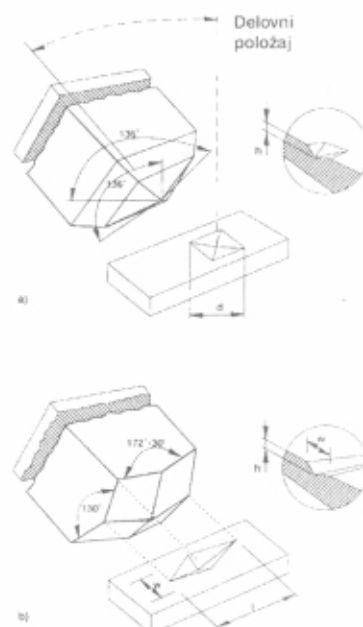


NASVETI

Kako merimo mikrotrdoto in Youngov modul tankih plasti

Čeprav se nam zdi pojem trdote nekaj samoumevnega, pa fizikalna definicija le-te ni enostavna /1/. Teoretični modeli, ki opisujejo trdoto materialov, so semiempirični. Pravimo, da je snov tem bolj trda, čim bolj je odporna na elastično in plastično deformacijo. Na tak način trdoto tudi merimo. Z diamantno ali safirno konico izbrane oblike s primerno silo za določen čas pritisnemo na površino vzorca, da naredimo odtis. V praksi se uporablja več merilnih metod, ki jih poznamo pod imeni Brinell, Rockwell, Vickers, Knoop in Berkovitch (tabela 1) /2,3/. Razlikujejo se po obliki merilne konice (slika 1), materialu, iz katerega so narejene, in seveda sami definiciji trdote. Za merjenje trdote masivnih materialov se uporabljata metodi po Brinellu in Rockwellu, medtem ko so za merjenje trdote tankih plasti primerne metode po Vickersu, Knoopu in Berkovitchu, ker lahko uporabimo bistveno manjše obtežitve. Zato v tem primeru govorimo o **mikrotrdoti**. Izmerjena trdota je odvisna ne samo od elastičnih in plastičnih lastnosti materiala, ki ga merimo, ampak tudi od merilne metode in parametrov meritve (npr. sila in čas obtežitve). V zadnjih letih so bili razviti merilniki, ki omogočajo merjenje trdote zelo tankih plasti (z značilnimi debelinami v nm območju). Zato v tem primeru govorimo o merjenju **nanotrđote**.

Merilnik mikrotrdote lahko deluje pri statični ali dinamični obtežitvi. Značilne obtežitve so od 1g do 2kg



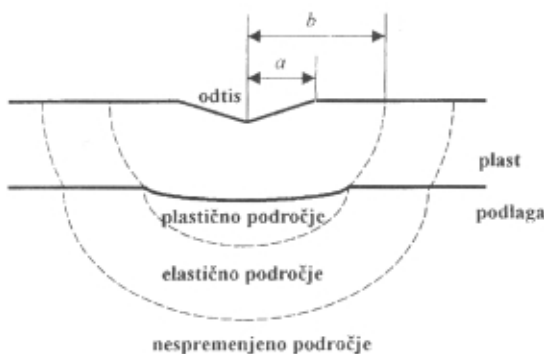
Slika 1: Geometrija konice merilnika mikrotrdote in oblika odtisa: a) konica po Vickersu, b) konica po Knoopu

Tabela 1: Primerjava metod merjenja trdote. Z F smo označili obtežitev merilne konice.

Metoda	Oblika merilne konice	Material, iz katerega je konica	Značilne obtežitve	Diagonala/Globina odtisa	Definicija trdote
Brinell	polkrožen profil	jeklo, karbidna trdina	3000 kg za feritne materiale in pod 100 kg za mehke kovine	1-5 mm/ do 1mm	$H_B = \frac{2F}{\pi D \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)}$ D=premer konice, d=premer odtisa
Rockwell	stožec (120°), polkrožen profil	jeklo diamant	10-150 kg	0,1-1,5mm/ 25-350μm	Trdota po Rockwellu je razlika med globino odtisa pri majhni in veliki obtežitvi
Vickers	kvadratna piramida s kotom 136° ob vrhu	diamant	1g-120 kg	1μm-1mm/ 0,1-100μm	$H_V = 1.8544F / d^2$ d=diagonala odtisa
Knoop	rombična piramida (razmerje diagonal 7:1)	diamant	1g-4kg	1μm-1mm/ 0,03-30μm	$H_K = 14.229F / d^2$ d=dolžina daljše diagonale
Berkovitch	trikotna piramida	diamant	nad 5 mg	20nm-1μm/ <20nm	$H_{Be} = 0,04083F/h^2$ h-globina odtisa

