

Fakulta strojního inženýrství
Ústav konstruování / Odbor metodiky konstruování

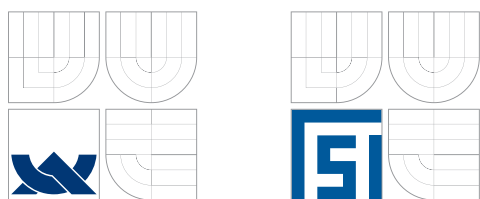
Faculty of Mechanical Engineering
Institute of Machine and Industrial Design / Department of Design Theory

Studium tenkých mazacích filmů spektroskopickou reflektometrií

Thin Lubricant Films Study Using Spectroscopic Reflectometry

Disertační práce
Dissertation Thesis

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



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 Thin Lubricant Films Study Using Spectroscopic Reflectometry

Disertační práce
Dissertation Thesis

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

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

PODĚKOVÁNÍ

Rád bych poděkoval svému školiteli prof. Ivanu Křupkovi a doc. Karlu Navrátilovi za mnoho cenných rad a připomínek v průběhu řešení této disertační práce a po celou dobu doktorského studia. Také bych rád poděkoval svým rodičům a manželce za podporu při studiu.

PROHLÁŠENÍ O SAMOSTATNOSTI

Prohlašuji, že jsem předloženou disertační práci vypracoval samostatně na základě uvedené literatury a za podpory školitele prof. Ing. Ivana Křupky, Ph.D.

V Brně dne 15. 11. 2010

.....
Vladimír Čudek

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

ČUDEK, V. *Studium tenkých mazacích filmspektroskopickou reflektometrií*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010. 106 s. Vedoucí disertační práce prof. Ing. Ivan Křupka, Ph.D.

ABSTRAKT

Tato práce se zabývá využitím spektroskopické reflektometrie v oblasti studia mazacích filmů v EHD kontaktu. Jedná se o optickou metodu, pomocí které je možné studovat u tenkých vrstev jejich tloušťku i index lomu. Hlavní myšlenka práce navazuje na několik publikací, zabývajících se nalezením vhodného uspořádání i matematického modelu pro měření tloušťky maziva nejen v centrální oblasti EHD kontaktu. Výhodou této měřicí techniky je také možnost studovat v budoucnu rozložení tlaku v kontaktní oblasti, který lze odvodit ze změny indexu lomu maziva.

KLÍČOVÁ SLOVA:

EHD mazání, spektroskopická reflektometrie, mazací film, tenká vrstva.

ABSTRACT

Spectroscopic reflectometry is measurement technique that enables the study of the thickness and refractive index of thin layers. This thesis deals with its use for the study of lubrication films within EHD contact and verifies a new approach suggested in recent publications. It is focused on the development of an optical arrangement and mathematical model for the lubrication film thickness measurement within the entire EHD contact. This technique brings the possibility to study the pressure distribution within the contact area through the evaluation of changes in lubricant refractive index.

KEYWORDS:

EHL, spectroscopic reflectometry, lubrication film, thin layer.

OBSAH

| | | |
|----------|-----------------------------------------------------------------------|-----------|
| 1 | Úvod | 11 |
| 2 | Optické metody pro studium mazacích filmů v EHD kontaktu | 13 |
| 2.1 | Metoda ROII (relative optical interference intensity) | 21 |
| 2.2 | Měření mazacích filmů za předpokladu vícsvazkové interference | 24 |
| 2.3 | Metoda UTFI (ultra-thin film interferometry) | 28 |
| 2.4 | Teroetická studie měření tenkých EHD filmů | 33 |
| 2.5 | Problémy současných metod a motivace řešení disertační práce | 35 |
| 2.5.1 | Cíle disertační práce | 36 |
| 3 | Spektroskopická reflektometrie | 37 |
| 3.1 | Fresnelovy reflexní koeficienty | 37 |
| 3.2 | Komplexní index lomu a disperzní model | 40 |
| 3.3 | Absolutní a relativní odrazivost | 41 |
| 3.4 | Konstrukce reflektometru | 41 |
| 3.5 | Analýza reflexního spektra | 44 |
| 3.5.1 | Spektra3 | 46 |
| 3.5.2 | NKDsoft | 46 |
| 4 | Experimentální aparatura pro optická měření EHD mazacích filmů | 49 |
| 4.1 | Konstrukce tribometru | 49 |
| 4.2 | Optická sestava pro pozorování kontaktní oblasti | 50 |
| 4.3 | Úprava aparatury pro měření spektroskopickou reflektometrií | 52 |
| 4.3.1 | Konstrukce redukce vláknového spektrofotometru | 52 |
| 4.3.2 | Zdroj světla a napájení | 54 |
| 4.4 | Ověření měřicí aparatury | 56 |
| 4.4.1 | Nastavení úhlu dopadu | 56 |
| 4.4.2 | Srovnávací měření | 58 |
| 5 | Optický design pro studium EHD mazacích filmů | 61 |
| 5.1 | Kontrast | 61 |
| 5.2 | Podložka (substrát) | 61 |
| 5.3 | Okolí | 62 |
| 5.3.1 | Sklo | 62 |
| 5.3.2 | Safír | 63 |
| 5.3.3 | Diamant | 63 |
| 5.4 | Použití tenké vrstvy | 64 |
| 5.4.1 | Vrstva TiO ₂ | 66 |
| 5.4.2 | Vrstva chromu | 67 |
| 5.4.3 | Vrstva TiN | 69 |
| 5.4.4 | Vrstva ITO (In ₂ O ₃ -SnO ₂) | 71 |
| 5.4.5 | Jiné vrstvy | 72 |

| | |
|---------------------------------------------|------------|
| 6 Experimentální měření | 75 |
| 6.1 Ověření podložky | 75 |
| 6.2 Měření za pomoci tenké vrstvy | 78 |
| 6.3 Měření bez vrstvy | 84 |
| 7 Závěr | 91 |
| Literatura | 99 |
| Publikace autora k dané problematice | 103 |
| Seznam symbolů, veličin a zkratk | 105 |

1 ÚVOD

Problematikou mazání a interakce povrchů v relativním pohybu nejen strojních součástí se zabývá vědní disciplína nazývaná tribologie. Lze ji rozdělit do několika samostatných skupin, jako je např. nauka o utváření a chování hydrodynamického a mezného mazání, studium aditiv a jejich vlivu na mazací filmy apod. Od 40. let minulého století lze datovat zrod zcela novému směru, nazvaného elastohydrodynamické (EHD) mazání. Jedná se, jak sám název napovídá, o mazání za předpokladu vysokých kontaktních tlaků, projevujících se elastickými deformacemi těles. V současnosti se může člověk s tímto druhem mazání u strojních součástí setkat např. u valivých ložisek, ozubených kol, ve vačkových mechanismech a obecně všude tam, kde dochází ke styku dvou nekonformních těles. Tloušťka mazacích filmů těchto mechanismů se přitom pohybuje až v řádech nanometrů, což je dáno především zlepšujícími se technologickými postupy výroby jednotlivých součástí. Objev EHD mazání samozřejmě vedl také k výzkumu na poli experimentálního studia, což vyústilo v řadu měřicích metod, založených na různých principech, jako je např. měření tloušťky pomocí kapacitance, odporu, fluorescence či rengenového záření.

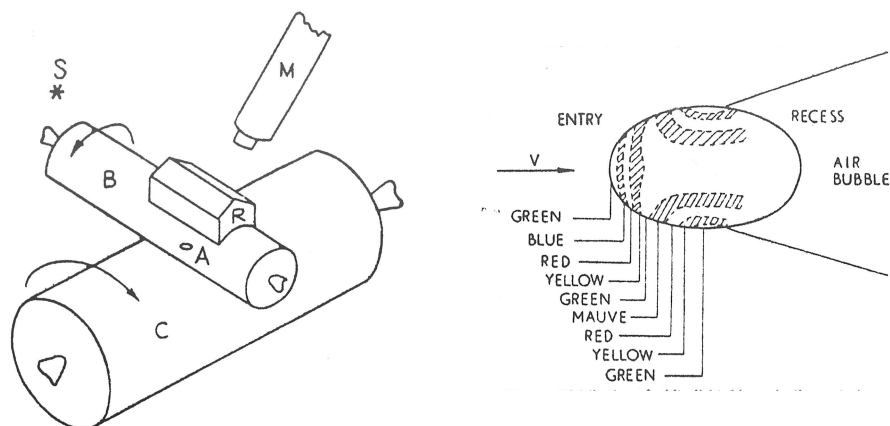
Tato disertační práce se zabývá optickými metodami, které dnes představují nemalou skupinu nedestruktivních měřicích metod v širokém spektru průmyslu, vývoje i výzkumu. Díky podobnosti mazacích filmů klasickým tenkým vrstvám, v běžné praxi známých např. jako antireflexní, ochranné či dekorativní vrstvy, ale také aktivní vrstvy ve fotovoltaických panelech apod., se během několika desítek let vyvinulo množství měřicích technik založených na interferenčním jevu.

Základem práce je použití spektroskopické reflektometrie, nové metody pro studium mazacích filmů a navazuje na řadu několika publikací, snažících se tuto techniku uplatnit v oblasti tribologie. Sama reflektometrie je metoda, stejně jako EHD mazání, známá již desítky let a v současné době je často používána společně s elipsometrií pro studium tenkých vrstev jak in-situ, tak také ex-situ. Nicméně, dosavadní práce v oblasti tribologie poukazují na skutečnost, že plnohodnotné využití spektroskopické reflektometrie pro studium mazacích filmů nebylo plně zvládnuto, a i přesto, že v současnosti existují jiné metody pro mapování rozložení tloušťky maziva v kontaktní oblasti, popsaná technika stále představuje zajímavou oblast a nabízí některé nové možnosti v přístupu ke studiu EHD mazání, jakými může být např. mapování rozložení tlaku napříč kontaktem.

2 OPTICKÉ METODY PRO STUDIUM MAZACÍCH FILMŮ V EHD KONTAKTU

Optické měřicí metody pro studium EHD mazacích filmů a jejich mapování lze v dnešní době rozdělit do dvou hlavních skupin. První skupinu tvoří metody založené na studiu interferogramů, buďto monochromatických, dichroických nebo chromatických a druhou metody vycházející ze spektrální resp. intenzitní závislosti odrazivosti v kontaktní oblasti.

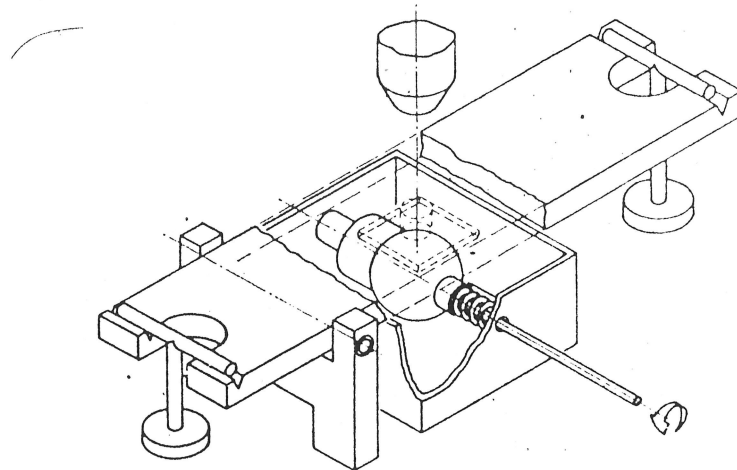
Vůbec první optická metoda pro měření tloušťky mazacích filmů byla publikována již v roce 1962 v Nature M. T. Kirkem [1], kde v krátkosti popsal experiment se dvěma válci z Perspexu s navzájem zkrříženými osami s různými poloměry (viz. Obr. 2.1). Mikroskopovým objektivem pak v bílém světle pozoroval barevný interferogram (Newtonovy proužky), který vznikal mezi jednotlivými válci oddělenými vrstvou maziva. Pro vyhodnocení využil Newtonovy tabulky, které různým barvám přiřazují tloušťku za předpokladu, že interference vzniká ve skle, které je svým indexem lomu velmi blízké hodnotám pro mazivo. Jednalo se o eliptický hydrodynamický kontakt, kde tloušťka mazacího filmu v centrální oblasti dosahovala hodnot okolo 480 nm a ve vstupní oblasti 660 nm.



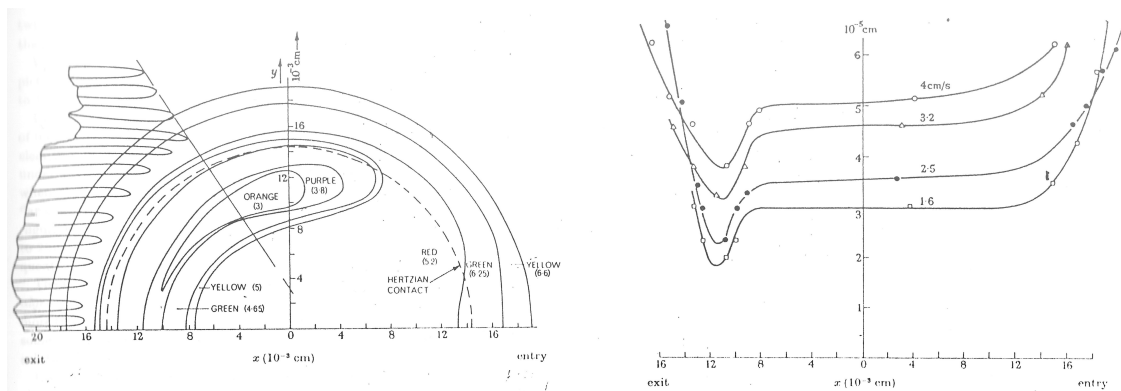
Obr. 2.1 Schéma měření mazacího filmu v hydrodynamickém kontaktu a mapa kontaktní oblasti [1].

V roce 1963 v návaznosti na tuto práci publikovali R. Gohar a A. Cameron podobný experiment [2]. Namísto dvou válců použili jako třecí tělesa sklíčko a ocelovou kouli o průměru jednoho palce. Tím na rozdíl od Kirka dosáhli mnohem vyšších tlaků v kontaktní oblasti, ze kterých mohli studovat chování maziva v oblasti EHD mazání. Experimentální uspořádání lze vidět na Obr. 2.2. Vzhledem k tomu, že index běžných maziv se pohybuje okolo $n = 1,5$ při atmosférickém tlaku, což je velmi blízký index lomu nejčastěji užívaného skla BK7, použili ve své práci flintové sklo Pilkington o vysokém indexu lomu ($n = 1,93$). Tím zajistili dostatečný kontrast interferenčních proužků vznikajících mezi třecími povrchy na vrstvě oleje. Při vyhodnocování vycházeli ze známé podmínky pro posuv interferenčních minim pro tenkou vrstvu ve tvaru

$$N\lambda = 2t, \quad (2.1)$$



Obr. 2.2 Schéma experimentálního uspořádání pro měření tloušťky maziva v EHD kontaktu [3].



Obr. 2.3 Mapa kontur barevného interferogramu a průběh tloušťky maziva v řezu při různých rychlostech [3].

kde N je interferenční řád, λ vlnová délka, t je tloušťka vrstvy. Jejich postup měření byl následující. Nejdříve v monochromatickém světle vytvořili suchý statický kontakt při němž díky fázové změně na optických rozhraních pozorovali interferenční minimum v centrální oblasti kontaktu. Při postupném zvyšování rychlosti a tedy i tloušťky mazacího filmu pozorovali přechod mezi interferenčními řády, čímž mohli stanovit absolutní tloušťku maziva v centrální oblasti ve chvíli záznamu interferogramu. Pro získání detailnější mapy pak použili záznam při bílém světle (Obr. 2.3). Při kalibraci zároveň vycházeli z předpokladu, že tloušťku vrstvy dle vztahu (2.1) je nutné korigovat indexem lomu (rozdíl mezi optickou a geometrickou vzdáleností). Pro stanovení indexu lomu využili poznatků vycházejících ze studie Chu a Cameron [4], popisující změnu hustoty v závislosti na Hertzově tlaku v kontaktu a Lorentzova vztahu, popisujícího změnu indexu lomu v závislosti na změně hustoty ve tvaru

$$\left(\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \right) \frac{1}{\rho} = K, \quad (2.2)$$

kde K je konstanta pro daný olej, n index lomu oleje a ρ jeho hustota.

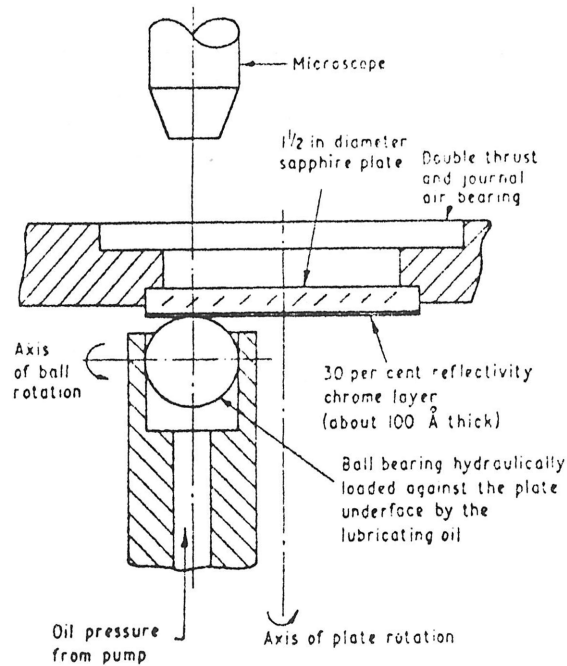
O čtyři roky později použili Gohar s Cameronem [5] namísto skla Pelkington safír

($n = 1,77$) a diamant ($n = 2,42$). V obou případech se jedná o materiály s vyšším indexem lomu, než má mazivo, čímž zajistili dostatečný kontrast pro pozorování interferenčních proužků jak v bílém, tak monochromatickém světle. Experimentální uspořádání použili stejné, tedy jednopalcovou kuličku poháněnou hřídelí, nad kterou bylo v desce upevněno sklíčko, skrze nějž pozorovali pomocí mikroskopu kontaktní oblast. Deska byla zatěžována pomocí závaží pro dosažení požadovaných kontaktních tlaků, v případě diamantu až silou 450 N. Pro určení průběhu tloušťky celé kontaktní oblasti použili stejně jako ve své předchozí práci metodu kombinace monochromatického a chromatického zdroje (sodíková a rtuťová výbojka společně s filtrem, žárovka s wolframovým vláknem) a odečtení absolutní tloušťky mazacího filmu pomocí stanovení interferenčního řádu. Tato metoda sice přispěla především k výraznému zkvalitnění studia mapování tloušťky mazacího filmu v EHD kontaktu, ovšem jejími slablinami byla rozlišovací schopnost a nejmenší měřitelná tloušťka. Omezení spočívalo v podmínce vzniku minimálně prvního interferenčního maxima. Snadno lze odvodit, že při použití např. zelené emisní čáry rtuťové výbojky ($\lambda_e = 546,1$ nm) a indexu lomu maziva $n = 1,5$, nastane konstruktivní interference při tloušťce maziva 91 nm. I přes tato omezení ovšem autoři výrazně přispěli k lepšímu poznání chování maziva v kontaktní oblasti EHD kontaktu.

V roce 1967 publikovali Foord, Hammann a Cameron [6] společnou práci, ve které popsali zařízení pro měření tloušťky maziva v EHD kontaktu s možností simulace nejen čistého prokluzu, ale také valení. Jejich koncepce byla založena na použití skla s vhodnými mechanickými vlastnostmi a tenké vrstvy chromu s tloušťkou přibližně 10 nm, která díky svým optickým vlastnostem vytvářela dostatečný kontrast mezi maximy a minimy v interferogramech. Experimentální zařízení se skládalo z disku ze skla BK7 o průměru 165 mm a tloušťce 12,7 mm, který byl zatěžován maximální silou 68 N a jednopalcové ocelové koule (Obr. 2.4). Tato koncepce, jak se ukázalo, se stala výchozí pro veškeré další optické měření v oblasti EHD kontaktů a s malými modifikacemi se používá dodnes. Celé zařízení bylo vybaveno mikroskopovým objektivem s episkopickým osvětlovačem, tvořeným buďto žárovkou nebo rtuťovou resp. sodíkovou výbojkou pro získání monochromatického zdroje světla. To umožnilo použití metody v širokém rozsahu tlouštěk maziva, ovšem s malou rozlišovací schopností. V kombinaci s bílým světlem pak bylo možné získat ve vertikální ose výrazně lepšího rozlišení, což především vedlo k možnosti detailněji popsat rozložení tloušťky maziva v kontaktu.

Pro stanovení absolutní tloušťky v případě obou zdrojů světla použili kalibraci pomocí disku společně se sférickou čočkou o definovaném poloměru křivosti. Tuto kalibraci zavedli z důvodu neznámé hodnoty fázového posuvu, vznikajícího na optických rozhraních, což obešli přiřazením tloušťky vzduchové mezery mezi deskou a čočkou, kterou lehce odvodili z poloměru použité čočky. Tento postup použili jak pro polychromatický, tak i monochromatický zdroj světla. Naměřené hodnoty poté vydělili indexem lomu maziva pro korekci rozdílného indexu lomu při kalibraci a při reálném měření v kontaktu.

Před koncem 60. let 20. století bylo publikováno několik dalších článků ohledně použití jiné tenké vrstvy než chromové [8], [9], [10]. Středem zájmu se stala vrstva oxidu titanu v kombinaci se sklem BK7, která se vyznačuje indexem lomu okolo $n_d = 2,35$ a ve viditelné oblasti prakticky nulovou absorpcí. Např. v roce 1967



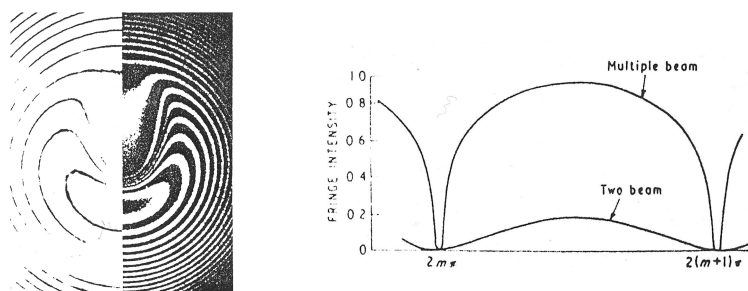
Obr. 2.4 Schéma experimentálního uspořádání při použití kotouče s vrstvou chromu [7].

publikovali Westlake a Cameron [8] článek, kde použili vrstvu TiO_2 v kombinaci s SiO_2 , jejíž index lomu je velmi blízký indexu lomu maziva, čímž zdánlivě navýšili jeho tloušťku a mohli tak pozorovat první interferenční maximum, resp. minimum již při velmi malé tloušťce maziva. V souladu s realizovanými experimenty Foord společně s Wedevenem, Westlakem a Cameronem [11] publikovali v roce 1969 souhrnnou práci, ve které popsali rozdíly mezi jednotlivými vrstvami. V případě chromové vrstvy, která se vyznačuje nezanedbatelnou absorpcí, popsali interferenci dvousvazkovým modelem ve tvaru

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda}\theta\right), \quad (2.3)$$

kde I_1 , I_2 jsou dílčí intenzity dvou svazků podílejících se na interferenci, λ vlnová délka a θ fázový posuv. Dopadající světlo je na rozhraní skla a chromu rozděleno na dva svazky, kdy průchozí je z části absorbováno, poté prochází mazivem, je odraženo na rozhraní mazivo-ocel a opět prochází mazivem a chromem. Poté interferuje se svazkem odraženým na prvním rozhraní. Díky odrazivosti na jednotlivých rozhraních a vlastnostem chromu neuvažovali další (sekundární) odražené paprsky, které by mohly výrazně ovlivnit intenzitu výsledného světla odraženého od kontaktu, stejně jako tloušťku chromové vrstvy. Díky těmto předpokladům vznikl ovšem nový problém a to stanovení fázového posuvu, který je dán průchodem světla chromovou vrstvou a závisí tedy na její tloušťce a vlnové délce.

V případě použití vrstvy TiO_2 je problematika vzniku interferenčního obrazce jednodušší díky nulové absorpce vrstvy. Výhodou této vrstvy je vyšší kontrast interferogramu a snadnější lokalizace interferenčních minim, jak je vidět na Obr. 2.5. Na druhou stranu ovšem nelze interferenci popsat pouhým dvousvazkovým modelem, neboť dochází k vícesvazkové interferenci na systému vrstev TiO_2 /mazivo/podložka. Lokalizací tmavých proužků tedy nelze získat absolutní hodnotu tloušťky mazacího



Obr. 2.5 Interferogram a řez interferogramem při použití tenké vrstvy TiO_2 (vlevo, Two beam) a chromu (vpravo, Multiple beam) [11].

filmu, ale je nutné použití reflexních koeficientů, vyplývajících z Fresnelových rovnic pro popis odrazivosti.

Díky těmto skutečnostem se pro praktické měření nakonec ukázalo výhodnější použití chromové vrstvy a stanovení absolutní tloušťky maziva při měření pomocí kalibrace, provedené ve statickém kontaktu na mezeře mezi ocelovou koulí a diskem s vrstvou chromu. Ve své práci zároveň popsali dříve publikovanou metodu pro snížení minimální měřitelné tloušťky (dané vznikem prvního maxima) mazacího filmu pomocí mezivrstvy SiO_2 , která by zdánlivě zvětšila tloušťku mazacího filmu. Aby bylo možné zjistit interferenční řád jednotlivých proužků v interferogramu, ze kterého metody vycházely, nanесли tuto vrstvu v klínu. Při pomalém rozběhu pak došlo k postupnému nárůstu celkové tloušťky maziva společně s vrstvou SiO_2 od nulové hodnoty a bylo tudíž možné zjistit interferenční řád v centrální oblasti ve chvíli záznamu.

Během několika dalších let byla publikována řada článků, zabývajících se predikcí chování maziva v EHD kontaktu za různých podmínek. Všechny studie používali koncepci navrženou Foordem a kol. [6] (kombinace skla BK7 s tenkou vrstvou chromu zatížené oproti kouli) a nedošlo k žádné výraznější změně v oblasti vývoje měřících metod. Až v roce 1990 publikoval Johnston, Wayte a Spikes [12] metodu pro měření centrální tloušťky mazacích filmů, která byla založena na zcela nové koncepci. Jednalo se v podstatě o první práci, využívající při vyhodnocování tloušťky maziva v kontaktní oblasti spektrální závislost odraženého světla. Jak popsali ve svém článku, prakticky až do 90. let používané optické metody využívající tzv. konvenční optickou interferometrii měly dvě silná omezení. Za prvé nejmenší měřitelná tloušťka maziva se pohybovala při použití monochromatického světla kolem 60 nm, což bylo podmíněno vznikem prvního interferenčního maxima. V případě použití bílého zdroje světla minimální tloušťka maziva byla až 130 nm. Dosavadní trend vývoje mazání ovšem ukázal, že tyto tloušťky jsou příliš velké a v reálných kontaktech dochází k tvorbě výrazně tenčích mazacích filmů. Druhou překážkou dosavadních měření byl způsob vyhodnocování tloušťky maziva, který omezoval rozlišitelnost konvenční interferometrie na ± 20 nm. Johnston, Wayte a Spikes ve svém experimentu vyšli především z výhod použití mezivrstvy, publikované již v 70. letech Wastlekem. Zavedli stejný předpoklad jako Foord a kolektiv, že při použití chromové vrstvy lze vyjít z principu dvousvazkové interference, kde vznik interferenčního minima, resp.

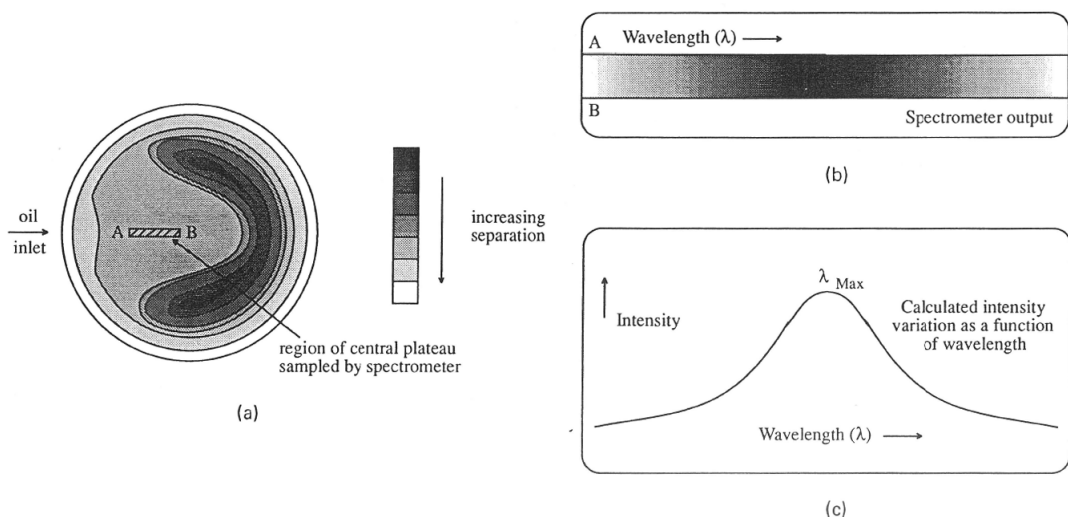
maxima se řídí vztahy

$$h_{oil} = \frac{\left(N + \frac{1}{2} - \theta\right) \lambda}{2n \cos \phi}, \quad N = 0, 1, 2, \dots \quad (2.4)$$

resp.

$$h_{oil} = \frac{(N - \theta)}{2n \cos \phi} \lambda, \quad N = 1, 2, \dots \quad (2.5)$$

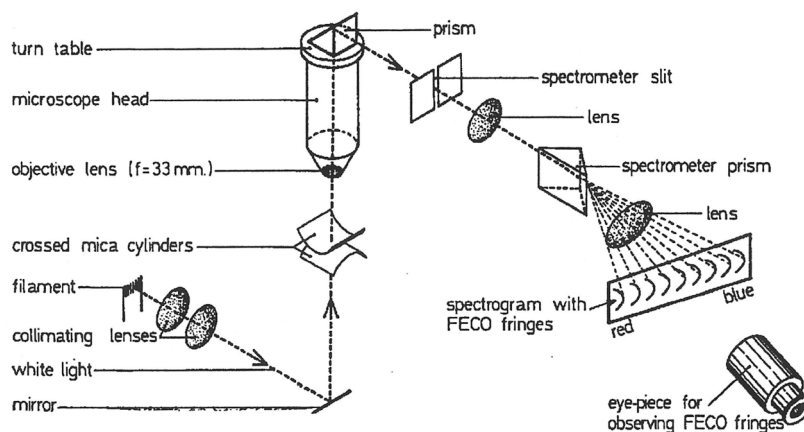
kde N je interferenční řád, θ fázový posuv, λ vlnová délka, h_{oil} tloušťka maziva, n index lomu maziva, ϕ úhel dopadu svazku. Tyto vztahy samozřejmě platí za předpokladu, že tloušťka chromové vrstvy je zanedbatelná. Fázový posuv, ovlivněný tloušťkou chromové vrstvy stanovili ve své práci experimentálně. Pro vyhodnocování pak nepoužili standardní záznam interferogramu z obrazové roviny, ale z odraženého světla byla nejdříve získána pomocí monochromátoru s difrakční mřížkou spektrální závislost intenzity na vlnové délce, a ta následně zaznamenána. Lokalizací interferenčního maxima a vlnové délky, při které nastává, získali pomocí vztahu (2.5) tloušťku měřené vrstvy (Obr. 2.6). Tento princip aplikovaný v oblasti tribologie byl



Obr. 2.6 Ukázka lokalizace interferenčního maxima [12].

poprvé publikován již v roce 1972 Israelachvilim [13], který studoval kapalinové filmy utvářené mezi dvěma slídovými proužky na válcích (Obr. 2.7).

K překonání prvního omezení, tedy nejmenší měřitelné tloušťky, nanесли na kotouč opatřený tenkou vrstvou chromu vrstvu SiO_2 , jejíž tloušťka byla proměnná ve směru normály od středu kotouče. Při prvních experimentech se pohybovala v hodnotách mezi 100-200 nm a sloužila k ověření metody pomocí měření suchého kontaktu. Naměřené výsledky následně porovnali s hodnotami získanými z měření na mechanickém profilometru. Při použití SiO_2 o tloušťkách mezi 100-200 nm nebyla shoda ideální, proto použili vrstvu až 500 nm tlustou, se kterou dosáhli výrazně lepší shody. To bylo dáno především tím, že při stanovování fázového posuvu neuvažovali vliv absorpce kovové podložky a pro tenké filmy nebyl tento vliv zanedbatelný, jak tomu je u tlouštěk větších. Pro reálné měření mazacích filmů pak vyšli z jednoduchého předpokladu, že celkovou tloušťku maziva a oleje lze považovat za společnou



Obr. 2.7 Schéma měřicí aparatury použité Israelachvilim [13].

a je možné psát

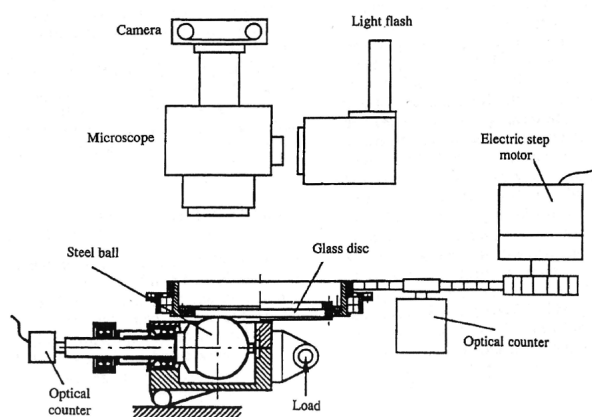
$$2n_{sp}h_{sp} + 2n_{oil}h_{oil} = (N_{sp+oil} - \theta) \lambda_{sp+oil}, \quad (2.6)$$

a tudíž tloušťku samotného mazacího filmu h_{oil} lze vyjádřit vztahem

$$h_{oil} = \frac{(N_{sp+oil} - \theta) \lambda_{sp+oil} - (N_{sp} - \theta) \lambda_{sp}}{2n_{oil}}, \quad (2.7)$$

kde N_{sp+oil} , N_{sp} , n_{oil} jsou indexy lomu a λ_{sp+oil} , λ_{sp} vlnové délky interferenčních maxim s mazivem a bez maziva. V závěru své práce uvedli, že pomocí této metody lze měřit tloušťku mazacího filmu v centrální oblasti Hertzova kontaktu až do tlouštěk okolo 5 nm, což demonstrovali na měření několika různých olejů. Jednou z nevýhod byla ovšem možnost měřit pouze centrální tloušťku maziva, což je samozřejmě dáno principem získávání spektrální závislosti.

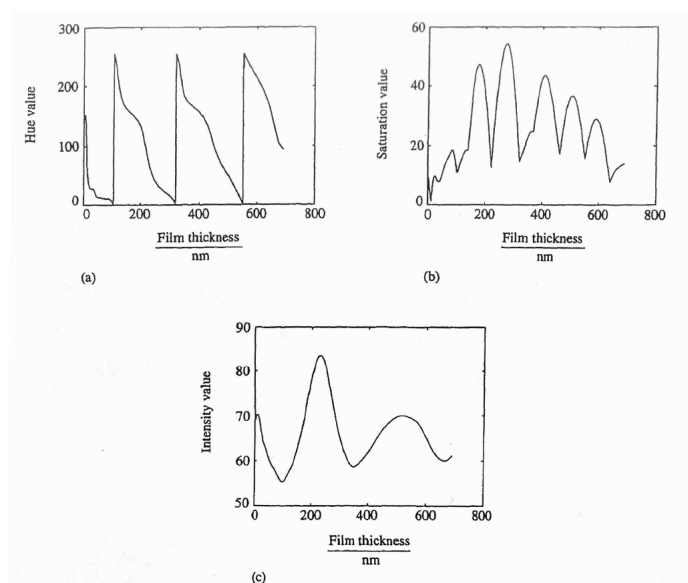
V roce 1994 publikovali Gustafsson, Hoeglund a Marklund [14] článek, zabývající se měřením tloušťky mazacího filmu pomocí analýzy obrazu. Jednalo se v podstatě o návrat k základní koncepci měření pomocí konvenční optické interferometrie s tím rozdílem, že při vyhodnocování nahradili lidské oko analýzou digitalizovaného obrazu. Experimentální uspořádání bylo standardně tvořeno skleněným diskem s vrstvou chromu, ocelovou koulí jakožto třecí povrchy a mikroskopem se zábleskovým zdrojem světla pro dostatečnou intenzitu a kamerou pro záznam interferogramů (Obr. 2.8). Výchozím předpokladem byla základní myšlenka, ze které vycházeli již v 60. letech, a to že při vzniku barevného interferogramu lze lokální tloušťku mazacího filmu charakterizovat pomocí specifické barvy. Ve svém experimentu použili jako záznamové médium klasický fotografický film, který byl následně digitalizován do barevného prostoru RGB (Red-Green-Blue), tedy do tří snímků, kdy každý obsahuje jednu barevnou složku prostoru pro konkrétní obrazový bod. Tento prostor je standardně používán a svůj základ má ve snaze napodobit lidské vnímání. V případě analýzy obrazu není ovšem RGB prostor příliš vhodný, proto použili Gustafsson, Hoeglund a Marklund prostor definovaný složkami HSI (Hue-Saturation-Intensity). Pro nalezení absolutních hodnot tloušťky provedli nejdříve kalibraci pomocí reálného statického kontaktu zaplaveného olejem. Díky známé geometrii koule vně kontaktu získali tři kalibrační křivky, odpovídající složkám H, S a I,



Obr. 2.8 Experimentální uspořádání použité Gustafssonem a kol. [14].

jakožto závislosti na tloušťce maziva (Obr. 2.9). Jak ve své práci ukázali, pro odvození tloušťky maziva v kontaktu se jeví nejvýhodnější použití křivky definující složku H (odstín). Aby odstranili komplikace vznikající periodičností této křivky, tedy že jedné hodnotě odstínu odpovídá více tlouštěk, zavedli jednoduchou podmínku kontinuity. Tloušťka daného obrazového bodu odpovídá hodnotě takové tloušťky, aby nedocházelo ke skokové změně v jeho okolí. Tato technika umožnila měření tloušťky mazacích filmů v rozsahu přibližně 95–700 nm.

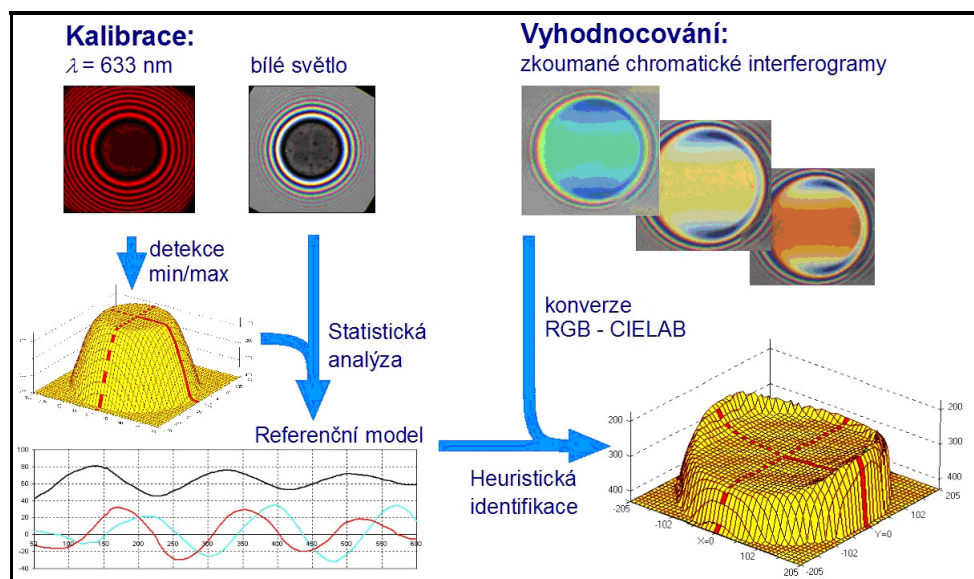
O tři roky později použili Hartl, Křupka a Liška [15] pro mapování tloušťky v kontaktní oblasti stejnou metodu, ovšem s jiným barevným prostorem CIELAB. Jejich princip vycházel z použití diferenční barevné rovnice, pomocí níž stanovili zpětně z etalonu tloušťku v hledaném obrazovém bodě. Etalonem byla referenční tabulka, získaná ze dvou snímků statického kontaktu — monochromatického a chromatického. Pomocí řezů získaných z monochromatického interferogramu došlo ke stanovení



Obr. 2.9 Kalibrační křivky složek HSI [14].

referenční geometrie a následnému přiřazení barev z chromatického snímku patřícím tloušťkám a tím vyloučení vlivu spektrální odezvy optického systému. Etalon tak přiřazoval ke každé tloušťce hodnotu na jedné ze tří souřadnic barevného prostoru (Obr. 2.10). Následným použitím diferenční kolorimetrické rovnice, definované pro prostor CIELAB, stanovili pro každý obrazový bod absolutní tloušťku mazacího filmu.

Jak lze vidět, celkový vývoj optických metod dodnes využívá základní koncepci navrženou již v 60. letech, která doznala pouze malé změny především v podobě zpracování naměřených dat. Experimentální zařízení skládající se z ocelové koule a skleněného disku opatřeného polopropustnou vrstvou dnes umožňuje za pomoci moderní záznamové techniky měření mazacích filmů jak za čistého valení, prokluzu, tak i kombinaci různých rychlostí jednotlivých třecích povrchů. Současné tribometry jsou stavěny nejen pro studování a mapování tloušťky v různých místech EHD kontaktu, ale také pro studium mazacích filmů při použití ocelových koulí s reálnou drsností, která může při vysokých tlacích a malých rychlostech způsobovat vznik smíšeného, případně mezného mazání. Samozřejmě experimenty v oblasti vývoje optických měřicích metod nebyly pozastaveny koncem 90. let minulého století, ale bylo publikováno několik dalších prací [16], [17], [21], [22], které spojuje především způsob vyhodnocování naměřených dat. Jedná se vesměs o metody založené na studiu spektrální nebo intenzitní závislosti a její rozbor za účelem stanovení tloušťky mazacích filmů. Tyto metody jsou detailněji popsány v následujících kapitolách.

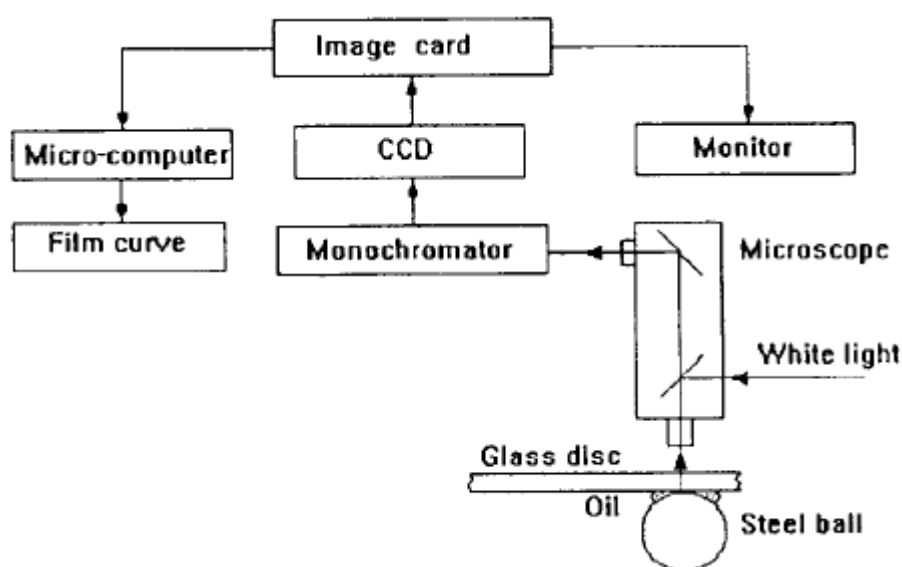


Obr. 2.10 Schéma měření mazacích filmů pomocí diferenční kolorimetrie [15].

2.1 Metoda ROII (relative optical interference intensity)

V roce 1996 publikovali Luo, Wen a Huang [16] článek, zabývající se přechodem mezi EHD a velmi tenkým mazacím filmem za pomoci nové optické metody nazvané

ROII (relative optical interference intensity). Ve své práci stanovili rozlišitelnost metody přibližně 0,5 nm ve vertikálním směru a 1,5 μm ve směru horizontálním. V principu se jednalo o první práci na poli optických metod pro měření tloušťky mazacích filmů, která byla založena na popisu průběhu odražené intenzity v monochromatickém světle. Především práce autorů Israelachviliho a Johnstona využívaly sice také spektrální závislost odraženého světla z kontaktní oblasti, jejich přístup byl ovšem založen pouze na lokalizaci interferenčních maxim, případně minim za předpokladu, že tenký film je osvětlen pomocí bílého světla. Rozdílnost metody ROII byla inovativní především v principu zpracování získané odezvy. K vyhodnocování totiž nepoužili pouze lokalizaci proužků, ale celkový průběh intenzity získané z kontaktní oblasti při jedné konkrétní vlnové délce.



Obr. 2.11 Schéma měřicí aparatury pro studium mazacích filmů metodou ROII [16].

Luo, Wen a Huang se vrátili v myšlenkách hledání tloušťky maziva k metodě používané na samém počátku studia EHD mazání optickými metodami. Jak již bylo uvedeno v předchozí kapitole, první metody v 60. letech využívaly při mapování tloušťky maziva v kontaktu rozložení interferenčních maxim a minim při osvětlení kontaktní oblasti jednou vlnovou délkou. K vyhodnocování byl použit pouze předpoklad, že vzdálenost mezi sousedním maximem a minimem je rovna čtvrtině použité vlnové délky zdroje. Např. pro vlnovou délku 546 nm (rtuťová výbojka) tedy 136,5 nm. Princip měření metodou ROII, jak jej použili Luo, Wen a Huang, je vidět na Obr. 2.11. Jednalo se o standardní simulátor EHD kontaktu tvořený ocelovou koulí, zatíženou oproti skleněnému disku, který byl opatřený polopropustnou vrstvou chromu pro zvýšení kontrastu. Jako zdroj pro osvětlení kontaktní oblasti použili zdroj bílého světla. Zajímavé bylo jejich umístění monochromátoru až za optickou částí, tvořenou mikroskopem, pro výběr jedné vlnové délky. Průběh intenzity získaný monochromátorem byl následně snímán CCD kamerou a digitalizován.

Matematický model popisující průběh relativní intenzity v závislosti na změně tloušťky tenké vrstvy byl založen na dvousvazkovém interferenčním modelu. Autoři

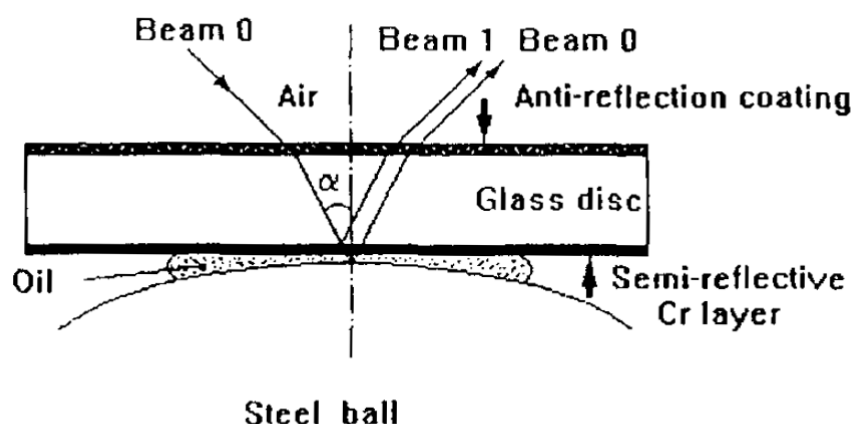


Fig. 1. Interference lights.

Obr. 2.12 Schéma interferenčního modelu použitého u metody ROII [16].

experimentu tento předpoklad zavedli díky tloušťce chromu, která je zanedbatelná vůči tloušťce měřené vrstvy a pohybuje se v řádech nanometrů (Obr. 2.12). Výslednou intenzitu I vyjádřili vztahem

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos\left(\frac{4nh\pi}{\lambda} + \theta\right), \quad (2.8)$$

kde I_1 a I_2 jsou intenzity dvou svazků, podílejících se na vzniku interference, λ jejich vlnová délka, h tloušťka vrstvy, n její index lomu a θ celkový fázový posuv. Jak jde vidět, pro získání absolutní hodnoty výsledné intenzity je ovšem nutné znát jak dílčí intenzity obou svazků, tak také celkový fázový posuv. Ten je ovlivněn třemi faktory – průchodem světla skrze kovovou vrstvu chromu, odrazem na jeho rozhraní a odrazem na rozhraní podložka-mazivo. Problematiku měření absolutní intenzity autoři článku lehce vyřešili zavedením definice tzv. relativní intenzity I_R ve tvaru

$$I_R = \cos\left(\frac{4nh\pi}{\lambda} + \theta\right). \quad (2.9)$$

Hodnota relativní intenzity tedy závisí pouze na kosinu a může nabývat hodnot mezi -1 až $+1$. To je dáno díky hodnotám intenzit I_1 a I_2 , které jsou závislé pouze na optickém uspořádání měřící aparatury a během měření jsou konstantní. Tloušťku h lze pak odvodit ze vztahu

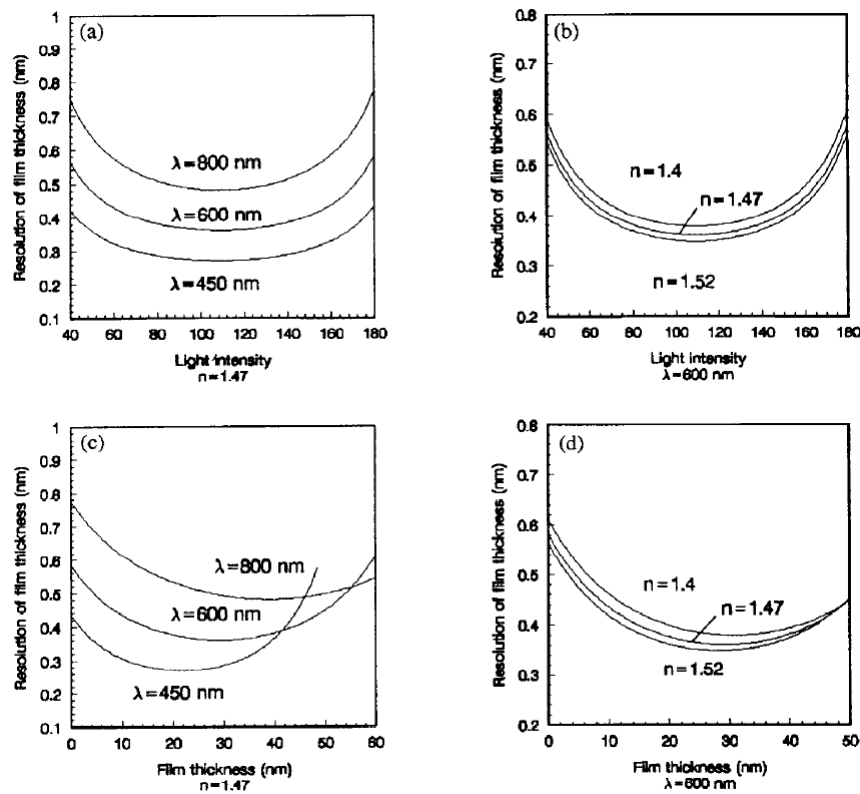
$$h = \frac{\lambda}{4nh\pi} [\arccos I_R - \theta]. \quad (2.10)$$

Pro nulovou tloušťku mazacího filmu (statický kontakt) tedy platí

$$h_0 = \frac{\lambda}{4nh\pi} [\arccos I_{R0} - \theta], \quad (2.11)$$

kde I_{R0} je relativní intenzita při nulové tloušťce mazacího filmu. Poslední neznámou, celkovou fázovou změnu, lze přímo vyjádřit ve tvaru

$$\theta = \arccos I_{R0}. \quad (2.12)$$



Obr. 2.13 Experimentální výsledky pro stanovení rozlišení metody ROII [16].

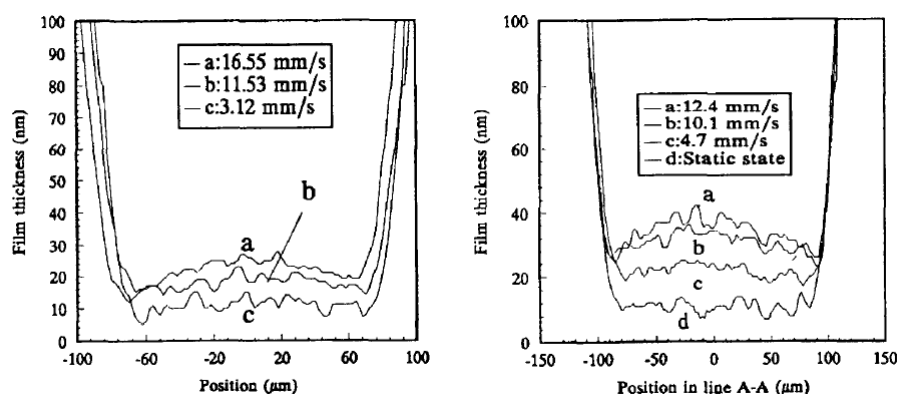
Pro výpočet absolutní tloušťky mazacího filmu tedy platí

$$h = \frac{\lambda}{4nh\pi} [\arccos I_R - \arccos I_{R0}] \quad (2.13)$$

Výsledná tloušťka mazacího filmu byla tedy, jak je vidět ze vztahu, určována na základě průběhu normované intenzity. Rozlišovací schopnost ve vertikální ose stanovili autoři metody na 0,5 nm pomocí několika experimentů, jejichž výsledky jsou vidět v grafech na Obr. 2.13. Ovlivňujícími faktory byly především vlnová délka světla, index lomu maziva a vzdálenost mezi interferenčními maximy a minimy z hlediska bitové hloubky digitalizovaného snímku ze CCD kamery. Ukázka reálných výsledků je vidět na Obr. 2.14. Jedná se o řez centrální částí kontaktu pro dva různé oleje při rozdílných rychlostech třecích povrchů.

2.2 Měření mazacích filmů za předpokladu více-svazkové interference

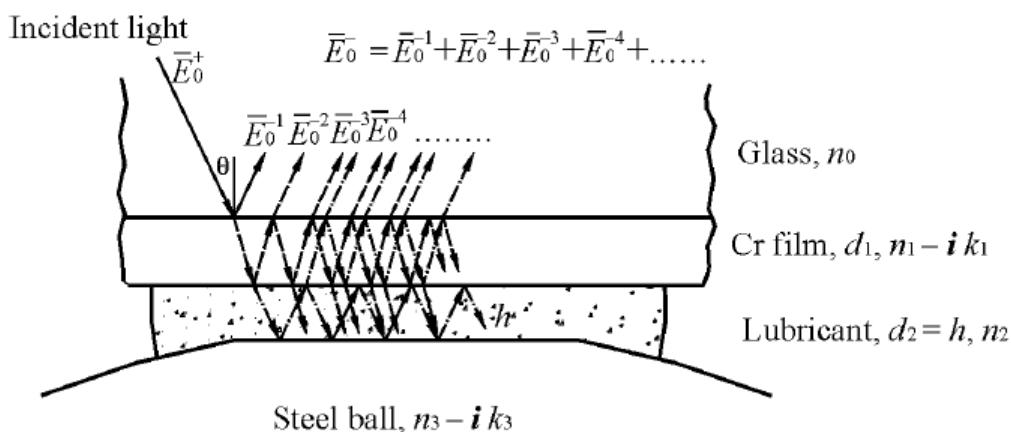
Vzhledem k trendu měření velmi tenkých mazacích filmů, které se mohou pohybovat i pod tloušťkou 10 nm, publikovali v roce 2002 Guo a Wong [17] z Městské university v Hong Kongu výsledky svého výzkumu na poli optických metod pro měření tenkých mazacích filmů. Ve své práci především navázali na metodu ROII [16], u které diskutovali její nedostatky a způsob, jak jim předejít. Jejich hlavní myšlenkou



Obr. 2.14 Výsledky rozložení tloušťky mazacího filmu napříč kontaktem [16].

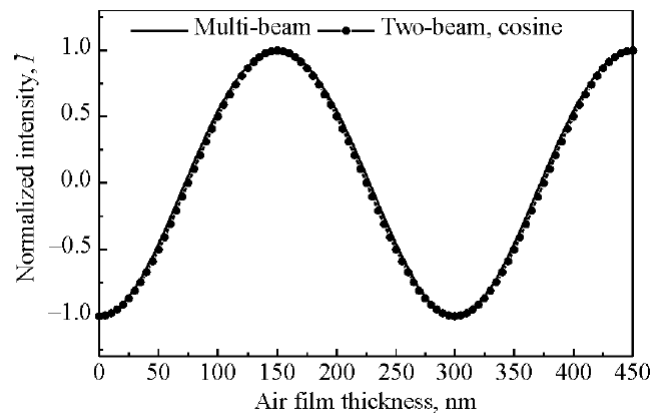
bylo vytvořit dokonalejší model než dvousvazkový pro popis intenzity odraženého světla z kontaktní oblasti při použití monochromatického světla.

Prakticky ve všech článcích, publikovaných ve spojitosti s optickými metodami, byl hlavním předpokladem vliv chromové vrstvy ve smyslu vzniku interference za pomoci dvou svazků a zanedbání ostatních odrazů díky silné absorpci chromu a vlastnostem kovové podložky (ocelová koule). Guo a Wong udělali analýzu optického systému kontaktní oblasti a za pomoci Fresnelových koeficientů sestavili model, popisující reálné chování elektromagnetického záření při průchodu optickým prostředím a na jeho rozhraní. Jako první v oblasti tribologie použili v optice již léta známý přístup, popisující chování světla v rámci tenkých vrstev.



Obr. 2.15 Vícesvazková interference vznikající při měření mazacích filmů [17].

Reálné chování světla, dopadajícího do oblasti kontaktu, který je tvořen standardním uspořádáním vyvinutým v 60. letech Goharem a Cameronem [2] (ocelová koule a skleněný disk) je zobrazeno na Obr. 2.15. Elektromagnetické záření dopadá na první rozhraní, tvořené chromem a sklem, představující polonekonečné prostředí (díky antireflexní vrstvě na horní straně kotouče) a je rozděleno na dva paprsky. Paprsek procházející chromem je ovlivněn jeho indexem lomu a indexem absorpce, úhlem dopadu na rozhraní a v neposlední řadě také tloušťkou vrstvy. Ke stejnému



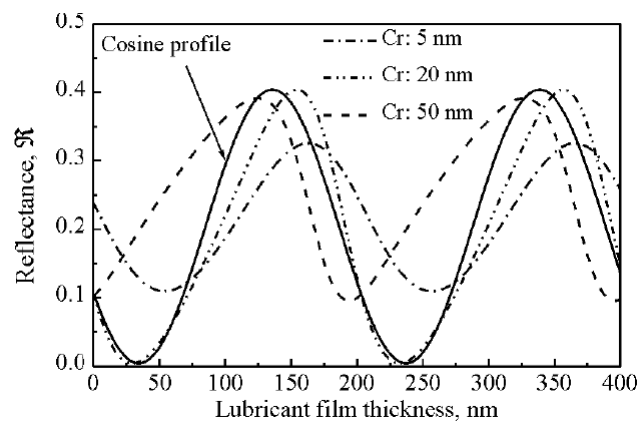
Obr. 2.16 Porovnání průběhu intenzity při dvousvazkové a vícesvazkové interferenci na klínové vrstvě tvořené vzduchem [17].

jevu dochází na každém dalším optickém rozhraní. Výslednou intenzitu lze tedy vyjádřit jako nekonečný součet všech dílčích intenzit (odtud název vícesvazkový model), kterou autoři článku popsali ve tvaru

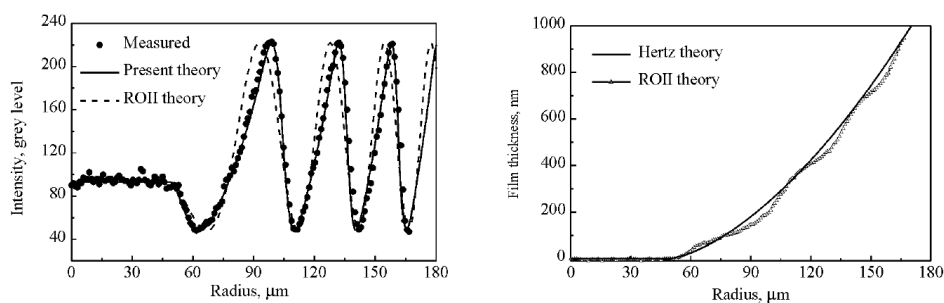
$$\bar{E}_0^- = \bar{E}_0^{-1} + \bar{E}_0^{-2} + \bar{E}_0^{-3} + \bar{E}_0^{-4} + \dots = \sum_{m=0}^{\infty} \bar{E}_0^{-m} \quad (2.14)$$

kde \bar{E}_0^{-m} je dílčí intenzita m -tého paprsku (viz Obr. 2.15). Guo a Wong ve své práci v jednoduchosti nastínili postup, jakým lze získat rovnici pro definici celkové odrazivosti takového optického systému. Bližší popis metody a jeho matematický základ je podrobněji popsán v kapitole 3, zabývající se principem spektroskopické reflektometrie. V první fázi vytvořili několik simulací, kde srovnali výsledky jejich přístupu a metody ROII (vše pro vlnovou délku 600 nm).

Na Obr. 2.16 lze vidět porovnání intenzity pro systém tvořený vzduchovou klínovou vrstvou mezi dvěma skly. Je patrné, že průběh intenzity s narůstající tloušťkou má typický kosinový průběh a výsledky obou metod spolu korespondují. V případě



Obr. 2.17 Vliv tloušťky chromu a jeho absorpce na průběh odrazivosti [17].



Obr. 2.18 Porovnání metody ROII a vícsvazkového přístupu (vlevo) a porovnání tloušťky v kontaktu i mimo něj (vpravo) [17].

použití chromu je ovšem průběh kosinu deformován vlivem absorpce (Obr. 2.17). Zde ukázali největší slabinu metody ROII, která plyne z principu zjednodušeného popisu interference.

Při této simulaci použili hodnoty indexu lomu a absorpce pro ocel, jak uvádějí, ze známé knihy "Handbook of optical constants of Solids" [18]. Ta ovšem uvádí hodnoty ne pro ocel, jakožto sloučeninu Fe a Fe_3C , ale pouze pro železo, u kterého se navíc pro viditelnou oblast pouze odkazuje na několik publikací z 60–80. let, např. [19], [20]. V případě tenké vrstvy chromu nenašli žádnou literaturu, popisující jeho optické vlastnosti ve viditelném spektru a využili tedy pro jejich zjištění vlastní experiment, ze kterého stanovili hodnoty n a k . Paradoxem je, že právě hodnoty chromu, i když ne přímo pro tenké vrstvy, ale pouze pro objemový materiál, jsou v [18] publikovány. Guo a Wong i přes tyto nesrovnalosti použili následující hodnoty pro své výpočty:

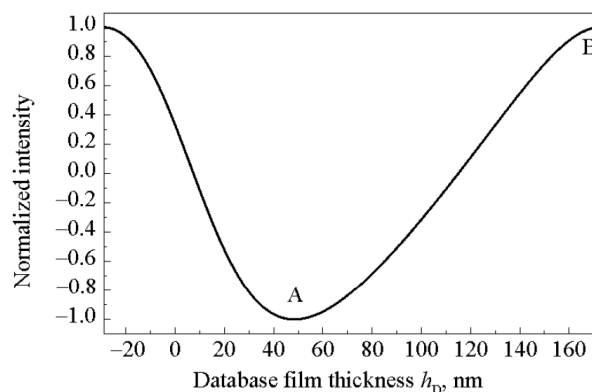
- sklo – $n = 1,5$
- Cr film – $n = 2,8$; $k = 1$
- mazivo – $n = 1,485$
- ocel – $n = 2,21$; $k = 2,31$

Prvotní srovnání prezentované metody s ROII metodou provedli na statickém kontaktu s kuličkou o průměru 25,4 mm, zatíženou silou 0,93 N při vlnové délce 600 nm. Obr. 2.18 ukazuje intenzitní řez napříč získaným interferogramem ve středové části kontaktu, doplněný o teoretické simulace obou metod. Je zde patrná neshoda především v maximech mezi jednotlivými přístupy, přičemž teoretický průběh prezentované metody dosahuje výrazné shody s naměřenými daty. Na obrázku vpravo je pak vidět nekorektnost metody ROII u větších tloušťkách při porovnání geometrie mimo kontakt.

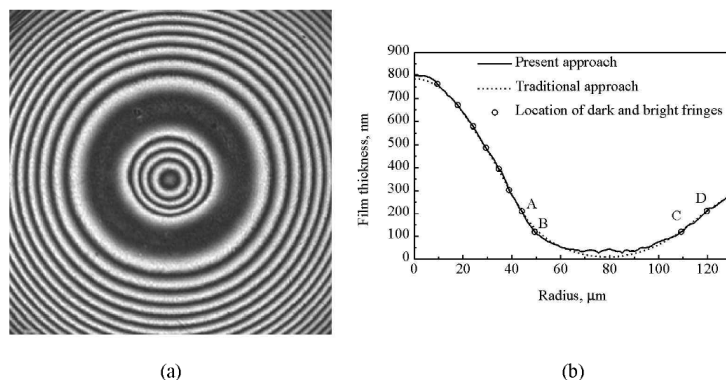
Vzhledem k faktu, že na rozdíl od metody ROII nedokázali Guo a Wong z naměřených dat analyticky nalézt skutečnou tloušťku mazacího filmu, vytvořili tzv. databázi tloušťky maziva, představující průběh normalizované intenzity v závislosti na tloušťce mazacího filmu pro první interferenční řád (Obr. 2.19). Pro výpočet absolutní hodnoty tloušťky mazacího filmu pak zavedli předpoklad, že při znalosti interferenčního řádu lze tloušťku vyjádřit vztahem

$$h = h_D + N \frac{\lambda}{2n}, \quad (2.15)$$

kde h_D je tloušťka získaná z databáze, N interferenční řád, λ vlnová délka a n index lomu maziva. Pro stanovení interferenčního řádu pak využili stejný princip jako již Gohar s Cameronem [2], tedy počítání řádů při zvyšování rychlosti kontaktních ploch z nulové hodnoty na požadovanou. Přesnost metody pak stanovili z bitové hloubky použité kamery – vzdálenost mezi bodem A a B byla 125 nm, což odpovídalo 180 jasovým úrovním (viz. Obr. 2.19), tudíž průměrnou rozlišovací schopnost kamery stanovili na 0,69 nm. Na Obr. 2.20 je vidět reálný interferogram pro statický kontakt za použití syntetického oleje s označením 5P4E a jeho vyhodnocení.



Obr. 2.19 Normovaný průběh intenzity v závislosti na tloušťce mazacího filmu – databáze tloušťky maziva [17].

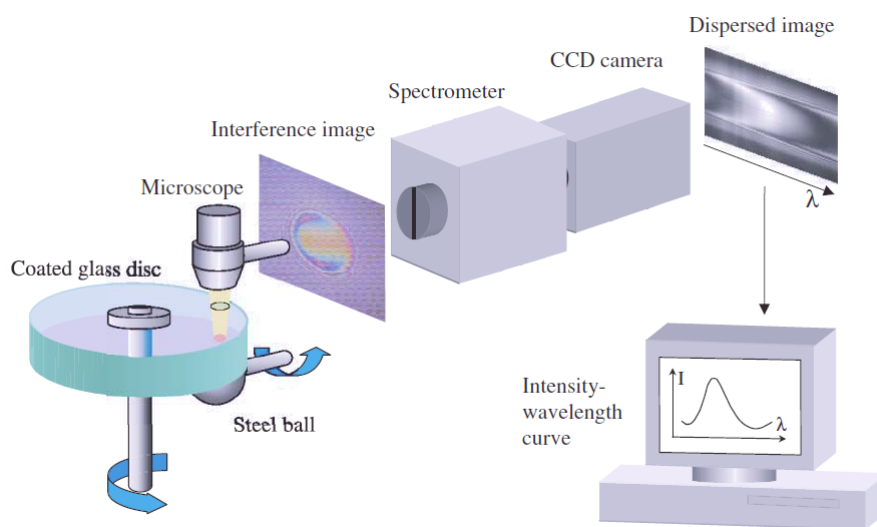


Obr. 2.20 Výsledky rozložení tloušťky mazacího filmu napříč kontaktem [17].

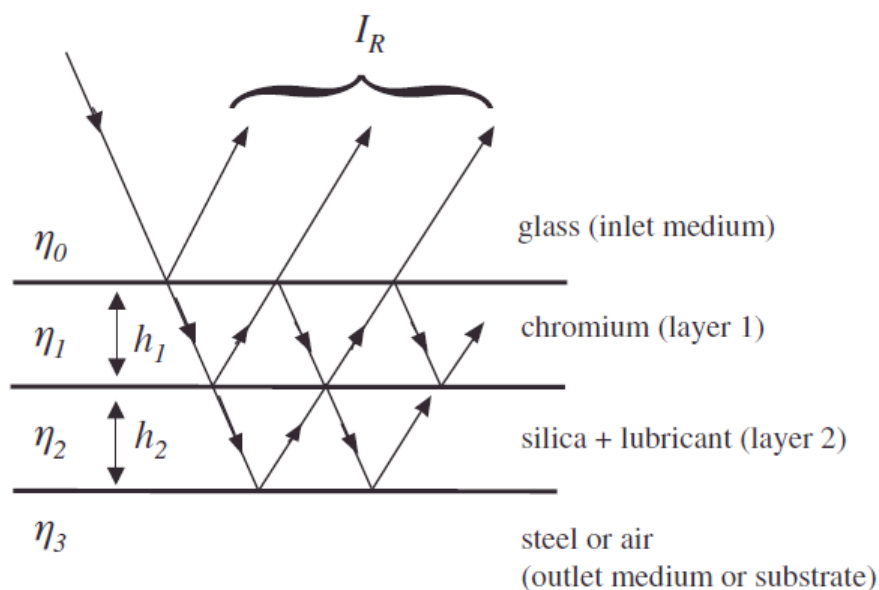
2.3 Metoda UTFI (ultra-thin film interferometry)

V roce 2003 publikovali Glovnea, Forrest, Olver a Spikes [21] práci, popisující nový přístup ke stanovení tloušťky mazacího filmu s údajnou nejmenší měřitelnou tloušťkou 0,3 nm s přesností až 0,15 nm. Stejně jako několik předchozích prací využili při měření spektrální rozklad odraženého světla pomocí monochromátoru. Jejich práce byla ovšem rozdílná ve dvou výrazných bodech. Za prvé, ke stanovení tloušťky maziva použili ne intenzitní závislost, ale spektrální, stejně jako Johnston a za druhé,

pro nalezení absolutní tloušťky použili optimalizaci matematického modelu popisujícího optické uspořádání s naměřenými daty.



Obr. 2.21 Schéma měřicí aparatury pro studium mazacích filmů metodou UTFI [21].



Obr. 2.22 Schéma uspořádání vrstev a sloučení vrstvy maziva a SiO_2 [21].

Stejně jako Guo porovnal ve své práci výsledky metody ROII, založené na dvou-svazkovém modelu, Glovnea a kol. popsali ve své práci podobnost jejich metody s metodou Johnstona [12], který vyhodnocoval tloušťku maziva za pomoci lokalizace interferenčního maxima. Prakticky je tato metoda provázena stejnými komplikacemi, jako metoda ROII, tedy ne zcela korektní popis optického uspořádání – dvou-svazkový model vs. vícesvazková interference. Z tohoto důvodu tedy Glovnea a kol.

použili Fresnelovy koeficienty, popisující reálné chování, za jejichž pomoci lze systém popsat. Uspořádání celé měřicí aparatury bylo jinak standardní a vycházelo z koncepce zdánlivého navýšení tloušťky maziva pomocí mezivrstvy použitého Johnstonem, vycházející z idey Westlakea a Camerona. Tvořila jej tedy ocelová koule společně diskem, z jedné strany s vrstvou chromu a vrstvou SiO_2 , z druhé s antireflexní vrstvou, a dále optická část tvořená mikroskopem, na jehož výstupu se nacházel spektrometr (monochromátor společně se CCD kamerou – viz. Obr. 2.21).

Při sestavování modelu předpokládali, že index lomu vrstvy SiO_2 je stejný jako mazivo a lze je tedy sloučit (Obr. 2.22). Výsledný systém popsali pomocí dvou vrstev, chrom a mazivo/ SiO_2 a dvou polonekonečných prostředí, tvořených sklem a ocelovou koulí jakožto podložkou. Pro ocel a chrom získali optické konstanty z literatury, kde jak již bylo zmíněno ve skutečnosti index absorpce ani index lomu pro ocel nelze nalézt a ve svém článku jejich hodnoty neuvádějí. Index lomu n_2 vrstvy mazivo/ SiO_2 , stejně jako sklo, popsali pomocí disperzní Cauchyho formule ve tvaru

$$n_2 = 1,4452 + \frac{5,0402 \cdot 10^3}{\lambda^2} - \frac{1,5985 \cdot 10^8}{\lambda^4}, \quad (2.16)$$

kde λ je vlnová délka.

Sestavením rovnice, popisující celkovou odrazivost systému, ke které využili maticový zápis, získali výraz pro intenzitu odraženého světla I_R jako funkci vlnové délky, tloušťky všech vrstev a jejich komplexních indexů lomu (kombinace indexu lomu a indexu absorpce) ve tvaru

$$I_R = \left(\frac{\eta_0 B - C}{\eta_0 B + C} \right) \left(\frac{\eta_0 B - C}{\eta_0 B + C} \right)^*, \quad (2.17)$$

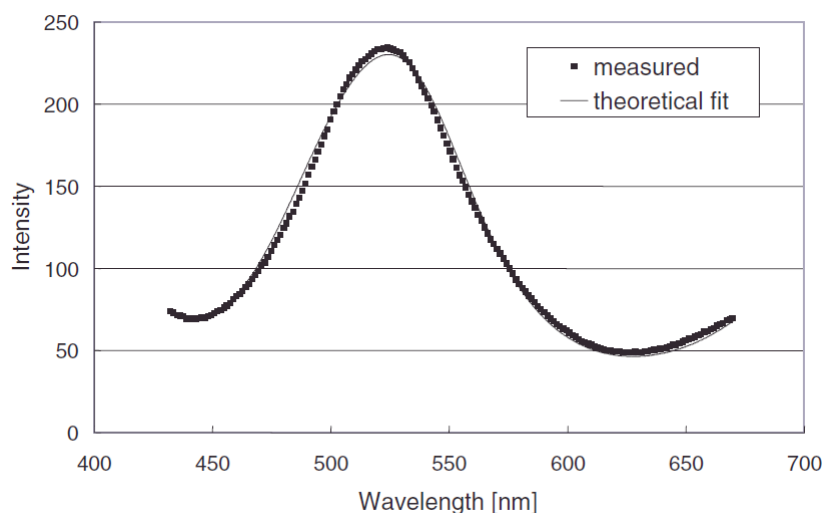
kde

$$\begin{pmatrix} B \\ C \end{pmatrix} = \left\{ \prod_{r=1}^q \begin{bmatrix} \cos \delta_r & i \cdot \sin \delta_r / \eta_r \\ i \cdot \eta_r \sin \delta_r & \cos \delta_r \end{bmatrix} \right\} \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_m \end{bmatrix}. \quad (2.18)$$

Dosazením všech známých hodnot a předpokládané tloušťky mazivo/ SiO_2 a následnou optimalizací získali nástroj pro výpočet absolutní hodnoty tloušťky maziva/ SiO_2 ($h_{\text{silica+lub}}$). Minimalizační funkci, založenou na metodě nejmenších čtverců, vyjádřili ve tvaru

$$F = \sum_{\text{all } \lambda} \left[\left(\frac{I_{R\text{ball}}}{I_{R\text{air}}} \right)_{\text{experiment}} - SF \left(\frac{I_{R\text{ball}}}{I_{R\text{air}}} \right)_{\text{theory}} \right]^2, \quad (2.19)$$

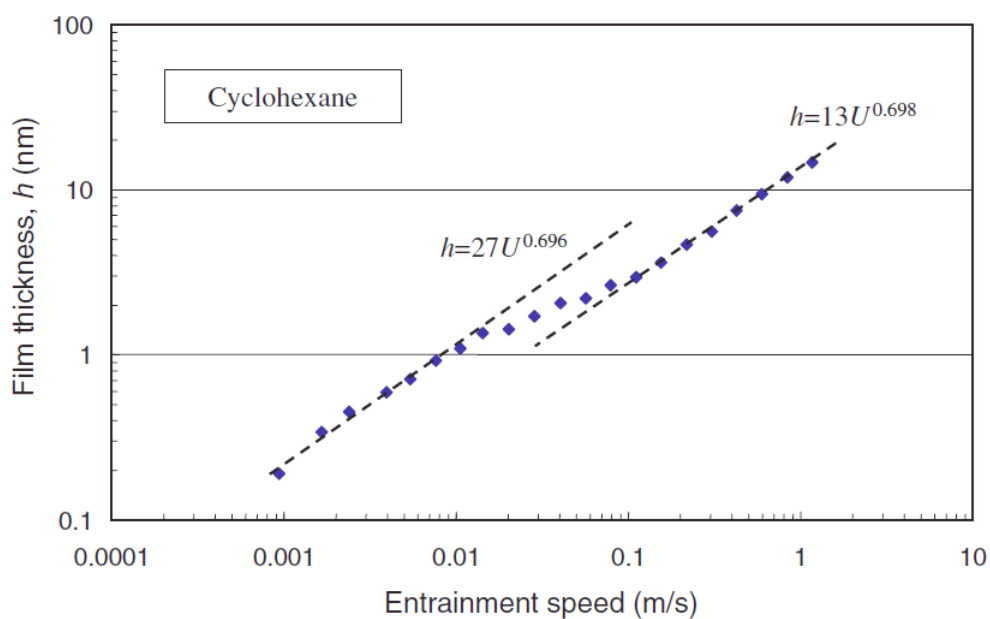
kde $I_{R\text{ball}}$ je intenzita odraženého světla při uspořádání sklo–chrom–mazivo/ SiO_2 –ocelová koule a $I_{R\text{air}}$ intenzita naměřená při absenci maziva/ SiO_2 vrstvy a koule. Pro vyloučení vlivů spektrální závislosti jednotlivých prvků v optické sestavě (vliv zdroje světla, odezva kamery, útlum optických prvků apod.), použili při optimalizaci relativní odrazivost, tedy podíl mezi intenzitou studovaného systému a referenčního. Nestandardně ovšem jako referenci zvolili systém tvořený sklem a chromem ($I_{R\text{air}}$). Aby dosáhli při fitování shody mezi teoretickým průběhem spektrální závislosti intenzity a jimi naměřenými daty v oblasti intenzitního rozsahu (použití relativní intenzity, ne absolutní), zavedli při optimalizaci tzv. "scale factor" (SF) pro korekci teoretického průběhu. Celkový postup se tedy skládal z následujících operací: získání intenzitní křivky (odezvy systému) z kontaktní oblasti s mazivem a koulí a stejně



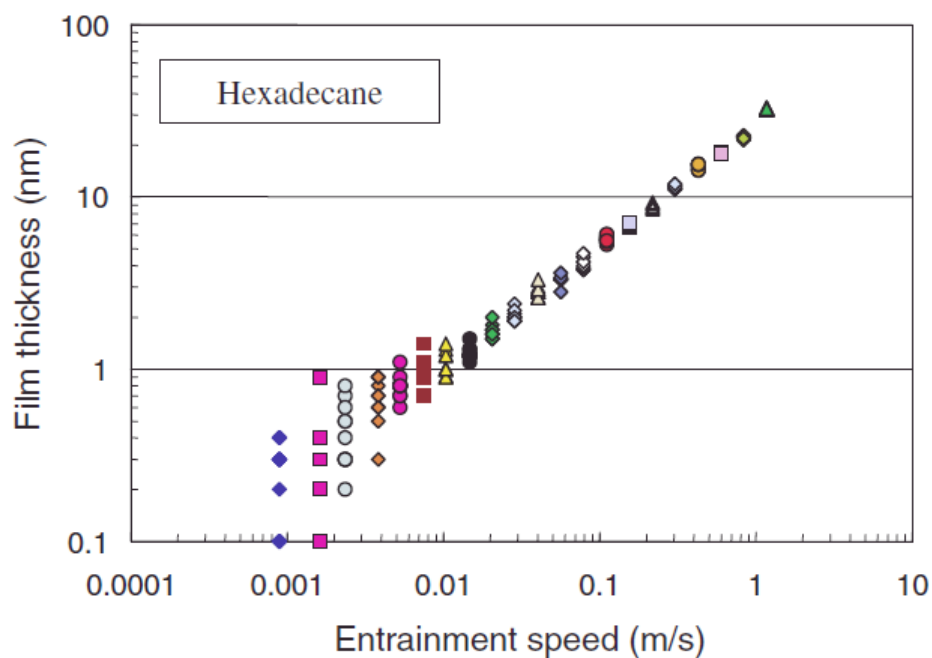
Obr. 2.23 Průběh intenzity naměřené a optimalizované [21].

tak bez maziva a koule (reference), vzájemné vydělení hodnot k získání relativní intenzity závislé na vlnové délce, nalezení hodnot h_2 ($h_{silica+lub}$) a h_{Cr} pomocí minimalizace funkce F , odečtení tloušťky mezivrstvy od celkové tloušťky h_2 . V závěru postupu popsali, že je možná ještě následná korekce získané tloušťky mazacího filmu pomocí vydělení indexu lomu maziva a vynásobení indexem lomu n_2 (společný index lomu pro vrstvu a mazivo), což jak ovšem zmiňují ve své práci nevyužili. Stejně tak uvádějí, že při optimalizaci dosáhli nejlepších výsledků při dosažení nulové absorpce u oceli (podložka): "It was subsequently found that best fit was obtained between theory and experiment when the absorption of the steel was taken as zero. The reason for this is not fully understood."

Reálné centrální tloušťky mazacího filmu za pomoci publikované metody uskutečnili na Hexadecanu a Cyclohexanu. Na Obr. 2.24 a Obr. 2.25 jsou vyobrazeny jejich výsledky. Glovnea a kol. v závěru své práce uvádějí, že touto metodou byli schopni měřit tloušťky mazacího filmu až pod hodnotu 1 nm.



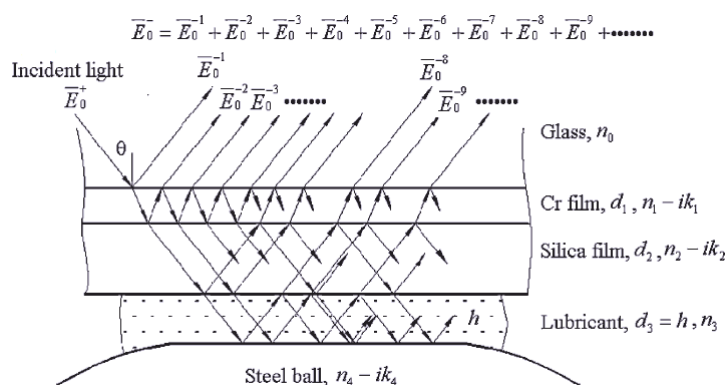
Obr. 2.24 Závislost centrální tloušťky Cyklohexanu na rychlosti třecích povrchů [21].



Obr. 2.25 Závislost centrální tloušťky Hexadecanu na rychlosti třecích povrchů [21].

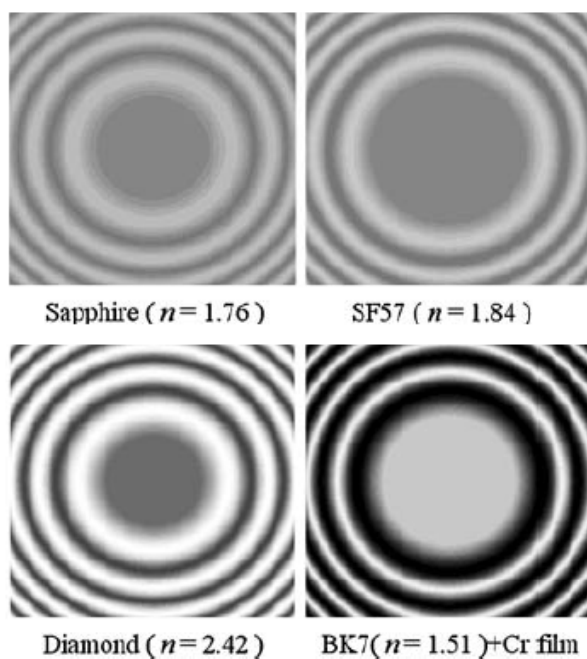
2.4 Teroetická studie měření tenkých EHD filmů

V duchu celkového vývoje měřících metod pro studium tenkých mazacích filmů, publikovali nejnovější studii v roce 2008 Fu, Guo a Wong [22], zabývající se teoretickým rozбором optického designu. Ve své práci shrnuli použití různých typů skla a jejich výhody a zaměřili se především na možnost aplikace jiné vrstvy než chromové pro zvýšení kontrastu interferogramu utvářeného mezi ocelovou koulí a skleněným diskem. Jejich práce byla vedena čistě v teoretické rovině, bez praktického ověření. Pro modelování a simulaci interferogramů využili stejně jako v předešlých experimentech matematický model vycházející z Fresnelových koeficientů pro monochromatické světlo (600 nm). Na rozdíl od práce publikované Glovneem a kol. [21]

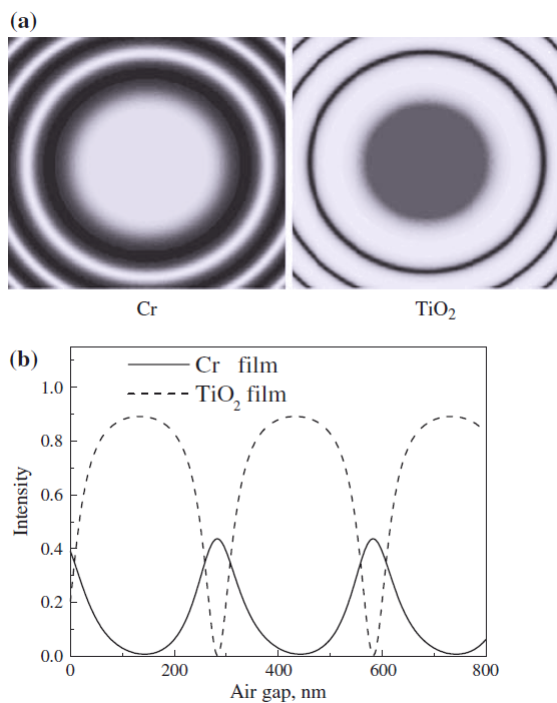


Obr. 2.26 Multivrstva tvořená sklem (okolí), chromovou vrstvou, mezivrstvou, mazivem a ocelí (podložka) [22].

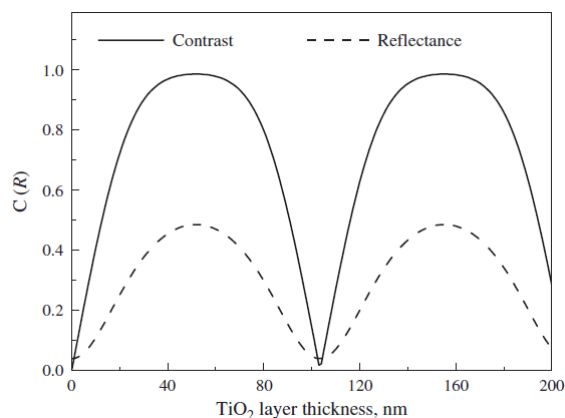
ovšem sestavili preciznější model a řádně popsali každou vrstvu optického systému s jejich optickými vlastnostmi. Ukázka multivrstvy, tvořené chromem, mezivrstvou a mazivem je vyobrazena na Obr. 2.26. V úvodu své práce porovnali celkem 4 optické uspořádání, které byly doposud publikovány - ocelová koule s mazivem v kombinaci se safírem, flintovým sklem s označením SF57, diamantem a korunovým sklem BK7 opatřeným tenkou polopropustnou vrstvou chromu. Kontaktní oblast simulovali pro ocelovou kouli o průměru 25,4 mm, zatížení 1 N a olej o indexu lomu $n = 1,5$. Jednoduše na těchto simulacích ukázali změnu kontrastu, danou diferencí mezi indexy lomu na optických rozhraních (viz Obr. 2.27), která hraje významnou roli při vyhodnocování naměřených dat. Při použití chromové vrstvy předpokládali její tloušťku 5 nm, při které lze dosáhnout kontrastu až 0,99. Ten je ovšem velmi závislý nejen na optických vlastnostech chromu, které se mohou výrazně měnit v závislosti na způsobu depozice, ale také na její tloušťce. Ve své práci Fu, Wong a Guo uvedli graf, vyjadřující závislost kontrastu, odrazivosti a absorpce na tloušťce. Sami diskutovali porovnání těchto výsledků s hodnotami, které uveřejnili ve svém článku v roce 2002 [17] a výrazně se lišily. Z tohoto důvodu se vrátili k myšlence publikované již na počátku rozvoje optických měřících metod [8], použití tenké dielektrické vrstvy TiO_2 . Na Obr. 2.28 lze vidět porovnání interferogramů za vzniku buďto chromové vrstvy, nebo oxidu titanu o tloušťkách 5 nm (Cr) a 52 nm (TiO_2). Je zde patrná výrazná změna v průběhu intenzity, kterou popsal Foord a kol. ve svém článku.



Obr. 2.27 Změna kontrastu pro různá optická uspořádání [22].



Obr. 2.28 Porovnání interferogramu při použití chromu a TiO₂ a intenzitní řez středem snímku [22].



Obr. 2.29 Kontrast interferenčních proužků při použití vrstvy TiO_2 [22].

Pro nalezení optimální tloušťky TiO_2 nasimulovali průběh kontrastu a odrazivosti v závislosti na tloušťce vrstvy, stejně jako pro chrom (viz Obr. 2.29). Touto simulací nastínili problematiku ideálního kontrastu, kterého lze dosáhnout nejen pro jedinou tloušťku, ale pro více, což je dáno především nulovou absorpcí této vrstvy ve viditelné oblasti. Navíc měření velmi tenkých mazacích vrstev je realizováno za pomoci mezivrstvy, která bývá tvořena oxidem křemíku (SiO_2), což je podmíněno vznikem prvního maxima v oblasti detekovaného rozsahu vlnových délek. Při použití vrstvy TiO_2 ovšem tyto problémy odpadají a pro vznik prvního maxima ve viditelné oblasti stačí pouze vhodně zvolit její tloušťku.

2.5 Problémy současných metod a motivace řešení disertační práce

Dosavadní přístupy mapování maziva v kontaktu jsou především omezeny ve dvou základních rovinách. V prvním případě se jedná o metody komparační, jejichž typickým reprezentantem je např. kolorimetrická interferometrie, porovnávající naměřené data s referenční geometrií, na straně druhé lze pozorovat snahu získat metodu absolutní, tedy bez nutnosti porovnávání. Do této kategorie je možné zařadit práce od Johnstona, Glovney, Lua a Wonga a jejich kolegů. Každá tato metoda do určité míry nerespektuje fyzikální model reálně popisující vznik interferogramů, což samozřejmě vede k systematickým chybám, které se mohou výrazně projevit ve výsledcích (např. Luo vs. Guo). Ukázkou takového přístupu je např. práce publikovaná Glovneou a kol. [21], kde je nekorektní přístup vidět již v oblasti definice matematického modelu, zanedbávajícího rozdílnosti indexů lomu mezi vrstvou SiO_2 a olejem, dále volba stejné disperze pro tyto vrstvy i sklo BK7 a zanedbání absorpce oceli. Takovýto systém sice může umožnit získání výsledků, ty jsou ovšem buďto silně zkreslené vůči realitě, nebo jsou z fyzikálního hlediska zcela nereálné. Stejný případ lze pozorovat v přístupu dvousvazkového interferenčního modelu. Nedokonalost této metody popsal např. Guo, kde ve své práci jasně ukazuje nepřesnost metody ROII, vznikající zanedbáním reálného chování světla při průchodu chromovou vrstvou.

Prakticky veškeré optické metody pro studium tloušťky maziva v EHD kontaktu publikované do dnešní doby jsou založeny zejména na interferenčním jevu. Během více než 50. letého vývoje samozřejmě došlo k jejich vývoji nejen v oblasti zpracování naměřených dat, ale také v metodice (zpracování barevné informace ze CCD resp. CMOS kamery v barevném prostoru, intenzitní závislost tloušťky maziva pro jednu vlnovou délku, spektrální závislost intenzity). Tento trend je samozřejmě úzce spjat s výrazným technologickým posunem v oblasti výroby strojních součástí, u kterých se v současnosti mohou tloušťky mazacích filmů pohybovat v řádech až 10^{-9} m. Měření takovýchto mazacích filmů je velmi podobné problematice měření tenkých deponovaných vrstev, dnes běžně používané v technické praxi.

2.5.1 Cíle disertační práce

Cílem této práce je aplikace spektroskopické reflektometrie v oblasti tribologie pro vyhodnocování vlastností maziva v EHD kontaktu. K jeho naplnění jsou v následujících kapitolách popsány jednotlivé dílčími kroky, jako je popis teoretického modelu, pomocí něhož je možné popsat reálné chování světla při dopadu do kontaktní oblasti, jeho aplikace v praxi i ověření měřicí aparatury. Nermalou kapitolu pak tvoří rozbor možných uspořádání optického designu, jejich komplikace a naměřené výsledky společně se získanými tloušťkami a indexem lomu.

3 SPEKTROSKOPICKÁ REFLEKTOMETRIE

Spektroskopická reflektometrie stejně jako elipsometrie se řadí do kategorie optických nedestruktivních metod, pomocí nichž lze studovat tloušťku a jiné optické vlastnosti tenkých dielektrických, případně elektricky vodivých tenkých vrstev (kovů). Její uplatnění je již po řadu desítek let známé nejen ve výzkumu, ale přes 50. let také v průmyslu [23].

Největšího využití dosáhly obě techniky především v oblasti metrologie, kde je struktura studovaných materiálů většinou velmi dobře známá. Možnost reflektometrie měřit v malé oblasti a rychlé zpracování získaných dat umožnilo její použití při kontrole procesu růstu vrtev in-situ. Obě metody ovšem nalézají uplatnění také v oblastech analýzy materiálů s často neznámou strukturou, kde lze lepších výsledků dosáhnout především pomocí elipsometrie.

První zmínky měření tloušťky tenkých filmů pomocí světla jsou velmi staré. Již v 19. století se objevují první experimenty v oblasti pozorování barevných proužků na tenké bublině vytvořené olejem nebo vodou s mýdlem realizované Robertem Boylem, stejně jako pozorování interferenčních kroužků vznikajících mezi konvexní čočkou a rovinným sklem Isaacem Newtonem. Tyto první experimenty byly základem pro pojmy jako je interference a reflektometrie. Polarizaci, objevenou v roce 1810, zase využil před koncem 19. století Drude k měření velmi tenkých filmů, což byl základ optické měřicí metody nazývané elipsometrie.

Jak spektroskopická reflektometrie, tak i elipsometrie jsou jak již název napovídá spektroskopické metody, tedy měřicí techniky využívající při vyhodnocování intenzitní závislost odraženého světla na vlnové délce. Následující kapitoly se věnují popisu matematického modelu, z něž reflektometrie vychází a pomocí něhož lze z naměřených dat získat informace o měřeném systému ať už v podobě tloušťky všech vrstev nebo jednotlivých optických vlastností.

3.1 Fresnelovy reflexní koeficienty

Odrazivost, označovanou \mathfrak{R} , můžeme definovat jako poměr intenzity dopadajícího světla k odraženému. Jedná se o měřitelnou veličinu, která je přímo úměrná čtverci amplitudy elektromagnetického vlnění. Naproti tomu lze odrazivost definovat také jako poměr amplitud mezi elektromagnetickou vlnou dopadající a odraženou od optického rozhraní. V případě jediného rozhraní tento poměr vyjadřuje Fresnelův reflexní koeficient a obecně je různý pro různou polarizaci (s – složka a p – složka záření). Šíří-li se světlo z prostředí 1 do prostředí 2 a definujeme-li pro jednotlivá prostředí indexy lomu \tilde{N}_1 a \tilde{N}_2 , zapisujeme Fresnelovy reflexní koeficienty ve tvaru

$$r_{12}^p = \frac{\tilde{N}_2 \cos \phi_1 - \tilde{N}_1 \cos \phi_2}{\tilde{N}_2 \cos \phi_1 + \tilde{N}_1 \cos \phi_2} \quad r_{12}^s = \frac{\tilde{N}_1 \cos \phi_1 - \tilde{N}_2 \cos \phi_2}{\tilde{N}_1 \cos \phi_1 + \tilde{N}_2 \cos \phi_2} \quad (3.1)$$

kde ϕ_1 a ϕ_2 představují úhel dopadu, resp. úhel odrazu.

V případě tenké vrstvy dochází k odrazu na dvou rozhraních a výsledná intenzita, resp. amplituda je pak dána superpozicí všech odražených vln (vícesvazková

interference) od obou rozhraní. Pro celkovou amplitudu lze psát

$$E_{out} = \sum_{n=1}^{\infty} E_{out}^n \quad (3.2)$$

kde

$$\begin{aligned} E_{out}^1 &= E_{in} r_{12} \\ E_{out}^2 &= E_{in} t_{12} r_{23} t_{21} \exp(-i2\beta) \\ E_{out}^3 &= E_{in} t_{12} r_{23} r_{21} r_{23} t_{21} \exp(-i4\beta) \\ E_{out}^4 &= E_{in} t_{12} r_{23} r_{21} r_{23} r_{21} r_{23} t_{21} \exp(-i6\beta) \\ &\vdots \end{aligned}$$

kde t_{ij} a r_{ij} jsou Fresnelovy koeficienty pro odraz a průchod a β představuje fázový posuv vznikající průchodem vlny vrstvou ve tvaru

$$\beta = 2\pi \left(\frac{d}{\lambda} \right) \tilde{N}_2 \cos \phi_2, \quad (3.3)$$

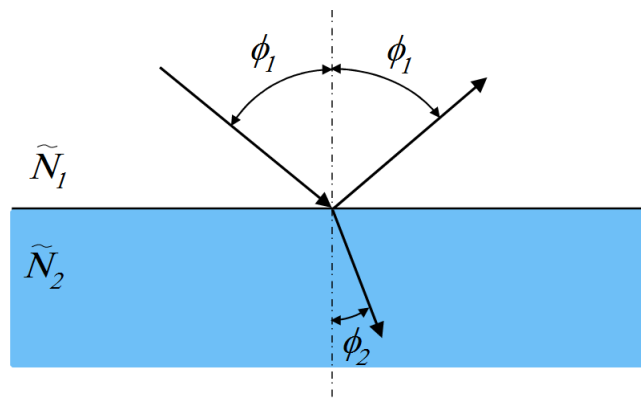
kde λ představuje vlnovou délku a d tloušťku vrstvy. Odrazivost, jakožto poměr amplitudy dopadající a odražené, lze tedy snadno pro nekonečný počet odrazů vyjádřit ve formě

$$R = r_{12} + t_{12} t_{21} r_{23} \exp(-i2\beta) \left[1 + (r_{21} r_{23} \exp(-i2\beta))^1 + (r_{21} r_{23} \exp(-i2\beta))^2 + \dots \right] \quad (3.4)$$

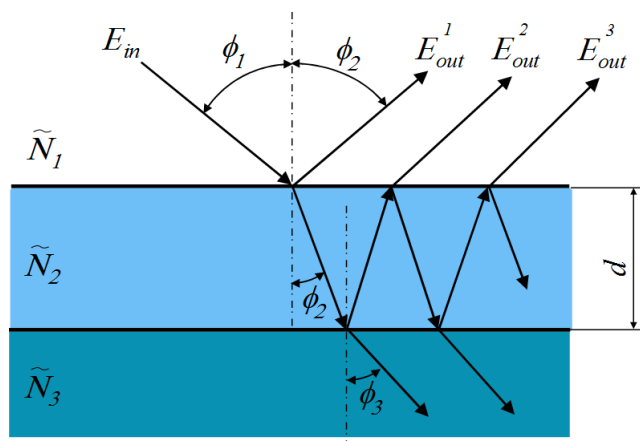
Za pomoci definice geometrické řady a vztahů mezi Fresnelovými koeficienty pro odraz a průchod lze na základě rovnice (3.4) získat tzv. úplný reflexní koeficient [23] ve tvaru

$$R^p = \frac{r_{12}^p + r_{23}^p \exp(-i2\beta)}{1 + r_{12}^p r_{23}^p \exp(-i2\beta)} \quad R^s = \frac{r_{12}^s + r_{23}^s \exp(-i2\beta)}{1 + r_{12}^s r_{23}^s \exp(-i2\beta)} \quad (3.5)$$

Tyto rovnice popisují odrazivost pro jedinou vrstvu, tvořenou dvěma optickými rozhraními. Při použití iteračního postupu je lze ovšem také použít pro popis systému více vrstev (multivrstvy). Výhodnější a v praxi často používaný je přístup maticový [24].



Obr. 3.1 Schéma jednoduchého optického rozhraní.



Obr. 3.2 Schéma vícenásobného odrazu na dvou optických rozhraních.

U takového postupu se vytváří nejdříve tzv. charakteristická matice ve tvaru

$$M_j = \begin{pmatrix} \cos \varphi_j & (i/q_j) \sin \varphi_j \\ iq_j \sin \varphi_j & \cos \varphi_j \end{pmatrix} \quad (3.6)$$

pro každé optické prostředí, kromě okolí a substrátu. φ_j je ekvivalentní se vztahem (3.3) a představuje fázový posuv, q_j je definováno ve tvaru $q_j^s = \tilde{N}_j \cos \varphi_j$, resp. $q_j^p = \tilde{N}_j / \cos \varphi_j$ pro p a s složku polarizovaného světla. Vynásobením všech charakteristických matic jednotlivých vrstev získáme matici

$$M = M_m M_{m-1} \cdots M_1 = \begin{pmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{21} & m_{22} \end{pmatrix}, \quad (3.7)$$

která se nazývá charakteristická matice multivrstvy. Zavedeme-li např. pro s – polarizaci pro okolní prostředí i podložku stejné substitute q_a^s a q_s^s jako pro jednotlivé vrstvy, lze úplný reflexní koeficient zapsat ve tvaru

$$r^s = \frac{q_a^s m_{11} - q_s^s m_{22} + q_a^s q_s^s m_{12} - m_{21}}{q_a^s m_{11} + q_s^s m_{22} + q_a^s q_s^s m_{12} + m_{21}}. \quad (3.8)$$

Stejně tak lze koeficient definovat i pro p – složku.

Jak je vidět ze vztahů definujících amplitudový poměr mezi dopadající a odraženou vlnou, jsou vždy závislé na směru polarizace vůči rovině dopadu. Z tohoto důvodu se v praxi nejčastěji tyto vztahy zjednodušují pro případ kolmého dopadu (cosinus pak nabývá hodnoty 1), což lze v praxi bez větších problémů dodržet. V takovém případě není úplný reflexní koeficient závislý na směru polarizace a rovnici (3.8) je možné vyjádřit ve tvaru

$$r = \frac{q_a m_{11} - q_s m_{22} + q_a q_s m_{12} - m_{21}}{q_a m_{11} + q_s m_{22} + q_a q_s m_{12} + m_{21}}. \quad (3.9)$$

Intenzitu, vyjadřující poměr mezi dopadajícím světlem a odraženým lze následně získat jako modul čtverce úplného reflexního koeficientu ve tvaru

$$\mathfrak{R} = |r|^2, \quad \text{resp.} \quad \mathfrak{R} = r r^*,$$

kde r^* je komplexně sdružené s r [25].

3.2 Komplexní index lomu a disperzní model

Každý optický materiál lze charakterizovat optickými vlastnostmi, mezi něž patří index lomu a index absorpce, vycházející z materiálových charakteristik. Index lomu je bezrozměrná veličina, která definuje poměr rychlosti světla (elektromagnetického záření) ve vakuu a optickém prostředí ve tvaru

$$n = \frac{c_0}{c},$$

kde c_0 , c jsou rychlost světla ve vakuu a v optickém prostředí. Index lomu lze také vyjádřit pomocí materiálových konstant ve tvaru

$$n = \sqrt{\epsilon_r \mu_r},$$

kde ϵ_r je permitivita materiálu, μ_r její permeabilita. V praxi se ovšem často setkáváme s materiály, vykazujícími útlum intenzity světla při jejím průchodu. Tento jev se v praxi popisuje pomocí tzv. absorpčního koeficientu. Jeho definice vychází z Lambert-Beer-Bouguerova zákona, který vyjadřuje intenzitu světla po průchodu materiálem ve tvaru

$$I = I_0 \exp(-\alpha d), \quad (3.10)$$

kde I_0 je dopadající intenzita, α absorpční koeficient a d je tloušťka optického prostředí. V oblasti definice optických konstant materiálů se absorpce materiálů ovšem častěji popisuje pomocí tzv. indexu absorpce (extinční koeficient), definovaný vztahem

$$k = \frac{\lambda}{4\pi} \alpha.$$

Odvození těchto vztahů lze nalézt např. v [25].

Pro dielektrika v oblasti viditelného spektra je index lomu definován jednoduše, neboť absorpce takovýchto materiálů v tenkých vrstvách je prakticky zanedbatelná a index lomu je závislý pouze od vlnové délky. Tuto závislost, disperzi, popsal již v roce 1830 Cauchy a jeho výraz pro funkční závislost mezi indexem lomu a vlnovou délkou se používá s malou modifikací dodnes (Cauchyho formule).

U kovových vrstev a polovodičů jsou optické konstanty o něco komplikovanější. To je dáno nenulovou absorpcí, která má výrazný vliv na chování světla odrážejícího a procházejícího skrze materiálem. Z tohoto důvodu se zavádí tzv. komplexní index lomu ve tvaru

$$\tilde{N} = n - ik. \quad (3.11)$$

Jedná se o formulaci vycházející z dielektrické funkce, kterou lze popsat za pomoci např. Lorentzova oscilátoru [23].

Vzhledem k faktu, že popisovaná měřicí metoda využívá spektroskopickou reflektometrii jenom v úzkém spektrálním rozsahu ve viditelné oblasti (cca 450-650 nm), lze skoro pro všechny materiály jak index lomu tak index absorpce popsat jednoduchým Cauchyho disperzním modelem ve tvaru

$$n(\lambda) = n_0 + \frac{n_1}{\lambda^2} + \frac{n_2}{\lambda^4} \quad (3.12)$$

pro index lomu a

$$k(\lambda) = k_0 + \frac{k_1}{\lambda^2} + \frac{k_2}{\lambda^4} \quad (3.13)$$

pro index absorpce. n_0, n_1, n_2 , resp. k_0, k_1, k_2 představují Cauchyho parametry. U dielektrických vrstev to je dáno skutečností, že k výrazným fluktuacím hodnot indexů dochází především až v UV oblasti (dáno vlastní frekvencí oscilátoru). U polovodičů a kovů, kde není zanedbatelná absorpce lze rovněž využít Cauchyho formuli, i když ne vždy může být výsledek plně vyhovující.

3.3 Absolutní a relativní odrazivost

Intenzitní odrazivost jak bylo popsáno v předchozí kapitole je definována jako podíl mezi odraženou I_{out} a dopadající I_{in} intenzitou

$$\mathfrak{R} = \frac{I_{out}}{I_{in}} \quad (3.14)$$

Mějme tedy měřitelnou intenzitu odraženou od studovaného systému I_{Sout} . Abychom mohli získat studovanou odrazivost \mathfrak{R}_{Sample} (často nazývaná absolutní odrazivost), používá se v praxi měření referenčního vzorku, mající známou odrazivost \mathfrak{R}_{Ref} , definovanou v souladu s (3.14) ve tvaru

$$\mathfrak{R}_{Ref} = \frac{I_{Rout}}{I_{Rin}}. \quad (3.15)$$

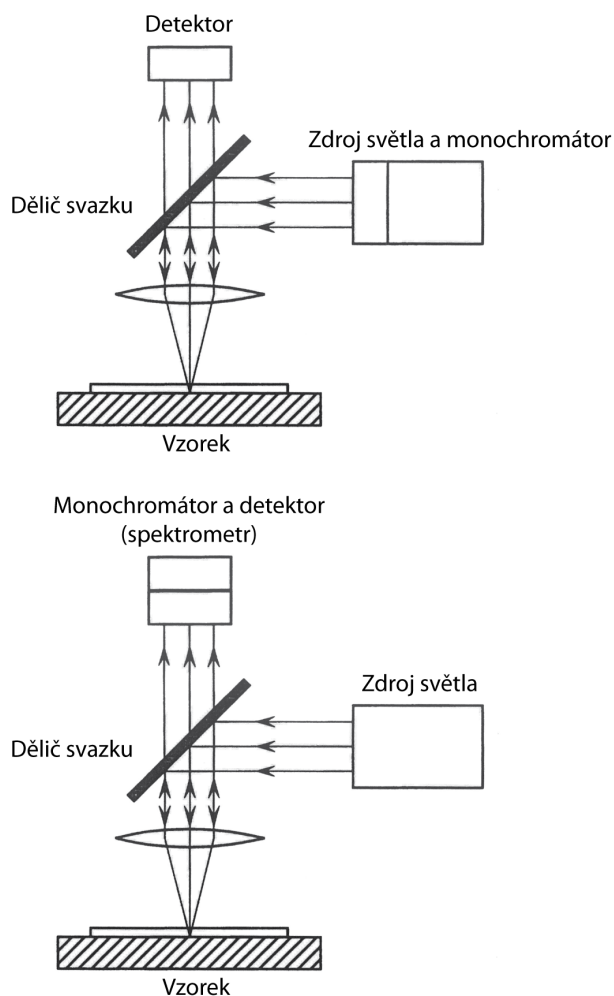
Za předpokladu, že intenzity dopadající na referenční i studovaný vzorek I_{Rin} a I_{Sin} jsou totožné (jedná se o intenzitně stabilní systém, nebo dvoukanálové měření), lze pomocí dvou měření snadno získat odrazivost systému

$$\mathfrak{R}_{Sample} = \frac{I_{Sout}}{I_{Sin}} = \frac{I_{Sout}}{I_{Rout}} \mathfrak{R}_{Ref} \quad (3.16)$$

Známost referencí můžou být různé materiály, které jsou dobře známé a především v čase neměnné. Typickým příkladem může být monokrystal křemíku nebo korunové sklo BK7. Výhodou měření za pomoci etalonu je především eliminace spektrální závislosti všech optických členů, detektoru i zdroje.

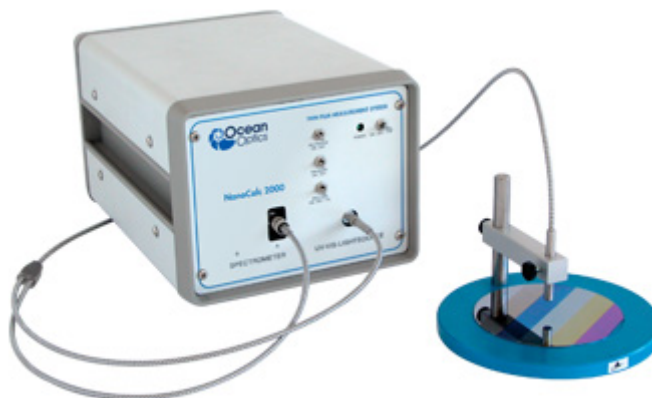
3.4 Konstrukce reflektometru

V současné době je reflektometrie relativně rozšířená metoda jak v průmyslu, tak ve výzkumu. Díky tomu existuje celá řada komerčně vyráběných reflektometrů, resp. spektrofotometrů, sloužících k měření tenkých vrstev. Jejich konstrukce jsou velmi podobné a skládají se zpravidla ze tří základních částí: světelného zdroje, detektoru a monochromátoru. Na Obr. 3.3 lze vidět schéma konstrukčního řešení. Světelný svazek dopadá na dělič svazku, na kterém se část světla odráží a dopadá skrze optiku na studovaný vzorek. Zde dochází k interferenčnímu jevu a odražený svazek opět prochází optickou částí reflektometru skrze dělič a dopadá na detektor.



Obr. 3.3 Schéma jednokanálového reflektometru s rozdílným umístěním monochromátoru.

Jiný způsob osvětlení je použití namísto děliče rozdějeného optického vlákna. Pomocí jednoho pramene vlákna je vzorek osvětlován, druhý pramen slouží k detekci odražené intenzity. Dalším výrazným rozdílem konstrukcí (viz Obr. 3.3) je umístění monochromátoru. Ten slouží k separaci vlnových délek za pomoci difrakční mřížky, u některých starších monochromátorů pomocí hranolu. Největším rozdílem těchto dvou konstrukcí je v případě umístění monochromátoru u zdroje možnost měřit plošnou odrazivost [26]. V takovém případě slouží monochromátor pro výběr vždy jedné vlnové délky. Monochromatickým svazkem je osvětlena celá plocha vzorku a detektorem (CCD nebo CMOS kamera) snímán obraz celé plochy. Tento proces je opakovaný pro každou vlnovou délku a následně jsou ze snímků sestaveny spektrální závislosti pro každý obrazový bod kamery. Tento způsob umožňuje mapování např. nehomogenních vrstev. Jeho největší slabinou je ovšem doba měření (použitelné pouze pro statické vrstvy). Druhá varianta je využití monochromátoru jako spektrometru, tj. kombinace monochromátoru s liniovým, případně maticovým detektorem. Při měření dochází k osvětlení vrstvy polychromatickým světlem, které dopadá na vstupní štěrbinu monochromátoru, dále na difrakční mřížku, kde dochází



Obr. 3.4 Komerční vláknový reflektometr pro měření odrazivosti firmy OceanOptics [27].

k rozkladu svazku na jednotlivé vlnové délky a nakonec na detektor. U tohoto typu se často využívají vláknové spektrometry a měřené optické vlastnosti a tloušťka jsou lokalizovány do jednoho bodu vzorku. Pro měření na více místech se používá rastrovací způsob měření. Výhodou této koncepce je především rychlost měření, takže je vhodné ji používat např. při studiu či kontrole in-situ růstu vrstev apod.

Všeobecné požadavky na konstrukci reflektometrů vycházejí z podmínek, daných matematickým aparátem popsáním v předchozích kapitolách. Mezi ty stěžejní patří především dodržení kolmosti dopadajícího světla, časová stabilita zdroje a opticky neměnná měřicí soustava. Pod pojmem optická neměnnost lze chápat navržení konstrukce reflektometru takovým způsobem, aby nemohlo během měření dojít ke změně např. spektrální odezvy některého členu soustavy, případně změně v intenzitní odezvě (změna polohy optického vlákna, změna clony u osvětlovače apod.). V praxi tyto problémy řeší různí výrobci různými konstrukcemi (Obr. 3.4 a Obr. 3.5). Např. spektrometry využívané v široké spektrální oblasti od UV oblasti až do infračervené jsou konstruovány buďto pouze s reflexní optikou nebo křemennou. Pro zajištění časové stability některé zařízení využívají tzv. dvoukanálové uspořádání,



Obr. 3.5 Komerční reflektometr pro měření odrazivosti firmy Angstrom Advanced Inc. [28].

kdy je měřen v jeden okamžik současně vzorek, resp. etalon a intenzita zdroje. Následně pak dochází ke korekcím odražené intenzity, aby se zabránilo chybám, které mohou vzniknout díky fluktuacím zdroje.

3.5 Analýza reflexního spektra

Obecně princip měření optických vlastností a tloušťky tenkých vrstev pomocí spektroskopické reflektometrie má tři základní kroky. Vytvoření modelu, popisujícího studovaný vzorek, naměření absolutní odrazivosti a jako poslední optimalizace modelu pomocí naměřených dat a získání hledaných parametrů, případně přímý výpočet optických konstant a tloušťky. Každý tento dílčí krok může být samozřejmě zatížený chybami, jak náhodnými, tak systematickými. V případě měření se mohou vyskytovat oboje, což může být dáno nedodržením kolmosti dopadajícího světla, šumem detektoru, fluktuacemi zdroje apod. Naproti tomu u modelování se vyskytují pouze systematické chyby, které jsou závislé od přesné znalosti parametrů známých optických komponent systému (index lomu okolí, podložky apod.). V neposlední řadě, i třetí krok celého procesu může vnést do výsledků systematické chyby, které často vznikají nevhodnou, či nejednoznačnou definicí modelu. V takových případech hledané konstanty mohou nabývat fyzikálně nereálných hodnot a u optimalizačního procesu dochází nezdědku ke korelacím, mající za následek špatné výsledky.

Existují dvě základní metody získání hledaných parametrů vrstvy z dat naměřených pomocí reflektometrie a to přímá a regresní. U přímé metody lze využít poznatků jak o lokalizaci interferenčních maxim nebo minim, tak také informace o obálce reflexního spektra (Obr. 3.6). Tyto metody jsou ovšem často omezeny pouze na jednoduché systémy. Např. díky oscilacím maxim a minim lze za pomoci známého indexu lomu tenké vrstvy, který je větší než okolí a menší než podložka a za podmínky, že absorpce jak podložky tak vrstvy je nulová, odvodit tloušťku d_1 podle vztahu

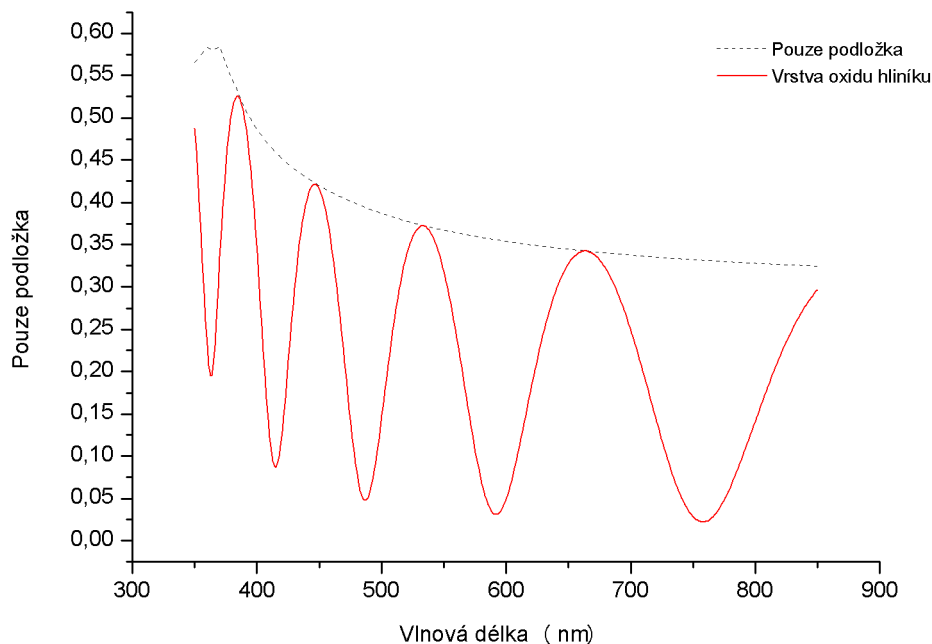
$$n_1 d_1 = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{\lambda_1 - \lambda_2} \quad (3.17)$$

kde n_1 je index lomu vrstvy, λ_1 , λ_2 vlnové délky pro interferenční maximum a minimum náležící stejnému řádu. Ke kontrole, případně i dedukci indexu lomu podložky lze použít zase obálkovou metodu. Čistou úvahou, ale také z rovnice (3.5), lze snadno odvodit, že maximální konstruktivní interferencí lze získat stejnou odrazivost, jako je odrazivost podložky bez naneseného filmu. V případě okolí tvořeného vzduchem je rovna

$$\mathfrak{R} = \left| \frac{\tilde{N}_s - 1}{\tilde{N}_s + 1} \right|^2 \quad (3.18)$$

Druhá metoda, poněkud složitější, ale vhodná pro prakticky jakékoliv uspořádání vrstev, je získání hledaných parametrů pomocí regresní analýzy [29]. V takovémto případě je postup následující. Mějme hodnoty naměřené experimentálně, které vyjadřují funkční závislost mezi vlnovou délkou a odrazivostí. Stejně tak matematický model definovaný úplným reflexním koeficientem, tzv. regresní funkci, popisující celkovou odrazivost, kterou lze obecně vyjádřit ve tvaru

$$y = \varphi(\mathbf{x}, \beta), \quad (3.19)$$



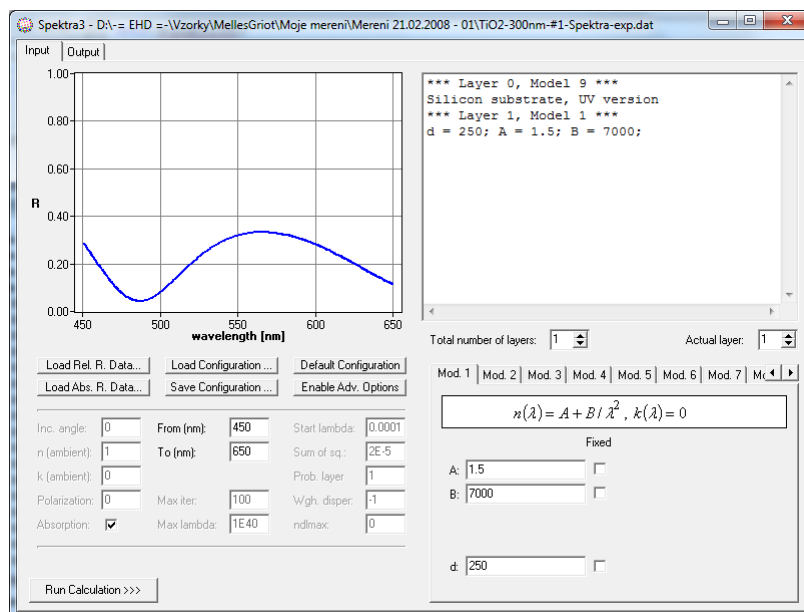
Obr. 3.6 Odrazivost pro tenkou vrstvu Al_2O_3 s tloušťkou 800 nm na Si.

kde y je funkčně závislá proměnná, \mathbf{x} je vektor nezávislých proměnných a β je vektor tzv. regresních koeficientů. V případě analýzy spektrálních dat lze říci, že závisle proměnná je odrazivost, vektor nezávisle proměnných jsou známé optické konstanty měřeného systému (tloušťky, Cauchyho parametry pro definici indexu lomu a absorpce) a regresní koeficienty hledané parametry (tloušťka, Cauchyho parametry). Pro stanovení hledaných regresních koeficientů dochází pomocí minimalizace délky vektoru rezidua (metoda nejmenších čtverců), což lze vyjádřit ve tvaru

$$S = \sum_{i=1}^n [y_i - \varphi(\mathbf{x}_i, \beta_i)]^2 \quad (3.20)$$

V optické praxi vede často tato metoda k získání velmi přesných hodnot neznámých parametrů. Vše závisí pouze na vhodně zvoleném modelu, počtu regresních koeficientů a počátečních podmínkách. Při špatně zvolených kritériích může docházet ke korelacím, tedy možností získat shodný průběh regrese funkce pro různé hodnoty hledaných parametrů.

Existuje několik způsobů řešení minimalizace této rovnice. Nejčastěji používaná je metoda Marquardt–Levenberg, kombinující metodu největšího spádu a Newtonovu metodu. Popis této techniky lze nalézt v literatuře [30] a vzhledem k její oblíbenosti při řešení minimalizace nelineárních rovnic je implementována také v řadě matematických programů, jako je např. MATLAB. Pro konkrétní aplikace v oblasti vyhodnocování odrazivosti a hledání optických parametrů tenkých vrstev existuje několik programů. V této práci byly využity dva a to program Spektra3 a NKDsoft.



Obr. 3.7 Uživatelské prostředí programu Spektra3.

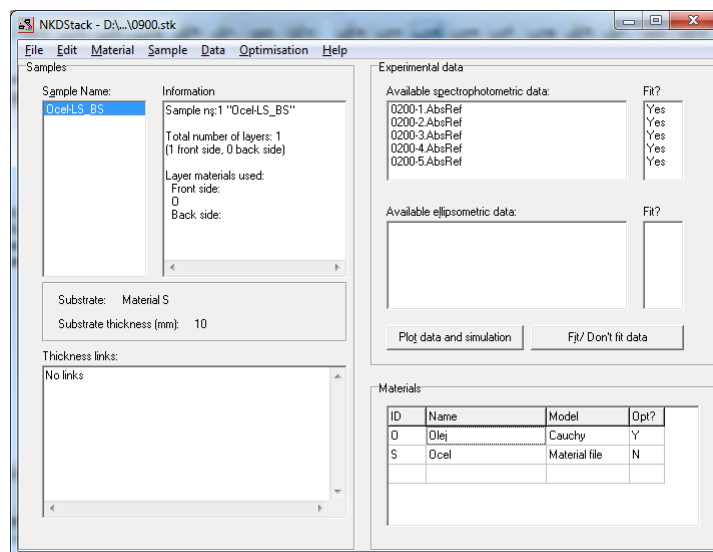
3.5.1 Spektra3

Tento program byl vytvořen na Ústavu fyzikálního inženýrství Fakulty strojního inženýrství Vysokého učení technického v Brně a jedná se o uživatelsky příjemný a jednoduchý software pro optimalizaci tloušťky a optických konstant multivrstev. Umožňuje uvolnění i fixaci libovolných parametrů jak podložky, tak všech definovaných vrstev, které je možné popsat různými disperzními modely. Tento program byl využit především v prvních fázích této práce, pro optimalizaci parametrů při ověřování experimentální sestavy na jednoduchých dielektrických vrstvách.

3.5.2 NKDsoft

Jedná se o balík programů napsaný na Ústavu aplikované fyziky a optiky na Barcelonské universitě¹. Obsahuje software pro simulaci odrazivosti (NKDGen), pro zpracování a optimalizaci dat při měření na jednoduchých tenkých vrstvách (NKDMat1) a zpracování a optimalizaci dat pro multivrstvy (NKDStack). Všechny tři programy byly navíc autory upraveny tak, aby bylo možné předpokládat různý index lomu okolí. Výraznou výhodou tohoto balíku oproti programu Spektra3 je možnost definice optických materiálů pomocí naměřených dat, namísto definice indexu lomu a absorpce disperzním modelem. Tato vlastnost se ukázala jako vhodná především při definici podložky v experimentech, kterou tvořila ocel. Program NKDStack byl díky těmto vlastnostem použit pro vyhodnocení veškerých měření v reálných kontaktech.

¹Departament de Física Aplicada i Optica, Universitat de Barcelona



Obr. 3.8 Uživatelské prostředí programu NKDStack.

4 EXPERIMENTÁLNÍ APARATURA PRO OPTICKÁ MĚŘENÍ EHD MAZACÍCH FILMŮ

Experimentální zařízení pro měření a studium chování EHD mazacích filmů, používané na Ústavu konstruování, bylo v 90. letech navrženo Křupkou a Hartlem¹. Konstrukce vychází ze standardní koncepce tribometru pro optická měření, poprvé zkonstruovaném v 60. letech, v uspořádání ocelová koule (soudeček) a skleněný disk. V současné době je využívána pro studium chování mazacích filmů výhradně kolorimetrická interferometrie, vyvinutá na místním pracovišti, společně s programovým vybavením pro zpětnou rekonstrukci rozložení tloušťky maziva v kontaktní oblasti.

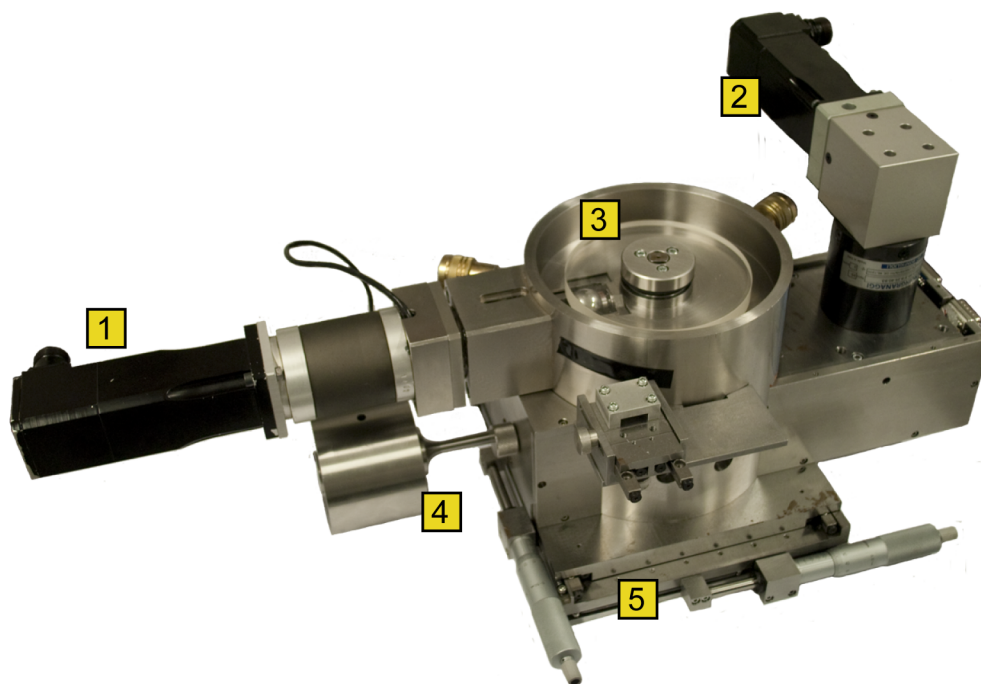
4.1 Konstrukce tribometru

Tribologický simulátor je navržen tak, aby bylo pomocí něj možné studovat chování mazacího filmu za různých podmínek pro rozličná maziva. Jeho konstrukci lze rozdělit do třech hlavních částí a to pohon a uložení ocelové koule, případně soudečku (první třecí těleso), pohon a uložení skleněného disku (druhé třecí těleso) a mechanismus pro vyvolání potřebné zatěžovací síly (viz. Obr. 4.1). Je tedy patrné, že tribometr umožňuje simulovat chování maziva v kontaktní oblasti nejen za čistého valení, ale také pro různé stupně prokluzu, s volbou rychlostí jednotlivých třecích ploch.

Ocelová koule je uložena v miskách držáku, které jsou spojené pomocí vlnovcové spojky s převodovkou, umístěnou na servomotoru. Toto uložení umožňuje využívat při měření různé průměry ložiskových koulí, které mohou být používány buďto s reálnou drsností, dosaženou standardním obráběním, nebo upravené pomocí leštění s drsností R_a v jednotkách nanometrů. Pro studium chování eliptické kontaktní oblasti lze namísto koule použít soudečku s různou elipticitou, který je přímo umístěný na hřídeli. Otáčky servomotoru jsou řízeny pomocí frekvenčního měniče, ovládaného pře USB/RS 232 rozhraní pomocí počítače.

Držák společně s kuličkou, resp. soudečkem je uložen ve vaně, kterou je možné za pomoci uzavřeného okruhu temperovat na požadovanou teplotu silikonovým olejem. V místě uložení je navíc malý reservoár pro studované mazivo, které je při rotaci koule vtahováno do kontaktní oblasti. Skleněný disk je naproti tomu uložen na hřídeli s kolmou osou vůči držáku kuličky, která leží na dvouzvratné páce. Skleněný disk může mít průměr až 150 mm, a tloušťku 12,7 mm. Hřídel je navíc možné pohánět stejně jako kuličku pomocí servomotoru spojeného s převodovkou. Kroutící moment mezi hřídelí disku a převodovkou je v tomto případě zajištěn z konstrukčního hlediska pomocí víceřadého klínového řemene. Volba síly, vyvolávající tlak v kontaktní oblasti, který lze vyjádřit Hertzovou teorií, je řízena pomocí závaží, které lze posouvat po páce. Skutečnou hodnotu síly lze získat za pomoci tenzometrického senzoru.

¹Ústav konstruování, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně

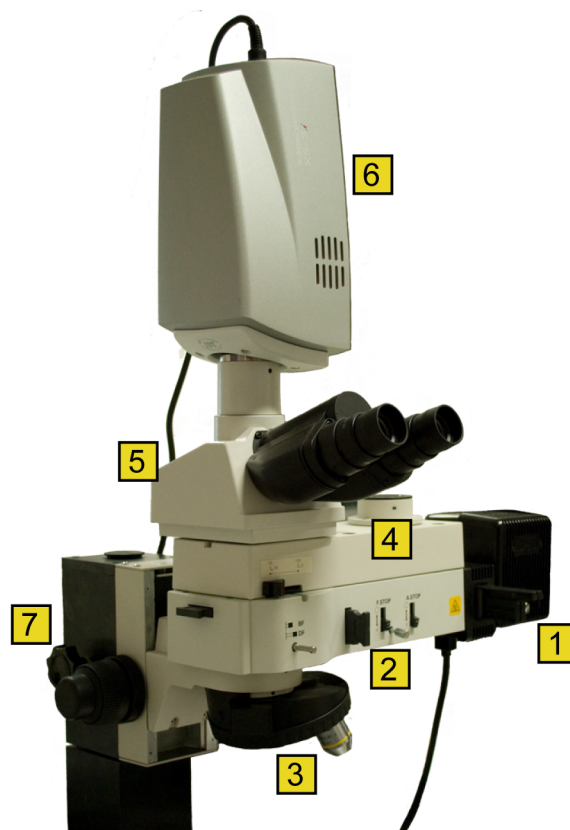


Obr. 4.1 Tribologický simulátor EHD kontaktu: 1 – servomotor pro pohon kuličky (soudečku), 2 – servomotor pro pohon disku, 3 – disk, 4 – závaží se zatěžovacím mechanismem, 5 – polohovací stůl.

4.2 Optická sestava pro pozorování kontaktní oblasti

Optická část experimentální aparatury je v současné době řešena pomocí průmyslového mikroskopu NIKON s označením ECLIPSE LV150, založeného na modulárním systému (viz Obr. 4.2). Díky tomu je možné mikroskop volně přizpůsobit požadavkům pro konkrétní aplikaci. Pro osvětlení je mikroskop vybaven episkopickým Köhlerovým osvětlovačem, skládajícím se z kolektoru a kondenzoru, polní clony a aperturní clony. Jeho konstrukce, poprvé použita Augustem Köhlerem v roce 1893, zaručuje dosažení rovnoměrného rozložení intenzity i při použití žárovkového zdroje, s možností omezení intenzity pomocí aperturní clony (zlepšení prostorové koherence zdroje) a zorného pole polní clonou. Jako zdroj světla slouží 12 V 100 W halogenová žárovka, napájená pomocí pulzního zdroje napětí.

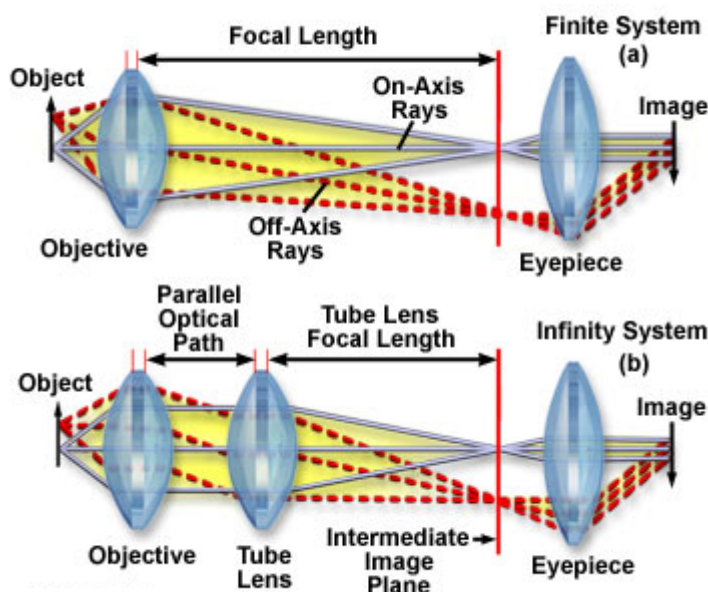
Standardní koncepce mikroskopových objektivů je navržena tak, že rovina pozorovaného obrazu leží velmi blízko ohniskové roviny objektivu. Je to z důvodu získání co největšího zvětšení v obrazové rovině a potlačení aberací. Ohnisko standardních objektivů přitom leží velmi blízko čelní rovině objektivu a je tedy nutné ostřit na krátkou vzdálenost. Problémem u pozorování kontaktní oblasti EHD kontaktu je skutečnost, že pozorovaný předmět (rovina kontaktu ocelové koule s diskem) leží pod skleněným diskem, jehož tloušťka se nejčastěji pohybuje okolo 12,7 mm. Vzdálenost předmětu se navíc zvětšuje díky indexu lomu skla, které optickou dráhu zvětšuje.



Obr. 4.2 Mikroskop NIKON ECLIPSE LV150: 1 – halogenová lampa, 2 – köhlerův osvětlovač, 3 – karusel pro objektivy, 4 – přídatný modul pro boční výstup svazku, 5 – hlava mikroskopu s okuláry, 6 – CMOS kamera, 7 – stojan mikroskopu.

Např. při použití disku s indexem lomu okolo $n = 1,52$ je optická vzdálenost mezi povrchem disku a kontaktní oblastí 19,3 mm. Z tohoto důvodu se používají výhradně objektivy s prodlouženou pracovní vzdáleností, které mají posunutou polohu ohniska od přední roviny objektivu. Díky skutečnosti, že mikroskop je konstruován jako modulární systém, vzniká zároveň problém s tubusovou délkou, definující polohu obrazu vytvořeného objektivem. Z konstrukčního hlediska není možné u takovýchto mikroskopů tuto obrazovou polohu dodržet a proto se používají objektivy s tzv. korekcí na nekonečno (viz. Obr 4.3).

Pro studium obrazu kontaktní oblasti nabízí mikroskop několik možností. Jednak okulár pro pozorování okem, dále výstup nad okulárem s redukcí pro C-mount (umístění CCD nebo CMOS kamery) a v případě doplnění mikroskopu o další modul další výstup s možností vložení libovolné redukce. Při použití výstupu určeného pro kameru je zvětšení shodné se zvětšením objektivu. V praxi se z tohoto důvodu osvědčilo použití objektivu se zvětšením 5x, 20x a nejčastěji 10x (objektivy NIKON řady LU Plan Fluor). Důvodem jsou dvě skutečnosti. Za prvé kontaktní tlaky, dosažené při EHD mazání, se často pohybují v hodnotách stovek megapascalů. Pomocí Hertzovy teorie lze vypočítat, že např. pro ocelovou kouli o průměru jednoho palce v kombinaci se skleněným diskem ze skla BK7, při tlaku 500 MPa, je průměr kontaktní oblasti 322 μm . Za druhé, většina v současné době vyráběných barevných kamer má aktivní velikost čipu 4,5 x 2,8 mm (1/3") resp. 6,6 x 5,3 mm (1/2"),



Obr. 4.3 Schéma konstrukce objektivu korigovaného pro konečnou a nekonečnou tubusovou délku [31].

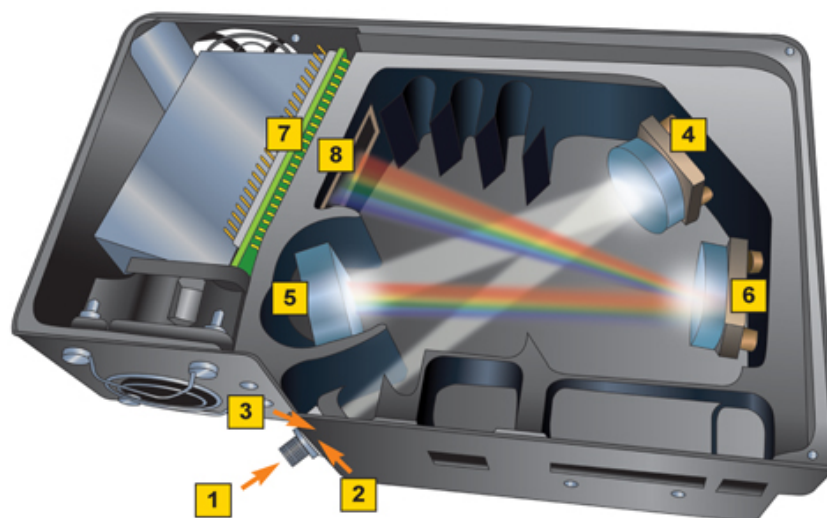
čemuž při kontaktní oblasti okolo $300 \mu\text{m}$ vyhovuje zvětšení 10x.

4.3 Úprava aparatury pro měření spektroskopickou reflektometrií

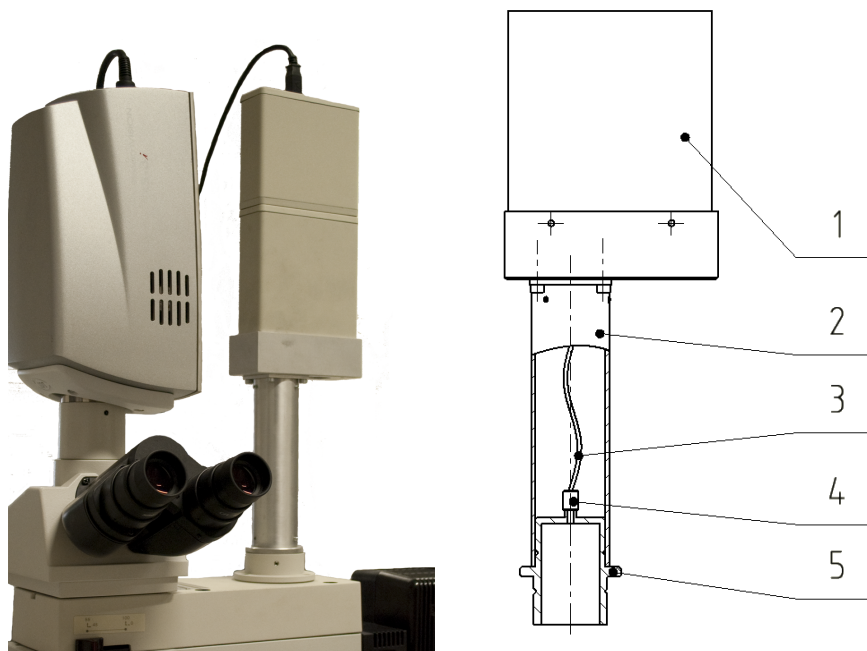
Celková stavba měřicí aparatury (tribometr a mikroskop) je navržena pro studium mazacích filmů pomocí kolorimetrické interferometrie, kde pro získání mapy rozložení tloušťky maziva je dostačující záznam barevného interferogramu pomocí kamery, jeho digitalizace a následné zpracování zaznamenaných barev v určitém barevném prostoru. Naproti tomu, spektroskopická reflektometrie vyžaduje měření odražené intenzity v závislosti na vlnové délce, vyplývající z kapitoly 3. Za tímto účelem byl mikroskop doplněn o možnost záznamu spektrální závislosti intenzity v jednom bodě kontaktní oblasti a celá aparatura byla odzkoušena za pomoci několika kontrolních měření.

4.3.1 Konstrukce redukce vláknového spektrofotometru

Jako vhodné řešení pro doplnění mikroskopu o spektrofotometr se ukázalo využití vláknového spektrofotometru firmy Ocean Optics, umístěného přímo na těle mikroskopu. Hlavním požadavkem takového řešení byla snaha zabránit jakémukoliv pohybu vlákna při přeastřování (zajištění optické stability). Jedná se o kompaktní zařízení, skládající se z monochromátoru s difrakční mřížkou 300 rýh/mm s měřitelným rozsahem $332\text{--}1015 \text{ nm}$ v uspořádání Czerny-Turner (Obr. 4.4) a liniovým 2048 pixelovým CCD čipem s bitovou hloubkou 12 bitů (max. rozsah 4096



Obr. 4.4 Schéma vnitřního uspořádání spektrofotometru: 1 – SMA konektor, 2 – vstupní štěrbinu, 3 – filtr, 4 – kolimační zrcadlo, 5 – difrakční mřížka, 6 – fokusační zrcadlo, 7 – liniový CCD čip, 8 – filtr [33].



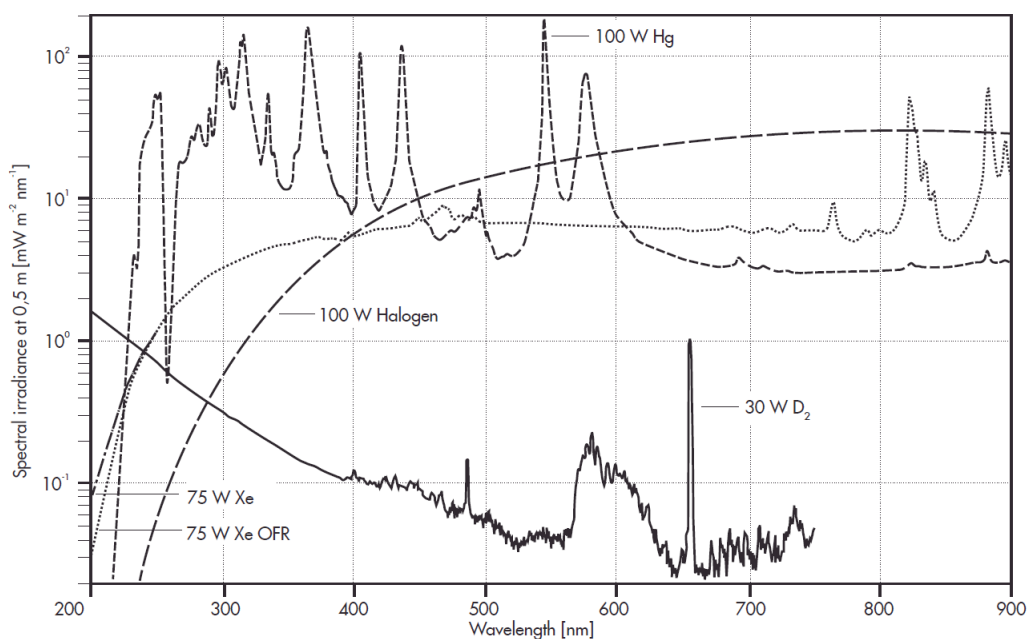
Obr. 4.5 Redukce spektrofotometru: 1 – spektrofotometr, 2 – tubus vlákna, 3 – optické vlákno, 4 – SMA konektor, 5 – redukční kroužek.

jasových úrovní). Ten je ovládán pomocí počítače přes USB rozhraní programem SpectraSuite, umožňujícím sledování naměřeného spektra v reálném čase.

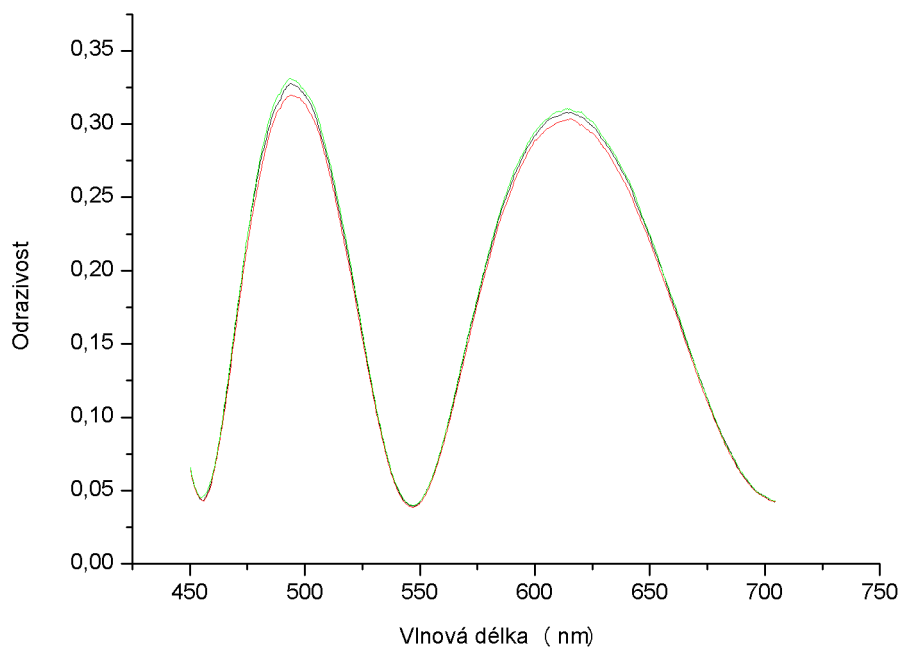
Na Obr. 4.5 je vidět schéma redukce spektrofotometru, která umožňuje jeho umístění na libovolném výstupu z mikroskopu. Je tvořena redukčním kroužkem, který zajišťuje polohu čela optického vlákna (v obrazové rovině) umístěného v tubusu, nesoucí kostku pro uložení spektrofotometru. Vláknem je průměru $50 \mu\text{m}$, což při použití objektivu s desetinásobným zvětšením odpovídá oblasti $5 \mu\text{m}$ v rovině kontaktu.

