí technika využívající změny kapacitance [4], byla odzkoušena na obdobném experimentálním zařízení. Jednalo se opět o dva odvalující se kotouče s rovnoběžnými osami. Tloušťka mazacího filmu byla vyhodnocována na základě naměřené kapacitance, v závislosti na vzdálenosti obou disků.



Obr.2 Princip měření tloušťky mazacích filmů ze změny kapacity [5].

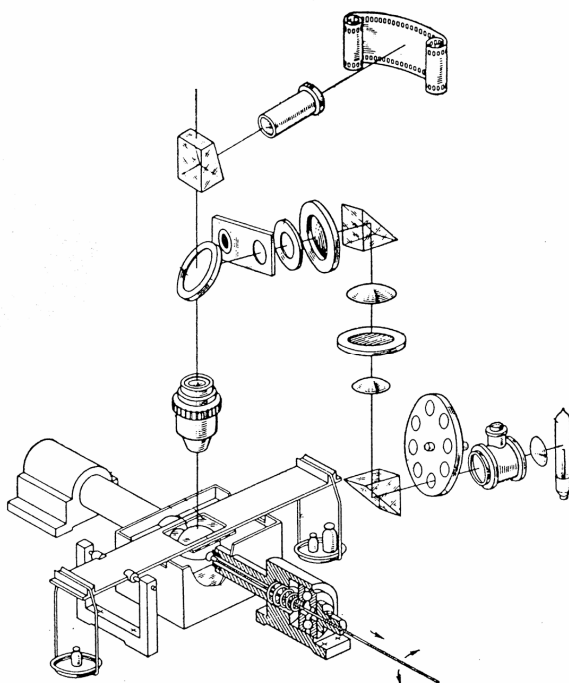
Tyto dvě metody v podstatě odstartovaly aplikovaný výzkum v oblasti měření mazacích filmů, který se po deset let zabýval pouze zdokonalováním těchto dvou technik. Až teprve začátkem 60. let minulého století použili Archard a Kirk [6] při studiu EHD bodového kontaktu experimentální zařízení, u kterého namísto dvou ocelových kotoučů použili válce vyrobené z polymethylmetakrylátu s osami navzájem kolnými. Tloušťka mazacího filmu byla opět vyhodnocována ze změny kapacity mezi třecími povrchy. Avšak v průběhu měření si povšimli, že při osvětlení kontaktní oblasti bílým světlem vznikají mezi oběma válci a mazacím filmem interferenční proužky stejné tloušťky. Následující studie ukázaly, že tímto způsobem je možné pozorovat dostatečné množství barevných interferenčních proužků pro stanovení rozložení tloušťky mazacího filmu, což Kirk v roce 1962 [7] ukázal na eliptickém kontaktu. I přesto, že metody založené na měření tloušťky mazacího filmu pomocí X paprsků a kapacity byly nadále zdokonalovány, optická interferenční metoda se stala základem pro dnes nejčastěji používané techniky studia rozložení mazacího filmu v EHD kontaktu.

Vzhledem k použitému materiálu třecích povrchů, neumožňovalo zařízení sestavené Kirkem vyvinout vyšší kontaktní tlaky. Tuto nevýhodu odstranili o rok později Gohar a Cameron [8], kteří namísto dvou válečků použili jako třecí tělesa ocelovou kuličku a skleněnou desku vyrobenou ze skla s vysokým indexem lomu, čímž dali vzniknout dnes nejpoužívanějšímu experimentálnímu zařízení pro měření EHD kontaktů. Výsledné rozložení tloušťky mazacího filmu následně vyhodnocovali z chromatických interferogramů.



Obr.3 První zařízení pro studium mazacích filmů optickou interferenční metodou [9].

V následujících letech se ukázalo, že pro detailnější studium mazacích filmů je vhodnější využití dichroického, případně monochromatického světla [10]. Až s příchodem výpočetní techniky a barevných CCD kamer se ukázalo použití chromatické interferenční metody opět jako nejvýhodnější.



Obr. 4 Zařízení vyvinuté Goharem a Cameronem pro studium kruhového kontaktu [11].

V devadesátých letech dvacátého století se vývoj optických interferenčních metod začal dělit na dva proudy. Tím prvním bylo zdokonalování již zmíněné metody chromatické interferometrie, druhým proudem pak bylo využití spektrálního rozkladu odraženého světla z kontaktu. I když tuto metodu popsal již mnohem dříve Israelachvili [12], pro studium EHD mazání ji jako první použili Johnston a kol. [13]. Metoda je založena na principu lokalizace interferenčních maxim ve spektrální závislosti odrazivosti na vlnové délce, kdy změna polohy maxima resp. minima je závislá na změně tloušťky mazacího filmu.

Všechny doposud používané metody však využívají při stanovování tloušťky mazacího filmu porovnání naměřených hodnot s hodnotami získanými z měření standardu se známou geometrií. Jedná se tedy o metody komparativní, což je jejich nejslabší stránka. Toto pojednání ke státní doktorské zkoušce je zaměřeno na vývoj nové měřicí metody, využívající spektroskopickou reflektometrii, jakožto metodu absolutní. Jedná se o měřicí techniku, pomocí níž je možné studovat mazací filmy vytvářené v tribologických soustavách v širokém rozsahu tlouštěk a to i řádu jednotek nanometrů.

3. SHRnutí SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ

V současné době nejčastěji používané experimentální zařízení pro měření rozložení mazacího filmu v EHD kontaktu využívá koncepci navrženou již koncem 60. let 20. století Foordem a kol. [14]. Měřicí aparatura se skládá ze dvou základních prvků představujících třecí plochy, mezi nimiž je vytvářen mazací film. První třecí těleso tvoří ocelová kulička zpravidla o průměru 25,4 mm, na kterou je přitlačován skleněný kotouč o průměru 100 ÷ 150 mm, představující druhé třecí těleso. Celé zařízení je koncipováno tak, aby bylo možné nezávisle na sobě pohánět jak kuličku, tak i kotouč a tím dosáhnout nejen podmínek čistého valení, ale také různých stupňů prokluzu. Jako zdroj pro osvětlení kontaktní oblasti je pak použita nejčastěji halogenová žárovka, která zajišťuje dostatečnou intenzitu i spektrální odezvu v měřeném rozsahu vlnových délek. Pomocí takového uspořádání je možné studovat chování mazacího filmu v kontaktu při tlaku kolem 0,2 GPa až 0,6 GPa za předpokladu, že je kotouč vyrobený z běžně užívaného borosilikátového skla BK7. Pro dosažení vyšších kontaktních tlaků je pak nutné použít materiál s vyšším modulem pružnosti, jako je např. safír (Al_2O_3).

Zatímco mechanické uspořádání experimentálních zařízení zůstává i v současnosti v principu nezměněno, výrazným způsobem se odlišuje jejich optický design daný především použitými měřicími metodami.

3.1 Optický design

Důležitým faktorem při studiu tloušťky mazacího filmu utvářeného mezi třecími povrchy je kontrast vznikajícího interferenčního obrazce, který je dán intenzitou jednotlivých maxim a minim v interferogramu, což vyplývá ze vztahu

$$V = \left(\frac{I_{\max} - I_{\min}}{I_{\max} + I_{\min}} \right), \quad (1)$$

kde I_{\max} a I_{\min} jsou maximální a minimální intenzita odraženého světla. Ty jsou dány především rozdílem optických vlastností na rozhraní maziva a třecích ploch.