(0,01-20N). Za merjenje mikrotrdote tankih plasti se najpogosteje uporablja metoda po Vickersu. Merilna konica iz diamanta ima v tem primeru obliko piramide s kvadratno osnovno ploskvijo. Konicico za kratek čas (5 do 10 s) obtežimo s silo, npr. 0,25 N. Velikost odtisa odčitamo pod optičnim mikroskopom z nekaj stokratno povečavo. Trdoto izračunamo iz razmerja med obtežitvijo in ploščino deformirane površine: $H=q(F/d^2)$, kjer je F obtežitev, d diagonala odtisa in q geometrijski faktor (pri metodi Vickers je q enak $2 \cos 22^\circ$).

Kadar merimo trdoto tankih plasti, se težko izognemo vplivu podlage, ker cona elastične in plastične deformacije seže tudi vanjo (slika 2). Vplivu podlage se poizkušamo izogniti tako, da uporabimo čim manjšo obtežitev. Pri majhnih obtežitvah (pod 1N) pa trdota ni več neodvisna od obtežitve.



Slika 2: Plastično in elastično območje pri odtisu, ki ga naredimo pri merjenju trdote

Če torej želimo, da bo izmerjena mikrotrdota trde prevleke enaka mikrotrdoti masivnega materiala iz iste snovi, mora biti globina plastičnega območja manjša od debeline prevleke. Globino plastičnega območja je težko oceniti. V splošnem velja, da mora biti prevleka vsaj desetkrat debelejša od globine odtisa. Pri značilni debelini tankih plasti nekaj mikrometrov bi morala biti diagonala odtisa pod enim mikrometrom, vendar je odčitavanje take velikosti odtisa pod optičnim mikroskopom praktično nemogoče. Pri merjenju mikrotrdote tankih plasti imamo torej dve nasprotni zahtevi: želimo čim manjšo obtežitev, da je vpliv podlage majhen, hkrati pa čim večjo obtežitev, da lahko odtis natančno odčitamo. Poseben problem je subjektivna napaka pri odčitavanju velikosti diagonale odtisa. Ker je material ob odtisu narinjen, je dodatna težava, kako izostriti sliko odtisa. Zato se je treba sprijazniti s tem, da zgornjega pogoja ni mogoče izpolniti v celoti in je zato izmerjena mikrotrdota funkcija obtežitve. Večja kot je obtežitev, večji del plastičnega območja leži v podlagi. Pri vsaki meritvi mikrotrdote tankih plasti je zato potrebno povedati, pri kakšni obtežitvi smo izvedli meritev.

Za korekcijo izmerjene vrednosti mikrotrdote lahko uporabimo model, ki sta ga predložila Jönsson in Hogmark /4/. Mikrotrdota sistema podlaga-prevleka je enaka linearni kombinaciji mikrotrdote podlage H_s in mikrotrdote prevleke H_f :

$$H_c = \frac{A_f}{A} H_f + \frac{A_s}{A} H_s \quad A = A_f + A_s$$

kjer je A_s površina odtisa v podlagi, A celotna površina odtisa v prevleki in A_f del površine odtisa v prevleki, ki

sega izven odtisa v podlagi. Iz tega lahko izpeljemo, da je mikrotrdota prevleke (brez vpliva podlage) enaka:

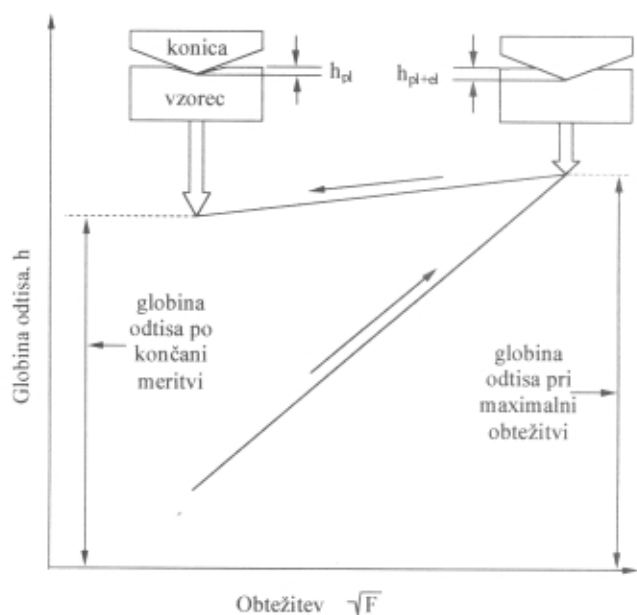
$$H_f = H_s + \frac{H_c - H_s}{2Ct/d - C^2(t/d)^2}$$