4.3.2 Zdroj světla a napájení

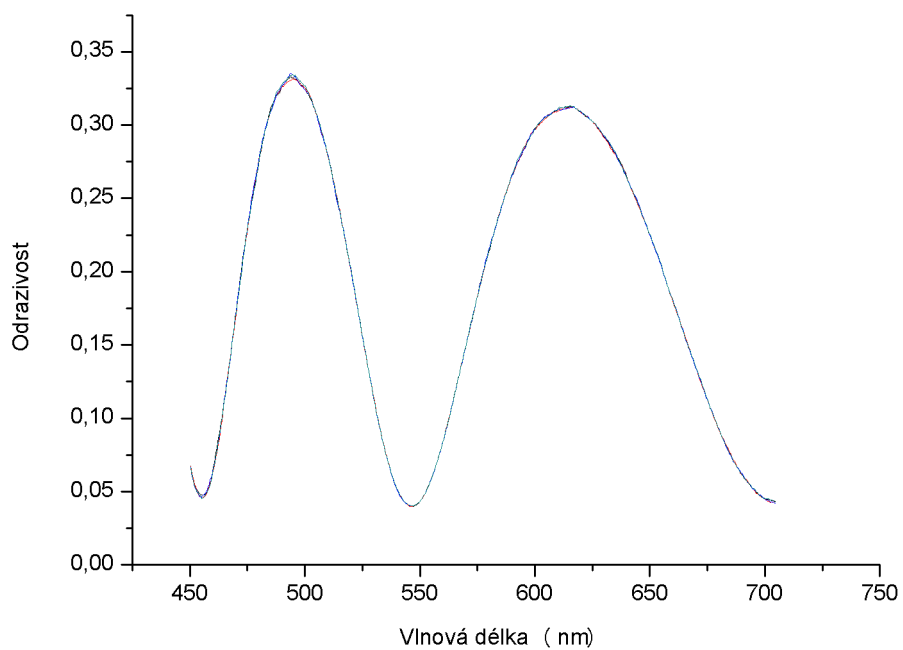
Běžně při měření spektroskopickou reflektometrií je možné použít několik různých zdrojů světla. Hlavním kritériem při výběru je vždy rozsah vlnových délek. Standardně se používají tři typy. Halogenová žárovka, vhodná do viditelné a blízké infračervené oblasti, xenonová výbojka vhodná do UV, viditelné i infračervené oblasti spektra a deuteriová výbojka pro čistě UV oblast (Obr. 4.6). Většina mikroskopů je v současné době vybavena halogenovou žárovkou, která je dostačující na pokrytí viditelné oblasti. Její nesporná výhoda je především cenová dostupnost a nenáročnost na zdroj napětí. Obecně u spektroskopické reflektometrie je výhodné studovat spektrální závislost nejen ve viditelné oblasti, ale také v blízké UV. To je ovšem podmíněno konstrukcí měřicího zařízení, které musí obsahovat pouze plastové čočky nebo křemenou či reflexní optiku, která neabsorbuje v UV oblasti. Mikroskopy řady ECLIPSE i běžné objektivy jsou ale vzhledem k potlačení optických vad sestaveny ze standardní optiky – kombinace korunového a flintového skla a mají v UV oblasti výraznou absorpci, takže je možné měřit pouze ve viditelné oblasti spektra. Pro veškerá měření byla tedy použita originální halogenová žárovka, s příkonem



Obr. 4.6 Spektrální odezva různých typů světelných zdrojů [34].



(a)



(b)

Obr. 4.7 Kolísání absolutní odrazivosti při měření pomocí pulzního zdroje (a), stabilizovaného zdroje (b).

100 W.

Nevýhodou dodávaného systému osvětlení z pohledu měření odrazivosti je ovšem zdroj napětí. Pro běžné pozorování okem, či CCD kamerou je dostačující použití pulzního zdroje, vyznačujícího se kompaktností a nízkou cenou. Při jedнокanálovém měření odrazivosti je ovšem nutné dosáhnout stabilního zdroje bez časových fluktuací, což u pulzního nelze. Z tohoto důvodu byl nahrazen regulovatelným stabilizovaným zdrojem s dostatečným výkonem (10 A při 12 V). Porovnání odrazivosti při použití obou zdrojů napětí je vidět na Obr. 4.7. Jedná se o odrazivost vrstvy TiO_2 cca 455 nm silné na skle BK7, měřené v různou dobu, s integračním časem detektoru 25 ms.

4.4 Ověření měřicí aparatury

Ověření celkové měřicí aparatury bylo realizováno na několika různých oxidických vrstvách. Účelem těchto měření bylo především porovnat získanou tloušťku a index lomu s hodnotami z jiných pracovišť^{2, 3}. Jednalo se v podstatě o jednoduché vrstvy tvořené oxidem křemíku a titanu a jejich kombinace, nanesené na skle a křemíkovém substrátu. Během těchto testů byla zároveň ověřena citlivost celého zařízení na úhlové nastavení vzorku a vliv zvětšení mikroskopových objektivů.

Vyhodnocování probíhalo vždy za pomoci regresní analýzy z absolutní odrazivosti, získané pomocí měření etalonu tvořeného monokrystalem křemíku. U všech měření byl kladen především důraz na optickou stabilitu, tedy dodržení stejné velikosti aperturní clony a stejných podmínek napájení halogenové žárovky apod. Měnila se vždy pouze poloha mikroskopu za účelem zaostření na rovinu vzorku, resp. křemíku.

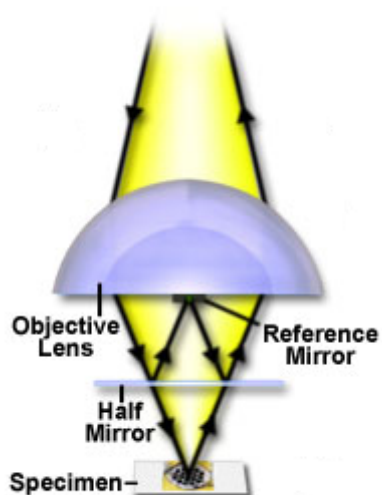
4.4.1 Nastavení úhlu dopadu

Z kapitoly 3.1 na straně 37 plyne, že pro zjednodušení matematického modelu, popisujícího odrazivost optického systému je vhodné dodržet kolmý dopad. Za tímto účelem byla vždy před měřením provedena kontrola pomocí Mirauova interferenčního objektivu. Jedná se o objektiv, obsahující dělič svazku a referenční zrcadlo. Zaostřením objektivu na rovinu vzorku dochází ke vzniku interference a za pomoci interferenčních proužků v monochromatickém světle a známého zvětšení objektivu lze snadno získat úhel mezi optickou osou mikroskopu a normálou povrchu vzorku (úhel dopadu). Úhlové nastavení vzorků bylo realizováno za pomoci stolku se 3 stupni volnosti (3 rotace). Na Obr. 4.9 a Obr. 4.10 lze vidět dva snímky s různým úhlovým natočením získané na tenké vrstvě SiO_2 a vzorku monokrystalu křemíku.

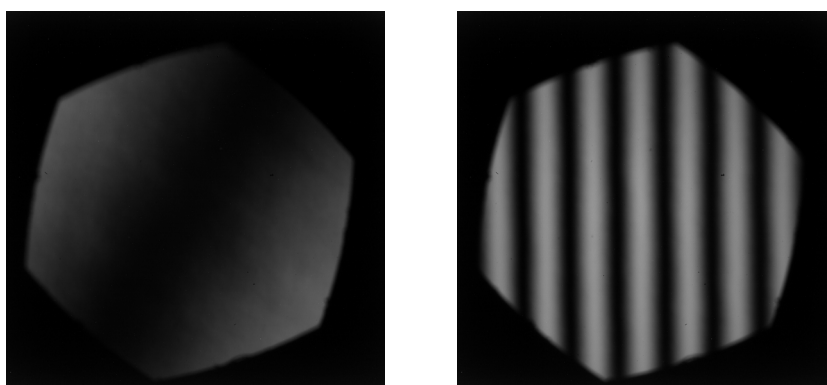
Vzhledem k tomu, že při měření se používají standardní mikroskopové objektivy pro zobrazování, nelze předpokládat skutečný kolmý dopad. Stejně tak při měření mazacích filmů nelze dosáhnout na tribologickém simulátoru ideálních podmínek a dochází k mírnému kolísání úhlu dopadu. Za tímto účelem bylo naměřeno několik absolutních odrazivostí při různém sklonu vzorku a ty následně porovnány s odrazivostí naměřenou pro kolmý dopad. Na grafech na Obr. 4.11 lze vidět jednotlivé

²Ústav fyzikálního inženýrství, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně

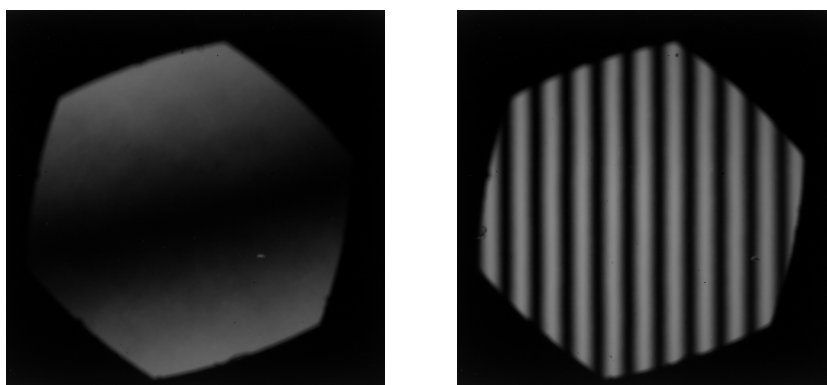
³Ústav fyziky kondenzovaných látek, Přírodovědecká fakulta, Masarykova univerzita



Obr. 4.8 Schéma Mirauova interferenčního objektivu [32].



Obr. 4.9 Interferogram získaný Mirauovým objektivem pro úhlové nastavení křemíkového etalonu (vlevo téměř kolmý dopad, vpravo úhel dopadu $0,14^\circ$).



Obr. 4.10 Interferogram získaný Mirauovým objektivem pro úhlové nastavení vzorku s vrstvou SiO₂ (vlevo téměř kolmý dopad, vpravo úhel dopadu $0,21^\circ$).

průběhy pro 2 druhy objektivů, se zvětšením 10x a 20x. Z těchto výsledků lze konstatovat, že odrazivost není nijak výrazně ovlivněna ani při úhlech do přibližně 1° , ani zvětšením objektivu. Měření probíhalo na vrstvě TiO_2 s tloušťkou 455 nm, neboť se jedná o vrstvu srovnatelnou s tloušťkami mazacích filmů, čímž by měla být zajištěna přenositelnost těchto výsledků i na reálná měření maziv.

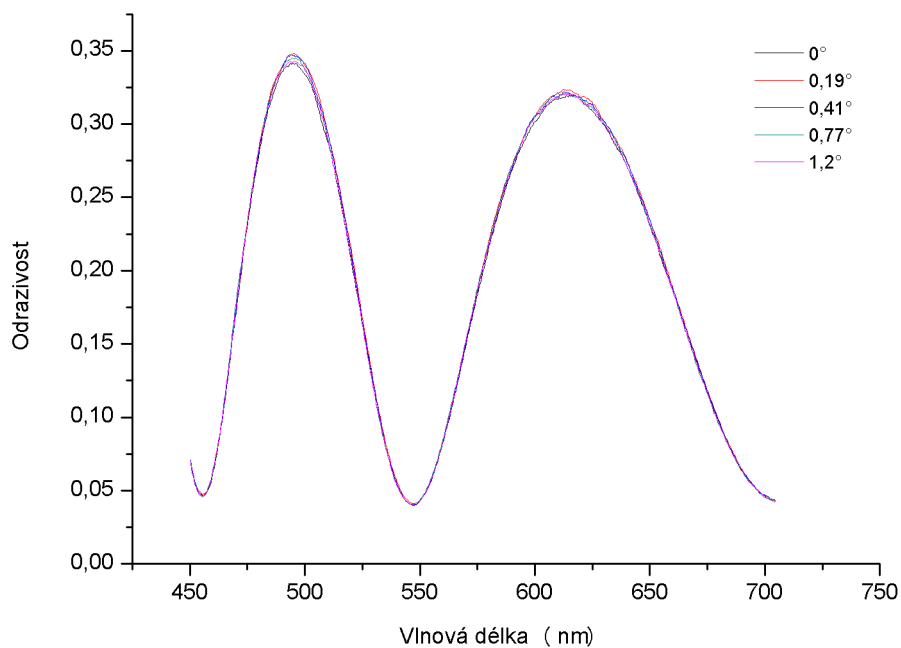
4.4.2 Srovnávací měření

Ověření mikroskopu pro měření odrazivosti a plnohodnotné vyhodnocování získaných dat bylo realizováno za pomoci několika měření na tenkých vrstvách se známou tloušťkou a indexem lomu. Jednalo se o vzorky s vrstvou TiO_2 na skle BK7, multivrstvou SiO_2 a TiO_2 na skle BK7 a vrstvu SiO_2 nanesenou na křemíku (vzorek 6). Jak při těchto měřeních, tak i u všech dalších byl použit objektiv se zvětšením 10x. Vzorky s podložkou ze skla byly navíc opatřeny z druhé strany antireflexní vrstvou, aby nedocházelo k nežádoucímu ovlivnění intenzity odraženého světla od rozhraní sklo – vzduch.

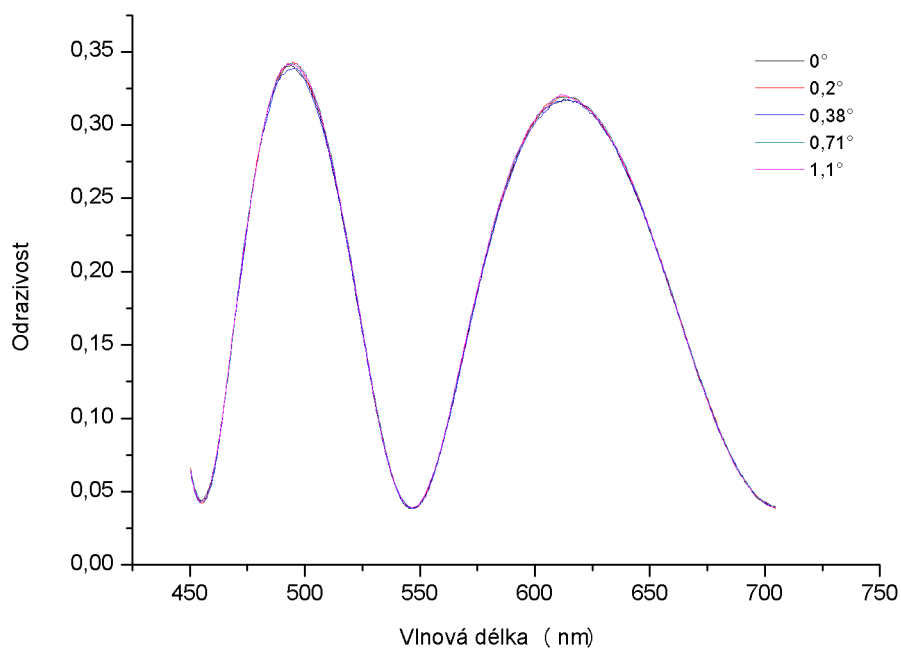
| Vzorek | Parametry | | | | | |
|----------------------------------------------|------------------|--------------|---------------|------------------|--------------|---------------|
| | naměřené hodnoty | | | skutečné hodnoty | | |
| | d (nm) | n_0 | n_1 | d (nm) | n_0 | n_1 |
| Vzorek 1 TiO_2 | 300,6 | 2,19 | 63928 | 302 | 2,18 | 63896 |
| Vzorek 2 TiO_2 | 299,7 | 2,19 | 63561 | 301,6 | 2,18 | 64282 |
| Vzorek 3 SiO_2 TiO_2 | 501,3 298,3 | 1,45 2,17 | 3229 62945 | 500,1 299,18 | 1,46 2,17 | 3499 63899 |
| Vzorek 4 SiO_2 TiO_2 | 502,1 300,5 | 1,45 2,17 | 3099 61255 | 500,4 300,4 | 1,46 2,17 | 3499 63899 |
| Vzorek 5 SiO_2 TiO_2 | 498,5 297,8 | 1,46 2,18 | 3284 63021 | 499,3 298,9 | 1,46 2,18 | 3499 63899 |
| Vzorek 6 SiO_2 | 479,5 | 1,46 | 3533 | 480 | 1,46 | 3520 |

Tab. 4.1 Srovnávací měření oxidických vrstev.

Hodnoty d označují tloušťku vrstvy, n_0 a n_1 Cauchyho parametry dle (3.12), kterými je definována disperze indexu lomu. Vzhledem k tomu, že se jedná o dielektrické vrstvy, absorpce nebyla uvažována. Z výsledků je patrné, že naměřené hodnoty dosahují dobré shody a je tedy možné tuto měřící sestavu bez výhrad využít k měření tenkých vrstev metodou spektroskopické reflektometrie.



(a)



(b)

Obr. 4.11 Srovnání absolutní odrazivosti při různém úhlu dopadu pro vrstvu TiO_2 o tloušťce 455 nm pro objektiv se zvětšením 10x (a), 20x (b).

5 OPTICKÝ DESIGN PRO STUDIUM EHD MAZACÍCH FILMŮ

Základním předpokladem všech dnes používaných optických metod pro měření EHD mazacích filmů je použití transparentního disku. Díky jeho transparentnosti lze studovat za pomoci interference utváření mazacího filmu v kontaktní oblasti mezi tímto diskem a koulí. Pro dosažení co nejlepšího interferenčního obrazce bylo v historii použito několik variant optického uspořádání a to z důvodu hodnoty indexu lomu maziva. Ten se pohybuje v rozmezí přibližně 1,4–1,7 a záleží především na složení maziva, ale také na tlaku, který má za následek jeho navýšení. Tyto hodnoty jsou ovšem velmi blízké většině běžně používaných skel, což vede k velmi nízkému kontrastu při použití uspořádání ocel/mazivo/sklo. Způsob, jak tento problém řešit, je popsán v následujících kapitolách, zabývajících se optickým designem a jeho vlivem na kontrast.

5.1 Kontrast

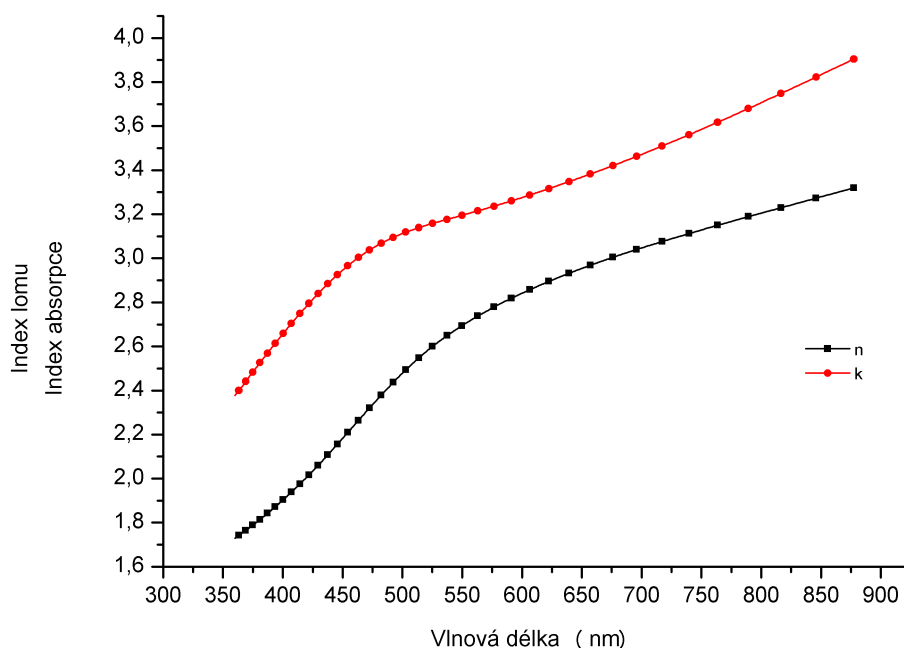
Obecně lze kontrast v interferometrii (interference visibility) definovat jako poměr amplitudy záření (intenzity) ku jeho střední hodnotě. Při studiu barevných interferogramů, stejně jako u odrazivosti, je v této práci pod pojmem kontrast chápán dynamický rozsah. Ten definujeme jako rozdíl mezi maximální a minimální naměřenou hodnotou intenzity v případě interferogramu, resp. maximální a minimální hodnotou absolutní odrazivosti. V případě hledání parametrů definujících vlastnosti mazacího filmu (tloušťka, index lomu) pomocí spektroskopické reflektometrie lze říci, že s nárůstem kontrastu (dynamického rozsahu) dochází jednoznačně k lepším výsledkům regresní analýzy.

Existuje několik způsobů, jak dosáhnout zvětšení kontrastu, který je dán rozdílnými vlastnostmi jednotlivých prostředí optického systému. Základní sestavu lze definovat jako uspořádání ocel (podložka), mazací film (tenká vrstva) a skleněný disk (okolí). V tomto případě, kdy systém již neobsahuje žádnou další vrstvu platí, že čím větší bude rozdíl mezi indexem lomu maziva a okolního prostředí, tím větší bude kontrast. Další variantou namísto zvýšení indexu lomu okolí je použití tenké vrstvy, umístěné mezi mazivem a sklem. Za předpokladu, že se jedná o dielektrickou vrstvu se zanedbatelnou či nulovou absorpcí, platí stejné pravidlo jako u předchozí varianty, tedy se vzrůstající diferencí indexů lomu vrstvy a maziva lze dosáhnout nárůstu kontrastu. V případě kovové vrstvy lze stejného efektu také dosáhnout, pouze je zde nutnost použít vrstvu o velmi tenké tloušťce tak, aby byla zachována její průhlednost (efekt polopropustné vrstvy). Typickým příkladem takového řešení je do dnes používaný chrom.

5.2 Podložka (substrát)

Standardně je při optických měřeních mazacích filmů v EHD kontaktu podložka tvořena ložiskovou ocelí (leštěná kulička, případně soudeček) s označením 100Cr6

(dle EN 94-73, chromová ocel pro valivá ložiska). V literatuře při hledání optických konstant ovšem nelze nalézt hodnoty pro tento konkrétní typ oceli, ale pouze pro železo (Fe) [19], [20]. I ty se ovšem výrazně liší, jak lze např. nalézt v databázi [35] citující [36] a [37]. Z tohoto důvodu byly již v roce 2004 zjištěny hodnoty indexu lomu a absorpce elipsometrií na vzorku, získaném z metalografického výbrusu jednopalcové koule, která byla rozříznuta. Graf těchto hodnot je vidět na Obr. 5.1. Nezanedbatelnou roli navíc u oceli hraje vznik tenkých oxidických vrstev na povrchu,



Obr. 5.1 Index lomu a absorpce pro ocel 100Cr6.

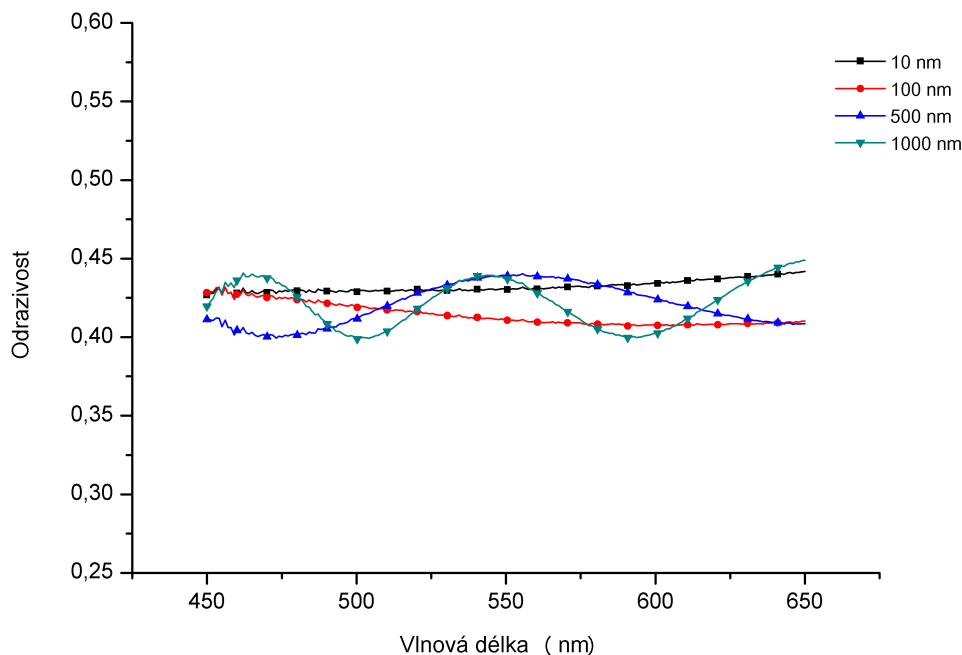
jakými mohou být např. Fe_2O_3 , Cr_2O_3 apod., jejichž složení se odvíjí především od typu oceli. Průběh vzniku těchto tenkých filmů lze nalézt v řadě publikací, jako je např. [38], [39], [40].

5.3 Okolí

5.3.1 Sklo

Jak již bylo zmíněno na začátku této kapitoly, index lomu maziva je velmi blízký indexu lomu všech vyráběných skel. V praxi nejčastěji používané a dostupné korunnové sklo BK7 má index lomu $n_d = 1,52$ [41]. Na grafu na Obr. 5.2 lze vidět, že se absolutní odrazivost při malých tloušťkách pohybuje díky velmi malé diferenci indexu lomu ve značně malém rozsahu a stejně tak u tloušťky kolem $1 \mu\text{m}$ se maximální změna odrazivosti pohybuje v hodnotách přibližně 0,05, což je velmi málo (celkové porovnání odrazivosti viz. str. 73). Stejně jako Gohar a Cameron použili v prvních studiích flintové sklo Pilkington s vysokým indexem lomu, lze v současné

době získat sklo od výrobců jako je např. Schott s indexem lomu překračujícím hodnotu $n_d = 1,8$ (např. LASF 31A, LASF 9, SF 57, SF 66) [41]. U těchto skel dochází k výraznější skokové změně indexu lomu a u odrazivosti je díky tomu možné dosáhnout většího kontrastu. Problémem u těchto skel je většinou jejich nezanedbatelná absorpce ve viditelné oblasti, čímž vznikají komplikace při měření etalonu. Intenzita odraženého světla by u něj musela být měřena stejně jako v kontaktu, tedy po průchodu světla sklem, což po praktické stránce vnáší do měření další komplikace.



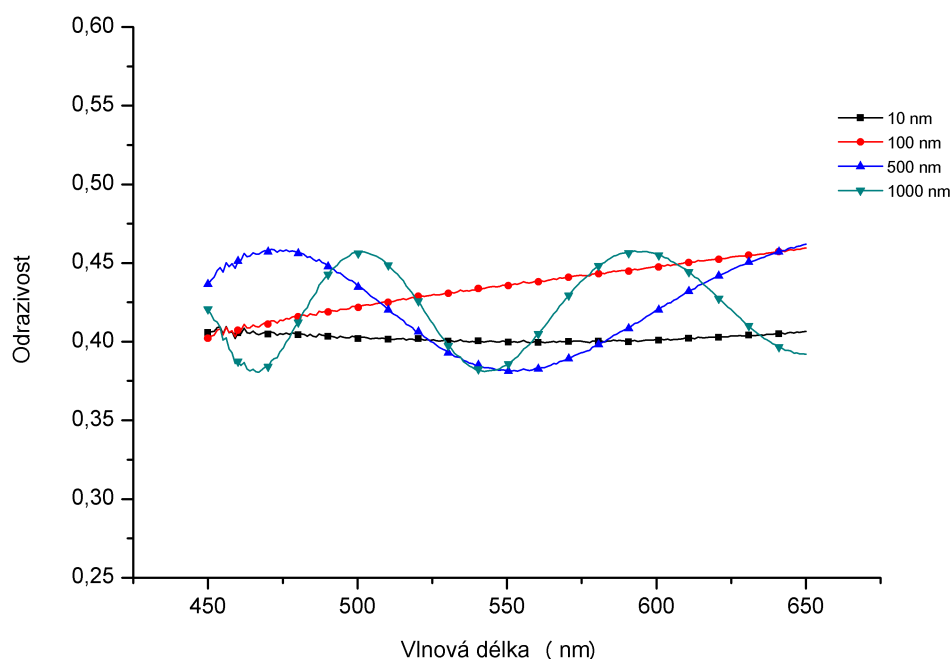
Obr. 5.2 Absolutní odrazivost pro sestavu ocel/mazivo/BK7 při různých tloušťkách maziva.

5.3.2 Safír

Syntetický safír je materiál tvořený oxidem hliníku ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$). Jedná se o materiál s vysokou tvrdostí, jehož index lomu je $n_d = 1,77$ (pro řádný paprsek) [46], tedy vyšší hodnota než u skla BK7. Graf na Obr. 5.3 ukazuje průběh odrazivosti při použití oleje s indexem lomu 1,6 stejně jako u skla BK7, kde je patrně vidět větší dynamický rozsah. Největší nevýhodou safíru je ovšem dvojlom, způsobující rozdílnost indexu lomu pro polarizované světlo v závislosti na úhlu dopadu a orientací hlavní osy krystalu. Odstranění tohoto nedostatku lze dosáhnout pouze její orientací při výrobě tak, aby souhlasila s osou svazku při kolmém dopadu.

5.3.3 Diamant

Už při prvních experimentech v oblasti optických měřicích metod byl použit jako jeden z možných materiálů tvořících okolí CVD diamant (viz. kapitola 2). Jedná se

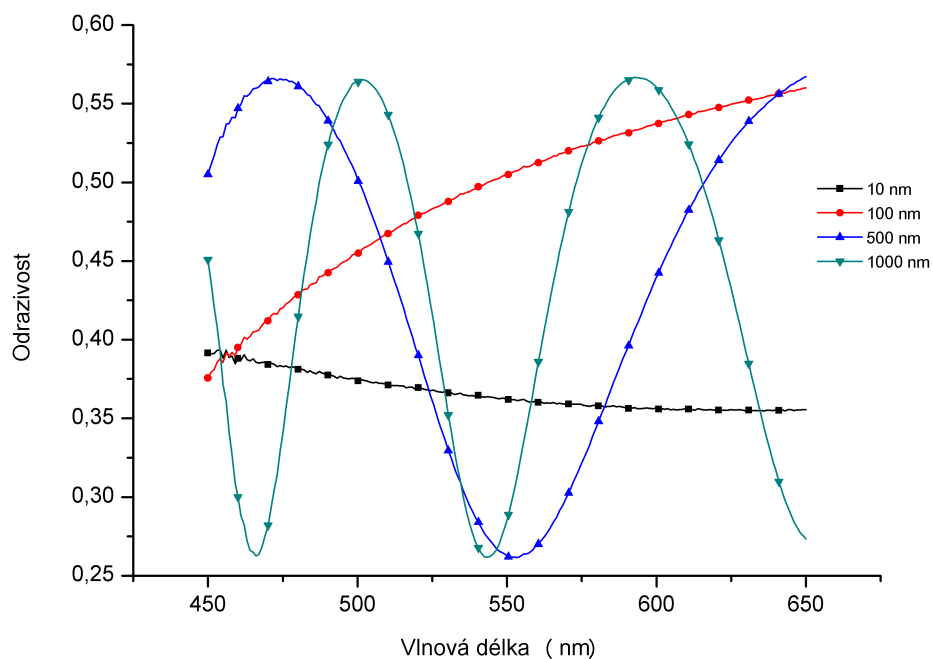


Obr. 5.3 Absolutní odrazivost pro sestavu ocel/mazivo/safir při různých tloušťkách maziva.

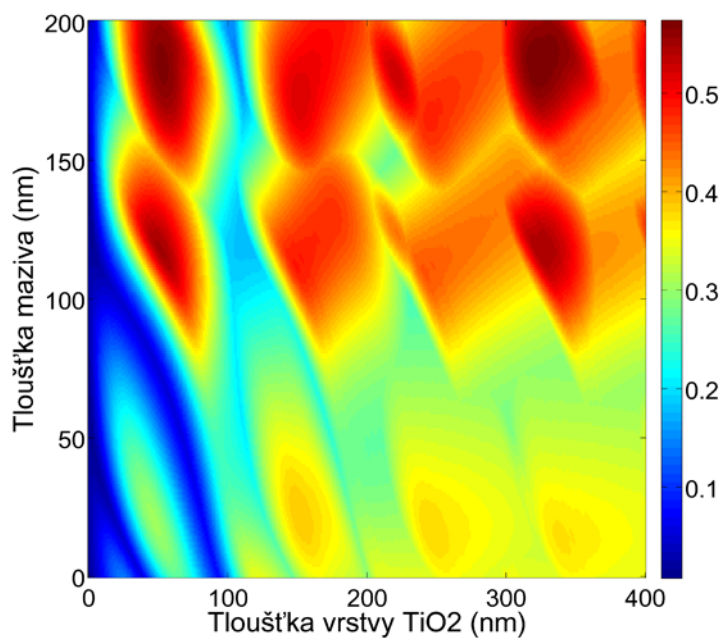
o syntetický materiál, jehož obrovskou výhodou je především vysoký index lomu $n_d = 2,41$. Na druhou stranu tento materiál je cenově nesrovnatelně dražší, než jakékoliv jiné materiály a komplikovanější na výrobu (povrchová úprava optických ploch). Z tohoto důvodu je možné jej použít jen ve formě velmi malého vzorku (nikoliv celého disku) s možností měření pouze čistého prokluzu. Na grafu v Obr. 5.4 jde vidět, že díky vysokému indexu lomu je dynamický rozsah odrazivosti u silnějších mazacích filmů výrazně větší, než v předchozích dvou případech.

5.4 Použití tenké vrstvy

V dnešní době se při měření EHD mazacích filmů v praxi používá výhradně velmi tenká vrstva chromu v kombinaci se sklem BK7. Tato vrstva i při její absorpci za velmi malé tloušťky působí jako polopropustná a je pomocí ní možné dosáhnout relativně vysokého kontrastu. Existuje jinak celá řada tenkých vrstev, ať už dielektrických či kovových, mající vhodný index lomu. Bohužel prakticky u všech těchto vrstev je velmi komplikované získat informace o mechanické odolnosti (tvrdost, přilnavost k podložce), stejně jako jejich chování při vystavení vysokému tlaku (změna indexu lomu, vznik dvojlomu, plastická či elastická deformace apod.). V následujících podkapitolách je výčet několika materiálů tenkých vrstev, které mohou být vhodné pro měření EHD kontaktu.



Obr. 5.4 Absolutní odrazivost pro sestavu ocel/mazivo/diamant při různých tloušťkách maziva.



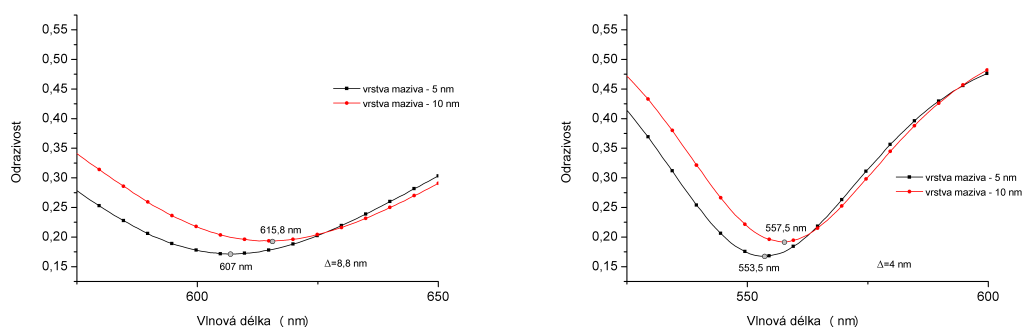
Obr. 5.5 Mapa kontrastu (dynamického rozsahu) pro odrazivosti v rozsahu 450–650 nm při použití vrstvy TiO₂.

5.4.1 Vrstva TiO_2

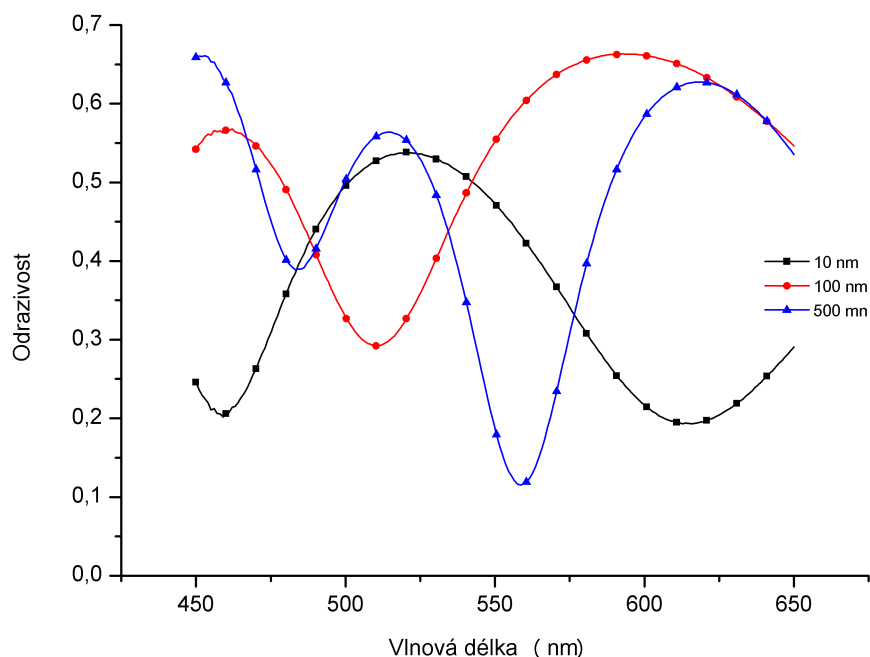
Vrstva oxidu titanu byla diskutována již v 60. letech minulého století jako jedno z potencionálních řešení pro zvýšení kontrastu interferogramu (viz. kap. 2). Jedná se o dielektrickou vrstvu, používající se v širokém rozsahu průmyslového odvětví již řadu let a vyznačující se v rozmezí 450 nm až 650 nm hodnotami indexu lomu okolo 2,47-2,4. Při použití pro měření EHD mazacích filmů má tato vrstva dvě výhody. Za prvé, vysoký index lomu umožňuje vznik výrazného optického rozhraní s dostatečnou skokovou změnou indexu lomu (mazivo/ TiO_2) a za druhé, vzhledem k nulové absorpci vrstvy je možné vhodnou tloušťkou dosáhnout stejného efektu, jaký má použití tzv. mezivrstvy (SiO_2) [2], tedy možnost lokalizovat i při velmi tenkých mazacích filmech interferenční maximum, resp. minimum v oblasti měřených vlnových délek. Za předpokladu, že měření probíhá v rozmezí 450 až 650 nm, při nulové tloušťce maziva lze maximum pozorovat při zhruba 80 nm TiO_2 .

Výskyt prvního maxima, resp. minima ovšem nelze brát za kritérium pro nalezení ideální tloušťky vrstvy a následného získání nejlepšího kontrastu. Z tohoto důvodu byla v této práci pro každou tenkou vrstvu vytvořena simulace, mapující rozložení kontrastu odrazivosti při změně jak tloušťky maziva, tak zkoumané tenké vrstvy. Pro tyto simulace byl napsán samostatný program ve vývojovém prostředí MATLAB za pomoci korektního matematického modelu, popisujícího vícesvazkovou interferenci. Ukázka takové mapy je vidět na Obr. 5.5, kde jednotlivé barvy reprezentují hodnotu kontrastu pro dané tloušťky vrstev pro odrazivost v rozmezí 450-650 nm. Tento přístup pro hledání optimální tloušťky byl zvolen především pro svou snadnou vizualizaci a relativně dobrou vypovídající hodnotu.

Jak je vidět, v případě oxidu titanu kontrast pro malé tloušťky maziva výrazně vzrůstá nad 120 nm TiO_2 , což je dáno především společným výskytem interferenčního maxima a minima. Nad hodnoty 250 nm lze pozorovat, že kontrast je již pro všechny tloušťky maziva relativně stejný. Z těchto důvodů byla zvolena jako optimální tloušťka vrstvy TiO_2 300 nm. V případě použití silnější vrstvy bude pouze docházet ke zkracování vzdálenosti mezi jednotlivými interferenčními extrémy (viz Obr. 5.6) a lze spíše předpokládat, že společně s tímto efektem dojde ke zhoršení rozlišovací schopnosti při regresní analýze naměřených dat. Stejně jako v předešlých případech, Obr. 5.7 zobrazuje celkovou změnu odrazivosti pro různé tloušťky maza-



Obr. 5.6 Vliv nárůstu tloušťky TiO_2 na změnu odrazivosti při změně tloušťky maziva. Vlevo tl. TiO_2 300 nm, vpravo 500 nm.



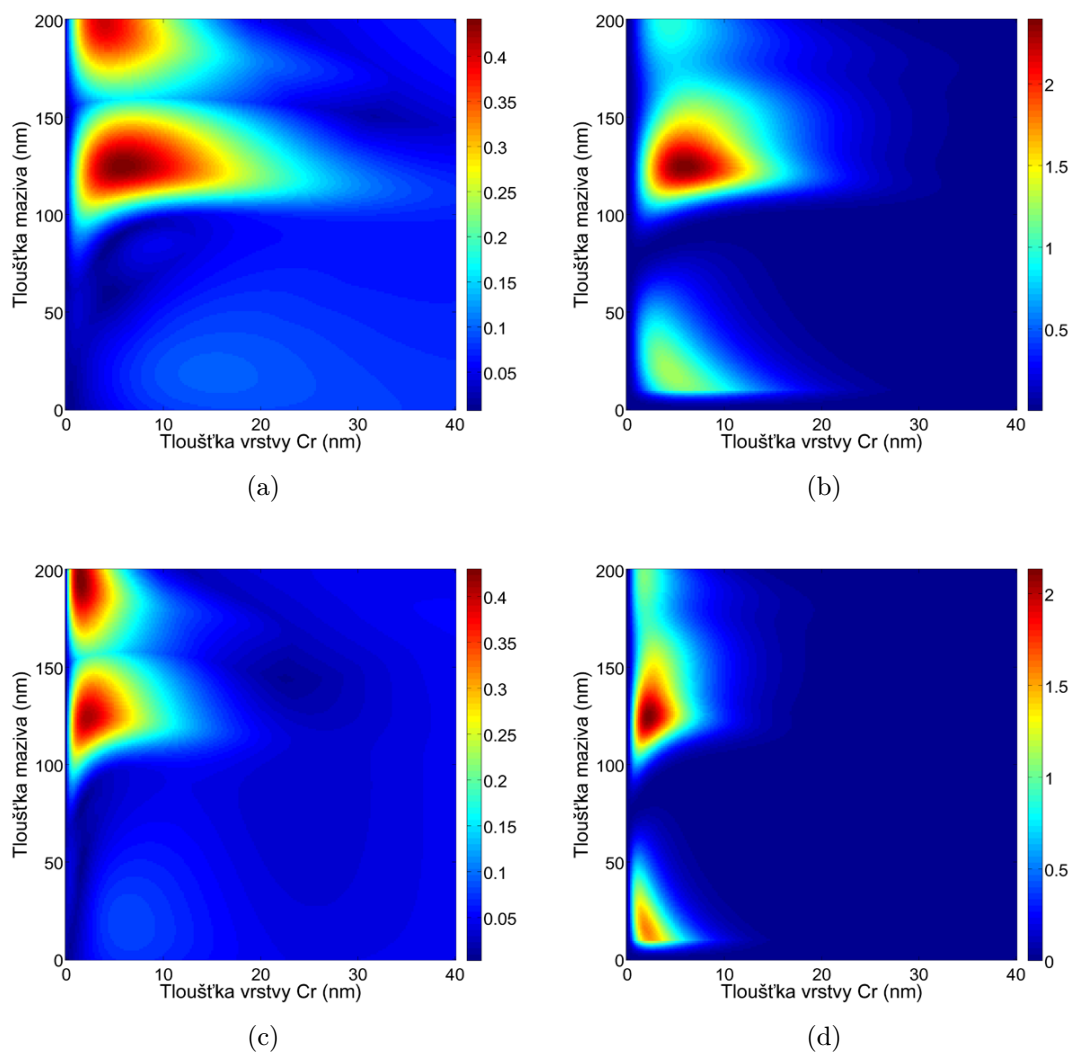
Obr. 5.7 Absolutní odrazivost pro sestavu ocel/mazivo/TiO₂(300 nm)/BK7 při různých tloušťkách maziva.

cího filmu.

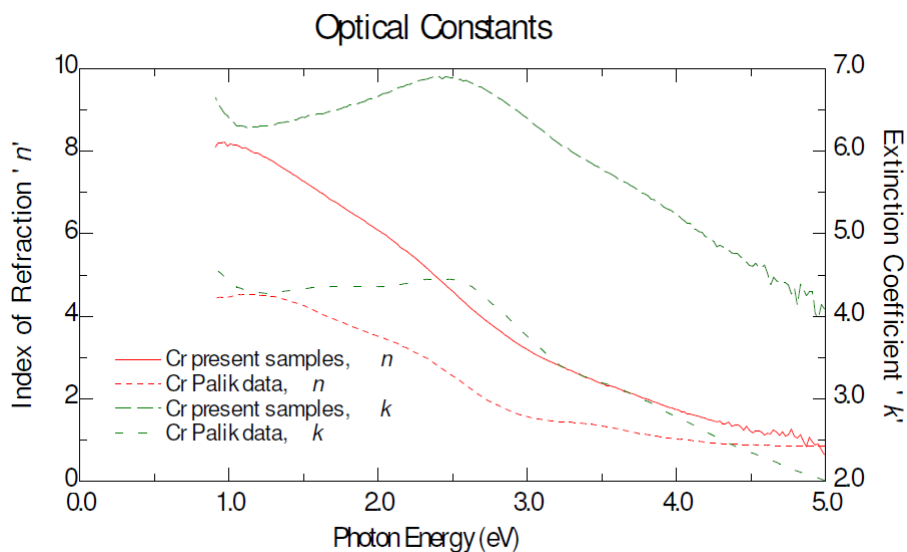
5.4.2 Vrstva chromu

V případě chromu se oproti oxidu titanu jedná o kovovou vrstvu, která se vyznačuje výraznou absorpcí. Její velkou výhodou je především dobrá přilnavost k podložce a tvrdost. Z tohoto důvodu se v oblasti optických metod pro měření EHD mazacích filmů používá již desítky let. Z hlediska měření spektroskopickou reflektometrií je ovšem zapotřebí znalost této vrstvy po stránce optických konstant. V dosavadních publikacích jsou uváděny různé hodnoty indexu lomu a absorpce, nicméně hodnoty pro objemový materiál lze nalézt v [18]. Při použití chromu ve formě tenké vrstvy jsou ovšem tyto hodnoty značně rozdílné a závisí především na technologii depozičních podmínek.

Podobně jako u oxidu titanu je na Obr. 5.8 vyobrazena mapa kontrastu odrazivosti pro vlnové délky 450-650 nm. V případě chromu jsou tyto simulace navíc doplněny druhým grafem, charakterizujícím změnu odrazivosti při konstantní tloušťce studované vrstvy. Hodnoty udávají celkovou změnu průběhu odrazivosti při změně tloušťky maziva, vyjádřenou součtem nejmenších čtverců reziduí mezi odrazivostí s hledanou tloušťkou maziva a tloušťkou o 10 nm menší. Toto kritérium bylo zvoleno především z toho důvodu, že při příliš silné vrstvě chromu dojde k výraznému až úplnému útlumu svazku, který touto vrstvou prochází. Výsledná odrazivost je pak prakticky dána pouze rozhraním sklo/chrom a v případě mapy zobrazující pouze kontrast nelze tento efekt zjistit.



Obr. 5.8 Mapa kontrastu (a), (c) a změny odrazivosti (b), (d) pro vlnové délky 450–650 nm při použití vrstvy chromu: (a), (b) – data z [18], (c), (d) – data z elipsometrie.



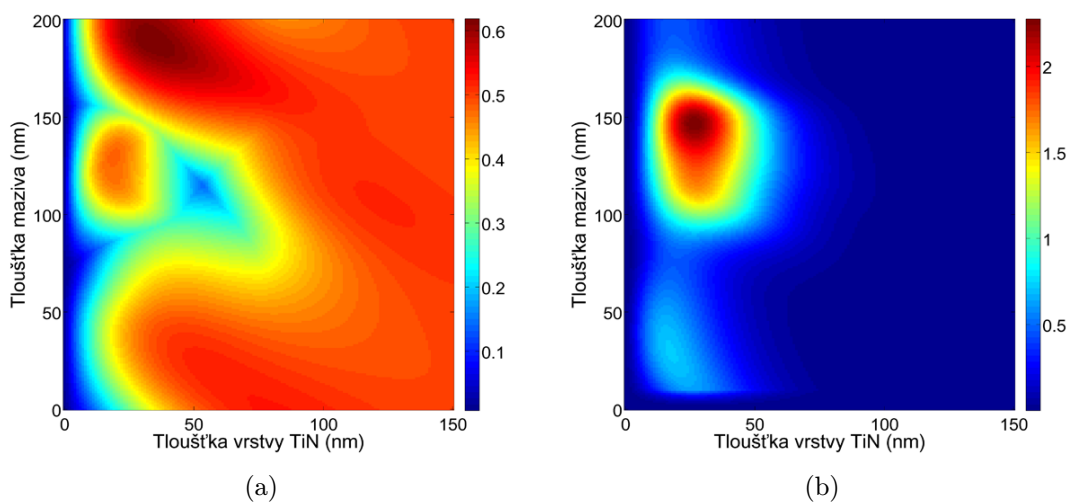
Obr. 5.9 Porovnání indexu lomu a absorpce chromu.

Díky výrazným rozdílům mezi prezentovanými optickými hodnotami chromu byly v roce 2009 ve spolupráci s univerzitou v Leipzigu¹ naměřeny vlastní hodnoty indexu lomu i absorpce pomocí elipsometrie. Vrstva byla nanášena na vzorcích BK7 společně s depozicí skleněných kotoučů, používajících se v současnosti při měření diferenciální kolorimetrií. Mapy kontrastu odrazivosti, stejně jako mapy změny odrazivosti jsou uvedeny pro porovnání jak s hodnotami z [18], tak skutečnými, získanými elipsometrií. V následujícím grafu na Obr. 5.9 je navíc vidět rozdíl optických konstant, díky kterému se mapy tak výrazně liší. U obou lze ovšem jasně vidět, že největšího kontrastu lze dosáhnout pro tloušťky menší 20 nm, u dat získaných elipsometrií dokonce pod 10 nm. Mapy změny odrazivosti pak ukazují, že ideální tloušťka se pohybuje okolo hodnot 10 nm, resp. 5 nm. Jedná se tedy o velmi tenké filmy, u nichž je tloušťka srovnatelná s drsností povrchu skla a v případě simulace odrazivosti je s tímto faktem nutné počítat, což vnáší další komplikace do matematického modelu (použití disperzního modelu EMA - effective medium approximations).

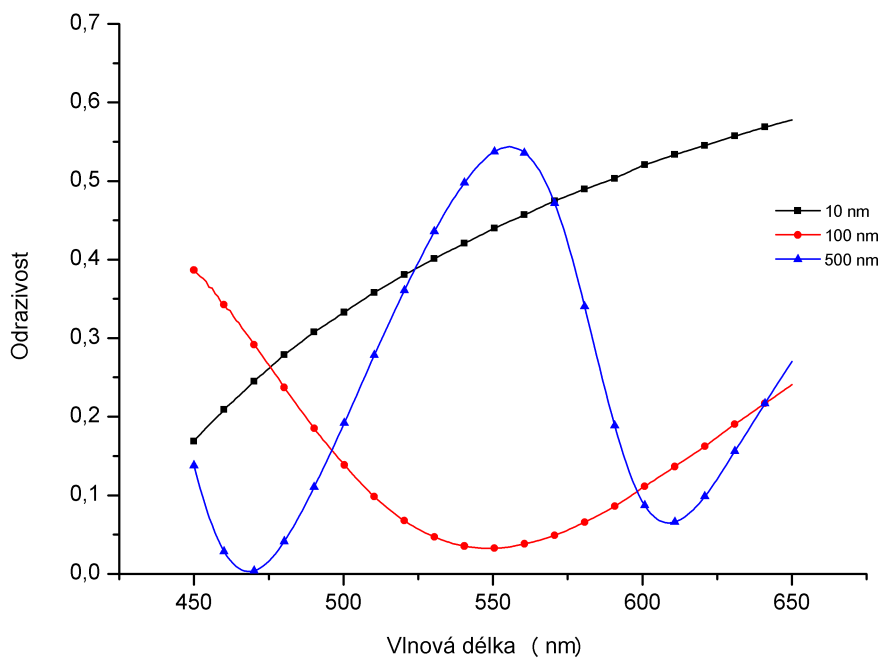
5.4.3 Vrstva TiN

Vrstvy tvořené nitridem titanu patří v dnešní době k velmi používaným tenkým vrstvám, vyznačující se dobrou vodivostí, značnou teplotní a chemickou odolností a extrémní tvrdostí. Jejich vlastností se využívá především pro ochranné či dekorativní vrstvy, ale díky dobré biokompatibilitě také na výrobu různých biomedicínských zařízení [42]. Po optické stránce se jedná o materiál s indexem lomu ve viditelné oblasti v rozmezí od 1 do 2 a nezanedbatelným indexem absorpce vyšším než 1. Stejně jako u chromu se tyto hodnoty silně odvíjí od depozičních podmínek a přesného složení vrstvy. Na Obr. 5.10 je vidět mapa rozložení jak kontrastu, tak také změny odrazivosti, simulovaná za pomoci hodnot získaných z databáze [45]. Je

¹Universität Leipzig, Fakultät für Physik und Geowissenschaften, Institut für Experimentelle Physik II, Halbleiterphysik



Obr. 5.10 Mapa kontrastu (a) a změny odrazivosti (b) pro vlnové délky 450–650 nm při použití vrstvy TiN.



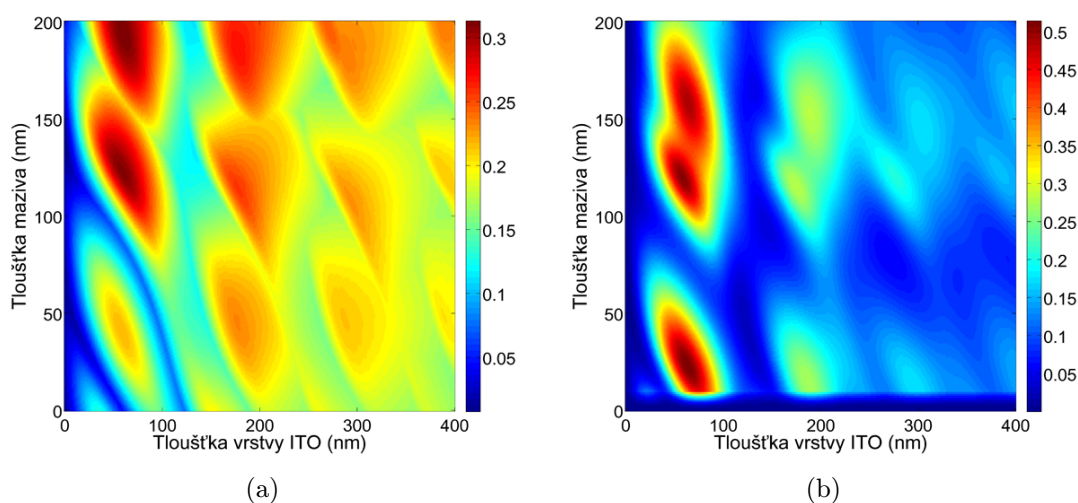
Obr. 5.11 Absolutní odrazivost pro sestavu ocel/mazivo/TiN(30 nm)/BK7 při různých tloušťkách maziva.

zřejmé, že nejlepších výsledků lze dosáhnout při tloušťce mezi 30 až 40 nm TiN. Chování odrazivosti je zde velmi podobné jako při použití chromu, pouze hodnoty jak indexu lomu tak absorpce jsou výrazně nižší, od čeho se odvíjí větší optimální tloušťka vrstvy i nižší kontrast. Na Obr. 5.11 je opět průběh odrazivosti simulované pro tloušťku vrstvy 30 nm a různé tloušťky mazacího filmu.

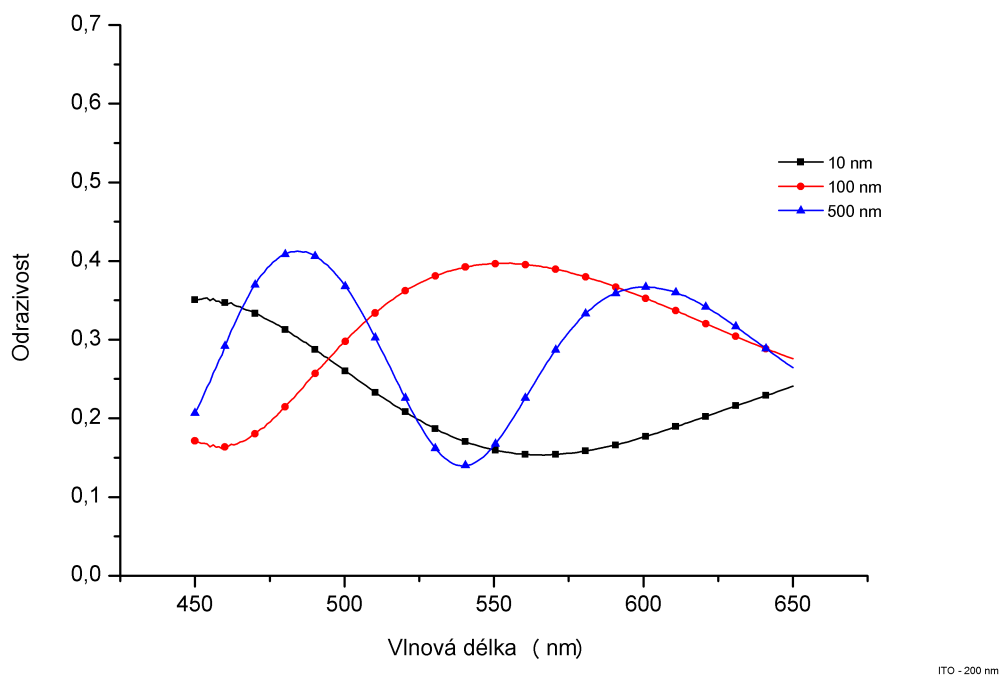
5.4.4 Vrstva ITO ($\text{In}_2\text{O}_3\text{-SnO}_2$)

Indium cín oxid, jedná se o vrstvu mající dvě základní vlastnosti a to optickou transparentnost (velmi nízký index absorpce) a elektrickou vodivost. Díky těmto vlastnostem je v současné době hojně používaná v oblasti elektroniky pro LCD displeje, dotykové panely apod. Tento oxid vykazuje velmi dobrou odolnost proti teplotě (až 1400°C) a jeho uplatnění je také v oblasti čidel pro měření deformací. Index lomu vrstvy ITO se pohybuje okolo hodnot 2-1,85 pro vlnové délky 450-650 nm a index absorpce je pod hodnotou 0,1 [43]. Tyto hodnoty jsou nižší než u ostatních popisovaných vrstev, což se samozřejmě odráží v celkovém kontrastu při sledování kontaktní oblasti. Narozdíl od nich jsou ovšem hlavní výhodou této vrstvy letité zkušenosti jednotlivých pracovišť při její depozici na podložce tvořené sklem.

Při odhadu její optimální tloušťky lze vycházet ze stejných předpokladů jako u předchozích vrstev. Na Obr. 5.12 je vidět opět mapa kontrastu, která jasně ukazuje, že největších hodnot lze dosáhnout pro cca 70 nm a dále pro tloušťky větší 200 nm. Vzhledem k tomu, že se jedná o absorbuující vrstvu, mapa reprezentující změnu odrazivosti jasně ukazuje, že pro tloušťky nad 250 nm již dochází k útlumu a odrazivost je více vázána na samotnou tloušťku vrstvy ITO a méně reflektuje změny tloušťky maziva. Vzhledem k těmto skutečnostem je tedy výhodnější pouze vrstva 70 nm a 200 nm, přičemž za optimální tloušťku lze spíše považovat silnější vrstvu, která oproti 70 nm má výhodu ve výskytu minimálně jednoho lokálního maxima, resp. minima při velmi malých tloušťkách maziva. Ukázka odrazivosti pro 200 nm ITO vrstvu je vidět na Obr. 5.13.



Obr. 5.12 Mapa kontrastu (a) a změny odrazivosti (b) pro vlnové délky 450–650 nm při použití vrstvy ITO.

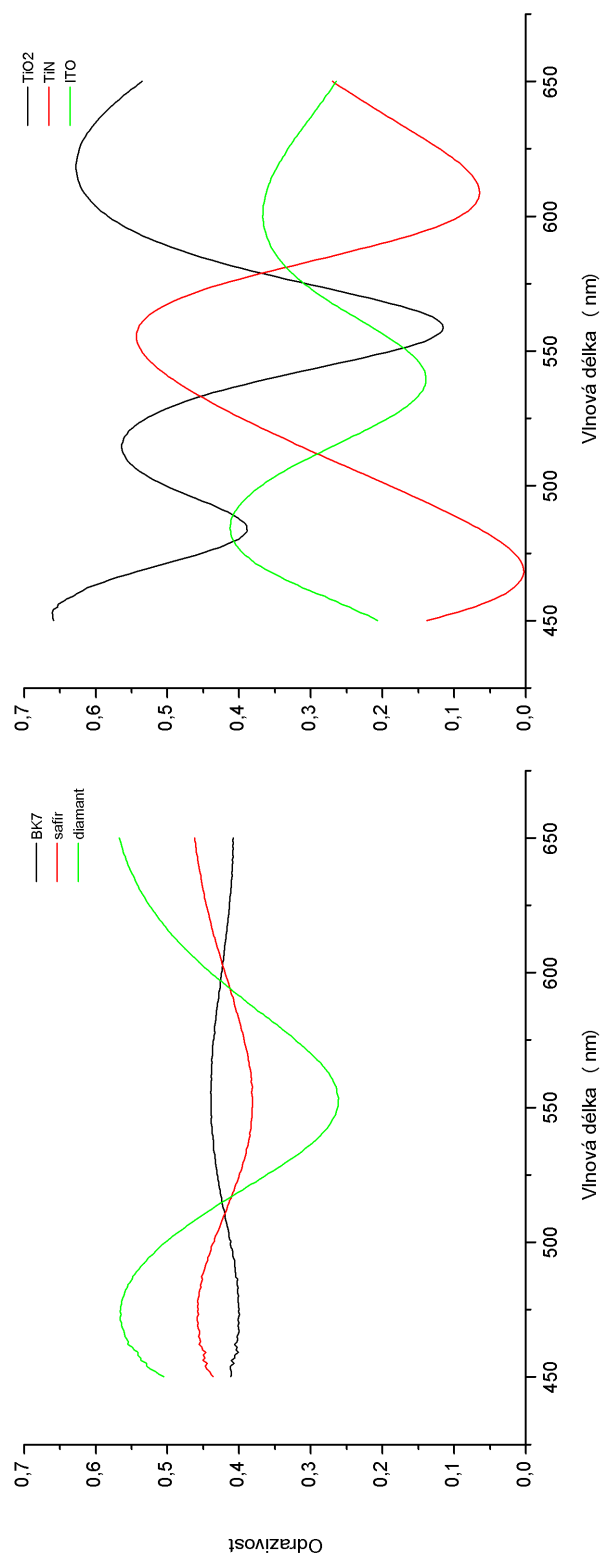


Obr. 5.13 Absolutní odrazivost pro sestavu ocel/mazivo/ITO(200 nm)/BK7 při různých tloušťkách maziva.

5.4.5 Jiné vrstvy

Obecně v dnešní době existuje celá spousta materiálů, používajících se v různém odvětví průmyslu či vývoje na tenké vrstvy. Jejich optické a mechanické vlastnosti jsou především dány podmínkami depozice, kdy i stejné materiály za různých podmínek mohou vykazovat výrazné rozdíly. Často se v současnosti hovoří o tzv. DLC (Diamond-like carbon) vrstvách, vykazujících velmi vysokou mechanickou odolnost (např. [44]) a transparentnost. Je otázkou, které tyto vrstvy mohou být vhodné pro vylepšení stávajícího optického uspořádání a splňovaly by základní požadavky, jakými jsou odolnost vůči vysokému tlaku v kontaktní oblasti, získání dostatečného kontrastu a dobrá znalost optických konstant pro definici matematického modelu.

V této práci byl vytvořen nejen z časového hlediska, ale také vzhledem k možnostem získání těchto vrstev, pouze malý výčet materiálů, které dle doporučení či publikací mohou vyhovovat daným podmínkám.



Obr. 5.14 Srovnání dynamického rozsahu odrazivosti při použití různého optického designu pro tloušťku maziva 500 nm.

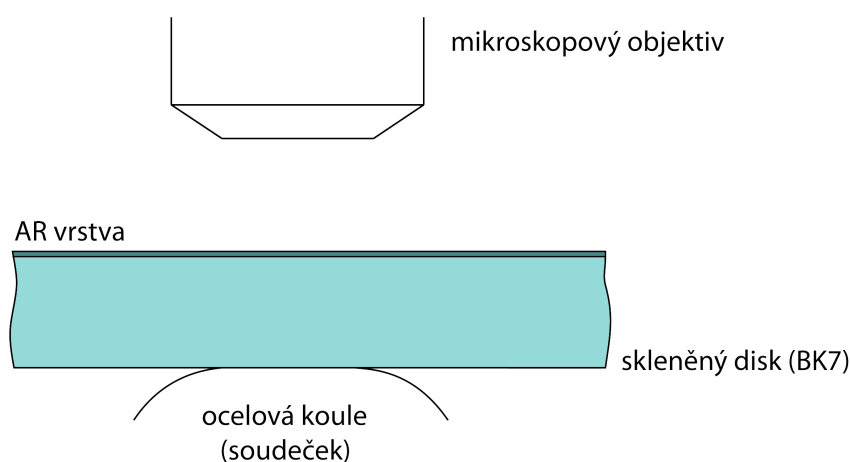
6 EXPERIMENTÁLNÍ MĚŘENÍ

Experimenty realizované v rámci této disertační práce byly založeny na postupném ověřování předpokladů nezbytných pro použití spektroskopické reflektometrie v oblasti studia EHD mazacích filmů. Většina těchto předpokladů vychází z kapitoly 5. První část experimentů byla zaměřena na použití kovu jakožto podložky, namísto dnes v praxi často používaného monokrystalu křemíku či skla, a v další části této kapitoly je popsána řada výsledků získaných ze statického kontaktu (ověřovací a kontrolní měření), stejně jako mazaného kontaktu pro reálné měření centrální tloušťky mazacího filmu.

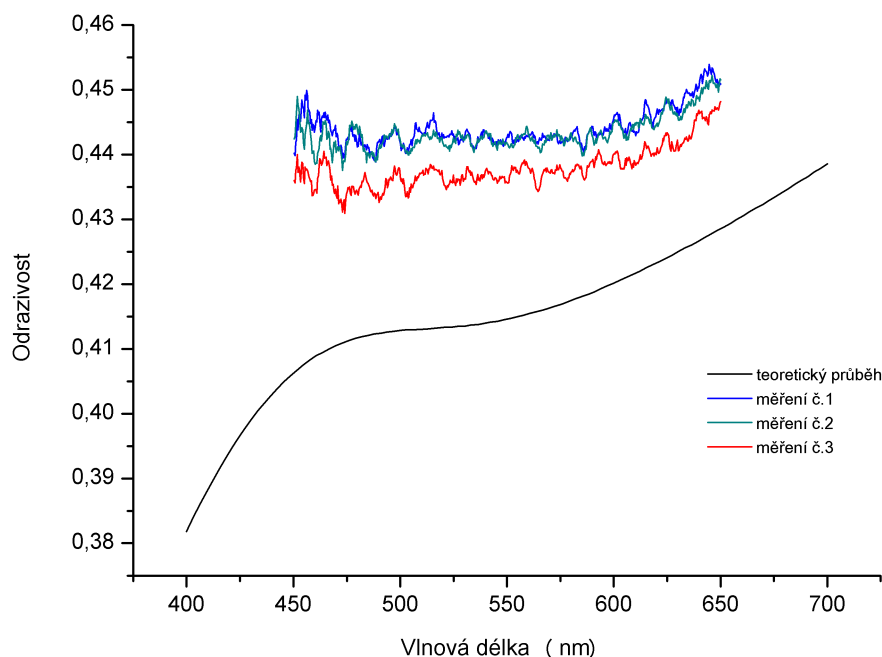
6.1 Ověření podložky

Vůbec první měření pro ověření základního optického uspořádání bylo realizováno ve statickém kontaktu mezi ocelovou koulí a sklem BK7 (Obr. 6.1), který byl zaplavený olejem, aby nedocházelo ke kondenzaci vody v kontaktní oblasti i jejím okolí při zatěžování. Účelem tohoto měření bylo ověřit tři základní předpoklady: správnost optických konstant získaných v minulosti elipsometrií, vyloučení oxidických vrstev na povrchu ocelové koule a vyloučení vlivu vysokého tlaku na změnu optických vlastností jak u oceli, tak u skla.

Jako třecí těleso byl použit leštěný soudeček o průměru 25,4 mm. Vzhledem k tomu, že se jedná o měření hladkých povrchů, byl soudeček navíc před měřením znovu vyleštěn diamantovou pastou s průměrnou velikostí zrna $1\ \mu\text{m}$ a poté vyčištěn za pomoci ultrazvuku. Na Obr. 6.2 je vidět naměřená a předpokládaná odrazivost systému BK7/ocel a jejich neshoda. Měření 1 a 2 byly realizovány ihned po vyleštění, měření 3 po časové prodlevě cca 2 hodiny. Je zde patrný mírný posuv odrazivosti ve směru teoretického předpokladu, co lze vysvětlit nárůstem oxidů na povrchu vzorku. Výsledky těchto kontrolních experimentů vedly k opětovnému měření indexu lomu a absorpce na metalografickém výbrusu vzorku ocelové koule, který byl použit v roce 2004 pro měření optických konstant (viz. kapitola 5.2), aniž by byla plocha vzorku



Obr. 6.1 Schéma uspořádání kontrolního měření ocelové podložky.

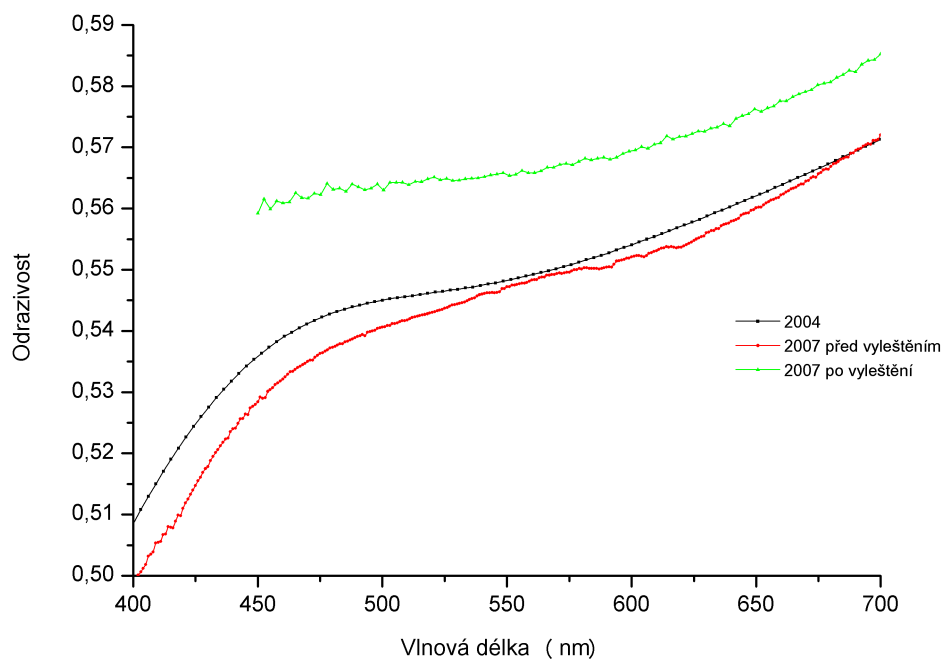


Obr. 6.2 Vliv oxidační vrstvy na odrazivost oceli (statický kontakt).

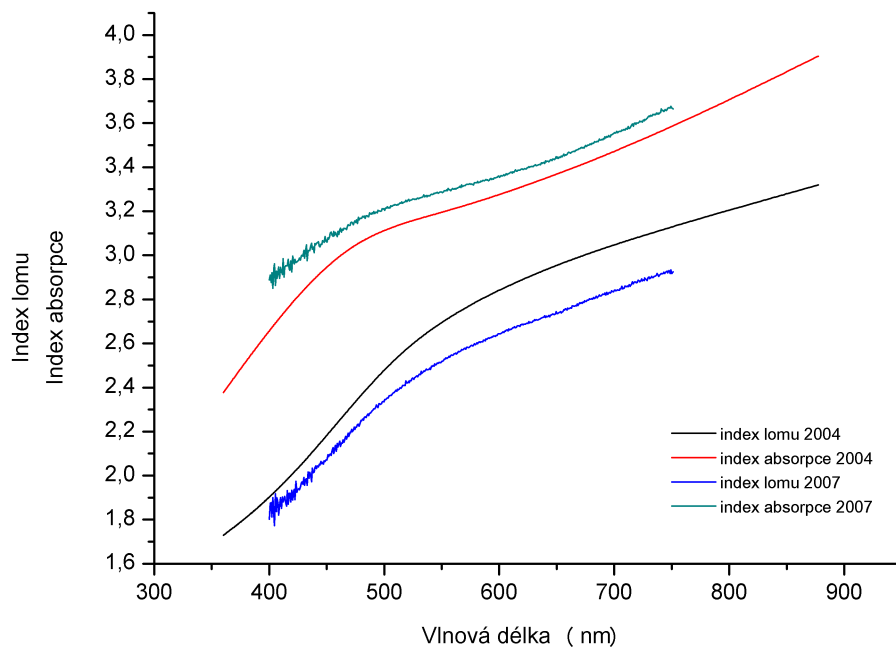
nějak upravena (zachování oxidů). Zároveň byly na tomtéž vzorku naměřeny optické konstanty pomocí elipsometrie těsně po vyleštění povrchu, aby bylo dosaženo stejných podmínek, jako v reálném měření na tribologickém simulátoru. Porovnání odrazivosti z roku 2004 a 2007 bez vyleštění je vidět na Obr. 6.3, kde lze pozorovat dobrou shodu. Naproti tomu hodnoty získané po vyleštění ukazují, že došlo k výraznému posuvu, což je dáno rozdílnými hodnotami indexu lomu a absorpce, jejichž průběh je na Obr. 6.4.

Při dalším měření odrazivosti na výbrusu se již ukázalo, že při opakovaném vyleštění lze dosáhnout s nově naměřenými hodnotami dobré shody a k silnějšímu odchýlení odrazivosti vlivem nárůstu oxidačních vrstev dochází až v řádově několika hodinách po vyleštění povrchu oceli (viz. Obr. 6.5). Měření v zaplaveném statickém kontaktu tyto měření potvrdily a navíc vyloučily vliv možných změn optických vlastností u skla. Měření byla provedena jak pro sklo BK7, tak také pro saffír.

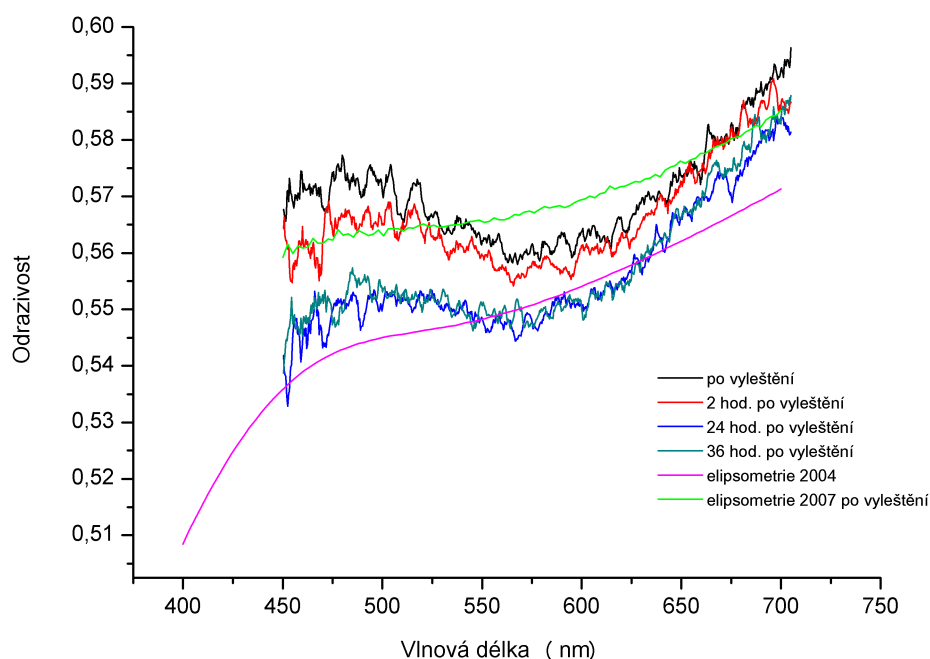
Společně s těmito měřeními byla hledána alternativa, nahrazující ocelovou kouli v roli podložky a umožňující vytvoření podmínek EHD kontaktu. Jako možné řešení se ukázalo použití keramické koule (Si_3N_4), v současné době užívané pro ložiska vystavená extrémním podmínkám. Hodnoty indexu lomu se ovšem pohybují ve viditelné oblasti okolo hodnoty 2, což potvrdilo také měření na elipsometru na výbrusu, získaném rozříznutím koule. Navíc index absorpce je ve viditelné oblasti u tohoto materiálu téměř nulový a zanedbatelný. Díky těmto vlastnostem lze bohužel dosáhnout v porovnání s ocelí jen velmi slabého odrazu na rozhraní podložka/mazivo a tím pádem slabého výsledného kontrastu.



Obr. 6.3 Vliv oxidační vrstvy na odrazivost oceli (metalografický výbrus).



Obr. 6.4 Změna naměřeného indexu lomu a absorpce oceli po odstranění oxidačních vrstev (metalografický výbrus).

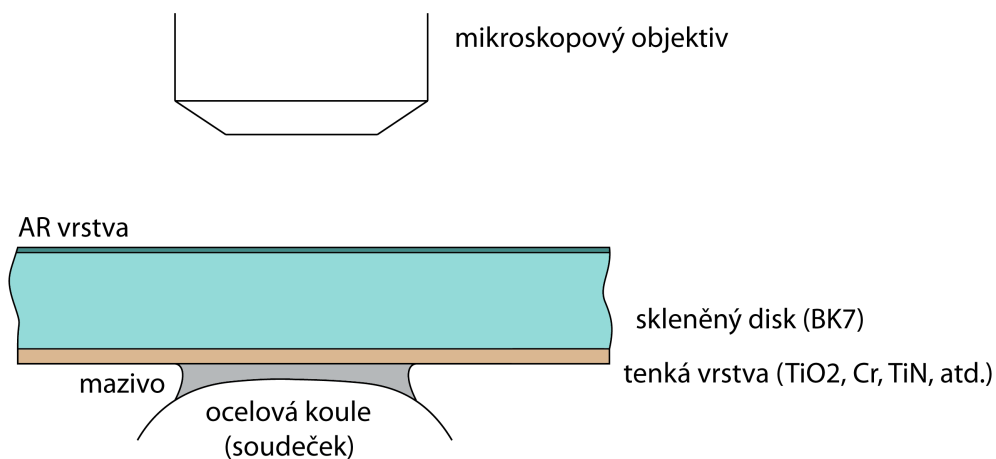


Obr. 6.5 Změna indexu lomu a absorpce oceli po odstranění oxidačních vrstev (matografický výbrus).

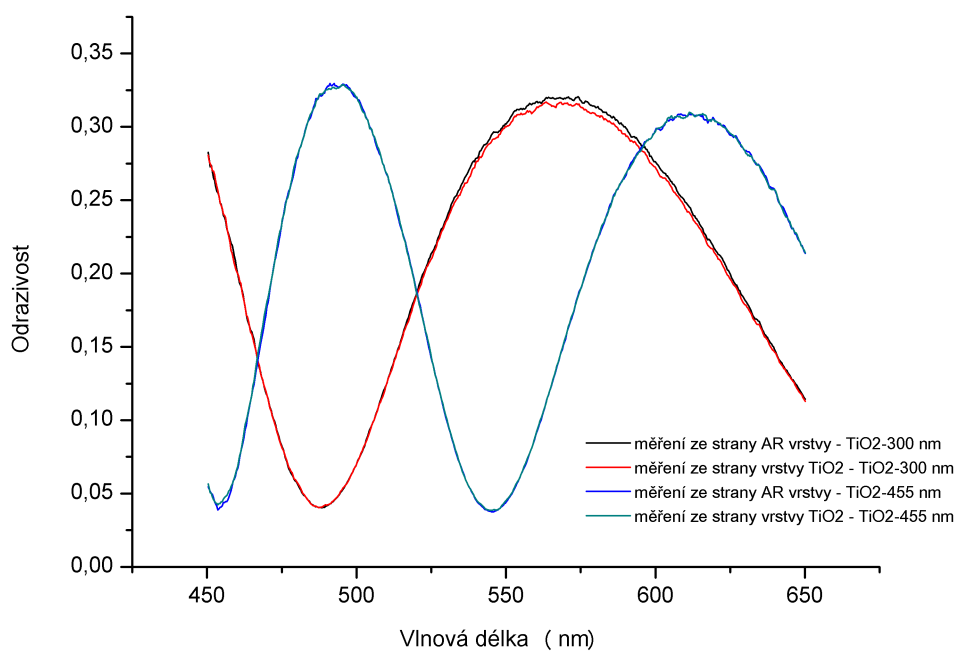
6.2 Měření za pomoci tenké vrstvy

Stejně jako u podložky tvořené ocelí byla pomocí zaplaveného statického kontaktu odzkoušena několika experimenty možnost použití tenkých vrstev pro zvýšení kontrastu (viz. kapitola 5.4). Tato měření měla především prokázat odolnost vrstvy při jejím vystavení vysokým tlakům, které se vyskytují v EHD kontaktu a také ověřit správnost matematického modelu, popisujícího odrazivost.

Jako první byla zvolena neabsorbující vrstva TiO_2 , u které je možné již ve statickém kontaktu lokalizovat interferenční extrémy a následně porovnat s teoretickými hodnotami na základě simulace. Podložka (ocel) byla vždy vyleštěna těsně před měřením, aby se zamezilo vlivu oxidačních vrstev a měření probíhalo na malých vzorcích tvořených sklem BK7 o tloušťce 6 mm a průměru 12,7 mm. Ty byly vždy z jedné strany opatřeny antireflexní vrstvou, aby nedocházelo k ovlivnění odrazivosti na rozhraní vzduch/BK7 a při simulacích se předpokládalo polonekonečné prostředí o indexu lomu rovném sklu BK7 (viz. schéma na Obr. 6.6). Pro výchozí měření byla zvolena tloušťka vrstvy TiO_2 300 nm a 455 nm, nanesená technologií napařování. U každého vzorku byly vždy předem naměřeny optické konstanty a tloušťka vrstvy a to z obou stran vzorku. Tato oboustranná měření měla prokázat dostatečné potlačení odrazu na rozhraní vzduch/BK7, neboť za předpokladu, že vrstva TiO_2 i sklo jsou neabsorbující materiály, musí být odrazivost naměřená z obou stran shodná. Ukázka tohoto porovnání je vidět na Obr. 6.7, kde je patrné, že hodnoty dosahují velmi dobré shody. Následující tabulka zobrazuje skutečné hodnoty indexu



Obr. 6.6 Schéma optického uspořádání při měření za pomoci tenké vrstvy.



Obr. 6.7 Ukázka porovnání odrazivosti při měření tenkých vrstev TiO_2 ze strany vrstvy a ze strany antireflexe (otočený vzorek).

lomu tenké vrstvy společně s její tloušťkou pro každý vzorek.

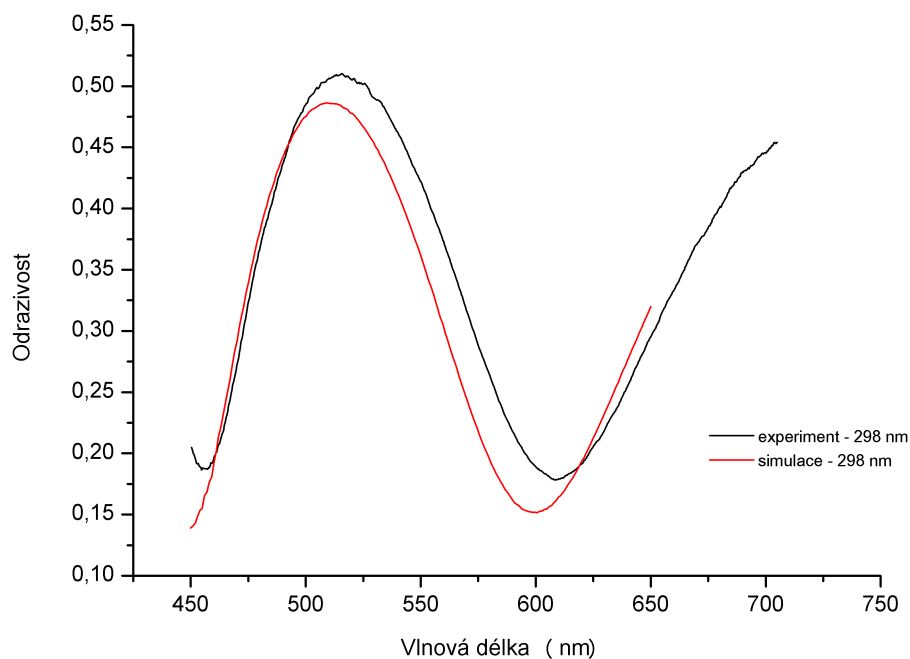
| | Parametry vrstvy | | |
|----------|------------------|-------|-------|
| | d (nm) | n_0 | n_1 |
| Vzorek 1 | 298 | 2,19 | 60449 |
| Vzorek 2 | 302 | 2,16 | 59479 |
| Vzorek 3 | 459 | 2,16 | 61747 |
| Vzorek 4 | 458 | 2,17 | 61607 |

Tab. 6.1 Parametry vzorků s tenkou vrstvou TiO_2 . d –tloušťka vrstvy, n_0 a n_1 –Cauchyho parametry.

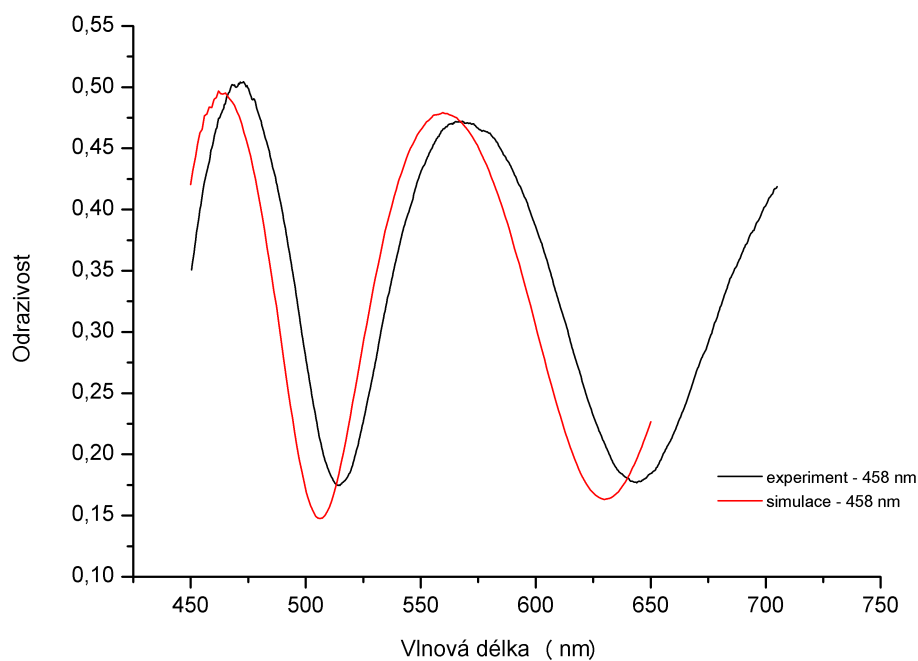
Následující měření v zatíženém kontaktu bylo porovnáno pro každý vzorek společně se simulací, vytvořenou za pomoci dříve získaných parametrů. Hned první měření ovšem prokázalo, že naměřená absolutní odrazivost a simulovaná vykazují silné neshody, což je vidět na Obr. 6.8. Lze předpokládat, že při zatížení se tenká vrstva deformuje a může tedy změnit hodnoty optických konstant i tloušťku. Při uvolnění těchto parametrů ovšem nebylo možné nalézt uspokojivý výsledek, neboť nejbližší průběh odrazivosti nalezený regresní analýzou vykazoval větší tloušťku vrstvy než v nezatíženém stavu (v případě vrstvy 300 nm o 22 nm, v případě vrstvy 458 nm o 25 nm) a nižší index lomu, tedy obráceně než byl předpoklad. Naproti tomu, tenké vrstvy na vzorcích po uvolnění na první pohled nevykazovaly žádnou prokazatelnou trvalou deformaci, a až po důkladném prohledání místa zatížení byly na některých vzorcích nalezeny otisky. Ukázka takového otisku je na Obr. 6.9 získaného za pomoci konfokálního mikroskopu. Jeho lokalizace je velmi náročná a lze ji nalézt pouze při dlouhodobém prohlížení vzorku jako oblast s velmi malou změnou barvy (změna odrazivosti). Směrovost viditelných pruhů není spojena se směrem zatěžování ani jakoukoliv jinou osou. V grafu na Obr. 6.10 jsou vidět výsledky indexu lomu v místě otisku získaného pomocí reflektometrie a jejich porovnání s původními hodnotami. Je vidět, že došlo k trvalé plastické deformaci, kterou samozřejmě doprovází zvětšení hustoty a navýšení indexu lomu se snížením tloušťky. Ta byla změřena o 5 nm menší u prvního vzorku a o 20 nm menší u druhého vzorku oproti původní nedeformované tloušťce.

Z těchto důvodů byly vyzkoušeny další dva experimenty a to měření na zaplaveném statickém kontaktu multivrstvy SiO_2 a TiO_2 a pak také opětovné měření vrstvy TiO_2 , ovšem vytvořené za jiných depozičních podmínek. Motivací pro měření multivrstvy byla možnost, že překrytí vrstvy TiO_2 pomocí oxidu křemíku může zabránit její deformaci a případným jiným změnám a v druhém případě možnost získat dostatečně odolnou vrstvu pomocí jiné technologie nanášení (reaktivního napařování a napařování za podpory iontů).

Na Obr. 6.11 je vyobrazena ve stejném duchu jako v předchozích odstavcích naměřená a předpokládaná odrazivost při vytvoření systému $\text{BK7}/\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{ocel}$. Tloušťky vrstev v nezatíženém stavu byly v případě oxidu titanu 332 nm a 518 nm u oxidu křemíku. Jedná se v podstatě o uspořádání s tzv. mezivrstvou, používané již v 60. letech minulého století (viz. kapitola 2). Výsledky jsou velmi podobné jako při měření za použití pouze vrstvy tvořené oxidem titanu. Průběhy nejsou úplně

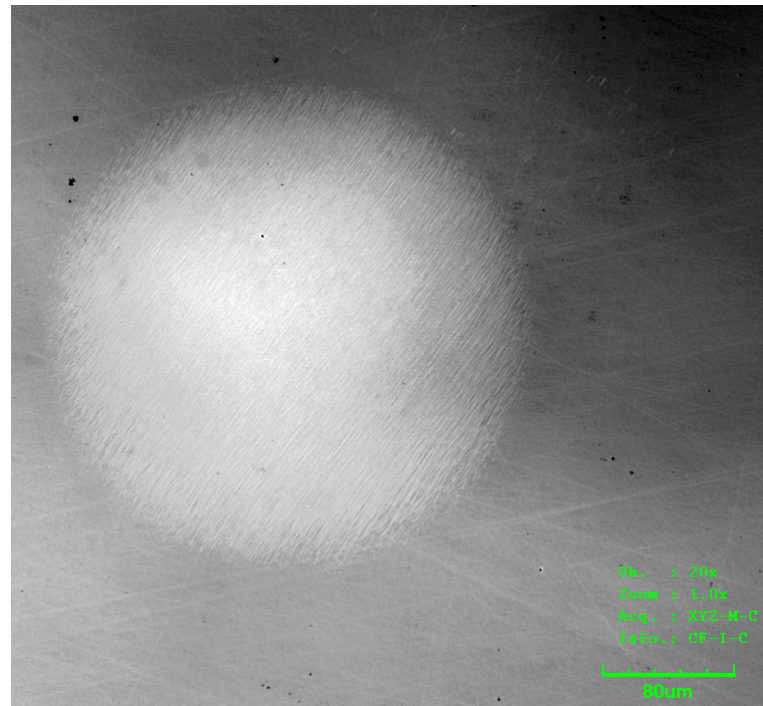


(a)

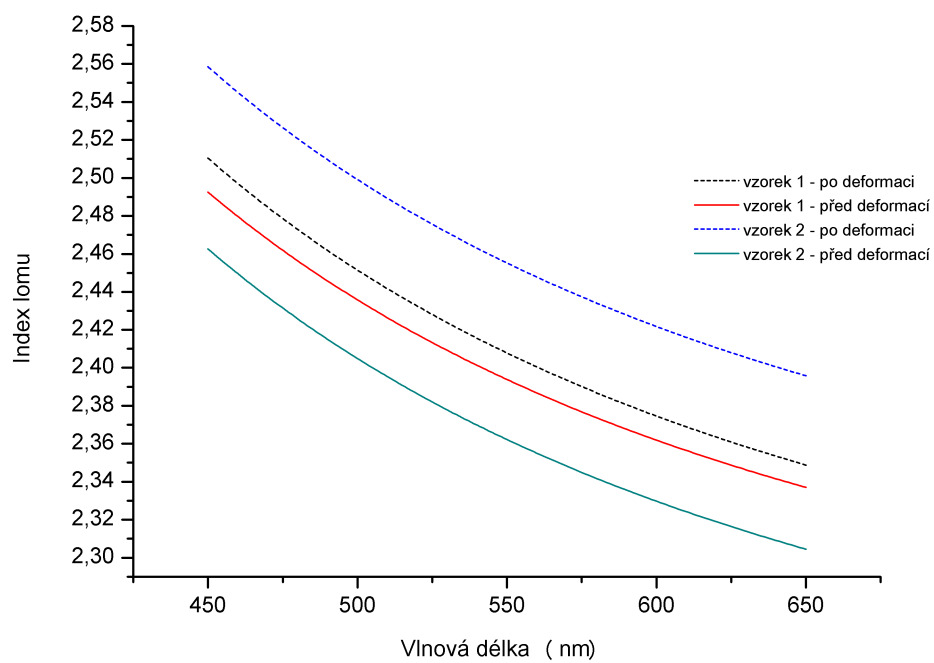


(b)

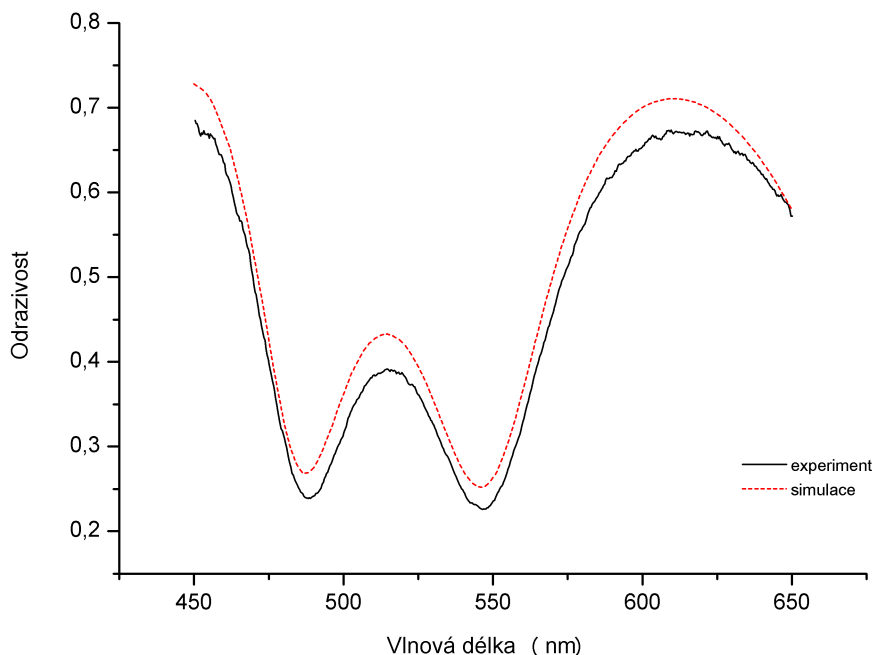
Obr. 6.8 Porovnání naměřené odrazivosti a simulace pro uspořádání ocel/TiO₂/BK7 s tloušťkami TiO₂ 298 nm (a) a 458 nm (b).



Obr. 6.9 Otisk kontaktní oblasti ve vrstvě TiO_2 .



Obr. 6.10 Změna indexu lomu tenké vrstvy TiO_2 po zatížení ve statickém EHD kontaktu.

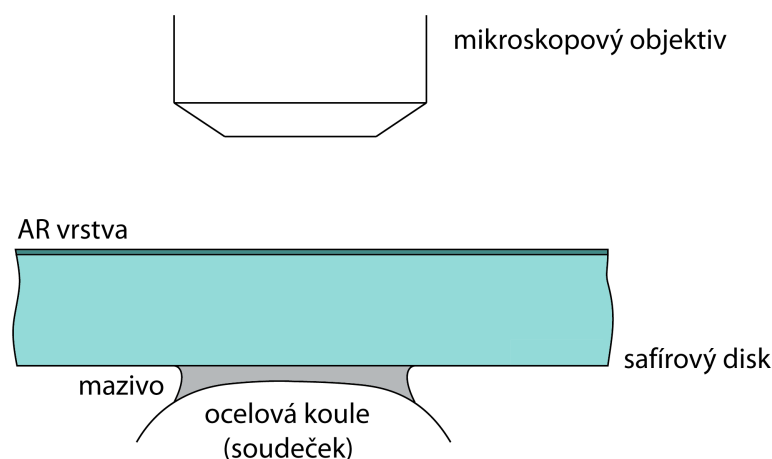


Obr. 6.11 Porovnání naměřené odrazivosti a simulace pro uspořádání ocel/SiO₂-TiO₂/BK7.

shodné a při uvolnění parametrů vrstev dojde k navýšení tloušťky obou vrstev a snížení indexu lomu, tedy fyzikálně nereálnému výsledku.

Druhá varianta, vytvoření vrstev TiO₂ za pomoci reaktivního napařování a napařování za podpory iontů vedlo stejně jako u všech předchozích experimentů ke stejným výsledkům. Tloušťka oxidů byla v prvním případě 290 nm a v druhém případě 325 nm. Tyto výsledky jasně ukázaly, že použití vrstvy TiO₂ i přes její velmi dobré optické vlastnosti je nevhodné a v případě reálného měření tloušťky maziva, popř. i indexu lomu, by docházelo při uvolnění potřebných parametrů ke zkreslení výsledků získaných regresní analýzou systematickou chybou.

Jako další varianty pro měření odrazivosti za použití tenké vrstvy nanesené na skleněném disku byly chrom, dnes standardně používaný a případně vrstva nitridu titanu a ITO vrstva. V případě chromu byly nejdříve v souladu s potřebnými znalostmi pro vyhodnocení odrazivosti naměřeny optické konstanty a tloušťka na elipsoometru (viz. kapitola 5.4.2). Nevýhodou této vrstvy je skutečnost, že při měření ve statickém kontaktu díky velmi malé tloušťce nelze lokalizovat žádný interferenční extrém (minimum či maximum) a navíc tloušťka naneseného chromu na skle se pohybuje v rozmezí pouze několika nanometrů. V praxi je tedy nutné uvažovat při popisu takovéto vrstvy také s drsností povrchu podložky (skla BK7), což je možné např. pomocí tzv. EMA modelu. Bohužel rozsah této práce a provedená experimentální měření již neumožnila ověřit tuto vrstvu při reálném měření a její porovnání s matematickým modelem. Rovněž komplikace při získávání vrstev TiN a ITO neumožnily do současnosti odzkoušet tyto materiály co do odolnosti vůči tlaku v EHD kontaktu a porovnání výsledků s předpokládanými teoretickými průběhy odrazivosti. Dosud



Obr. 6.12 Schéma optického uspořádání při měření bez tenké vrstvy.

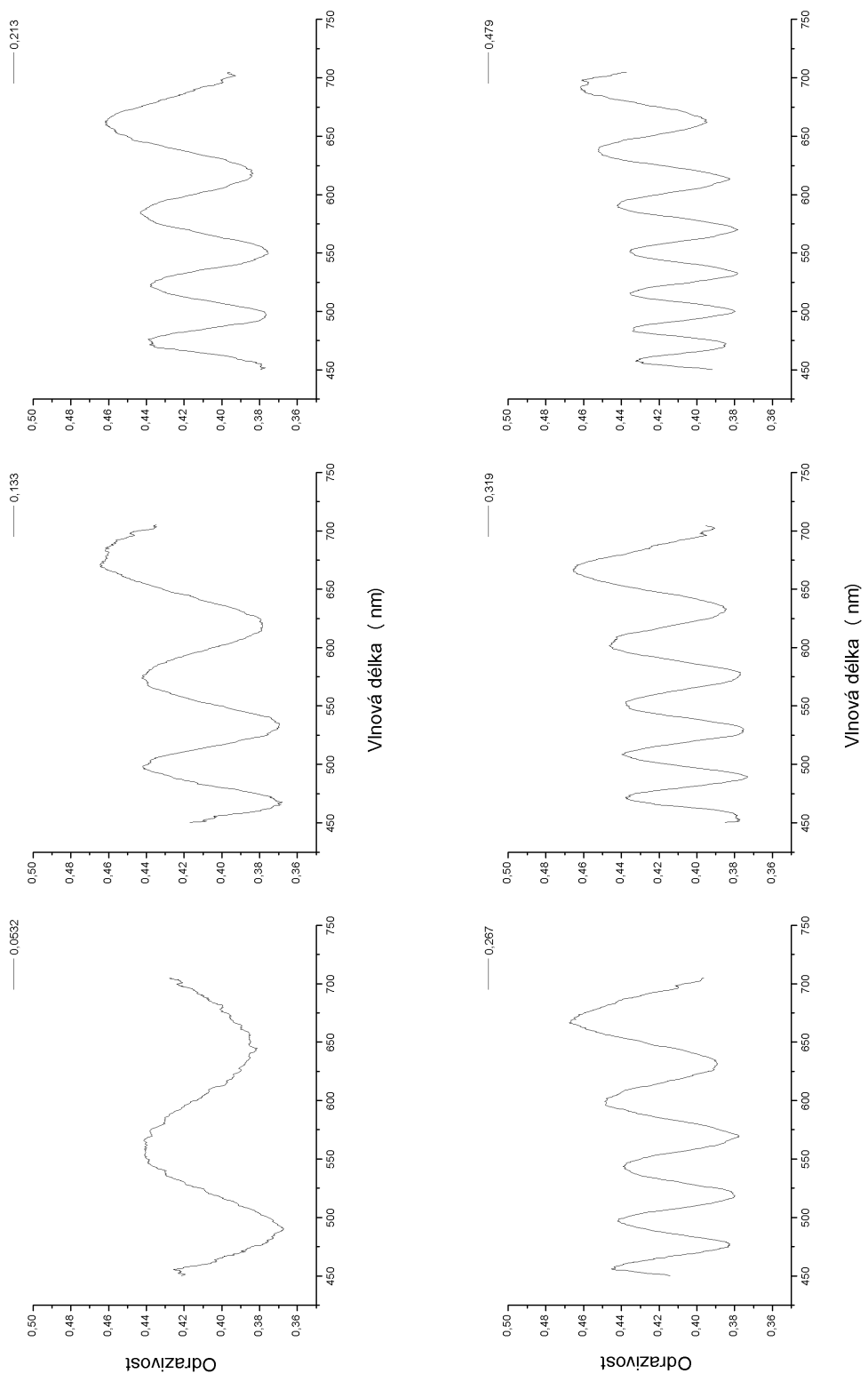
se podařilo pouze získat několik málo vzorků s nitridem titanu o tloušťce přibližně 30 nm a indium cín oxidem o tloušťce okolo 260 nm. V současnosti tedy probíhá měření optických konstant obou vrstev a jejich tloušťky a další výzkum bude směřovat především na ověřovací experimenty, které by měly potvrdit či vyloučit možnost jejich použití v oblasti studia EHD kontaktu.

6.3 Měření bez vrstvy

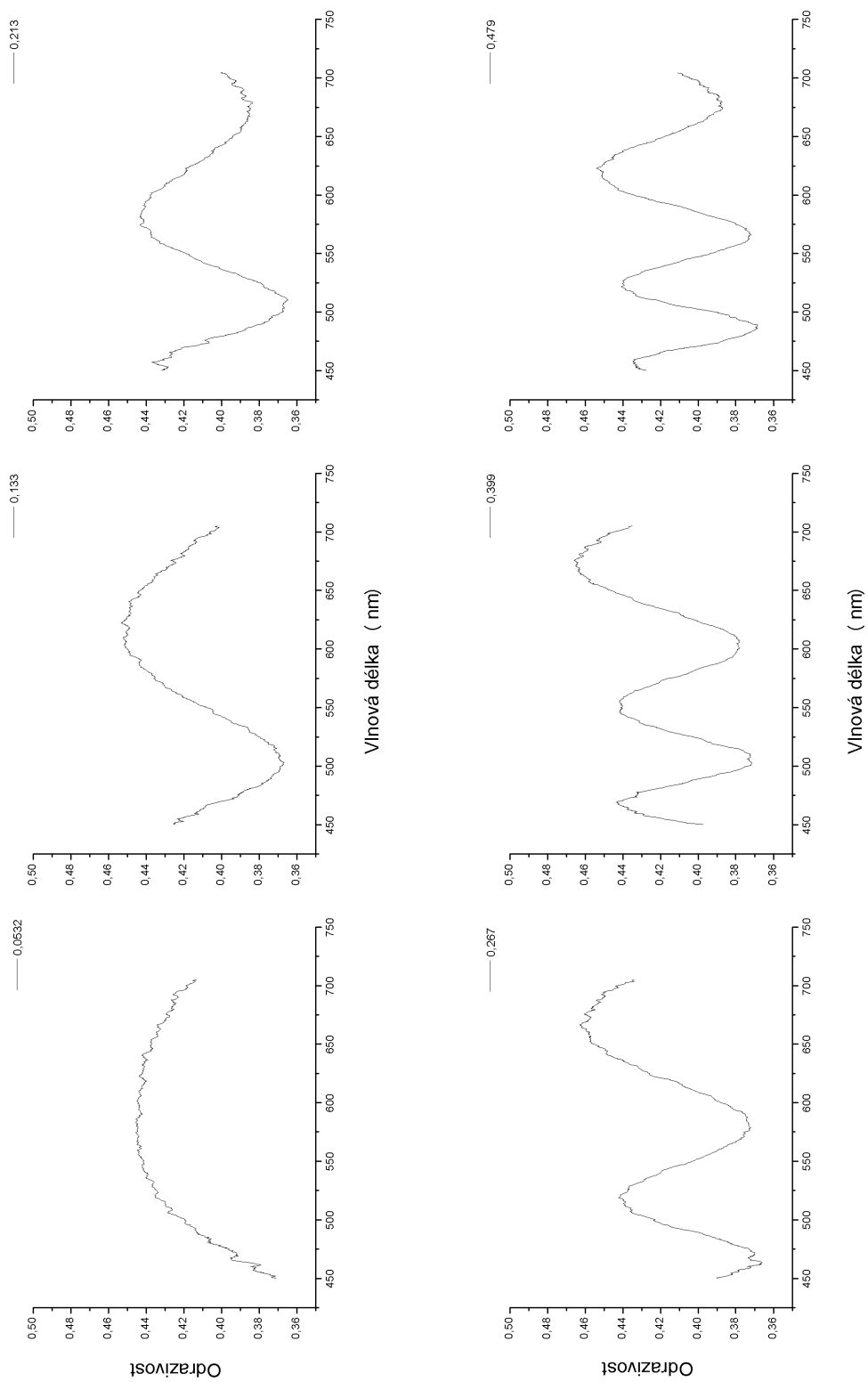
Díky komplikacím resp. časové náročnosti při snaze o použití tenké vrstvy pro zvýšení kontrastu v EHD kontaktu byl realizován experiment za pomoci čistého safírového disku, opatřeného pouze antireflexní vrstvou pro vytvoření polonekonečného prostředí. V kapitole 5.3.2 je vidět, že průběh odrazivosti není příliš výrazný, ovšem do jisté míry dostačující k vyhodnocení pomocí regresní analýzy. Uspořádání optického designu je znázorněno na Obr. 6.12, okolní prostředí bylo tvořeno kotoučem ze safíru, 12,7 mm silného, s garantovanou orientací hlavní osy krystalu tak, aby nedocházelo při kolmém dopadu ke dvojlomu a jako druhé třecí těleso byl použit soudeček s průměrem 25,4 mm a elipticitou 1,837. Vzhledem k tomu, že kotouč neobsahoval žádnou vrstvu, nutnou ověřit před měřením, byly experimenty realizovány přímo v zaplaveném kontaktu za různých podmínek (proměnná rychlost třecích těles a dvě různé teploty maziva) a výsledky získané centrální tloušťky maziva byly poté porovnány s teoretickým průběhem, vycházejícím z Hamrock-Dowsonova vztahu [47], [48], [49], [50].

Rychlosti třecích povrchů se pohybovaly v rozmezí od $0,013 \text{ ms}^{-1}$ až do $0,48 \text{ ms}^{-1}$ při zatížení 24 N, což vede při použití safírového kotouče k dosažení tlaku v centrální oblasti 625 MPa. Mazivo tvořil základový minerální olej s označením L.S.-B.S. a měření probíhala při čistém valení za pokojové teploty oleje (25°C) a při 55°C . Následující grafy na Obr. 6.13 a Obr. 6.14 ukazují průběh skutečně naměřené absolutní odrazivosti pro vybrané rychlosti a její vývoj při změně teploty maziva.

Pro každou rychlost bylo získáno vždy 5 měření, které byly vyhodnocovány společně pomocí programu NKDStack. Pro podložku v teoretickém modelu byly použity hodnoty indexu lomu a absorpce oceli, naměřené v roce 2007 na elipsometrii,



Obr. 6.13 Absolutní odrazivost pro centrální tloušťku oleje L.S.-B.S. při různých rychlostech (rychlosti uvedené v ms⁻¹) pro teplotu 25°C.

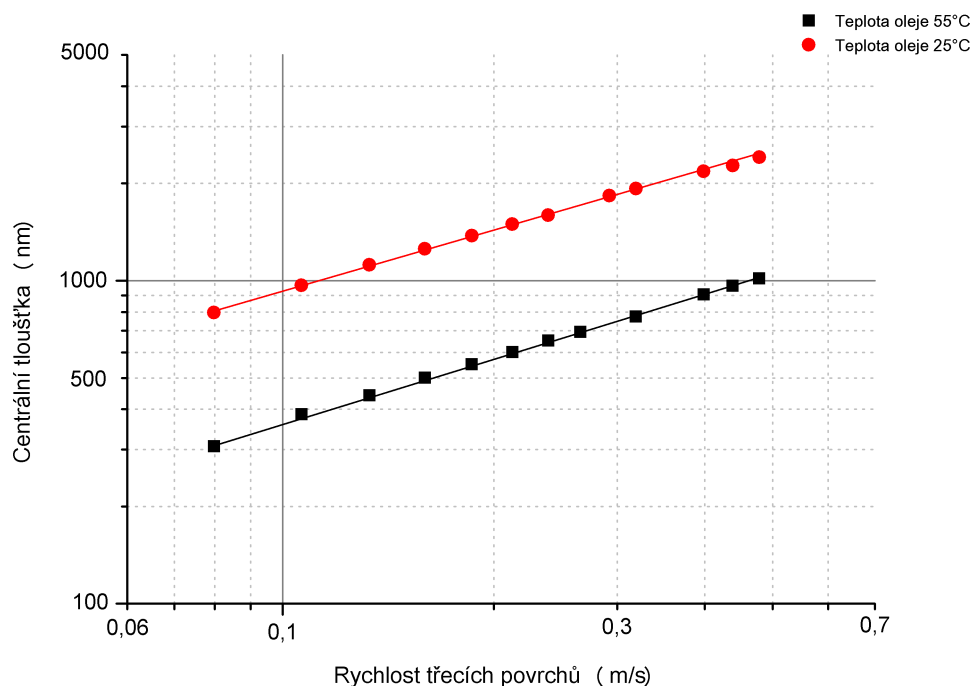


Obr. 6.14 Absolutní odrazivost pro centrální tloušťku oleje L.S.-B.S. při různých rychlostech (rychlosti uvedené v ms^{-1}) pro teplotu 55° .