Když v roce 1963 použili Gohar a Cameron [8] poprvé ke studiu tvaru EHD mazaného kruhového kontaktu optickou interferenční metodu, využili k měření sklo s vysokým indexem lomu, syntetický safír a diamant. Všechny tyto tři materiály jsou charakteristické tím, že jejich index lomu je vyšší jak 1,7, čímž byl zajištěn dostatečný kontrast. U dnes používané koncepce zařízení, používající ocelovou kuličku a skleněný kotouč, je kotouč vyráběný nejčastěji z běžného skla BK7. Jeho index lomu se pohybuje kolem 1,52, což je hodnota velice blízká indexu lomu běžně používaných maziv, čímž prakticky úplně zaniká kontrast jednotlivých interferenčních proužků.

Ideálního kontrastu lze přitom dosáhnout správnou volbou optických vlastností, tedy indexu lomu a absorpce, třecích ploch. Vzhledem k tomu, že ocelová kulička odráží ve viditelné oblasti přibližně 60% dopadajícího světla, bylo nutné skleněný kotouč opatřit takovou polopropustnou vrstvou, aby intenzita světla odraženého na rozhraní sklo-olej a intenzita světla prošlá mazacím filmem a odražená na rozhraní mazivo-ocel byla zhruba stejná. Ukázalo se, že jedno z možných řešení je použití tenké

vrstvy chromu o tloušťce přibližně 10-20 nm [14], případně tenké dielektrické vrstvy TiO_2 o tloušťce přibližně 300 nm. Použití vrstvy TiO_2 , jak ukázala studie Foorda a kol. [10], je výhodnější pro lokalizaci jednotlivých minim v interferogramu, neboť se jedná o tzv. vícesvazkovou interferenci. U chromové vrstvy se naopak interference popisuje jako dvousvazková, což je způsobeno vysokou absorpcí chromu. V dnešní době se však výhradně používá tenká vrstva chromu, která má i přes některé svoje nedostatky výrazně lepší mechanické vlastnosti.

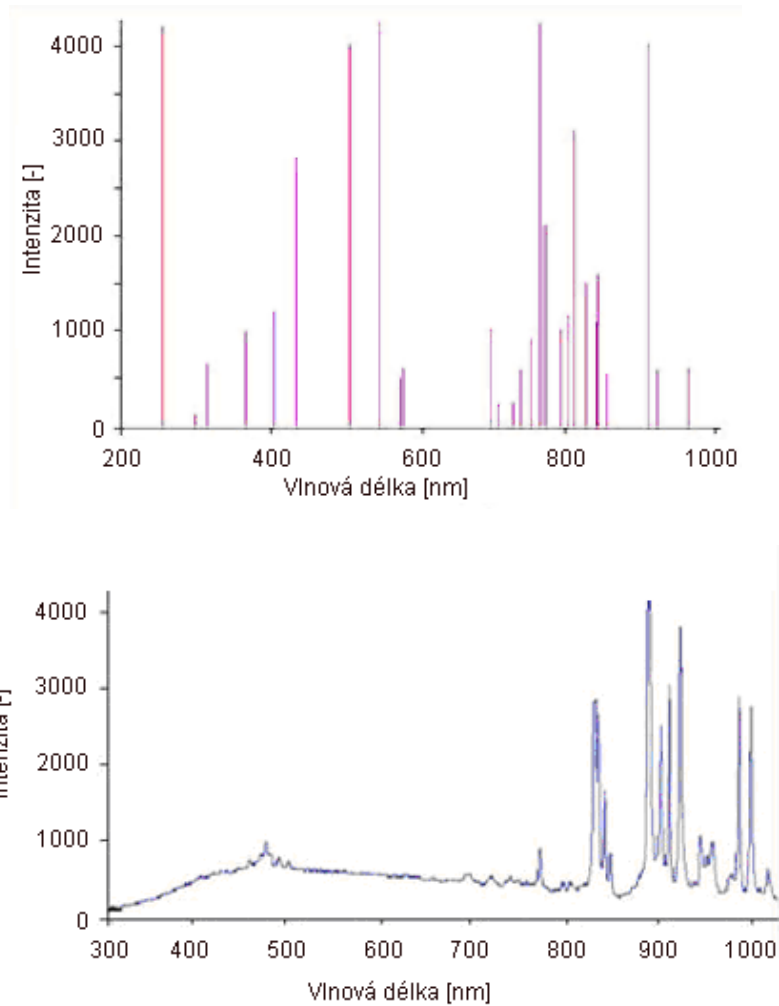
Nejmenší dosahovaná měřitelná tloušťka optické metody použité Archardem a Kirkem [6] se pohybovala okolo 100 nm. Tento fakt je dán tím, že interferenční maximum v oblasti viditelného spektra lze pozorovat při nultém řádu od hodnoty zhruba 80 nm. Pro menší tloušťky se toto maximum pohybuje již v oblasti blízkého UV záření, které nelze s běžnou optikou detekovat. Jako první překonal toto omezení Westlake a Cameron [16], kteří vrstvu chromu nanosenou na skleněném disku překryli tenkou vrstvou oxidu křemičitého (SiO_2) o tloušťce přibližně 500 nm. Vzhledem k tomu, že SiO_2 má index lomu velice blízký indexu lomu většiny běžně používaných maziv, byla jejich tloušťka zdánlivě zvětšena o tloušťku oxidu, čímž se první interferenční maximum posunulo do viditelné oblasti i u menších tlouštěk.

3.2 Měřicí metody

Celkově lze rozdělit metody pro měření tloušťky mazacích filmů na dvě skupiny. Metody pracující s monochromatickým, případně dichroickým světlem a se zdrojem se spojitým spektrem.

Příkladem zdroje monochromatického světla mohou být např. různé druhy výbojek, které se vyznačují nespojitým spektrem a tudíž vyzařují pouze na určitých vlnových délkách. V praxi se nejčastěji používá výbojka rtuťová, která se navíc kombinuje s úzkopásmovým filtrem, čímž je zajištěna dostatečně malá pološířka intenzitního píku. Další možností jak získat monochromatické světlo je použití laseru. Jeho předností je především vysoká intenzita a malá rozbíhavost svazku.

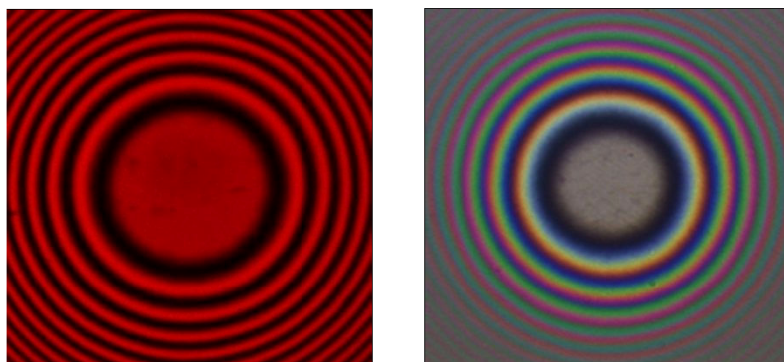
V případě použití zdroje se spojitým spektrem se nejčastěji uplatňují halogenová žárovka nebo xenonová výbojka. Oba tyto zdroje mají ve viditelné oblasti dostatečně spojitě spektrum bez výrazných intenzitních maxim pro jednotlivé vlnové délky. V případě Xenonové výbojky lze pak navíc získat zdroj o relativně vysokém výkonu (až 1000W). V dnešní době, zejména s příchodem nových měřicích metod, založených na spektrálním rozkladu odraženého světla z kontaktní oblasti, se začínají častěji využívat polovodičové zdroje. Jejich značnou výhodou je vysoká životnost i svítivost a především časová stálost, neboť tyto prvky jsou napájeny stejnosměrným proudovým zdrojem.



Obr. 5 Emisní spektrum Hg-Ag výbojky (nahore) a Xe výbojky (dole) [17].

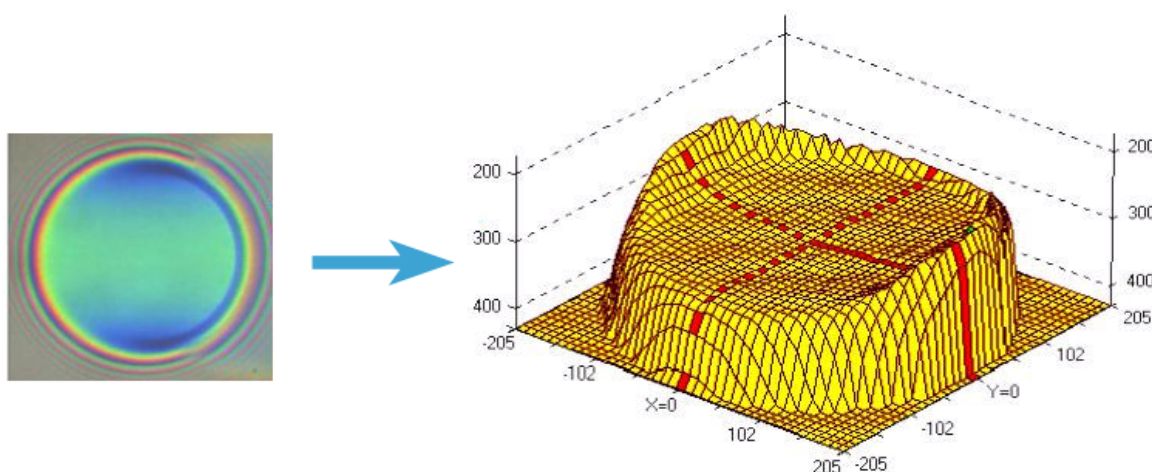
3.2.1 Monochromatická a chromatická interferometrie

Jedná se v podstatě o první optické metody, použité pro měření rozložení mazacího filmu. Metoda používající monochromatický světelný zdroj [10] je založena na principu vyhodnocování polohy interferenčních proužků a jejich přiřazení k danému interferenčnímu řádu. Jedná se o základní techniku stanovování tloušťky, kdy poloha maxima resp. minima je dána použitou vlnovou délkou, celkovým fázovým posuvem na všech optických rozhraních a indexem lomu maziva. Značným problémem této techniky je nalezení odpovídajícího interferenčního řádu, což do jisté míry odstranilo použití dichroického zdroje.



Obr. 6 Monochromatický a barevný interferogram suchého kontaktu mezi ocelovou koulí a skleněným diskem [19].

Na rozdíl od této metody chromatická interferometrie využívá při vyhodnocování tloušťky mazacího filmu barvy, vznikající v kontaktní oblasti a vytvářející barevný interferogram [7]. Jedná se v podstatě o měřicí techniku, přiřazující jednotlivým barvám určitou tloušťku maziva. V počátcích této metody, v 60. letech minulého století, bylo největším problémem právě přiřazení tloušťky daným barvám, neboť jediným způsobem vyhodnocení interferogramu bylo vizuální porovnání barev s etalonem. Tato metoda samozřejmě neumožňovala stanovovat tloušťku mazacího filmu s dostatečnou přesností, proto se začala používat v kombinaci s monochromatickými metodami [10]. Výrazný vývoj chromatické interferometrie začal až v 90. letech minulého století a to díky technickému rozvoji snímací techniky a snadné digitalizaci obrazu. V roce 1994 publikovali Gustafsson a kol. [18] metodu založenou na porovnávání souřadnic mezi EHD interferogramem a etalonem v barevném prostoru HSV. V pozdějších studiích se ale ukázalo, že mnohem lépe vyhovuje při porovnávání barev barevný prostor CIELAB [19], který je narozdíl od RGB a HSV citlivější také v oblasti méně satureovaných barev. Tato technika umožnila měření tloušťky i velmi tenkých mazacích filmů.



Obr. 7 Barevný interferogram získaný z kontaktu mezi ocelovou kuličkou a skleněným kotoučem a 3D rozložení tloušťky (vodorovné osy jsou v μm , svislá osa v nm) [19].

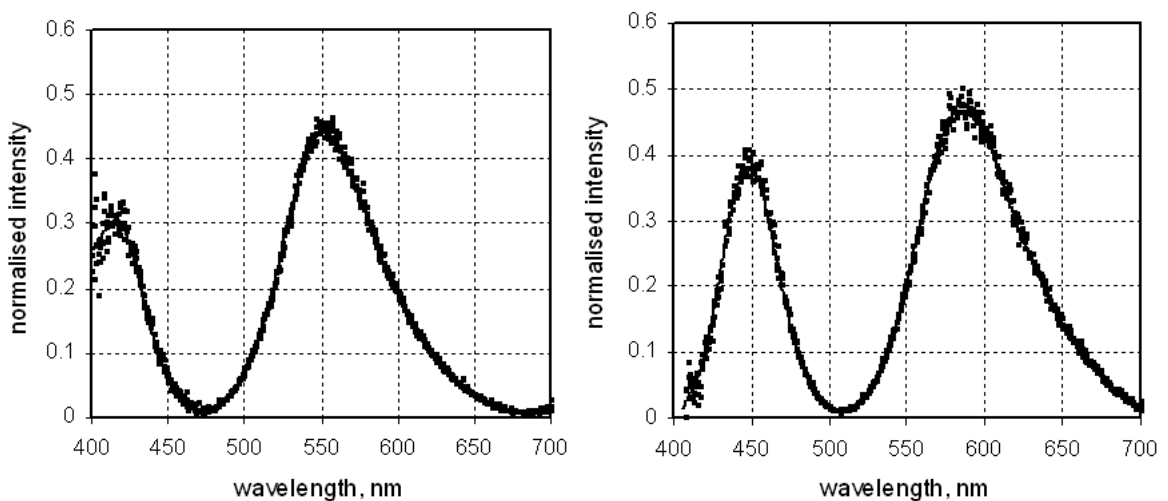
3.2.2 Metoda posunutí píku a ROII (relative optical interference intensity)

Jedná se o metody vyvíjené prakticky až od 90.let minulého století, využívající spektrální rozklad odraženého světla resp. matematický popis rozložení intenzity v interferogramu.

V roce 1990 publikovali Johnston a kol. [13] článek, ve kterém popsali metodu pro měření tloušťky velmi tenkých mazacích filmů. Jedná se o techniku využívající vztahu mezi změnou polohy interferenčního maxima a změnou tloušťky maziva. Tuto závislost lze jednoduše odvodit z rovnic pro konstruktivní, resp. destruktivní interferenci [20] a je dána vztahem

$$h = \frac{(N - f)\Delta l}{2n}, \quad (2)$$

kde h je tloušťka mazacího filmu, n index lomu maziva, Δl posunutí vlnové délky intenzitního maxima, N interferenční řád a f fázový posuv, vznikající na optických rozhraních. Aby bylo možné dosáhnout požadovaného měřicího rozsahu, je disk opatřen nejen tenkou vrstvou chromu, ale také vrstvou SiO_2 pro zdánlivé zvětšení tloušťky mazacího filmu. Ke zjišťování spektrální odezvy je přitom nutné doplnit experimentální zařízení o spektrometr namísto barevné CCD kamery s lineárním, případně maticovým detektorem. Značnou nevýhodou této metody i přes její přesnost a měřicí rozsah, je možnost měřit tloušťku filmu pouze lokálně, tedy v jednom bodě, případně v jednom řezu. I přesto patří tato metoda k nejpoužívanějším metodám při studiu chování velmi tenkých mazacích filmů.



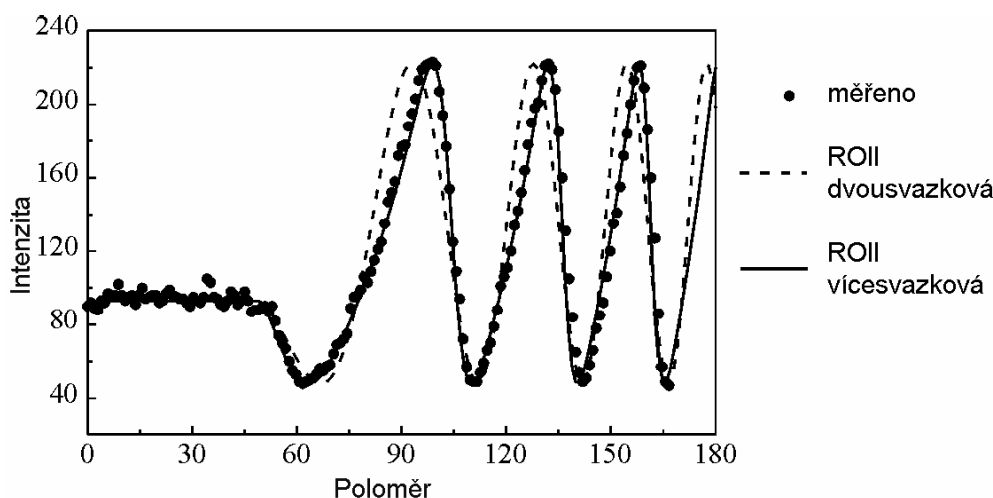
Obr. 8 Příklad posunutí intenzitních maxim stejného chromatického řádu. Vlevo: suchý kontakt mezi ocelovou kuličkou a skleněným kotoučem s mezivrstvou SiO_2 o tloušťce 501 nm. Vpravo: posunutí maxim při tloušťce mazacího filmu 35 nm [20].

V roce 1996 publikovali Luo a kol. [21] další metodu, pomocí níž je možné měřit velmi tenké mazací filmy. Jedná se o tzv. metodu ROII (relative optical interference intensity), používající pro měření tloušťky maziva matematického popisu rozložení

intenzity v interferogramu. Studovaný kontakt je zde osvětlen pouze monochromatickým světlem a vyhodnocování vychází z předpokladu, že se jedná o dvousvazkovou interferenci, kdy celkovou intenzitu lze popsat vztahem

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos\left(\frac{4nhp}{l} + f\right), \quad (3)$$

kde I_1 a I_2 jsou intenzity dvou koherentních svazků odražených od rozhraní povrchů, h je měřená tloušťka, n index lomu maziva, l použitá vlnová délka a f fázový posuv, který je konstantní pro danou vlnovou délku a lze jej změřit experimentálně. Tato metoda ovšem dostatečně nepopisovala skutečnost, neboť byla založena na modelu dvousvazkové interference. V roce 2002 publikovali Guo a Wong [22] modifikaci této metody využívající matematický model předpokládající vícesvazkovou interferenci, čímž dosáhli výraznější shody s experimentálními hodnotami.



Obr. 9 Porovnání intenzity získané z kontaktu mezi ocelovou kuličkou a skleněným kotoučem a teoretickou analýzou získanou metodou ROII [22].

3.2.3 Spektroskopická reflektometrie

Spektroskopická reflektometrie, jakožto optická interferenční metoda, je známá již od 17. století, kdy Newton pozoroval interferenční kroužky vznikající mezi konvexní čočkou a rovinnou skleněnou deskou. I přesto první laboratorní průmyslové aplikace této metody se datují až do 60. let minulého století [23]. Výhodou této metody je především její přesnost a celková nenáročnost na konstrukci měřicí aparatury. Právě díky těmto vlastnostem je často používána pro měření tenkých vrstev ve všech odvětvích průmyslu. V současné době se tato měřicí technika také velice hojně využívá pro měření in-situ, tedy při vytváření napařovaných a napařovaných tenkých vrstev a při studiu jejich tvorby [24].

Princip reflektometrie [25] je relativně jednoduchý a vychází z měření intenzity světla odraženého a intenzity světla dopadajícího na studovaný vzorek. Jejich poměr je označován jako *absolutní odrazivost*. Vzhledem k tomu, že měřit intenzitu dopadajícího světla na vzorek je velice problematické, prakticky se vychází z měření *odrazivosti relativní*, která je definována vztahem

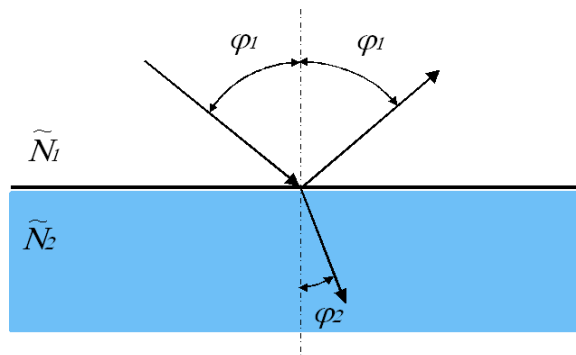
$$\mathfrak{R} = \frac{I_{stud}}{I_{ref}}, \quad (4)$$

kde I_{stud} je intenzita světelného svazku odraženého od studovaného vzorku a I_{ref} je intenzita světla od vzorku se známou odrazivostí. Vynásobením této relativní odrazivosti pak lze snadno získat odrazivost absolutní. Jako vzorek se známou odrazivostí, tzv. standard, se nejčastěji používá monokrystal křemíku. Jeho výhodou jsou především velice dobře známé optické vlastnosti a také fakt, že oxidy tvořící se na křemíku mají pouze velmi malý vliv na jeho odrazivost.

Naměřená data jsou pak použita pro optimalizační proces, jehož pomocí lze získat hledanou tloušťku vrstvy i optické konstanty. Ty jsou obecně definovány pomocí komplexního indexu lomu, daného vztahem

$$\tilde{N} = n + ik, \quad (5)$$

kde v reálné části n vyjadřuje index lomu materiálu a v imaginární části k index absorpce.



Obr. 10 Dopad světla na rozhraní dvou optických prostředí.

K popisu chování světla na jednotlivých rozhraních celého měřeného systému se používají *Fresnelovy koeficienty* [26], které jsou definovány jako poměr amplitudy dopadající vlny a vlny odražené. Obecně jsou různé pro s-složku a p-složku a zapisují se ve tvaru

$$r_{12}^p = \frac{\tilde{N}_2 \cos j_1 - \tilde{N}_1 \cos j_2}{\tilde{N}_2 \cos j_1 + \tilde{N}_1 \cos j_2} \quad (5)$$

$$r_{12}^s = \frac{\tilde{N}_1 \cos j_1 - \tilde{N}_2 \cos j_2}{\tilde{N}_1 \cos j_1 + \tilde{N}_2 \cos j_2}, \quad (6)$$

kde dolní indexy určují příslušné prostředí, stejně jako úhly dopadu resp. lomu. Ty jsou mezi sebou vázány známým Snellovým zákonem

$$\tilde{N}_1 \sin j_1 = \tilde{N}_2 \sin j_2. \quad (7)$$

Vzhledem k tomu, že se v praxi při měření tenkých vrstev nejedná pouze o jednoduché rozhraní dvou materiálů, ale o systém tvořený minimálně jednou vrstvou, kde dochází k vícenásobným odrazům, používá se při vytváření matematického modelu popisujícího chování světelné vlny tzv. *úplný reflexní koeficient*. V nejjednodušším případě pouze jedné tenké vrstvy se zapisuje ve tvaru

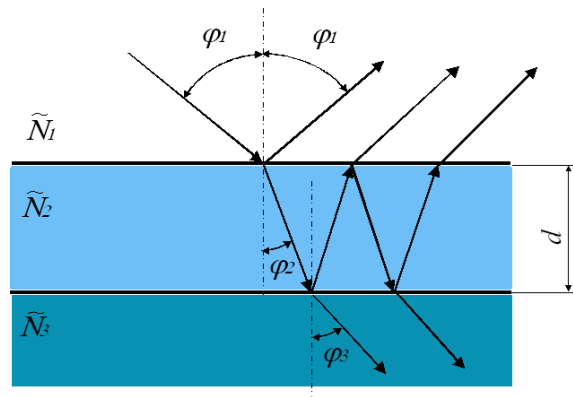
$$r_{12}^s = \frac{r_{12}^s + r_{23}^s \exp(-i2b)}{1 + r_{12}^s r_{23}^s \exp(-i2b)}, \quad (8)$$

$$r_{12}^p = \frac{r_{12}^p + r_{23}^p \exp(-i2b)}{1 + r_{12}^p r_{23}^p \exp(-i2b)}, \quad (9)$$

kde

$$b = 2p \left(\frac{d}{l} \right) \tilde{N}_2 \cos j_2. \quad (10)$$

Odvození těchto rovnic lze nalézt např. v [25], [27].



Obr. 11 Vícenásobný odraz u jednoduché vrstvy.

Tyto rovnice lze ovšem použít jen tehdy, jedná-li se o odrazivost na jedné vrstvě. V případě více vrstev je ovšem nutné použít tzv. maticovou metodu [28], neboť vztahy pro úplné reflexní koeficienty se výrazně komplikují. Postup je takový, že pro každou jednotlivou vrstvu je vytvořena charakteristická matice ve tvaru

$$M_j = \begin{pmatrix} \cos b_j & \frac{i}{q_j} \sin b_j \\ iq_j \sin b_j & \cos b_j \end{pmatrix}, \quad (11)$$

kde b_j je fázový posuv v j -té vrstvě a q_j je pro s-polarizaci $q_j^s = \tilde{N}_j \cos j_j$ a pro p-polarizaci $q_j^p = \frac{\tilde{N}_j}{\cos j_j}$. Následným součinem těchto matic lze získat tzv. charakteristickou matici multivrstvy ve tvaru

$$M = \begin{pmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{21} & m_{22} \end{pmatrix}. \quad (12)$$

Zavedeme-li pro okolní prostředí i podložku stejné substituce q_a^s , q_a^p , q_s^s a q_s^p jako pro jednotlivé vrstvy, lze úplné reflexní koeficienty zapsat ve tvaru

$$r^s = \frac{q_a^s m_{11} - q_s^s m_{22} + q_a^s q_s^s m_{12} - m_{21}}{q_a^s m_{11} + q_s^s m_{22} + q_a^s q_s^s m_{12} + m_{21}}, \quad (13)$$

$$r^p = \frac{q_a^p m_{11} - q_s^p m_{22} + q_a^p q_s^p m_{12} - m_{21}}{q_a^p m_{11} + q_s^p m_{22} + q_a^p q_s^p m_{12} + m_{21}}. \quad (14)$$

Jak již bylo zmíněno v předešlé kapitole, naměřená odrazivost tenkých vrstev pomocí spektroskopické reflektometrie měří, je definována jako poměr intenzit, narozdíl od reflexních koeficientů, které jsou definovány jako poměr amplitud. Lze tedy říci, že odrazivost je čtvercem modulu úplného reflexního koeficientu.

$$R^s = |r^s|^2,$$

pro s-složku a (15)

$$R^p = |r^p|^2, \quad (16)$$

pro p-složku.

Při měření tenkých filmů spektroskopickou reflektometrií se vychází z předpokladů, že úhel dopadu světla na systém vrstev, resp. vrstvu, je nulový. Při dodržení této podmínky se všechny vztahy popisující odrazy světelné vlny na optických rozhraních výrazně zjednodušují.

Jak lze vidět z předešlého textu, matematický model popisující odrazivost na tenkých vrstvách je celkově složitější matematická formule s možností hledání více neznámých parametrů, které lze získat pomocí optimalizace. Optimalizací se přitom myslí získání takových hodnot neznámých parametrů, kdy se dosahuje co nejlepší shody mezi naměřenými daty a teoretickým průběhem matematického modelu. K tomu se v praxi nejčastěji používá metoda nejmenších čtverců.

Když v roce 2003 publikovali Glovnea a kol. [29] článek o měření subnanometrických mazacích filmů, použili při vyhodnocování naměřených spekter právě optimalizaci matematického modelu odrazivosti. Jejich metoda ovšem vychází

z optimalizace pro relativní odrazivost, přičemž navíc zanedbávali interferenci mezi vrstvou SiO_2 a oleje. Předpokládali tedy, že je jedná pouze o jednu vrstvu.

4. ANALÝZA, INTERPRETACE A ZHODNOCENÍ POZNATKŮ ZÍSKANÝCH NA ZÁKLADĚ REŠERŠE

Když byla koncem 50.let minulého století vyvinuta první měřicí metoda pro studium mazacích filmů, zaměřoval se výzkum především na studium liniového kontaktu, který byl utvářen pouze mezi dvěma odvalujícími se válci. Tyto první studie sloužili především jako verifikace teoretických poznatků a podklady k dalšímu vývoji v teorii utváření mazacích filmů, což vedlo začátkem 60.let k objevu elastohydrodynamického mazání. Další studie, zabývající se bodovým kontaktem vedly k výraznému zdokonalení jednotlivých měřicích technik a zároveň i k vývoji nových, zaměřených především na velmi tenké filmy. Jejich dnešní vývoj se ustálil v oblasti optických interferenčních metod, pomocí nichž je možné získat dostatečnou rozlišovací schopnost i měřitelný rozsah. Celkově přitom lze tyto metody rozdělit na metody využívající monochromatické a polychromatické světlo a metody založené na vyhodnocování rozložení intenzity v interferogramu a metody spektroskopické. Všechny tyto měřicí techniky výrazně napomohly k pochopení některých jevů, vyskytujících se především u silně zatěžovaných kontaktů.

I přes značný pokrok ve vývoji měřicích metod, je většina z nich založena na principu porovnávání známé geometrie s geometrií studovanou. Jedná se tedy o metody komparativní. Naproti tomu spektroskopická reflektometrie je metoda absolutní, pomocí níž je možné měřit tenké filmy o tloušťkách srovnatelných s tloušťkou mazacího filmu vyskytujícího se v reálných strojních soustavách. Její další možné využití ovšem může být také při měření mezních mazacích filmů, pohybujících se v řádech jednotek nanometrů.

5. CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE A NÁVRH ZPŮSOBU JEJÍHO ŘEŠENÍ

Cílem disertační práce je vývoj nové měřicí metody pro studium mazacích filmů založené na aplikaci spektroskopické reflektometrie, jakožto absolutní měřicí metody. To umožní studium tloušťky mazacího filmu v širokém měřicím rozsahu od jednotek nanometrů až po několik mikrometrů s rozlišovací schopností o velikosti jednotek nanometrů.

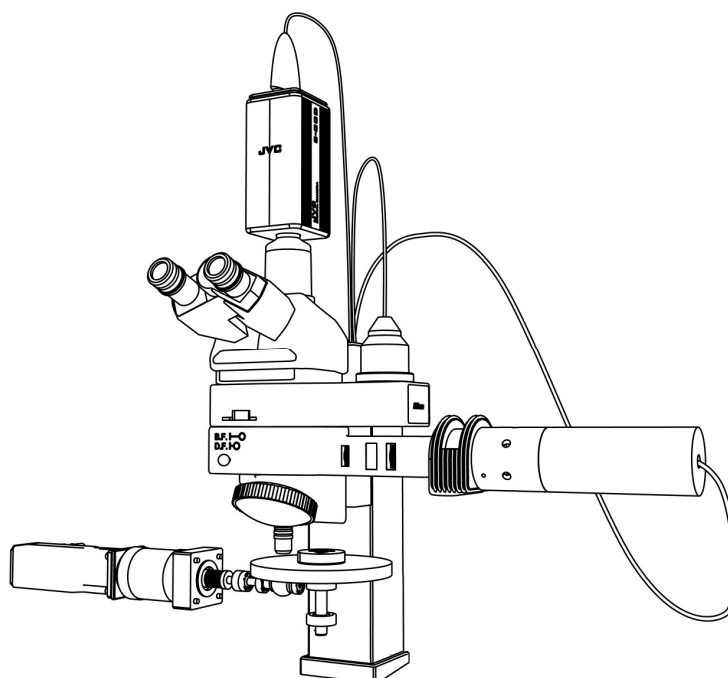
Realizace tohoto cíle předpokládá splnění následujících dílčích cílů:

- Úprava stávající měřicí aparatury pro umožnění měření spektra odraženého světla z mazaného kontaktu.
- Nalezení vhodného optického designu s dostatečnou citlivostí na změnu tloušťky maziva.
- Ověření materiálových konstant a vlastností jednotlivých prvků tvořících optický systém.
- Nalezení vhodného programového vybavení pro vyhodnocování naměřených dat.
- Ověření funkčnosti metody na suchém statickém kontaktu.
- Verifikace měřicí metody v mazaném kontaktu za různých provozních podmínek pomocí srovnání s kolorimetrickou interferometrií a numerickými modely.

6. SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÍ DISERTAČNÍ PRÁČE

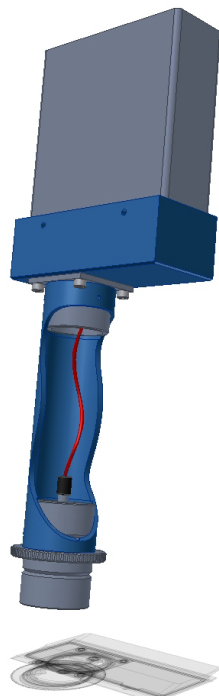
6.1 Úprava stávající měřicí aparatury

K měření mazacích filmů metodou spektroskopické reflektometrie je využíváno experimentální zařízení vyvinuté na Ústavu konstruování, ve kterém je mazací film utvářen ve styku mezi ocelovou kuličkou o průměru 25,4 mm a skleněným kotoučem o průměru 150 mm. Mazaný kontakt je pozorován pomocí průmyslového mikroskopu NIKON Optiphot 150 s telecentrickým chodem svazku a Köhlerovým osvětlovacím systémem (obr. 12).



Obr 12 Model celkové koncepce měřicí aparatury.

Pro získání spektrální závislosti odraženého světla bylo nutné doplnit mikroskopový zobrazovací systém o vláknový spektrometr. Vzhledem k uspořádání měřicího zařízení se ukázalo jako nejvhodnější použití vláknového kompaktního spektrometru firmy OceanOptics S2000 společně s USB převodníkem. Odražené světlo z malé měřené plošky je z roviny obrazu vedeno optickým vláknem na vstupní štěrbinu spektrometru a dále na kolimační zrcadlo, difrakční mřížku a druhé fokusační zrcadlo. Jedná se o uspořádání typu Czerny-Turner, které je dnes nejpoužívanější. Druhé fokusační zrcadlo přitom zajišťuje rovnoměrné rozložení jednotlivých vlnových délek na celou plochu jednořadého CCD čipu, detekujícího intenzity daných vlnových délek. Předností takového spektrometru je jeho malá velikost a především nízká hmotnost, takže je možné jej umístit přímo na mikroskop. Takovouto konstrukcí je možné zajistit nehybnost optického vlákna spojujícího mikroskop a spektrometr a tím dodržet jeden z nejdůležitějších předpokladů, kterým je optická stabilita systému. Na obr. 13 je zobrazená výsledná varianta upevnění spektrometru k mikroskopu Nikon.



Obr. 13 Model redukce pro upevnění spektrometru k mikroskopu (řez s pohledem na optické vlákno).

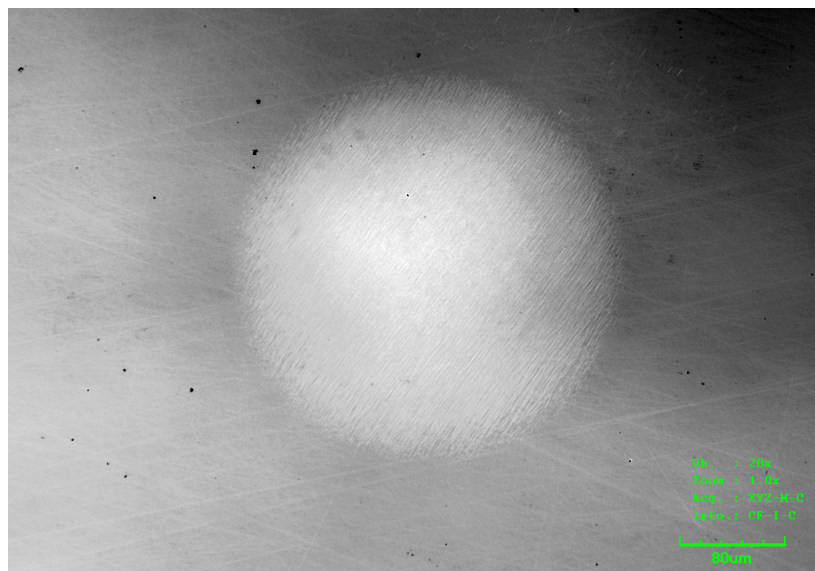
6.2 Optický design pro spektroskopickou reflektometrii

Nezbytnou podmínkou je stejně jako u ostatních měřících metod opatření skleněného kotouče antireflexní vrstvou v dostatečném spektrálním rozsahu, neboť odraz světla (u skla BK7 cca 4%) na horní straně kotouče může výrazně ovlivnit a znehodnotit měření. Požadavkem tedy bylo vytvoření vrstvy s výrazným potlačením odrazu na rozhraní vzduch-sklo v rozsahu 450-650 nm. Její funkce pak byla ověřena při měření na reflektometru.

V případě dalších vrstev na spodní straně kotouče, tedy mezi sklem a mazacím filmem, je zapotřebí dosáhnout takového efektu, aby i co nejmenší změna tloušťky maziva vyvolala pokud možno co nejvýraznější odezvu v měřené spektrální závislosti odrazivosti. Při použití více jak jedné vrstvy (viz kapitola 3.2.3) se vztahy pro odrazivost výrazně komplikují a není tudíž jednoduché určit, jaký systém vrstev je ideální. U použitého systému lze ale obecně říci, že výrazná změna indexu lomu a zanedbatelná absorpce materiálů na rozhraní mazacího filmu a skleněného kotouče, vede k lepším výsledkům.

Takovýmto systémem může být použití skleněného disku tvořeného korunovým sklem BK7 s indexem lomu okolo 1,52 a tenké vrstvy TiO_2 s indexem lomu přibližně 2,5, nanesené technologií napařování. Výhodou vrstvy tvořené oxidy titanu naproti doposud používanému chromu je, že se jedná o dielektrickou vrstvu se zanedbatelnou absorpcí v oblasti měřených vlnových délek. Pomocí simulačního programu NKDGen bylo zjištěno, že optimální tloušťka této vrstvy je v rozmezí 300 až 450 nm, kdy je měřené spektrum nejcitlivější na změnu tloušťky mazacího filmu. Při experimentech byly použity vrstvy s tloušťkou 305 nm a 450 nm. Po zatížení kotouče v rozmezí 0,2 až 0,5 GPa se ovšem u vrstvy začaly projevovat trvalé plastické deformace (obr. 14) a při použití v pohybujícím se kontaktu se začala

ostrůvkovitě odloupuvat z podložky. Tato část výzkumu ukázala nutnost použití jiné vrstvy než TiO_2 , případně jiné technologie jejího nanesení (naprašování, napařování s ionty). Jako jedno z možných řešení by bylo použití např. oxidu hliníku (Al_2O_3), případně nitridu křemíku (Si_3N_4). Druhá varianta řešení problému je použití skla s vysokým indexem lomu. Zde se nabízí použití flintových skel, jejichž index lomu se pohybuje až do hodnot 1,9 [30]. Značná část těchto skel má ovšem nezanedbatelnou absorpci a navíc nízký modul pružnosti a tudíž je nelze použít pro vyšší kontaktní tlaky.



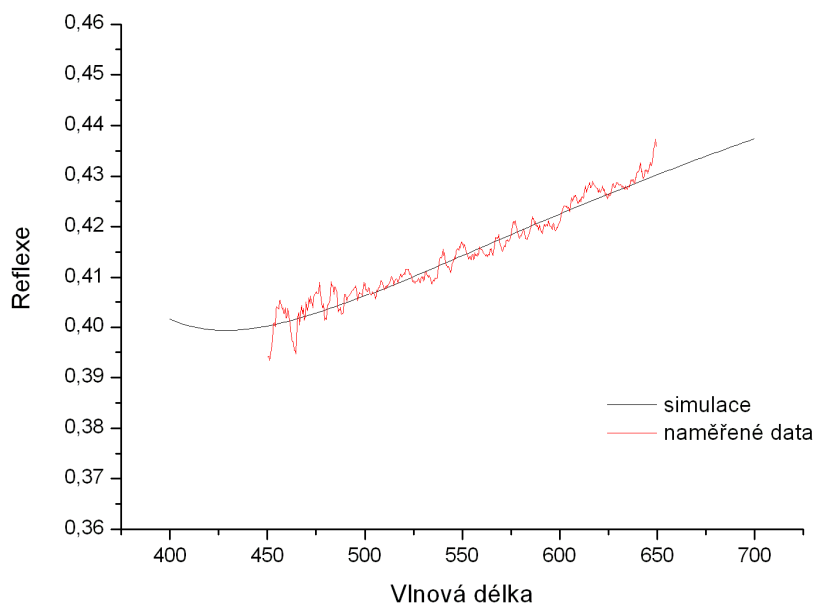
Obr. 14 Viditelná deformace na vrstvě TiO_2 po zatížení v kontaktu.

6.3 Stanovení optických vlastností ocelové kuličky

V praxi se při zpracovávání naměřených dat metodou spektroskopické reflektometrie používají různé optimalizační procesy, hledající co nejvhodnější optické konstanty a tloušťky jednotlivých vrstev. Obecně pak platí, že menší počet proměnných v optimalizačním procesu vede k rychlejšímu a snadnějšímu nalezení výsledků. Z tohoto důvodu je zapotřebí získat co nejlepší informace o optických vlastnostech podložky, okolí a případně tzv. fixních vrstev, tedy vrstev z hodnotami, které jsou při optimalizačním procesu pevně zakotvené a neměnné.

Při použití tribologického systému skládajícího se z ocelové kuličky, maziva a skleněného kotouče s případnou jednou vrstvou, je tedy zapotřebí dobrá znalost optických vlastností ocelové kuličky a skleněného kotouče. Jedná se konkrétně o indexy lomu a indexy absorpce. Ty byly změřeny na vzorcích za pomoci doc. Navrátila a kol. z Ústavu fyziky kondenzovaných látek Masarykovy university v Brně. Verifikace všech zjištěných hodnot a zároveň ověření možnosti použití spektroskopické reflektometrie pro měření kontaktu stávajícím optickým systémem proběhlo na suchém statickém kontaktu, tvořeném pouze sklem BK7 a ocelovou koulí. Na obr. 15 lze vidět shodu naměřené odrazivosti a odrazivosti získané simulací za pomoci hodnot získaných z Masarykovy university. To je hlavním předpokladem

pro použití dostupných dat pro pozdější optimalizační proces, při němž dochází k vyhodnocování naměřených dat a získávání měřených parametrů.



Obr. 15 Ověření shody mezi reálnými naměřenými daty a teoretickými hodnotami získanými simulací.

7. ZÁVĚR

Toto pojednání ke státní doktorské zkoušce shrnuje přehled používaných optických metod pro měření mazacích filmů od 50.let minulého století až po současnost. Je zřejmé, že i přes jejich vývoj, který trvá více než padesát let, nebyla dosud úspěšně aplikována metoda, umožňující absolutně stanovit tloušťku mazacího filmu. Jednou z možných cest pro absolutní měření tloušťky mazacích filmů je využití spektroskopické reflektometrie. Hlavním předpokladem úspěšné aplikace této metody v praxi je ověření možnosti měření v rámci systému používaného pro studium tribologických procesů. Za tímto účelem byly během dosavadního výzkumu úspěšně splněny některé dílčí cíle, čímž byl dán reálný základ pro splnění cíle disertační práce.

8. LITERATURA

- [1] REYNOLDS, O.: *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*. 177, 1886, s. 157-234.
- [2] SIBLEY, L. B., BELL, J. C., ORCUTT, F. K., ALLEN, C. M. *A Study of the Influence of Lubricant Properties on the Performance of Aircraft Gas Turbine Engine Rolling-Contact Bearing*. WADD technical report, 1960, s. 60-189.
- [3] DOWSON, D., HIGGINSON, G. R., WHITAKER, A. V. *Elasto-hydrodynamic Lubrication: A Survey of Isothermal Solutions*. *Journal Mechanical Engineering Science*, 4, 1962, s. 121-162.
- [4] CROOK, A. W. *The Lubrication of Rollers*. *Philosophical Transactions of the Royal Society London*, A250, 1958, s. 387-409.
- [5] SPIKES, H. A. *Thin Films in Elastohydrodynamic Lubrication: The Contribution of Experiment*. *Proceeding Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology*, 213, 1999, s. 335-352.
- [6] ARCHARD, J. F., KIRK, M. T. *Lubrication at Point Contacts*. *Proceedings of the Royal Society of London*, A261, 1961, s. 535-550.
- [7] KIRK, M. T. *Hydrodynamic lubrication of 'Perspex'*. *Nature*, vol. 194, 1962, s. 965-966.
- [8] GOHAR, R., CAMERON, A. *Optical Measurement of Oil Film Thickness under Elasto-hydrodynamic Lubrication*. *Nature*, 200, 1963, s. 458-459.
- [9] ARCHARD, J. F., KIRK, M. T. *Influence of Elastic Modulus on the Lubrication of Point Contacts*. In: *Lubrication and Wear Convention*. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, 1963, s. 181-189.
- [10] FOORD, C. A., WEDEVEN, L. D., WESTLAKE, F. J., CAMERON, A. *Optical elastohydrodynamic*. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part 1*, 1969-1970, vol. 184, s. 487-505.
- [11] KODNIR, A. S. *Kontaktnejá gidrodinamika mazki dítalej mášin*. *Mašinstrojenje*, 1976.
- [12] Israelachvili, J. N. *Thin Film Studies Using Multiple-Beam Interferometry*. *Journal of Colloid and Interface Science*, 44, 1973, s. 259-271.
- [13] JOHNSTON, G. J., WAYTE, R., SPIKES, H. A. *The measurement and study of very thin lubricant films in concentrated contacts*. *Tribology Transactions*, 1991, vol. 34, s. 187-194.

- [14] FOORD, C. A., HAMMANN, W. C., CAMERON, A. *Evaluation of Lubricants Using Optical Elastohydrodynamics*. ASLE (the American Society of Lubrication Engineers) Transactions, 11, 1968, s. 31-43.
- [15] FOORD, C. A., WEDEVEN, L. D., WESTLAKE, F. J., CAMERON, A. *Optical Elasto-hydrodynamics*. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part 1, 184, 1969-1970, s. 487-505.
- [16] WESTLAKE, F. J., CAMERON, A. *Fluid film interferometry in lubrication studies*. Nature, 1967, vol. 214, pp. 633–634.
- [17] OceanOptics, Inc. [cit. 2008-20-05]. WWW <<http://www.oceanoptics.com>>.
- [18] GUSTAFSSON, L., HÖGLUND, E., MARKLUND, O. *Measuring Lubricant Film Thickness with Image Analysis*. Proceeding Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology, 208, 1994, s. 199-205.
- [19] POLIŠČUK, R. *Aplikace barevného vidění při studiu elastohydrodynamického mazání*. Brno 2004, 63 s., Disertační práce, Vysoké učení technické, Fakulta strojního inženýrství.
- [20] HARTL, M., KŘUPKA, I., LIŠKA, M. *Experimental study of boundary layers formation in concentred contacts*. In: Boundary and mixed lubrication: Science and application (Proceedings of the 28th Leeds-Lyon symposium on tribology). Amsterdam, Elsevier science B. V. 2002, s. 413-421.
- [21] LUO, J.; WEN, S.; HUANG, P. *Thin film lubrication Part I: Study on the transition between EHL and thin film lubrication using a relative optical interference technique*. 1996, Wear, vol. 194, s. 107–115.
- [22] Guo, F., Wong, P., L., A. *Multi-beam intensity-based approach for lubricant film measurements in non-conformal contacts*. Proceeding Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology, 216, s. 281-291
- [23] Krishna Seshan-editor.: *Handbook of Thin-Film Deposition Processes and Techniques*. Noyes Publications- William Andrew Publishing, Norwiche, New York 2002
- [24] Spousta, J., Urbánek, M., Chmelík, R., Jiruše, J., Zlámal, J., Navrátil, K., Nebojsa, A., Šikola, T. *In situ measurements of surface homogeneity of optical parameters of weakly absorbing thin films*. Surf. Interface Anal. 2002; 33, s. 664-667.
- [25] Tompkins, H. G., McGahan, W. A. *Spectroscopic ellipsometry and reflectometry: a user's guide*, John Willey & Sons, New York, 1999.

- [26] SALEH, B., E., A., Teich, M., C. *Fundamentals of photonics*. John Willey & Sons, New York, 2007.
- [27] ČUDEK, V. *Návrh a realizace zařízení pro studium optické nehomogenity tenkých vrstev*. Brno 2005, 60 s., Diplomová práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství.
- [28] Furman, S., Tikhonravov, A. V. *Basics of optics of multilayer systéme*. Editions Frontiers, Gif-sur Yvette, 1992.
- [29] GLOVNEA, R. P., FORREST, A. K., OLVER, A. V., SPIKES, H. A. *Measurement of sub-nanometer lubricant films using ultra-thin film interferometry*. Tribology letters, 2003, Vol. 15, s. 217-230
- [30] Katalog skel firmy SCHOTT AG.

9. PŘEHLED OZNAČENÍ

I	1	intenzita světla dopadajícího na vrstvu
$I_{1,2}$	1	intenzita světla odraženého od rozhraní 1, resp. 2
I_{max}	1	maximální intenzita
I_{min}	1	minimální intenzita
I_{ref}	1	intenzita odražená od referenčního vzorku
I_{stud}	1	intenzita odražená od studovaného vzorku
M	1	charakteristická matice soustavy vrstev
M_j	1	charakteristická matice vrstvy
N	1	interferenční řád
\tilde{N}	1	komplexní index lomu
R^p, R^s	1	intenzitní odrazivost pro p-složku resp. s-složku
\mathfrak{R}	1	relativní odrazivost
V	1	kontrast
h	m	tloušťka tenké vrstvy
k	1	index absorpce
m_{xy}	1	prvek charakteristické matice soustavy vrstev
n	1	index lomu
q_j^p, q_j^s	1	substituce pro j-tou vrstvu pro p-složku, resp. s-složku
r^p, r^s	1	úplný reflexní koeficient pro p-složku, resp. s-složku
$r_{12}^p, r_{12}^s, r_{23}^p, r_{23}^s$	1	Fresnelův koeficient, resp. úplný reflexní koeficient pro p-složku, resp. s-složku na rozhraní prostředí 1 a 2, resp. 2 a 3
b	1	fázový posuv ve vrstvě
b_j	1	fázový posuv v j-té vrstvě
f	1	celkový fázový posuv vzniklý odrazem na rozhraních
j_1, j_2, j_3	rad	úhel dopadu a odrazu, resp. lomu
l	m	vlnová délka