pri čemer je t debelina prevleke in d diagonala odtisa v njej. Konstanta C je enaka 0,5 za trdo prevleko na mehki podlagi in ena, če imata podlaga in prevleka primerljivo mikrotrdoto. Model dobro velja pri globokih odtisih, ko je odtis nekajkrat globlji od debeline prevleke. Pri plitvejših odtisih, še posebej če je globina odtisa manjša od debeline prevleke, je sicer manj zanesljiv, še vedno pa daje uporabne rezultate.

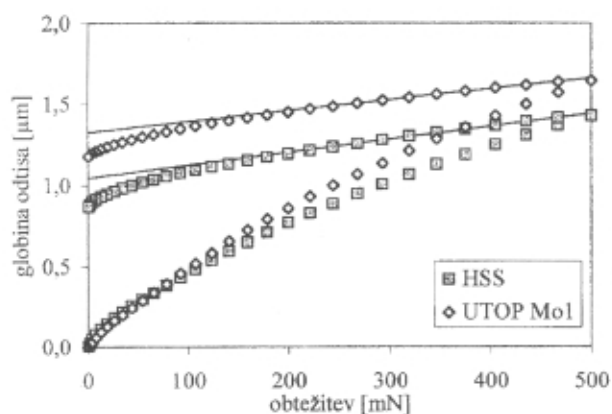
Če ima podlaga zrnato strukturo, je izmerjena mikrotrdota odvisna od kraja meritve. Pri manjših obtežitvah so ti odmiki večji.

Nasprotno od statičnega pa dinamični merilnik mikrotrdote omogoča sprotne meritve globine konice in obremenitve. Obremenjevanje poteka korakoma, in sicer se sila povečuje v geometrijskem zaporedju do maksimuma; razbremenjevanje poteka v obratni smeri. Na koncu vsakega koraka senzor izmeri odmik. Iz krivulje, ki prikazuje globino odtisa v odvisnosti od obtežitve, lahko določimo mikrotrdoto in Youngov modul. Mikrotrdoto izračunamo iz globine odtisa, ki ostane po končani razbremenitvi, Youngov modul pa iz strmine krivulje, ki jo izmerimo med razbremenjevanjem konice (slika 3). Na sliki 4sta prikazani meritvi globine odtisa v odvisnosti od obtežitve za primer $3\mu\text{m}$ debele trde prevleke CrN na dveh različnih podlagah iz orodnega jekla.

Težave so toliko večje, kadar je debelina plasti v nm območju. S SEM-mikroskopom si ne moremo pomagati. Pač pa lahko uporabimo mikroskop na atomsko silo (AFM), ki nam da 3-D sliko, merilna konica pa nam hkrati rabi tudi za odtiskovanje. Piezoelektrični element za pomik konice v vertikalni smeri omogoča natančno merjenje globine konice med odtiskovanjem. Značilne



Slika 3: Odvisnost globine odtisa od obtežitve med obremenjevanjem in razbremenjevanjem merilne konice



Slika 4: Globina odtisa kot funkcija obtežitve za 3 µm debelo prevleko CrN. Maksimalna obtežitev je bila 500 mN. Meritev smo naredili z merilnikom Fischerscope H100 v "Forschungszentrum Jülich" v Nemčiji.

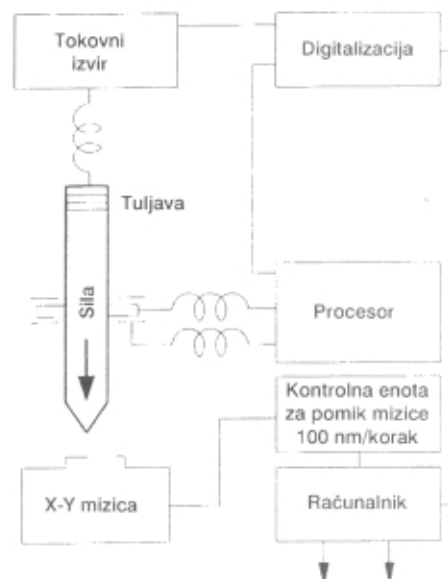
sile obtežitve pa so od nekaj deset µN navzgor, velikosti odtisov pa od nekaj deset do nekaj sto nm, zato govorimo o merjenju **nanotrdote**. Obtežitev konice se regulira z elektromagnetom tako, da spreminjamo tok skozi tuljavo. Globino odtisa merimo z kapacitivnim senzorjem (slika 5). Pri merjenju nanotrdote se srečujemo s številnimi težavami, kot so npr. nepravilnosti v obliki konice, hrapavost podlage, omejena ločljivost pretvornikov sile in pomika. Merilniki nanotrdote se uporabljajo za merjenje trdote zelo tankih vakuumskih plasti (npr. 5 nm zaščitne DLC-plasti na trdem disku), fotorezista, barv in lakov.