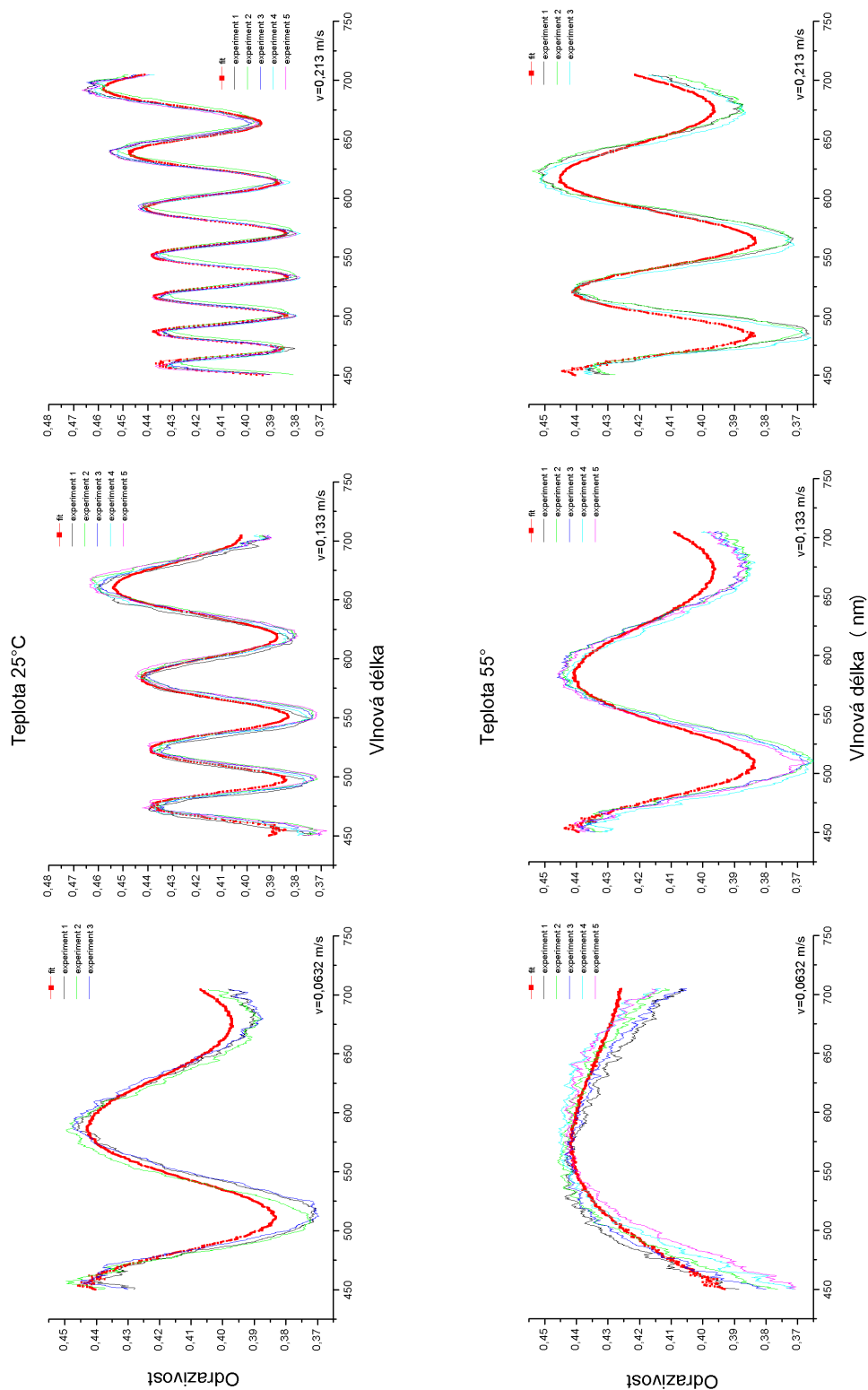
bez disperzního modelu (možnost přímého načtení hodnot a jejich aproximace pro požadované vlnové délky). Pro olej byl zvolen standardní Cauchyho model s předpokladem nulové disperze, s počáteční hodnotou indexu lomu 1,6. Tato hodnota byla odhadnuta vzhledem ke skutečnosti, že při atmosférickém tlaku je index lomu oleje L.S.–B.S. $n_D = 1,492$ a při zatížení okolo 0,5 GPa může dojít k nárůstu až 10 % vlivem zvětšení hustoty. Druhý Cauchyho parametr, definující disperzi materiálu byl zvolen 1000 nm^{-2} . Vzhledem k omezeným možnostem programového balíku NKDSoft byl index lomu okolí stanoven 1,77 (viz. kapitola 5.3.2) bez disperze, kterou program NKDStack pro fitování experimentálních dat získaných reflektometrií u okolí neumožňuje. Při regresní analýze byly uvolněny celkem tři parametry, 2 Cauchyho, definující index lomu maziva a jeho tloušťka.

Ukázka výsledků fitování je vidět na grafech na str. 88. Je vidět, že odrazivost se pohybuje ve velmi malém rozsahu, což lze pozorovat již na simulacích v kapitole 5.3.2. S tím je samozřejmě spojené výrazné riziko co do možných korelací pro tenčí filmy, u kterých průběh odrazivosti nemusí být až tak jednoznačný. V souladu s tímto předpokladem se také ukázalo, že při zpracování všech naměřených dat byly patrné lepší výsledky regresní analýzy pro větší tloušťky maziva. S klesající tloušťkou pak naopak postupně docházelo k problémům s kolísáním indexu lomu na úkor tloušťky mazacího filmu a zpracování dat bylo velmi náchylné na počáteční hodnoty uvolněných parametrů.

Na Obr. 6.15 je vidět výsledná závislost centrální tloušťky maziva na rychlosti třecích povrchů pro obě teploty a její proložení teoretickým fitem, daným mocninou funkcí, jejíž směrnice je za stejných podmínek při měření podle Hamrock-Dowsonova



Obr. 6.15 Závislost centrální tloušťky mazacího filmu na rychlosti třecích těles (olej L.S.–B.S.).



Obr. 6.16 Absolutní odrazivost naměřená a teoretická získaná regresní analýzou pro různé rychlosti třecích těles.

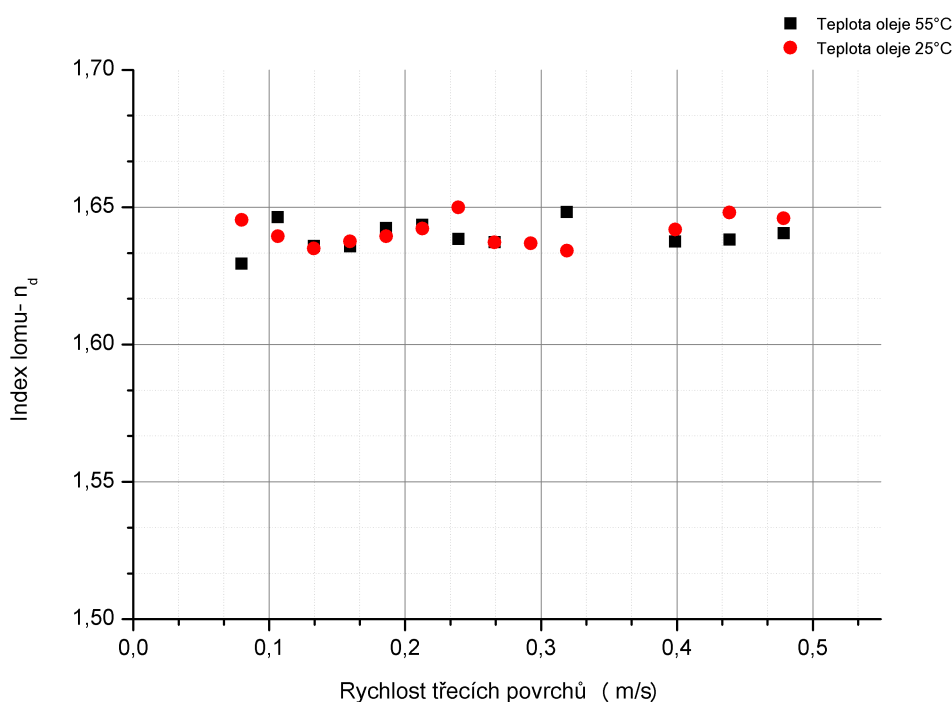
vztahu pro výpočet centrální tloušťky konstantní. Tloušťka je pak úměrná pouze bezrozměrnému parametru rychlosti U

$$h_c \sim U^{0,67}, \quad (6.1)$$

který je závislý od rychlosti třecích povrchů a několika dalších konstant. Směrnice získaná z tloušťek získaných spektroskopickou reflektometrií se pohybovala v rozmezí 0,65-0,66, což lze považovat za dobrou shodu s uvedenou závislostí.

Nejmenší uvedené tloušťky se pohybují okolo 200 nm, což je způsobeno problémy s vyhodnocením díky nízkému kontrastu (resp. dynamickému rozsahu odrazivosti). Výsledky měření pro velmi malé centrální tloušťky mazacího filmu, cca od 10 nm, byly velmi komplikované co do vyhodnocování a často docházelo k silnému kolísání indexu lomu maziva. Stejně tak při fixaci obou Cauchyho parametrů, definujících optické vlastnosti maziva, a dosažením hodnot získaných při fitování větších tloušťek maziva nebyly výsledky uspokojivé a směrnice závislosti tloušťky na rychlosti se pohybovala často v hodnotách pod 0,6 a celkový trend ne vždy odpovídal lineární závislosti v logaritmickém měřítku. Na závěr této kapitoly je uveden také celkový vývoj indexu lomu maziva L.S.-B.S. (Obr. 6.17), získaný při regresní analýze naměřených odrazivostí, jenž splňuje předpoklad nárůstu oproti hodnotě získané při atmosférickém tlaku.

Jak lze vidět z experimentů, jejichž výsledky jsou publikovány v této kapitole, lze při měření EHD mazacích filmů použít pro získání tloušťky maziva v centrální oblasti spektroskopickou reflektometrii. Dosažené výsledky jsou limitovány především tloušťkou mazacího filmu, která je v současnosti měřitelná od cca 200 nm. To je



Obr. 6.17 Index lomu maziva L.S.-B.S. získaný regresní analýzou z odrazivosti při tlaku 625 MPa.

způsobené problémy s optickým designem a použitím safírového disku, neumožňujícího získání vysokého kontrastu v interferogramu. I přesto se podařilo prokázat, že spektroskopickou reflektometrií je možné použít pro studium EHD mazacích filmů. Její použití pro studium jak velmi tenkých mazacích filmů, tak také měření rozložení tlaku v kontaktní oblasti je otázkou nalezení vhodnějšího optického uspořádání. Společně s doplněním experimentální sestavy o klasický monochromátor namísto vláknového spektrometru by bylo v budoucnu možné získat nejen informace z centrální oblasti kontaktu, ale také liniový řez napříč kontaktní oblastí.

7 ZÁVĚR

V rámci řešení této disertační práce bylo postupně provedeno několik experimentálních měření, které vedly především k ověření použití spektroskopické reflektometrie v oblasti měření tenkých EHD mazacích filmů. Ty se svým charakterem, tloušťkou i indexem lomu, velmi blíží tenkým vrstvám, pro jejichž studium se v současné době velmi často používají optické metody jakými jsou právě reflektometrie a elipsometrie.

Vývoj, resp. aplikace této měřicí metody v oblasti tribologie se opírá o několik prací, zabývajících se stejnou problematikou a poprvé publikovaných již začátkem 90. let minulého století. I přesto, že lze dnes tenké mazací filmy mapovat pomocí jiných měřících technik, stále zůstává prezentovaná metoda v centru zájmu a to především ze dvou důvodů. Za prvé, jedná se o jedinou absolutní měřicí metodu, a za druhé, při nalezení vhodných podmínek pro měření lze posunout hranice této metody také na studium rozložení tlaku a tím volně navázat na tuto práci dalším výzkumem. Nalezením vhodných podmínek se přitom rozumí zejména získání vhodné tenké vrstvy, odolné vysokým tlakům, které se v EHD kontaktu vyskytují.

Disertační práce obsahuje několik variant optického uspořádání, včetně jejich teoretického rozboru a simulací. Zároveň ukazuje na problémy, spojené s realizací měření, i na mnohé rozpory v dosavadních publikacích, zacházejících až do oblasti fyzikálně nereálných výsledků. Ukázka komplikací s použitím TiO_2 vrstvy, která se v současnosti objevuje v publikacích jako jedna z možných cest, stejně jako výrazné rozdíly mezi optickými konstantami podložky i chromové vrstvy jen dokládají toto tvrzení.

Závěrem lze říci, že cíle této disertační práce byly splněny. Bylo prokázáno, že spektroskopickou reflektometrií, i když s určitým omezením, lze použít pro studium EHD mazacích filmů. Dosavadní reálné výsledky ukazují, že při získání vhodného optického uspořádání lze zcela jistě měřit mazací filmy o tloušťkách i jednotek nanometrů, ale především je možné ve výzkumu pokračovat a to zejména v oblasti mapování rozložení tlaku v místech, kde není k dispozici měřicí metoda poskytující detailní rozložení tlaku v mazacích filmech.

SEZNAM OBRÁZKŮ

| | | |
|------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 2.1 | Schéma měření mazacího filmu v hydrodynamickém kontaktu a mapa kontaktní oblasti [1]. | 13 |
| 2.2 | Schéma experimentálního uspořádání pro měření tloušťky maziva v EHD kontaktu [3]. | 14 |
| 2.3 | Mapa kontur barevného interferogramu a průběh tloušťky maziva v řezu při různých rychlostech [3]. | 14 |
| 2.4 | Schéma experimentálního uspořádání při použití kotouče s vrstvou chromu [7]. | 16 |
| 2.5 | Interferogram a řez interferogramem při použití tenké vrstvy TiO_2 (vlevo, Two beam) a chromu (vpravo, Multiple beam) [11]. | 17 |
| 2.6 | Ukázka lokalizace interferenčního maxima [12]. | 18 |
| 2.7 | Schéma měřicí aparatury použité Israelachvilim [13]. | 19 |
| 2.8 | Experimentální uspořádání použité Gustafssonem a kol. [14]. | 20 |
| 2.9 | Kalibrační křivky složek HSI [14]. | 20 |
| 2.10 | Schéma měření mazacích filmů pomocí diferenciální kolorimetrie [15]. | 21 |
| 2.11 | Schéma měřicí aparatury pro studium mazacích filmů metodou ROII [16]. | 22 |
| 2.12 | Schéma interferenčního modelu použitého u metody ROII [16]. | 23 |
| 2.13 | Experimentální výsledky pro stanovení rozlišení metody ROII [16]. . . | 24 |
| 2.14 | Výsledky rozložení tloušťky mazacího filmu napříč kontaktem [16]. . . | 25 |
| 2.15 | Vícesvazková interference vznikající při měření mazacích filmů [17]. . | 25 |
| 2.16 | Porovnání průběhu intenzity při dvousvazkové a vícesvazkové interferenci na klínové vrstvě tvořené vzduchem [17]. | 26 |
| 2.17 | Vliv tloušťky chromu a jeho absorpce na průběh odrazivosti [17]. . . . | 26 |
| 2.18 | Porovnání metody ROII a vícesvazkového přístupu (vlevo) a porovnání tloušťky v kontaktu i mimo něj (vpravo) [17]. | 27 |
| 2.19 | Normovaný průběh intenzity v závislosti na tloušťce mazacího filmu – databáze tloušťky maziva [17]. | 28 |
| 2.20 | Výsledky rozložení tloušťky mazacího filmu napříč kontaktem [17]. . . | 28 |
| 2.21 | Schéma měřicí aparatury pro studium mazacích filmů metodou UTFI [21]. | 29 |
| 2.22 | Schéma uspořádání vrstev a sloučení vrstvy maziva a SiO_2 [21]. . . . | 29 |
| 2.23 | Průběh intenzity naměřené a optimalizované [21]. | 31 |
| 2.24 | Závislost centrální tloušťky Cyklohexanu na rychlosti třecích povrchů [21]. | 32 |
| 2.25 | Závislost centrální tloušťky Hexadecanu na rychlosti třecích povrchů [21]. | 32 |
| 2.26 | Multivrstva tvořená sklem (okolí), chromovou vrstvou, mezivrstvou, mazivem a ocelí (podložka) [22]. | 33 |
| 2.27 | Změna kontrastu pro různá optická uspořádání [22]. | 34 |
| 2.28 | Porovnání interferogramu při použití chromu a TiO_2 a intenzitní řez středem snímku [22]. | 34 |
| 2.29 | Kontrast interferenčních proužků při použití vrstvy TiO_2 [22]. | 35 |
| 3.1 | Schéma jednoduchého optického rozhraní. | 38 |
| 3.2 | Schéma vícenásobného odrazu na dvou optických rozhraních. | 39 |
| 3.3 | Schéma jednokanálového reflektometru s rozdílným umístěním monochromátoru. | 42 |

| | | |
|------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.4 | Komerční vláknový reflektometr pro měření odrazivosti firmy OceanOptics [27]. | 43 |
| 3.5 | Komerční reflektometr pro měření odrazivosti firmy Angstrom Advanced Inc. [28]. | 43 |
| 3.6 | Odrazivost pro tenkou vrstvu Al_2O_3 s tloušťkou 800 nm na Si. | 45 |
| 3.7 | Uživatelské prostředí programu Spektra3. | 46 |
| 3.8 | Uživatelské prostředí programu NKDStack. | 47 |
| 4.1 | Tribologický simulátor EHD kontaktu: 1 – servomotor pro pohon kuličky (soudečku), 2 – servomotor pro pohon disku, 3 – disk, 4 – závaží se zatěžovacím mechanismem, 5 – polohovací stůl. | 50 |
| 4.2 | Mikroskop NIKON ECLIPSE LV150: 1 – halogenová lampa, 2 – köhlerův osvětlovač, 3 – karusel pro objektivy, 4 – přídatný modul pro boční výstup svazku, 5 – hlava mikroskopu s okuláry, 6 – CMOS kamera, 7 – stojan mikroskopu. | 51 |
| 4.3 | Schéma konstrukce objektivu korigovaného pro konečnou a nekonečnou tubusovou délku [31]. | 52 |
| 4.4 | Schéma vnitřního uspořádání spektrofotometru: 1 – SMA konektor, 2 – vstupní štěrbinu, 3 – filtr, 4 – kolimační zrcadlo, 5 – difrakční mřížka, 6 – fokusační zrcadlo, 7 – liniový CCD čip, 8 – filtr [33]. | 53 |
| 4.5 | Redukce spektrofotometru: 1 – spektrofotometr, 2 – tubus vlákna, 3 – optické vlákno, 4 – SMA konektor, 5 – redukční kroužek. | 53 |
| 4.6 | Spektrální odezva různých typů světelných zdrojů [34]. | 54 |
| 4.7 | Kolísání absolutní odrazivosti při měření pomocí pulzního zdroje (a), stabilizovaného zdroje (b). | 55 |
| 4.8 | Schéma Mirauova interferenčního objektivu [32]. | 57 |
| 4.9 | Interferogram získaný Mirauovým objektivem pro úhlové nastavení křemíkového etalonu (vlevo téměř kolmý dopad, vpravo úhel dopadu $0,14^\circ$). | 57 |
| 4.10 | Interferogram získaný Mirauovým objektivem pro úhlové nastavení vzorku s vrstvou SiO_2 (vlevo téměř kolmý dopad, vpravo úhel dopadu $0,21^\circ$). | 57 |
| 4.11 | Srovnání absolutní odrazivosti při různém úhlu dopadu pro vrstvu TiO_2 o tloušťce 455 nm pro objektiv se zvětšením 10x (a), 20x (b). | 59 |
| 5.1 | Index lomu a absorpce pro ocel 100Cr6. | 62 |
| 5.2 | Absolutní odrazivost pro sestavu ocel/mazivo/BK7 při různých tloušťkách maziva. | 63 |
| 5.3 | Absolutní odrazivost pro sestavu ocel/mazivo/safír při různých tloušťkách maziva. | 64 |
| 5.4 | Absolutní odrazivost pro sestavu ocel/mazivo/diamant při různých tloušťkách maziva. | 65 |
| 5.5 | Mapa kontrastu (dynamického rozsahu) pro odrazivosti v rozsahu 450–650 nm při použití vrstvy TiO_2 | 65 |
| 5.6 | Vliv nárůstu tloušťky TiO_2 na změnu odrazivosti při změně tloušťky maziva. Vlevo tl. TiO_2 300 nm, vpravo 500 nm. | 66 |
| 5.7 | Absolutní odrazivost pro sestavu ocel/mazivo/ $\text{TiO}_2(300 \text{ nm})/\text{BK7}$ při různých tloušťkách maziva. | 67 |

| | | |
|------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 5.8 | Mapa kontrastu (a), (c) a změny odrazivosti (b), (d) pro vlnové délky 450–650 nm při použití vrstvy chromu: (a), (b) – data z [18], (c), (d) – data z elipsometrie. | 68 |
| 5.9 | Porovnání indexu lomu a absorpce chromu. | 69 |
| 5.10 | Mapa kontrastu (a) a změny odrazivosti (b) pro vlnové délky 450–650 nm při použití vrstvy TiN. | 70 |
| 5.11 | Absolutní odrazivost pro sestavu ocel/mazivo/TiN(30 nm)/BK7 při různých tloušťkách maziva. | 70 |
| 5.12 | Mapa kontrastu (a) a změny odrazivosti (b) pro vlnové délky 450–650 nm při použití vrstvy ITO. | 71 |
| 5.13 | Absolutní odrazivost pro sestavu ocel/mazivo/ITO(200 nm)/BK7 při různých tloušťkách maziva. | 72 |
| 5.14 | Srovnání dynamického rozsahu odrazivosti při použití různého optického designu pro tloušťku maziva 500 nm. | 73 |
| 6.1 | Schéma uspořádání kontrolního měření ocelové podložky. | 75 |
| 6.2 | Vliv oxidační vrstvy na odrazivost oceli (statický kontakt). | 76 |
| 6.3 | Vliv oxidační vrstvy na odrazivost oceli (metalografický výbrus). | 77 |
| 6.4 | Změna naměřeného indexu lomu a absorpce oceli po odstranění oxidačních vrstev (metalografický výbrus). | 77 |
| 6.5 | Změna indexu lomu a absorpce oceli po odstranění oxidačních vrstev (matografický výbrus). | 78 |
| 6.6 | Schéma optického uspořádání při měření za pomoci tenké vrstvy. | 79 |
| 6.7 | Ukázka porovnání odrazivostí při měření tenkých vrstev TiO ₂ ze strany vrstvy a ze strany antireflexe (otočený vzorek). | 79 |
| 6.8 | Porovnání naměřené odrazivosti a simulace pro uspořádání ocel/TiO ₂ /BK7 s tloušťkami TiO ₂ 298 nm (a) a 458 nm (b). | 81 |
| 6.9 | Otisk kontaktní oblasti ve vrstvě TiO ₂ | 82 |
| 6.10 | Změna indexu lomu tenké vrstvy TiO ₂ po zatížení ve statickém EHD kontaktu. | 82 |
| 6.11 | Porovnání naměřené odrazivosti a simulace pro uspořádání ocel/SiO ₂ –TiO ₂ /BK7. | 83 |
| 6.12 | Schéma optického uspořádání při měření bez tenké vrstvy. | 84 |
| 6.13 | Absolutní odrazivost pro centrální tloušťku oleje L.S.-B.S. při různých rychlostech (rychlosti uvedené v ms ⁻¹) pro teplotu 25°C. | 85 |
| 6.14 | Absolutní odrazivost pro centrální tloušťku oleje L.S.-B.S. při různých rychlostech (rychlosti uvedené v ms ⁻¹) pro teplotu 55°. | 86 |
| 6.15 | Závislost centrální tloušťky mazacího filmu na rychlosti třecích těles (olej L.S.–B.S.). | 87 |
| 6.16 | Absolutní odrazivost naměřená a teoretická získaná regresní analýzou pro různé rychlosti třecích těles. | 88 |
| 6.17 | Index lomu maziva L.S.-B.S. získaný regresní analýzou z odrazivosti při tlaku 625 MPa. | 89 |

SEZNAM TABULEK

| | | |
|-----|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 4.1 | Srovnávací měření oxidických vrstev. | 58 |
| 6.1 | Parametry vzorků s tenkou vrstvou TiO ₂ . <i>d</i> -tloušťka vrstvy, <i>n</i> ₀ a <i>n</i> ₁ -Cauchyho parametry. | 80 |

LITERATURA

- [1] KIRK, M., T. *Hydrodynamic Lubrication of 'Perstex'*. Nature, 1962, vol. 194, p. 965-966.
- [2] GOHAR, R., CAMERON, A. *Optical Measurement of Oil Film Thickness under Elasto-hydrodynamic Lubrication*. Nature, 1963, vol. 200, p. 458-459.
- [3] GOHAR, R., CAMERON, A. *Theoretical and experimental studies of the oil film in lubricated point contact*. Proceedings of the Royal Society of London: series A, Mathematical and Physical Sciences, 1966, vol. 291, no. 1427, p. 520-536.
- [4] CHU, P., S., Y., CAMERON, A. *Compressibility and Thermal Expansion of Oils*. J. Inst. Petrol., 1963, vol. 49, no. 473, p. 140-145.
- [5] GOHAR, R., CAMERON, A. *The Mapping of Elastohydrodynamic Contacts*. Tribology Transactions, 1967, vol. 10, issue 3, p. 215-225.
- [6] FOORD, C., A., HAMMANN, W., C., CAMERON, A. *Evaluation of Lubricants Using Optical Elastohydrodynamics*. Tribology Transactions, 1968, vol. 11, issue 1, p. 31 - 43.
- [7] GOHAR, R., *A ball-and-plate machine for measuring elastohydrodynamic oil films*. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, 1967, vol. 182, p. 43-45.
- [8] WESTLAKE, F., J., CAMERON, A. *Fluid Film Interferometry in Lubrication Studies*. Nature, 1967, vol. 214, p. 633-634.
- [9] DOWSON, D., JONES, D., A. *An Optical-Interference Method of Measurement of Time-Dependent Elastohydrodynamic Film Profiles*. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, 1967, vol. 182, p. 49-52.
- [10] WESTLAKE, F., J., CAMERON, A. *A Study of Ultra-thin Lubricant Films Using an Optical Technique*. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, 1967, vol. 182, p. 75-78.
- [11] FOORD, C., A., WEDEVEN, L., D., WESTLAKE, F., J., CAMERON, A. *Optical Elastohydrodynamics*. Optics Technology, 1970, vol. 2, issue 2, p. 115. ISSN 0374-3926.
- [12] 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, issue 2, p. 187-194.
- [13] ISRAELACHVILI, J., N. *Thin Film Studies Using Multiple-Beam Interferometry*. Journal of Colloid and Interface Science, 1973, vol. 44, issue 2, 1973, p. 259-272.

-
- [14] GUSTAFSSON, L., HÖGLUND, E., MARKLUND, O. *Measuring lubricant film thickness with image analysis*. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, 1994, vol. 208, p. 199–205.
- [15] HARTL, M., KŘUPKA, I., LIŠKA, M. *Differential colorimetry: tool for evaluation of chromatic interference patterns*. Optical Engineering, 1997, vol. 36, p. 153–164.
- [16] 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 intensity technique*. Wear, 1996, vol. 194, issues 1-2, p. 107–115.
- [17] GUO, F., WONG, P., L. *A multi-beam intensity-based approach for lubricant film measurements in non-conformal contacts*. Journal of Engineering Tribology, 2002, vol. 216, issue 5, p.281–291.
- [18] PALIK, E., D., PRUCHA *Hanbook of Optical Constants of Solid*. 1.vydání. Academic Press, 1998. 804 s. ISBN 0–12–544424–9.
- [19] YOLKEN, T., H., KRUGER, J. *Optical Constants of Iron in the Visible Region*. J. Opt. Soc. Am., 1965, vol. 55, p. 842–844.
- [20] BLODGETT, J., A., SPICER, E., W. *Experimental Determination of the Optical Density of States in Iron*. Phys. Rev., 1967, vol. 158, no. 2, p. 514–523.
- [21] 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, issue 3, p. 217–230.
- [22] FU, Z., GUO, F., WONG, P., L. *Theoretical Study on the Interferometry of Thin EHL Film Measurement*. Tribology Letters, 2008, vol. 31, issue 1, p. 57–65.
- [23] TOMPKINS, H., G., MCGAHAN, W., A. *Spectroscopic ellipsometry and reflectometry: a user's guide*. 2. vydání. New York: John Wiley & sons, Inc., 1999. 228 s. ISBN 0–471–18172–2.
- [24] FURMAN, S., A., TIKHONRAVOV, A., V. *Basics of optics of multilayer systems*. Atlantica Séguier Frontières, 1992. 242 s.
- [25] BORN, M., WOLF, E. *Principles of Optics: Electromagnetic Theory of Propagation, Interference and Diffraction of Light*. 7. vydání. Cambridge University Press, 1999. 952 s. ISBN 0-521-64222-1.
- [26] OHLÍDAL, M., OHLÍDAL, I., K LAPETEK, P., JÁKL, M., ČUDEK, V., ELIÁŠ, M. *New Method for the Complete Optical Analysis of Thin Films Nonuniform in Optical Parameters*. Japanese Journal of Applied Physics. 2003. 2003(7B). p. 4760–4763. ISSN 0021–4922.

- [27] *NanoCalc Thin Film Reflectometry System* [online]. 1989/2010 [cit. 2010-09-10]. Dostupný z WWW: <<http://www.oceanoptics.com/products/nanocalc.asp>>.
- [28] *PHE100 Spectroscopic Reflectometer* [online]. [cit. 2010-09-10]. Dostupný z WWW: <<http://www.angstromadvanced.com/products/phe100.asp>>.
- [29] PRESS, W., H., FLANNERY, B., P., TEUKOLSKY, S., A., VETTERLING, W., T. *Numerical recipes*. Cambridge University Press, 1987. 818 s. ISBN 0-521-30811-9.
- [30] HUMLÍČEK, J. *Základní metody numerické matematiky*. 1. vydání. Praha: Státní pedagogické nakladatelství, 1981. 171 s.
- [31] GOULETTE, T., HOWARD, CH., D., DAVIDSON, M., W. *Infinity Optical Systems* [online]. 2000/2010 [cit. 2010-08-25]. Dostupný z WWW: <<http://www.microscopyu.com/articles/optics/cfintro.html>>.
- [32] KOMATSU, H., FELLERS, T., J., DAVIDSON, M., W. *Principles and Applications of Two-Beam Interferometry* [online]. 2000/2010 [cit. 2010-08-25]. Dostupný z WWW: <<http://www.microscopyu.com/articles/interferometry/twobeam.html>>.
- [33] *QE Optical Bench Options* [online]. 1989/2010 [cit. 2010-09-01]. Dostupný z WWW: <http://www.oceanoptics.com/Products/benchoptions_qe.asp>.
- [34] *Light Sources for Research, Development and Industry: Lamp Spectra and Irradiance Data* [online]. 2010 [cit. 2010-09-02]. Dostupný z WWW: <<http://www.lot-oriel.com/cz/cz/home/lightsources/>>.
- [35] BOISSET, G. *Thin film and bulk index of refraction and photonics calculations* [online]. 2007 [cit. 2010-09-05]. Dostupný z WWW: <<http://www.luxpop.com>>.
- [36] ORDAL, M., A., BELL, R., J., ALEXANDER, R., W., LONG, L., L., QUARRY, M., R. *Optical properties of fourteen metals in the infrared and far infrared: Al, Co, Cu, Au, Fe, Pb, Mo, Ni, Pd, Pt, Ag, Ti, V, and W*. Appl. Opt., vol. 24, no. 24, 1985, p. 4493-4499.
- [37] JOHNSON, P., B., CHRISTY, R., W. *Optical constants of transition metals: Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, and Pd*. Phys. Rev. B, vol. 9, no. 12, 1974, p. 5056-5070.
- [38] KARLSSON, B., RIBBING, C., G. *Optical constants and spectral selectivity of stainless steel and its oxides*. Journal of Applied Physics, vol. 53, 1982, p. 6340-6346.
- [39] LAUER, L., J., MARXER, N., JONES, R., W. *Optical and Other Properties Changes of M-50 Bearing Steel Surfaces for Different Lubricants and Additives prior to Scuffing*. Tribology Transactions, vol. 29, issue 1, 1986, p. 13-24.

-
- [40] GOOSSENS, V., WIELANT, J., VAN GILS, S., FINSY, R., TERRY, H. *Optical properties of thin iron oxide films on steel*. Surface and Interface Analysis, vol. 38, issue 4, 2006, p. 489–493.
- [41] *Optical Glass: Description of Properties 2009* [online]. 2009 [cit. 2010–08–15]. Dostupný z WWW: <<http://www.schott.com>>.
- [42] JEYACHANDRANA, Y., L., NARAYANDASSA, K., MANGALARAJA, D., AREVAB, S., MIELCZARSKIC, J., A. *Properties of titanium nitride films prepared by direct current magnetron sputtering*. Materials Science and Engineering: A, vol. 445–446, 2007, p. 223–236.
- [43] LAUX, S., KAISER, N., ZÖLLER, A., GÖTZELMANN, R., LAUTH, H., BERNITZKI, H. *Room-temperature deposition of indium tin oxide thin films with plasma ion-assisted evaporation*. Thin Solid Films, vol. 335, issues 1–2, 1998, p. 1–5.
- [44] KRZAN, B., NOVOTNY-FARKAS, F., VIZINTIN, J. *Tribological behavior of tungsten-doped DLC coating under oil lubrication*. Tribology International, vol. 42, issue 2, 2009, p. 229–235. ISSN 0301–679X.
- [45] POLYANSKIY, M. *Refractive index and related constants - TiN (Titanium nitride)* [online]. 2008/2010 [cit. 2010–09–10]. Dostupný z WWW: <<http://refractiveindex.info/?group=CRYSTALS&material=TiN>>.
- [46] MALITSON, I., H., MURPHY, F., V., WILLIAM, R., S. *Refractive Index of Synthetic Sapphire*. J. Opt. Soc. Am., vol. 48, 1958, p. 72–73.
- [47] HAMROCK, B., J., DOWSON, D. *Isothermal Elastohydrodynamic Lubrication of Point Contacts, Part I* Transactions of the ASME, Journal of Lubrication Technology, vol. 98, 1976, p. 223–229.
- [48] HAMROCK, B., J., DOWSON, D. *Isothermal Elastohydrodynamic Lubrication of Point Contacts, Part II* Transactions of the ASME, Journal of Lubrication Technology, vol. 98, 1976, p. 375–383.
- [49] HAMROCK, B., J., DOWSON, D. *Isothermal Elastohydrodynamic Lubrication of Point Contacts, Part III* Transactions of the ASME, Journal of Lubrication Technology, vol. 99, 1977, p. 264–276.
- [50] HAMROCK, B., J., DOWSON, D. *Isothermal Elastohydrodynamic Lubrication of Point Contacts, Part IV* Transactions of the ASME, Journal of Lubrication Technology, vol. 99, 1977, p. 15–23.

PUBLIKACE AUTORA K DANÉ PROBLEMATICE

1. ČUDEK, V. *Studium elastohydrodynamických mazacích filmů spektroskopickou reflektometrií.* In Zborník príspevkov. Bratislava, STU-Publishing House. 2007. p. 332 - 336. ISBN 978-80-227-2708-2.
2. ČUDEK, V. *Studium elastohydrodynamických mazacích filmů spektroskopickou reflektometrií.* In FSI Junior konference 2007 Prezentace vědeckovýzkumných prací doktorandů Sborník. Vysoké učení technické v Brně. 2008. p. 38 - 42. ISBN 978-80-214-3565-0.
3. ČUDEK, V. *Užití spektroskopické reflektometrie ke studiu tribologických jevů.* In Sborník 49.mezinárodní konference kateder částí a mechanismů strojů. Plzeň, Západočeská universzita v Plzni. 2008. p. 41 - 44. ISBN 978-80-7043-718-6.
4. MEDLÍK, J.; ČUDEK, V. *Aplikace spektroskopické reflektometrie při studiu tribologických procesů v mikromechanismech.* In Sborník příspěvků: Engineering mechanics 2009. 2009. Svratka, Česká republika, Institute of Theoretical and Applied Mechanics, 2009. p. 869 - 874. ISBN 978-80-86246-35-2.
5. ČUDEK, V.; KŘUPKA, I.; HARTL, M. *Užití spektroskopické reflektometrie při studiu elastohydrodynamického mazání.* Jemná mechanika a optika. 2009. 54(7-8). p. 229 - 230. ISSN 0447-6441.

SEZNAM SYMBOLŮ, VELIČIN A ZKRATEK

| | |
|----------------------------|-----------------------------------------------------------|
| N | interferenční řád |
| λ | vlnové délka |
| t | tloušťka vrstvy |
| n | index lomu |
| ρ | hustota maziva |
| K | konstanta v Lorentzově vztahu |
| I | celková intenzita |
| I_1, I_2 | dílčí intenzita |
| θ | fázový posuv |
| ϕ, ϕ_1, ϕ_2 | úhel dopadu |
| h | tloušťka vrstvy |
| I_R, I_{R0} | relativní intenzita |
| \bar{E}_0^{-m} | dílčí intenzita m -tého paprsku |
| \tilde{N}_1, \tilde{N}_2 | komplexní index lomu prostředí 1, resp. 2 |
| r^p, r^s | reflexní koeficient pro p -složku, resp. s -složku |
| E_{out}^n | amplituda n -tého svazku |
| R^p, R^s | úplný reflexní koeficient |
| t_m | transmisní koeficient |
| β | fázová posuv ve vrstvě |
| M, M_n | charakteristická matice multivrstvy, resp. n -té vrstvy |
| \mathfrak{R} | intenzitní odrazivost |
| ϵ_r | permitivita |
| μ_r | permeabilita |
| α | absorpční koeficient |
| k | index absorpce |