Youngov modul je po definiciji sorazmernostni koeficient v Hookovem zakonu $\sigma = E\varepsilon$, kjer je σ sila na ploskovno enoto, s katero materiale obremenjujemo, in ε deformacija. Enačba velja za obremenjevanje v eni dimenziji, če so sile majhne.

Če pri obremenjevanju pri različnih silah merimo deformacijo, lahko določimo Youngov modul. Uporabna metoda je tudi merjenje hitrosti zvoka v materialu, ki je odvisna od Youngovega modula. Za tanke plasti (prevleke) pa je najprimernejši način merjenje z odtisom. V material napravimo odtis s konico visoke trdote in predpisanih dimenzij. Pri tem merimo silo v odvisnosti od globine odtisa (v nadaljevanju jo imenujemo odmik), in sicer tako med obremenjevanjem kot med razbremenjevanjem.

Pri idealnem elastičnem materialu je odvisnost sile od odmika linearna. Tudi pri nelinearnem elastičnem sredstvu je sila enolična funkcija odmika in razbremenjevanje poteka po istih točkah kot obremenjevanje. Pri materialu, ki je že delno plastično deformiran, pa dobimo histerezo (glej sliko 4). Pri popolni razbremenitvi odmik ni več enak nič.

Za določitev Youngovega modula masivnega materiala potrebujemo dva podatka: površino, na kateri je delovala sila (A) ter odvod sile po odmiku (dF/dz). Le-tega preberemo iz naklona krivulje sila-odmik pri razbremenjevanju, saj obremenjevanje vsebuje tudi prispevek plastične deformacije. Ker razbremenilna krivulja ponavadi ni premica, jo z metodo najmanjših kvadratov prilagodimo v potenčno obliko, analitično odvajamo in odčitamo odvod pri največji obremenitvi. Youngov modul je enak:



Slika 5: Shema merilnika nanotrdote

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \left(\frac{dF}{dz} \right) \frac{1}{\sqrt{A}}$$

kar je le oblika Hookovega zakona. Toda Youngov modul, ki ga dobimo na ta način, vsebuje tako prispevek merjenca, ki ga iščemo (E) kot tudi prispevek merilne konice (E_i). Povezana sta z enačbo (ν je Poissonovo število):

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}$$

Enačba velja za konico konične oblike, medtem ko za okroglo konico z radijem R obstaja elementarna zveza med Youngovim modulom, silo (F) in odmikom (z) /5/:

$$E_r = \frac{3F}{4\sqrt{Rz^3}}$$

Dosedanja razprava je bila omejena na masivni material. Pri merjenju Youngovega modula tankih plasti (prevlek) na masivni podlagi pa k izmerjeni vrednosti Youngovega modula prispevata tako prevleka kot tudi podlaga. Zvezo med zgoraj izračunanim Youngovim modulom sistema podlaga-prevleka, iskanim Youngovim modulom prevleke E_r in ponavadi znanim Youngovim modulom podlage E_s lahko izrazimo kot: $E = E_s + (E_r - E_s)\phi(x)$, kjer je $\phi(x)$ neka funkcija razmerja med globino odtisa in debelino prevleke ($x = \delta/t$).

Literatura

- /1/ Wilhem Kulisch, Deposition of diamond-like superhard materials, Springer Verlag, 1998
- /2/ B. Bhushan, B.K. Gupta, Handbook of tribology, McGraw-Hill, Inc., New York, 1991
- /3/ Strojnotehnološki priročnik, Tehn. založba Slovenije, 1986
- /4/ B. Jönsson, S. Hogmark, Thin Solid Films 114 (1984) 257-269
- /5/ M.V. Swain, J. Menčík, Thin Solid Films, 253 (1994) 204-211

Miha Čekada, dipl. ing., dr. Peter Panjan
Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana