

Eksperimentalno mjerjenje nanotriboloških svojstava tankih filmova pretražnom mikroskopijom u modalitetu poprečne sile

Tomić, Martin

Master's thesis / Diplomski rad

2023

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Rijeka, Faculty of Engineering / Sveučilište u Rijeci, Tehnički fakultet**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:190:769319>

Rights / Prava: [Attribution 4.0 International](#)/[Imenovanje 4.0 međunarodna](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-05-20**



Repository / Repozitorij:

[Repository of the University of Rijeka, Faculty of Engineering](#)



SVEUČILIŠTE U RIJECI
TEHNIČKI FAKULTET

Diplomski sveučilišni studij strojarstva

Diplomski rad

**EKSPERIMENTALNO MJERENJE NANOTRIBOLOŠKIH
SVOJSTAVA TANKIH FILMOVA PRETRAŽNOM
MIKROSKOPIJOM U MODALITETU MJERENJA
POPREČNE SILE**

Rijeka, srpanj 2023.

Martin Tomić

0069080573

SVEUČILIŠTE U RIJECI
TEHNIČKI FAKULTET

Diplomski sveučilišni studij strojarstva

Diplomski rad

**EKSPERIMENTALNO MJERENJE NANOTRIBOLOŠKIH
SVOJSTAVA TANKIH FILMOVA PRETRAŽNOM
MIKROSKOPIJOM U MODALITETU MJERENJA
POPREČNE SILE**

Mentor: Prof. dr. sc. Saša Zelenika

Rijeka, srpanj 2023.

Martin Tomić

0069080573

IZJAVA

Sukladno Pravilniku o diplomskom radu, diplomskom ispitу i završetku diplomskih studija Tehničkog fakulteta u Rijeci, izjavljujem da sam samostalno izradio diplomski rad pod naslovom „Eksperimentalno mjerjenje nanotriboloških svojstava tankih filmova pretražnom mikroskopijom u modalitetu poprečne sile“ pod vodstvom mentora prof. dr. sc. Saše Zelenike i komentatora v. asist. dr. sc. Marka Perčića.

U Rijeci, lipanj 2023.

Martin Tomić

ZAHVALA

Zahvaljujem se mentoru prof. dr. sc. Saši Zeleniki i komentoru v. asist. dr. sc. Marku Perčiću na izdvojenom vremenu i velikoj pomoći pri izradi ovog diplomskega rada.

Zahvaljujem se obitelji, prijateljima i kolegama na neizmjernoj podršci tijekom studiranja i pisanja diplomskog rada.

Martin Tomić

Sadržaj

1. UVOD.....	1
2. EKSPERIMENTALNE METODE U TRIBOLOGIJI	3
2.1 Eksperimentalne metode na makro razini	3
2.2 Eksperimentalne metode mjerena na mikro razini	4
2.3 Eksperimentalne metode na nano razini	5
3. MIKROSKOPIJA ATOMISKIH SILA	8
3.1 Princip rada.....	9
3.2. Gredica	10
3.3 Vršak.....	11
4. KALIBRACIJA SONDE.....	14
4.1 Kalibracija normalne sile.....	14
4.2 Kalibracija poprečne sile	23
4.3 Varenbergov proračun	25
4.4. Sila adhezije.....	33
4.5. Usporedba nominalnih i stvarnih dimenzija osjetnika	38
5. TALOŽENJE MATERIJALA TANKIH FILMOVA.....	42
5.1 Taloženje pulsirajućim laserom.....	42
5.2 Taloženje atomskog sloja	43
6. REZULTATI EKSPERIMENTALNIH MJERENJA	45
6.1. Projekcija vrška sonde.....	45
6.2. Kalibracijska mjerena	50
6.3. Izmjerene sile i koeficijenti trenja	55
7. ZAKLJUČAK.....	64
LITERATURA	66
POPIS SLIKA	69
POPIS TABLICA.....	71
SAŽETAK.....	72
ABSTRACT	72

1. UVOD

Tribologija je znanstvena disciplina koja proučava fenomene na površinama u kontaktu između dva objekta koje se nalaze u relativnom gibanju. U tu znanstvenu disciplinu se može uvrstiti proučavanje trenja, trošenje materijala i učinci podmazivanja. Zadaća tribologije je pronaći najpovoljnije uvjete primjene kojima sprječava, ili donekle smanjuje, trenje i trošenje materijala, kroz eksperimentalna mjerena [1].

Tribologija je interdisciplinarna jer povezuje strojarstvo, kemiju, metalurgiju, fiziku i još mnoge druge znanstvene i tehničke discipline, a glavnu primjenu je našla u mehaničkim konstrukcijama gdje opisuje utjecaje trenja, trošenja kod kliznih elemenata, zupčanika i sl., pri obradi materijala gdje opisuje sredstva za hlađenje, materijale za alate, podmazivanje, te u znanosti o materijalima [1].

Tribologija, kao jedna od najstarijih znanstvenih disciplina, jedna je od najmanje razvijenih znanosti do danas, jer uključuje sve složenosti materijala koje se javljaju u kontaktu, te uslijed toga obuhvaća mnogo složenih eksperimentalnih metoda kojima se dobivaju fizikalni uvidi u ovaj složeni fizikalni fenomen [2].

Znanstvena disciplina poput tribologije je našla svoju primjenu kako u makrosvjetu, tako i na mikrorazini i nanorazini, pa se sukladno tome naziva i mikrotribologija i nanotribologija. Kako sve površine tehničkih elemenata i konstrukcija na mikrorazini i nanorazini imaju neizbjegno hrapavu površinu, fundamentalne pojave koje se javljaju u kontaktu između takvih dviju površina u jednoj dodirnoj točki (neravnini) obuhvaćaju prirodu efekta sile trenja. Istraživanjima na mikrorazini i nanorazini, eksperimentalnim metodama, dobivaju se temeljni uvidi u ponašanje materijala koje je onda potrebno modelirati skalirajućim učincima kako bi se mogli proširiti postojeći modeli ili dobiti nove spoznaje [3].

Mjerenja triboloških svojstava na mikrorazini i nanorazini, postala su moguća zbog razvoja uređaja površinskih sila (engl. „SFA“ – *Surface Force Apparatus*), mikroskopa atomskih sila (engl. „AFM“ – *Atomic Force Microscope* ili „SPM“ – *Scanning Probe Microscope*), te mikroskopa sile trenja (engl. „FFM“ – *Force Friction Microscope*) koja je jedna od metoda AFM-a kojima se dobivaju podaci o stanju površine materijala [3]. Ovi uređaji su omogućili eksperimentalni uvid u događaje na površini materijala u kontaktu i međusobnom relativnom gibanju, što ovisi o sili adhezije, trenju, trošenju te mehaničkim svojstvima materijala poput tvrdoće, modula elastičnosti, temperature kontakta, uvjetima podmazivanja, itd. Razvojem

MEMS/NEMS tehnologije, u takvim sustavima naglašeni su efekti sile adhezije, sile trenja, te pogotovo trošenja materijala zbog povećanja omjera površine i volumena promatranog objekta, jer taj omjer raste prilikom minijaturizacije [3].

U ovome diplomskome radu će se pobliže objasniti skalirajući učinci koji se javljaju, pomnije će se razmotriti nanotribologija i fenomeni trenja u nanopodručju i mikropodručju narinutih normalnih sila, provest će se eksperimentalna mjerena pomoću pretražnog mikroskopa s osjetnikom (engl. SPM – *Scanning Probe Microscope*) tipa Bruker Dimension Icon u Laboratoriju za precizno inženjerstvo i tehnologiju mikro- i nanosustava u sklopu Centra za mikro- i nanoznanosti i tehnologije Sveučilišta u Rijeci, te će se predstaviti i objasniti dobiveni rezultati izvršenih mjerena [4].

Prilikom izrade diplomskog rada dolazi do odstupanja od izrade zadanog zadatka. Odstupa se od izrade zadatka jer se traži da se eksperimentalna mjerena izvode s tri promjenjiva parametra što komplikira cijelu izradu. Tako zadani zadatak zahtjeva veliki napor kako bi se svaka promjenjiva varijabla pažljivo proučila, analizirala i korigirala. Za predviđeni vremenski period u kojem će se izraditi rad, donesena je odluka kako će se u izradi rada fokusirati na najdominantniju promjenjivu varijablu, normalnu silu. Ovom odlukom omogućeno je da se u zadanom vremenskom periodu za izradu rada posveti proučavanju i analiziranju dobivenih rezultata čime se pruža kvalitetnija razrada i analiza dijela zadatka, umjesto da se površno obrade sve promjenjive varijable.

2. EKSPERIMENTALNE METODE U TRIBOLOGIJI

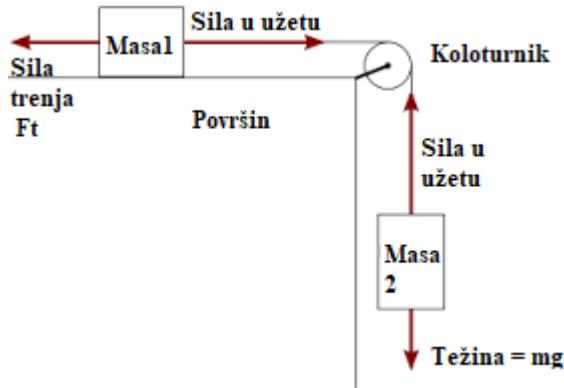
Eksperimentalne metode u tribologiji su metode kojima se promatraju fizikalni fenomeni na površini materijala u relativnom gibanju, pomoću čega se one mogu opisati i rastumačiti matematičkim modelima ili drugim metodama.

Prve primjene triboloških principa datiraju još od paleolitskoga doba, gdje su prvi ljudi koristili trenje kako bi stvorili vatu. Koristeći metodu pokušaja i pogreške ljudi su svakodnevno otkrivali nove tehnologije koje će im pomagati u svakodnevnome životu, te su ih tako promatrali i pokušavali objasniti zašto se određene pojave događaju na određeni način. Razvojem tehnologije, tribološka svojstva materijala se danas promatraju na tri razine: makro-, mikrorazini i nanorazini. Prvi eksperimenti su se provodili na makrorazini gdje su se različita sredstva za podmazivanje koristila za pomicanje većih tereta, kako bi se smanjilo trenje koristili su i kotač, itd. Razvojem tehnologije i sve preciznijih instrumenata, omogućena su istraživanja na manjim razinama kako bi se dobio uvid u temeljne principe koji su uzrok fenomenu na makrorazini, čime se omogućava bolje predviđanje i modeliranje triboloških učinaka na makrorazini [5].

Danas je tako poznato da tribološka svojstva materijala uključuju razna svojstva materijala, kao što su tvrdoća, čvrstoća, modul elastičnosti, itd. uz još mnoga druga svojstva koja djeluju na tribološki par, kao što je temperatura, podmazivanje, relativna vlažnost, itd [5].

2.1 Eksperimentalne metode na makro razini

Makro razina predstavlja razinu koja se mjeri u milimetrima ili na još većim skalamama. Na ovoj razini se mogu mjeriti sva svojstva materijala koji se koriste u industriji, dok se na drugim razinama još provode eksperimenti kako bi se ustanovili odgovarajući podaci koji će opisivati njihova tribološka svojstva. Za izvođenje eksperimentalnih mjerjenja, i dobivanje informacija o učincima sile trenja, na makroskali, koristi se uređaj nazvan tribometar. Tribometar je instrument koji mjeri tribološke veličine poput trošenja, koeficijenta trenja, te silu trenja između dviju površina u kontaktu. Jednostavan opis tribometra bi bilo da se s jedne strane koristi viseća masa, a s druge masa koja se nalazi na površini. Te su dvije mase međusobno povezane sustavom užeta i koloturnika kako je prikazano na Slici 2.1 [6].



Slika 2.1 Tribometar [6]

Kada je sustav u stanju mirovanja, koeficijent trenja μ , određuje se povećavanjem viseće mase 2, do trenutka kada masa 1 ne krene klizati po površini. Tada se primjenom standardne formule može izračunati sila trenja [6]:

$$F_t = \mu \cdot N \text{ [N]} \quad (2.1.1)$$

Gdje je:

- N – normalna sila [N]

- F_t – sila trenja [N].

2.2 Eksperimentalne metode mjerena na mikro razini

Eksperimentalnim metodama se određuju tribološka svojstva materijala na mikrometarskoj skali. Na mikro razini, sile kojima se ispituju svojstva materijala su znatno manja od onih na makro skali, tj. u rasponu su μN .

Za provođenje eksperimentalnih mjerena na mikrorazini može se, između ostalih uređaja, koristiti i nanoindenter (ili nanoutiskivač). Nanoindenter, proizvođača Keysight Technologies, koji se nalazi u Laboratoriju za precizno inženjerstvo i tehnologiju mikro- i nanosustava, je najprecizniji uređaj na svijetu za provođenje mehaničkih eksperimenata na mikrometarskoj razini [7]. Instrument je dinamički i toplinski izoliran od okoline što poboljšava mjerena u

modalitetu poprečne sile, LFM modu. Za ispitivanje sile trenja na površinama uređaj ima razlučivost od 2 mN, te može narinuti maksimalnu bočnu silu od 500 mN (Slika 2.2). Mjerenja s malim silama omogućuju dobivanje topologije površine tako da se sonda utisne u površinu uzorka, i njenim prolaznjem po površini se stvara 3D slika topologije na računalu [7].



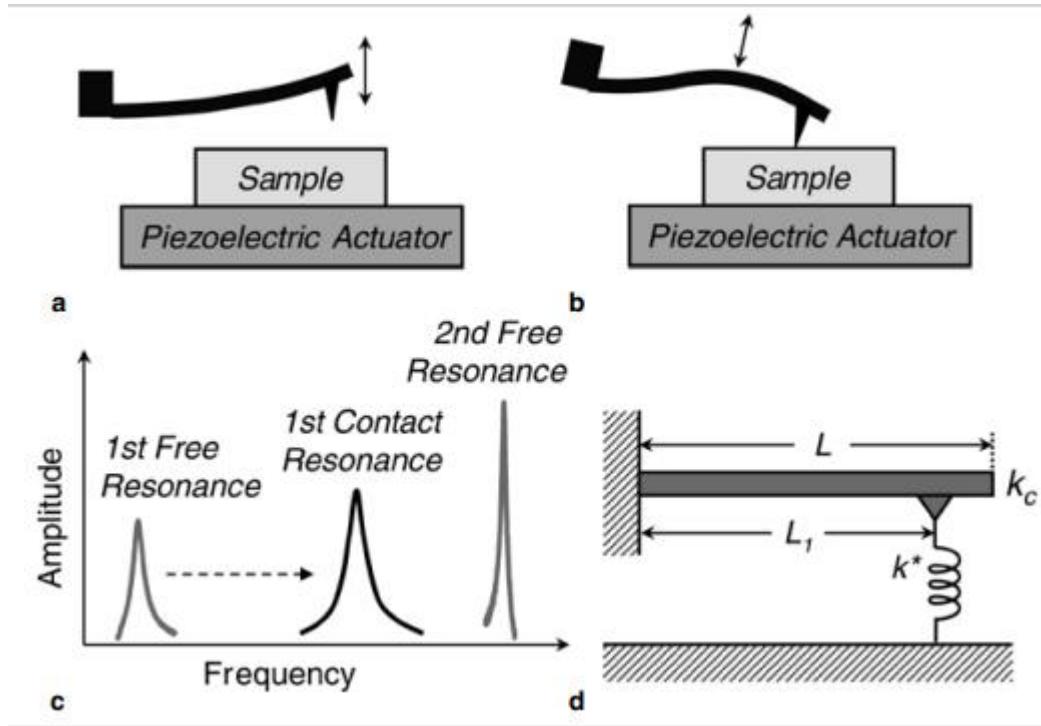
Slika 2.2 Nanoindenter Keysight G200 [8]

Pomoću ovog uređaja moguće je određivanje, osim sile i koeficijenta trenja, odrediti i kritično opterećenje nakon kojeg dolazi do plastične deformacije površine [8].

2.3 Eksperimentalne metode na nano razini

Porastom razvoja tehnologije za proizvodnju uređaja na nanorazini potrebno je odrediti i kakva se svojstva pojavljuju na tim skalama. Iz toga razloga pokušava se pronaći metoda ispitivanja materijala koja je ne samo nedestruktivna, nego i koja će pokazati adekvatne rezultate koji će se moći koristiti pri eventualnom naknadnom skaliranju na mikrorazinu i makrorazinu.

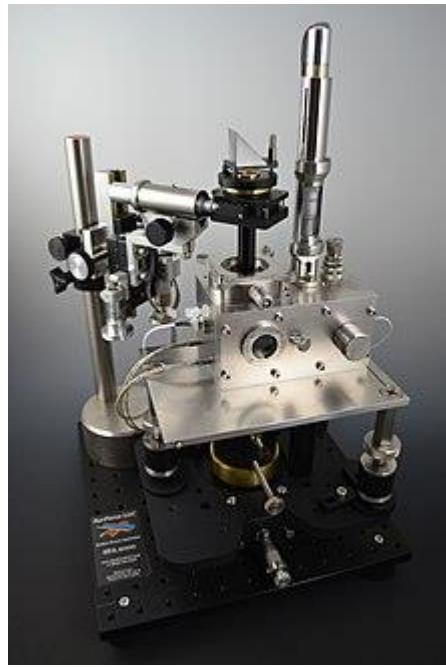
Jedna od tih metoda je metoda kontaktno-rezonantne spektroskopije. To je metoda kojom se provodi ispitivanje sile adhezije između tankih filmova i podloga na kojima se oni nalaze. Također, tom je metodom moguće odrediti i lokalnu krutost materijala zbog promijene vibracije gredice koja se koristi za ispitivanje. To se sve provodi AFM uređajem (Slika 2.3) [9].



Slika 2.3 Koncept rezonantnog mjerjenja [9]

Gornji lijevi (a) dio Slike 2.3 prikazuje kako se sonda nalazi u zraku, a pomicne se pomoću piezoelektričnog aktuatora koji se nalazi između gredice i mjerenoj materijala. Slika 2.3 b prikazuje kada se gredica nalazi u dodiru s materijalom. Na c dijelu se može vidjeti rezonantni spektar. Prva kontaktno-rezonantna frekvencija je kada je gredica u zraku, zatim kada se nalazi u dodiru s materijalom, pa je samim time i amplituda veća, ali je manja od treće kada je gredica opet slobodna. Slika 2.3 d prikazuje geometriju gredice koja služi za ispitivanje, i prikazuje duljinu gredice koja je s jedne strane uklještena, te ima krutost k_c [9].

Eksperimentalna mjerena se također provode na SFA (Surface Force Apparatus) instrumentu (Slika 2.3). Ovim instrumentom mjeri se interakcija sila između dviju površina, kada se one približavaju i udaljavaju jedna od druge, koristeći interferometriju s više zraka kako bi se pratilo odvajanje površine te izravno mjerila kontaktna površina te se promatra površinska deformacija u zoni kontakta [10].



Slika 2.4 SFA instrument [10]

Instrument koristi piezoelektrične aktuatorne za precizno pozicioniranje i optičku interferometriju za mjerjenje udaljenosti između površina. Koristeći ove elemente, omogućena je razlučivost mjerjenja udaljenosti od $0,1\text{ nm}$ i mjerjenje sile do 10^{-8} N [10].

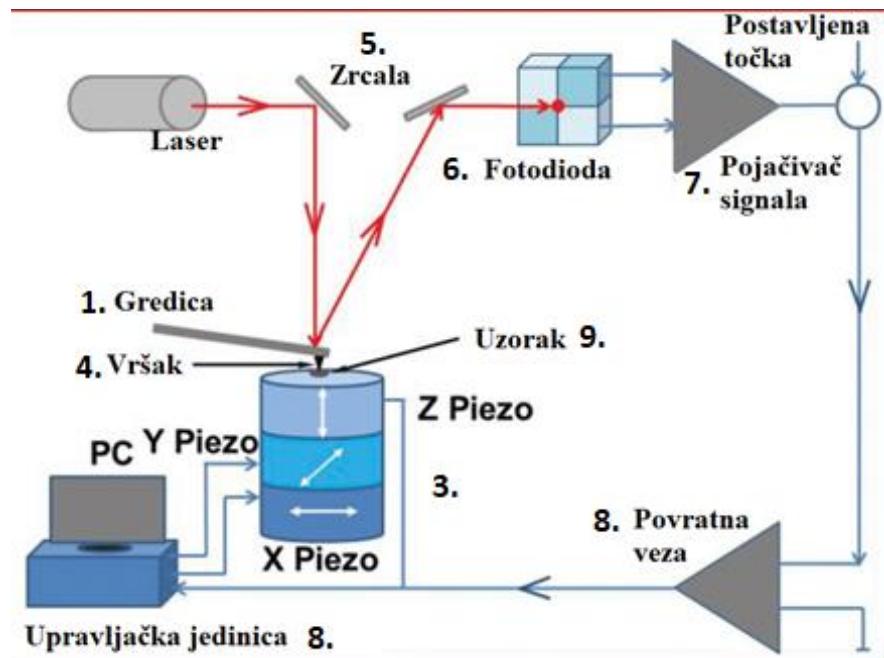
Eksperimentalna mjerena izvršena u sklopu ovog diplomskog rada su rađena, pak, na AFM uređaju te će ta eksperimentalna metoda biti podrobnije opisana u nastavku rada.

3. MIKROSKOPIJA ATOMISKIH SILA

Mikroskopija atomskih sila ili AFM, podvrsta je mikroskopije koja se izvršava pretražnom sondom SPM. Ovom metodom je moguće postići razlučivost reda veličine nanometra, što daje rezultate i do 1000 puta bolje od optičke mikroskopije. Informacije se dobivaju „dodirivanjem“ površine mehaničkim osjetnikom. Pomoću preciznog piezoelektričnog aktuatora se dobivaju točni i precizni pomaci, koji se pomoću računala pretvaraju u informacije poput topografije površine [3].

AFM uređaj se sastoji od nekoliko bitnih dijelova (Slika 3.1):

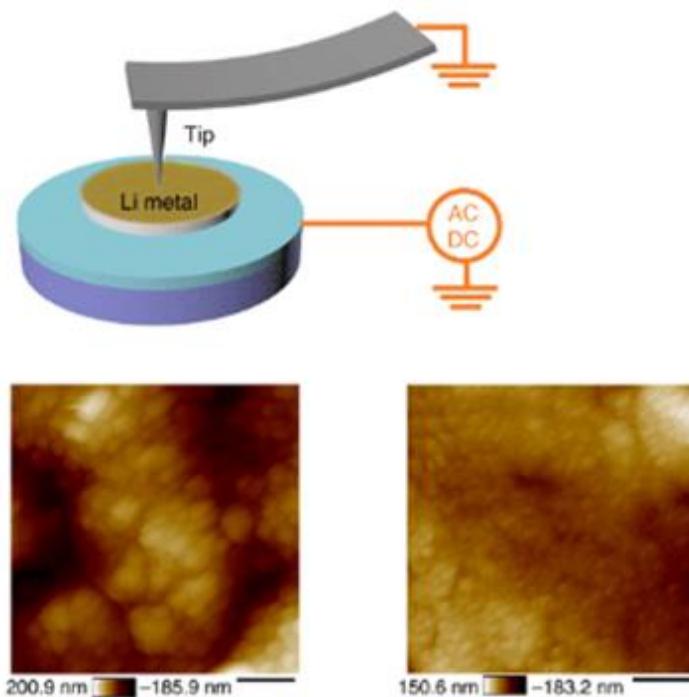
1. gredica
2. potpora za gredicu
3. piezoelektrični aktuator
4. vršak
5. zrcala
6. fotodioda
7. pojačivač signala
8. upravljačke jedinice s povratnom vezom
9. uzorak za skeniranje



Slika 3.1 Pojednostavljeni prikaz dijelova AFM-a [11]

3.1 Princip rada

Princip rada AFM-a se temelji na interakciji između promatranog uzorka i sklopa koji čine gredica i vršak, pri čemu se često taj sklop naziva i osjetnikom (sonda), Slika 3.2. AFM osjetnik stupa u kontakt sa supstratom rasterskim gibanjem pri čemu obavlja funkciju pretraživanja (skeniranja) površine. Pomicanje sonde gore, dolje i s jedne strane na drugu skenira se površina uzorka, a to se sve prati laserskom zrakom koja se reflektira sa stražnje strane gredice. Reflektirani laserski snop se prati fotodetektorm koji prati bočno i vertikalno gibanje osjetnika. Osjetljivost detektora se mora kalibrirati nanometarskom točnošću kako bi gibanje osjetnika odgovaralo naponu koji se mjeri detektorima [12].



Slika 3.2 Prikaz rada AFM-a [13]

Na Slici 3.2, lijeva topologija prikazuje kako izgleda folija litija nakon ciklusa punjenja-pražnjenja elektrolitima, a desna topologija prikazuje spoj grafit flourida, litij flourida i litija [13].

Osim dobivanja topografije uzorka, moguće je mjeriti i druga svojstva te ih prikazati kao sliku. Moguće je mjeriti mehanička svojstva kao što su čvrstoća prianjanja i krutost materijala, ili električna svojstva poput električne vodljivosti i površinskog potencijala promatranog uzorka.

3.2. Gredica

Gredica, je pravokutna greda koja na svome kraju sadrži vršak. U kontaktnom modalitetu rada AFM-a, osjetnik mora reflektirati laser koji pogađa njenu gornju stranu bez da ošteće površinu promatranog uzorka. Prilikom korištenja tapping modaliteta, u kojem sonda oscilira i vrhom dodiruje površinu, koriste se osjetnici u obliku pravokutnika. Najčešća metoda za otkrivanje pomaka osjetnika je pomoću fotodioda koje prate odbijanje laserskog snopa s površine osjetnika, tj. gredice [14].

Najčešći materijali za izradu gredica su dijamant, silicij Si i silicijev nitrid Si_3N_4 . Gredice izrađene od silicijeva nitrida su u pravilu gredice koje su mekše, te čija konstanta krutosti je manja od drugih gredica. Na krutost gredice utječu i dimenzije. Što je gredica kraća to je kruća ekvivalentno tome, što je gredica duža, ona je fleksibilnija, odnosno njezina karakteristika krutosti je manja. Krutost za pravokutne gredice se može izračunati prema izrazu (3.1) [14]:

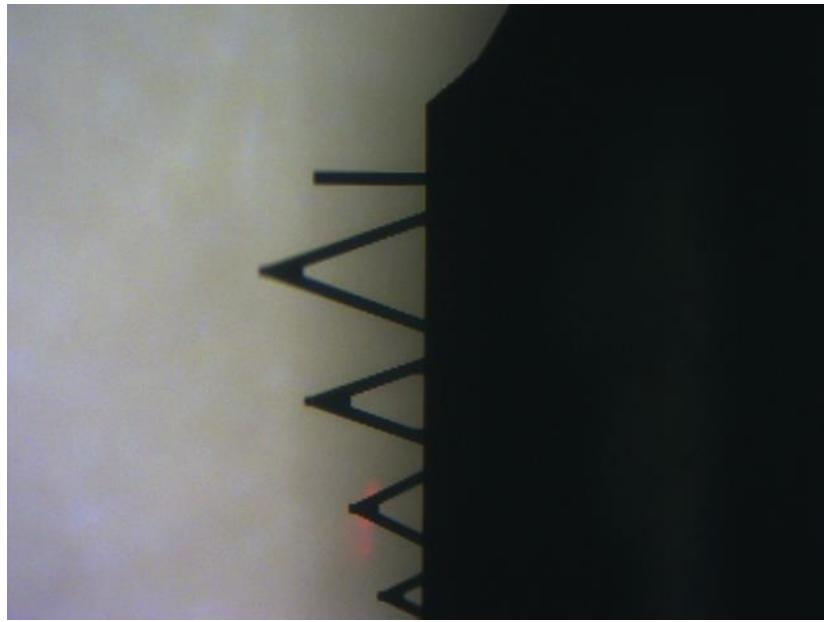
$$k = \frac{E \cdot w \cdot t^3}{4 \cdot L^3} \text{ [N/m]} \quad (3.1)$$

gdje je:

- k – koeficijent krutosti gredice [N/m]
- w – širina gredice [m]
- t – debljina gredice [m]
- L – duljina gredice [m]
- E – Young-ov modul elastičnosti materijala od kojeg je gredica izrađena [N/m²]

U pravilu, koeficijent krutosti gredice je dan od strane proizvođača, ali postoji velika mogućnost odstupanja od danih vrijednosti uslijed proizvodnog procesa [14].

Dvije najčešće vrste geometrija gredica koje se koristi kod AFM-a su trokutasta i pravokutna gredica. Prikaz tih dviju najčešćih vrsta se može vidjeti na Slici 3.3 dobivenoj pomoću mikroskopa atomskih sila. Na toj Slici vidi se prikaz nosača s MSNL-10 (engl. *Micro Silicon Nitride Lever*) gredicama različitih geometrija [15]. Prva gredica na Slici 3.3 je MSNL-10B te je ona pravokutnoga oblika, dok su ostale gredice trokutastog oblika.



Slika 3.3 MSNL-10 gredice

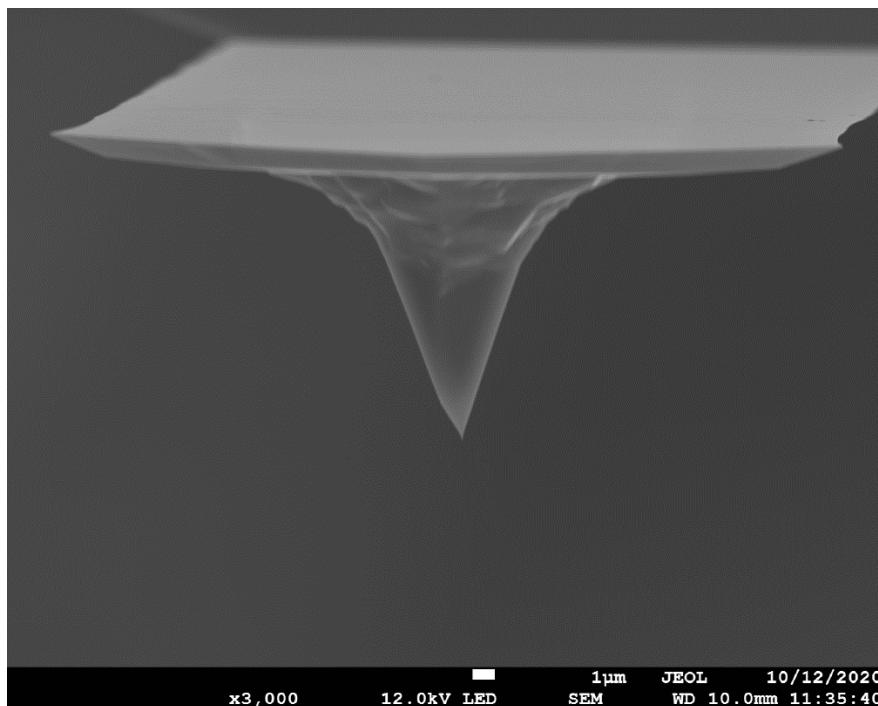
Gredica i vršak se u pravilu izrađuju od istoga materijala, pri čemu se vršak zna dodatno obložiti s dodatnim materijalom. Također, gredica se ponekad sa stražnje strane obloži sa zlatom ili aluminijem kako bi se pojačala refleksija lasera od poleđine gredice [14, 15]. U ovome radu će se koristiti više različitih gredica kako bi se istražio raspon sila u normalnom smjeru koje se mogu dobiti njihovim korištenjem.

3.3 Vršak

Vršak AFM-a je u pravilu izrađen od silicijeva nitrida ili silicija. Iako se vrh ne mora izrađivati od istoga materijala kao i gredica, to nosi svoje prednosti. Osjetnik izrađen od silicija može biti izrađen tako da bude oštar, dok se sonda izrađena od silicijeva nitrida se u pravilu manje troši zbog dobrih mehaničkih svojstava poput visoke čvrstoće i visoke otpornosti na lom [16]. Jedan od materijala koji se često još koristi za izradu gredica, i vrhova, tj. osjetnika u cijelosti je dijamant. Prednosti dijamanta su otpornost na trošenje i stabilnost strukture prilikom skeniranja uzorka [17].

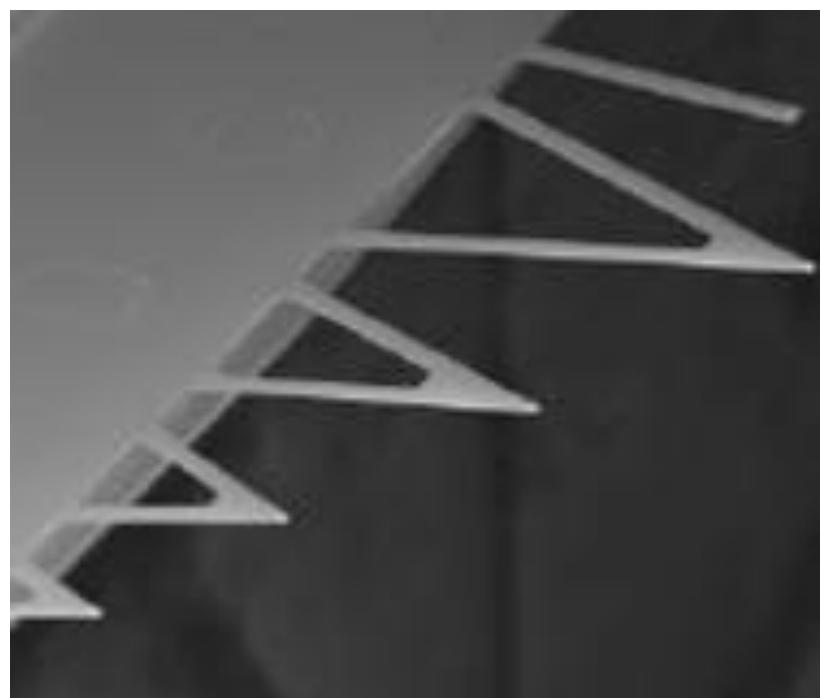
Vršci (Slika 3.4) imaju mogućnost prevlačenja materijalima poput kobalta ili platine, pa čak i zlatom. Različiti materijali poboljšavaju različita mjerena, pa tako kobalt i platina mogu poboljšati električna ili magnetska mjerena, dok se zlato koristi kada je potrebno provesti

kemijska ili biološka mjerenja. Kada vrh skenira površinu uzorka, polumjer vrška mora biti manji od veličine mjerjenih površinskih značajki kako bi se one mogle pravilno odrediti. To znači da vršak koji ima zakrivljenost manju od površinskih značajki, točnije iscrtava topografiju jer skenira svaku značajku. U slučaju kada je polumjer zakrivljenosti vrha veća od površinskih značajki, značajke će se činiti većima nego što one to jesu u stvarnosti [15, 17].

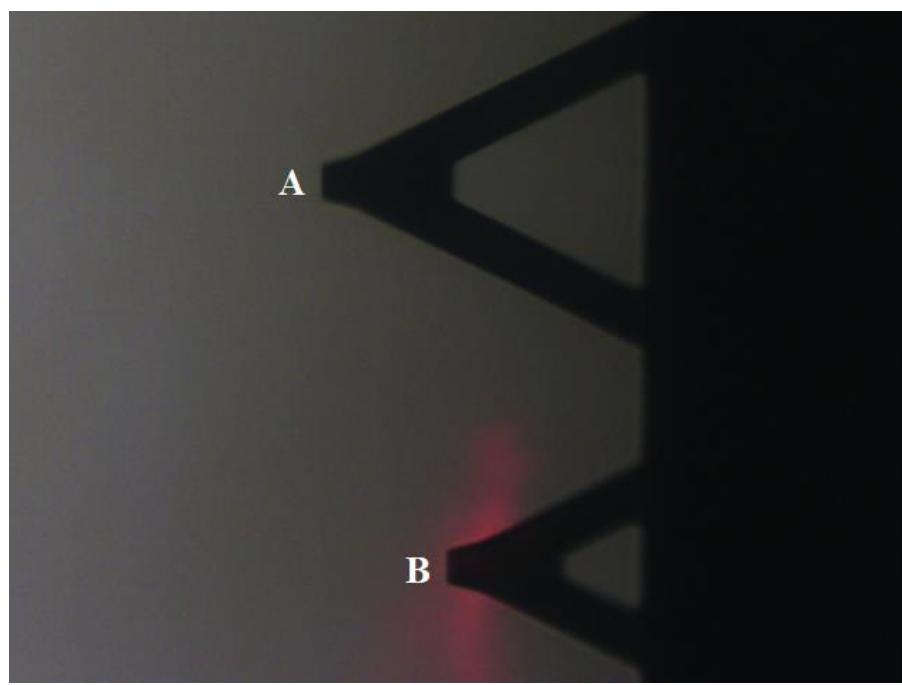


Slika 3.4 Šiljasti vrh sonde

Za potrebe ovog diplomskog rada, koristit će se više osjetnika za ispitivanje triboloških svojstava materijala. Osjetnici koji će se koristiti su proizvedeni od strane tvrtki Bruker, Opus i Nanosensors [15, 18, 19]. Osjetnici koje se koriste, a proizveo ih je Bruker, su trokutaste gdje je vršak šiljast, a njegova geometrija je trostrana piramida. Stražnja strana gredice je prevučena zlatom kako bi se poboljšala refleksija lasera, a cijela sonda je izrađena od silicijeva nitrida. Koristit će se dvije Brukerove sonde i to one komercijalne oznake MSLN-10E i MSLN-10F [15] koje su prikazane na Slikama 3.5 i 3.6. Slika 3.5 prikazuje raspored gredica na nosaču i može se vidjeti kako jedan nosač može sadržavati više osjetnika za skeniranje. Svaka sonda je drukčija. Sonde se razlikuju ne samo po geometriji, već i po vlastitim frekvencijama te koeficijentu krutosti. Moguća razlika je i da s obzirom da jedan nosač može sadržavati više osjetnika, ti se osjetnici mogu koristiti i predviđeni su za provođenje različitih mjerjenja.



Slika 3.5 MSLN-10 nosač sa osjetnicima [15]



Slika 3.6 Fotografija osjetnika MSLN-10E (A) te MSLN-10F (B) dobivena mikroskopom na AFM uređaju korištenom u diplomskom radu

4. KALIBRACIJA SONDE

Nakon što su u prethodnom poglavlju objasnili se utjecaji različitih materijala koji se koriste pri izradi osjetnika te mogućnost izrade različitih oblika osjetnika, u ovoj cjelini diplomskog rada će se objasniti utjecaj pravilne kalibracije osjetnika.

Doista, zbog novih trendova koji zahtijevaju da proizvodi budu što manji, lakši, te jeftiniji za proizvesti, dolazi do promjene u tehnologijama proizvodnje i to od konvencionalnih do tehnologija koje se temelje na korištenju silicija kao glavnog materijala. Samim time potrebno je opisati mikroelektromehanička svojstva MEMS uređaja na skali na kojoj se oni koriste.

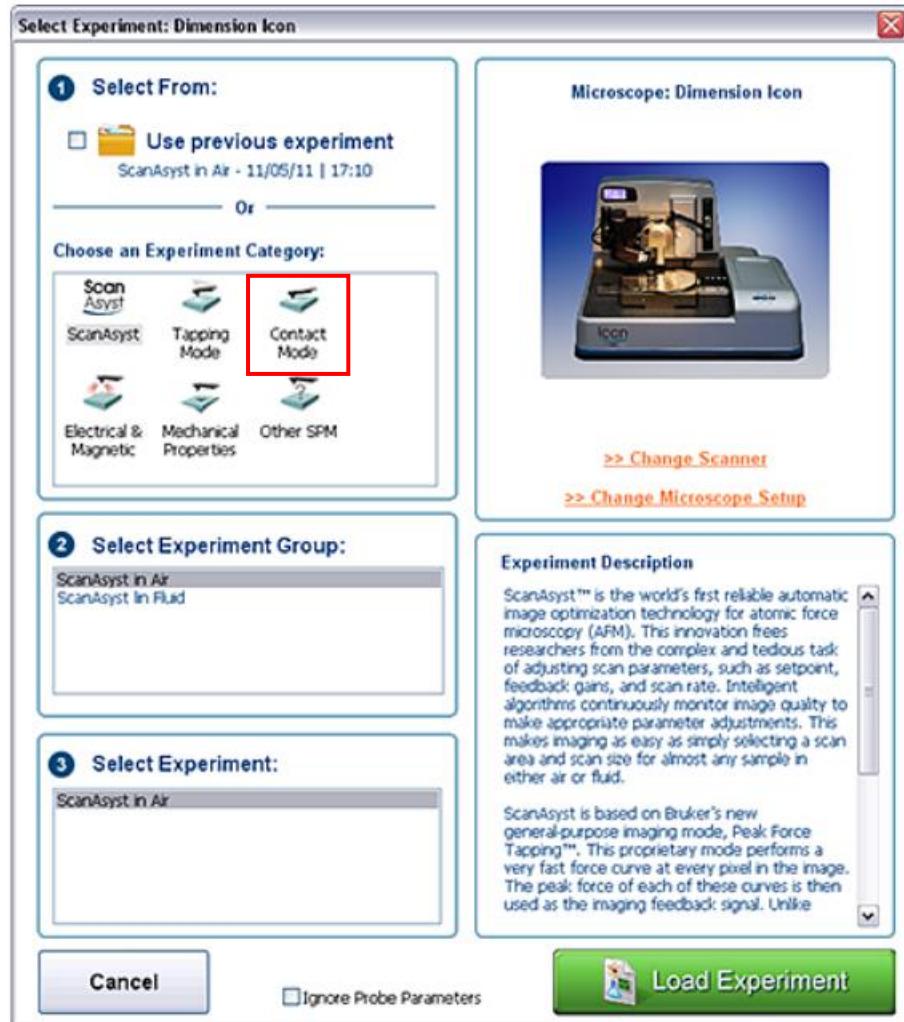
Kako je u uvodu rečeno, sile koje djeluju na makrorazinama se razlikuju od onih koje djeluju na mikrorazinama i nanorazinama. Iz tog razloga puno više se promatra djelovanje sila adhezije i kapilarnost materijala. Kako bi se proizvodi mogli koristiti na ovdje promatranim skalamama, potrebno je provesti eksperimentalna mjerena koja će ih prihvatljivo opisati. U nastavku ovoga poglavlja će se opisati kalibracija normalne poprečne krutosti i osjetljivost gredica spomenutih u prijašnjem poglavlju.

4.1 Kalibracija normalne sile

Najveći problem koji se javlja kod kalibracije normalne sile je to što se ona očituje kao produkt krutosti i osjetljivosti [19]. Iz tog razloga potrebno je odraditi nekoliko koraka prije nego se dobije vrijednost normalne krutosti koja će se dalje koristiti za dobivanje poprečne sile, a samim time i drugi podaci kojima bi se mogla opisati tribološka svojstva ispitivanih materijala.

U ovom diplomskom radu, eksperimentalna mjerena se odvijaju pomoću Nanoscope programa. Nanoscope program osmisnila je tvrtka Bruker koja je ne samo proizvela AFM uređaj Dimension Icon, nego proizvodi i gredice pomoću kojih se rade eksperimentalna mjerena, te druge znanstvene uređaje [20].

Prilikom pokretanja Nanoscope programa pojavljuje se prozor u kojem se odabire mjerena. Za potrebe ovog diplomskog rada odabrat će se metoda kontaktnog mjerena. Prozor odabira se može vidjeti na Slici 4.1.

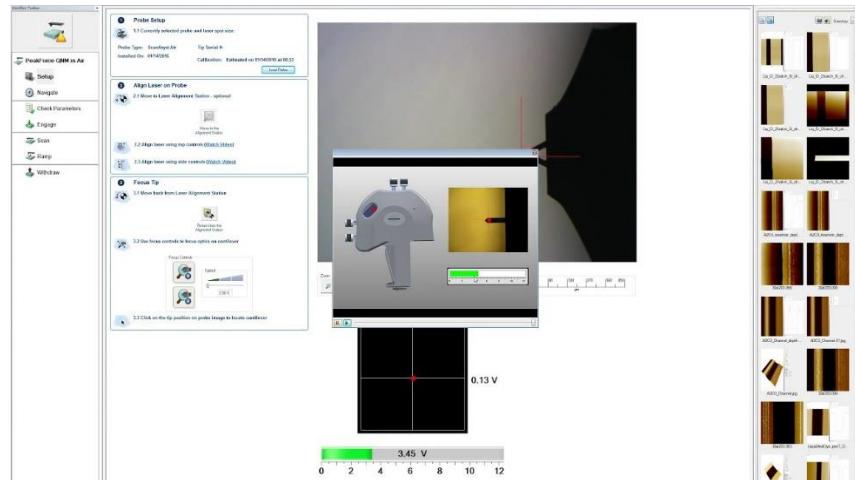


Slika 4.1 Nanoscope program [21]

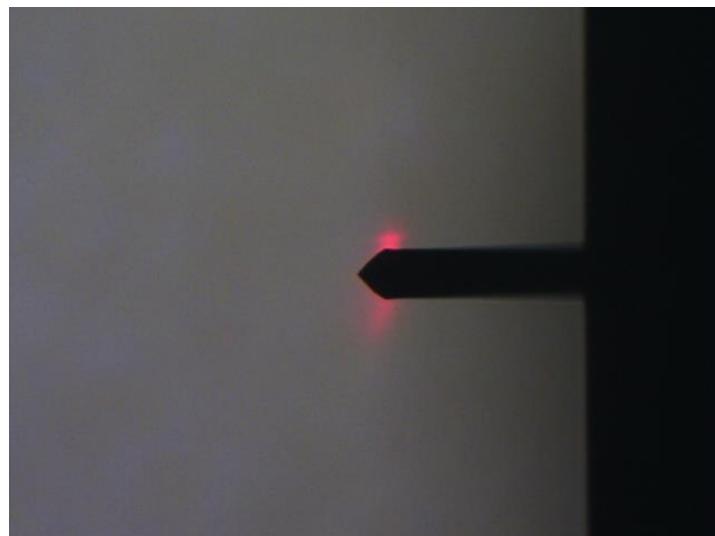
Prilikom pokretanja odabranoga modaliteta rada, prikazuje se sljedeći prozor koji se može vidjeti na Slici 4.2. Kad se pojavi taj prozor odabire se „setup“ opcija kojom se omogućuje postavljanje referentnog materijala koji služi za dobivanje krutosti gredice i njene osjetljivosti. Pomoću tih faktora se dobiva normalna krutost gredice koja kasnije služi za dobivanje poprečne sile, ali i za točno određivanje narinute normalne sile na uzorak [21].

Nakon što se odabrala pravilna gredica, idući korak za pravilnu kalibraciju je postavljanje laserskog snopa na takav način da se što više svjetlosti reflektira sa stražnje površine gredice osjetnika, na fotodiodu. Na slici 4.2 vidi se kako se pomoću kamere unutar glave mikroskopa pomiče i namješta laserski snop svjetlosti na stražnju stranu gredice. Na slici 4.3 vidi se pak, prikaz kako izgleda trenutak kada se laserski snop namjesti na sjenu gredice koja se koristi prilikom podešavanja kalibracije normalne krutosti. Na slici 4.4 se može vidjeti dio Nanoscope

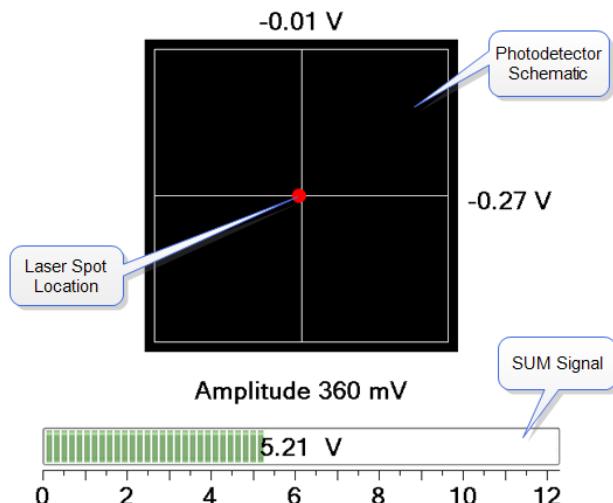
programa koji služi za dobivanje sume signala koji se dobije pomoću refleksije laserskog snopa te namještanjem fotodioda.



Slika 4.2 Odabir i postavljanje gredice [22]

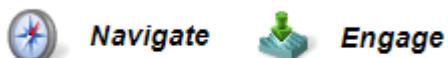


Slika 4.3 Postavljanje lasera na sjenu gredice



Slika 4.4 Zbroj signala lasera i fotodiode [22]

Nakon podešavanja lasera, na takav način da navedeni zbroj signala bude što veći, odabire se opcija „Navigate“. Pomoću te opcije glava mikroskopa se pomiče do uzorka kojega će se skenirati. Uz to, mora se namjestiti drugi pogled kamere koji pada na gredicu. Taj pogleda namješta se na takav način da se vrh gredice najjasnije vidi. To služi da prilikom pokretanja skeniranja, gredica bude u kontaktu s površinom. Mora se također osigurati odabir prave (željene) površine, jer ako se radi o nekom prozirnom uzorku poput stakla, postoji mogućnost da se „prođe“ kroz željeni uzorak i fokusiramo se na podlogu ispod njega. Jednom kada je snop pravilno namješten, moguće je započeti skeniranje uzorka, te dobivanje vrijednosti za normalnu krutost gredice. Naredbom „Engage“ započinje se proces skeniranja površine promatranog uzorka te je moguće započeti s dobivanjem parametara preko kojih se dobije normalna krutost. Na Slici 4.5 vidi se prikaz izgleda naredbi navigate i engage [21].

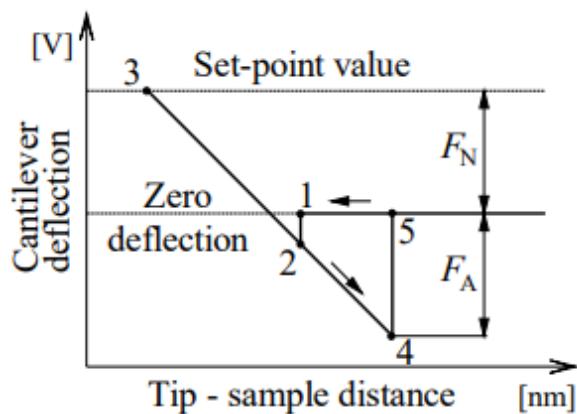


Slika 4.5 Naredbe nanoscope programa [21]

Jednom kada je započelo skeniranje, odabire se naredba „Ramp“. Pomoću ove naredbe dobiva se graf gredice na kojemu se vidi trenutak kada je gredica došla u kontakt s površinom uzorka. Piezoaktuator pritišće gredicom uzorak, zatim prestaje pritiskati i odmiče gredicu. Trenutak

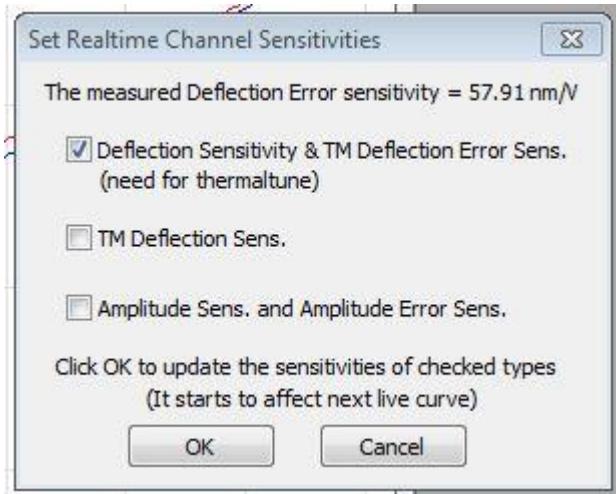
kada gredica prestaje biti u kontaktu s površinom na grafu nije na istom mjestu kao i kada je kontakt inicijalno ostvaren. To se zbiva zbog sile adhezije čiji utjecaj se povećava što više su manje okolne dimenzije. Na Slici 4.6 se može vidjeti shematski prikaz krivulje sila – udaljenost uzorka [21].

Na shematskome prikazu se može vidjeti pet karakterističnih točaka. U prvoj fazi procesa se dostiže točka 1. U toj točci vrh gredice prilazi promatranome uzorku. Tada se, vidi nagli skok u točku 2. U toj točci sile adhezije djeluje na vršak i privlači ga, te gredica dolazi u kontakt s površinom uzorka. Dalnjim spuštanjem gredice dolazi se u točku 3. Na tome putu povećava se sila pritiska na uzorak, gredica se savija te se dobiva već unaprijed određena maksimalna vrijednost sile. Povratkom gredice, sila pritiska se smanjuje, prolazi se opet kroz točku 2 u kojoj se ne događa odvajanje zbog djelovanja sile adhezije. Osjetnik se dodatno odmiče, ali vrh ostaje u kontaktu sve do točke 4. Kada se dođe do točke 4, vršak se naglo odvaja od površine i dolazi se u točku 5 kada gredica se vraća u nulti položaj, tj. prestaje biti savijena. Vrijednost sile adhezije se može dobiti kao razlika vrijednosti sile između točaka 4 i 5 [23].



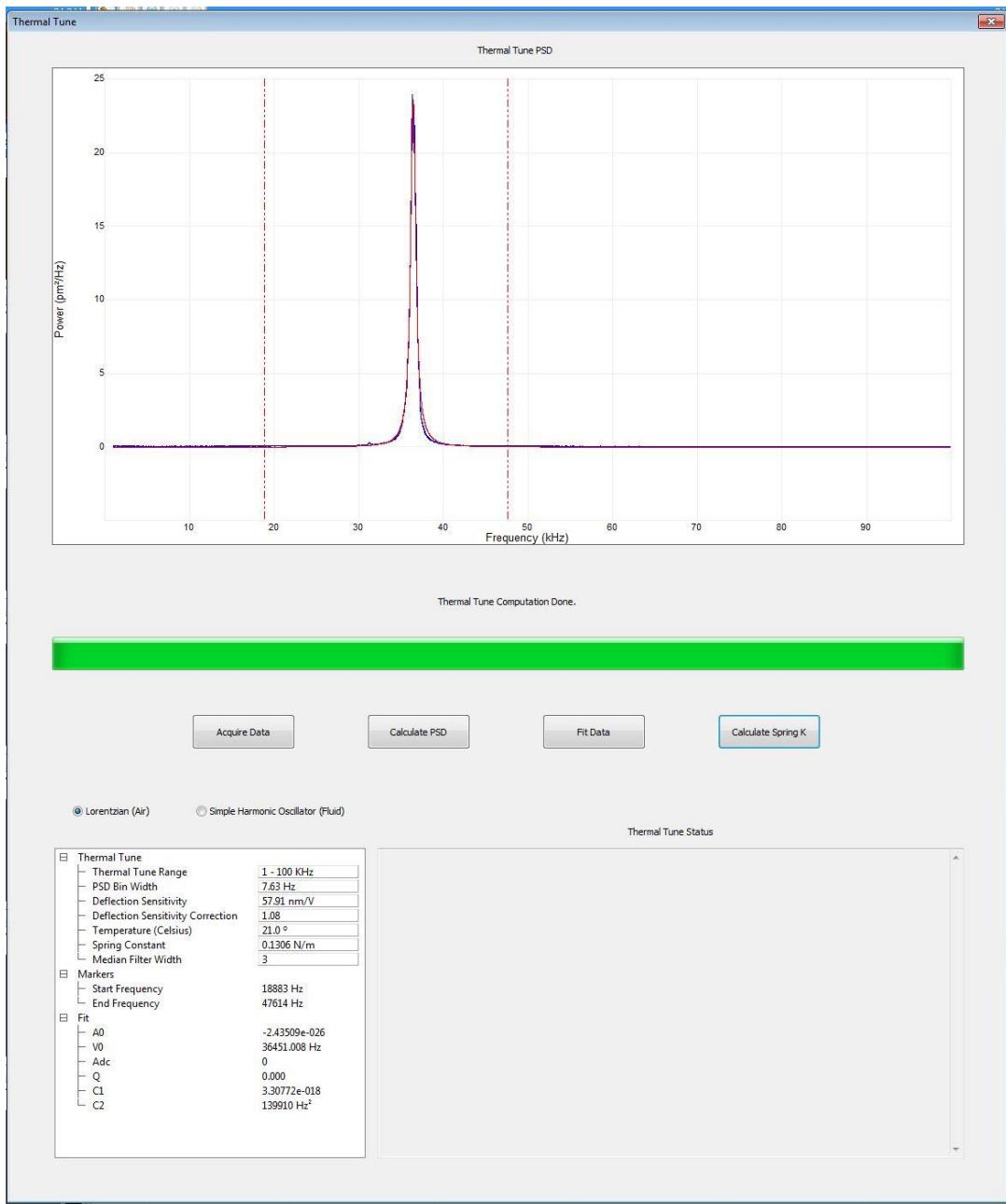
Slika 4.6 Shematski prikaz grafa sila - udaljenost uzorka [23]

Jednom kada se se završi opisani proces, moguće je dobiti osjetljivost gredice. Prilikom ovog procesa, piezoaktuatoru se mijenja dolazni napon, od 1-12 V. Trenutak kada je gredica započela kontakt s površinom uzorka, napon na piezoaktuatoru se povećava do 12 V i zatim se smanjuje. Na računalu se dobiva graf koji prikazuje vrijednost savijanja gredice po 1 V napona na piezoaktuatoru. Za potrebe ovog diplomskog rada, skenirano je osam različitih gredica, od kojih je svaka različitih mehaničkih svojstava te različitih proizvođača. Na Slici 4.7 se vidi prikaz osjetljivosti skenirane gredice MSNL-10E koju proizvodi tvrtka Bruker.



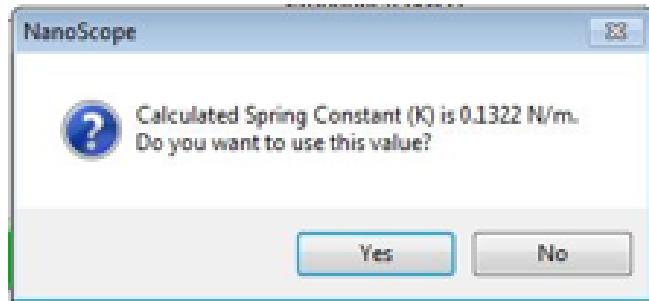
Slika 4.7 Osjetljivost gredice MSNL-10E

Za kraj kalibracije normalne krutosti gredica, potrebno je odraditi naredbu „*Thermal Tune*“. Za odrađivanje ovoga dijela, potrebno je koristiti naredbu „*Withdraw*“ koja služi kako bi se gredica odvojila od površine uzorka. Pritiskom na „*Thermal Tune*“ naredbu otvara se novi prozor u kojem je moguće odabrati raspon frekvencija u kojemu će se vršiti ispitivanje konstante krutosti gredice. Prikaz *thermal tune* prozora se može vidjeti na Slici 4.8 [21]. Proces se vrši na takav način da se ispituje mehaničko ponašanje gredice na toplinski šum. Ovom metodom mjere se oscilacije gredice u vremenu. Iz vremenske domene, program tada uzima vrijednosti i pretvara ih u raspon frekvencija u kojima gredica oscilira [24].



Slika 4.8 Thermal tune MSNL-10E gredice

U tom je procesu važno paziti u kakvom mediju se nalazi gredica. Ako se nalazi u vodi, tada će se odabratи „Fluid“ opcija, a ako je gredica u zraku tada se odabire „Lorentzian“ mod. Kada su postavljeni svi potrebni parametri, pritisne se naredba „Acquire Data“. Dalje se postave markeri oko skoka kao što je prikazano na Slici 4.8, stisne se „Calculate PSD“, ti podaci se postavljaju na skok te se pritisne zadnja naredba koja omogućava izračun koeficijenta krutosti gredice. Slika 4.9 prikazuje konstantu krutosti gredice MSNL-10E [23].



Slika 4.9 Izračuna konstana krutosti MSLN-10E gredice Nanoscope-om

Kada su dobiveni svi potrebni parametri, osjetljivost gredice i njena karakteristika krutosti, pomoću jednostavne gdje se pomnože ta dva parametra, moguće je dobiti normalnu krutost gredica [21].

$$k_N \left[\frac{N}{V} \right] = s \left[\frac{m}{V} \right] \cdot k \left[\frac{N}{m} \right] \quad (4.1)$$

gdje je:

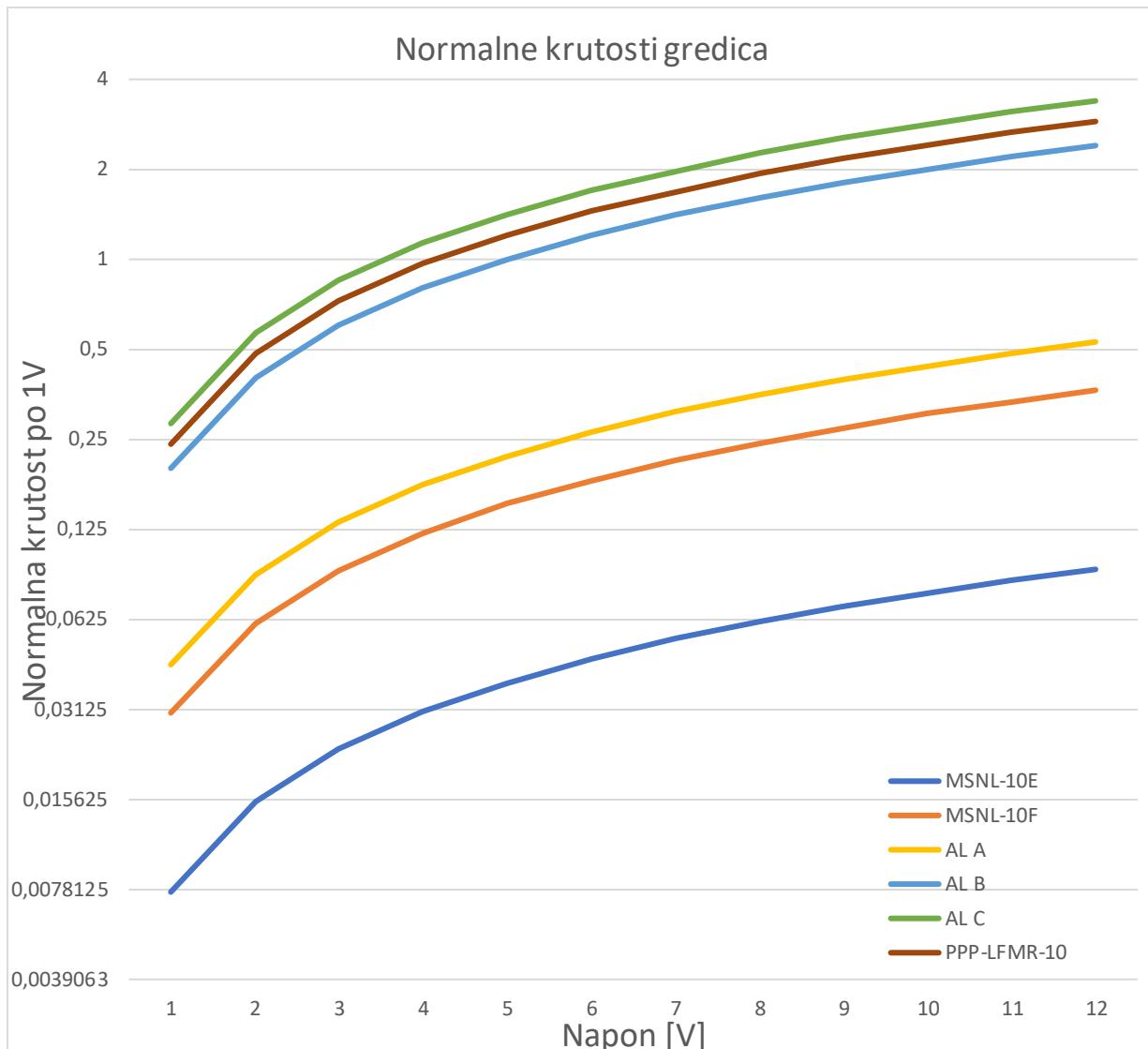
- k_N – normalna krutost gredice izražena u njutnima po voltu [N/V]
- s – osjetljivost gredice izražena u nanometrima po voltu [m/V]
- k – koeficijent krutosti gredice izražena u njutnima po metru. [N/m]

Budući da piezoaktuator radi na naponu do 12 V, u konkretnom je slučaju bilo potrebno dobivenu normalnu krutost gredica pomnožiti s 12 V kako bi se dobila normalna sila koja djeluje na gredicu. Za potrebe odabira odgovarajućih osjetnika kojima će se ispitivati sila trenja na mikrorazini i nanorazini napravila su se mjerenja na osam različitih osjetnika. Za svaki osjetnik se napravio ramp dijagram iz kojeg je očitana osjetljivost gredice, nadalje napravljen je thermal tune proces pomoću kojeg se dobiva vrijednost koeficijenta krutosti gredica. Idući korak je da se za svaku gredicu napravi mjerjenje kolikom silom ona grebe po površini uzorka u normalnom smjeru za svih 12 V kojima se upravlja piezoaktuator. Prikaz rezultata dobivenih za svih osam gredica može se vidjeti u tablici 4.1.

Tablica 4.1 Raspon mogućih normalnih sila za različite geometrije gredica

Napon piezoaktivatora [V]	Normalna sila gredica [μN]							
	MSNL - 10E	MSNL - 10F	4XC- NN	Aio – Al A	Aio – Al B	Aio – Al C	Aio – Al D	PPP – LFMR – 10
1	0,007	0,030	5,15	0,044	0,200	0,282	1,547	0,240
2	0,015	0,060	10,3	0,088	0,400	0,564	3,095	0,481
3	0,022	0,091	15,45	0,132	0,600	0,846	4,643	0,722
4	0,030	0,121	20,6	0,176	0,800	1,129	6,191	0,963
5	0,038	0,152	25,75	0,220	1,000	1,411	7,739	1,204
6	0,045	0,182	30,9	0,264	1,200	1,693	9,2872	1,445
7	0,053	0,212	36,05	0,308	1,400	1,976	10,835	1,686
8	0,061	0,243	41,2	0,352	1,600	2,258	12,382	1,927
9	0,068	0,273	46,35	0,397	1,800	2,540	13,930	2,168
10	0,076	0,304	51,5	0,441	2,000	2,823	15,478	2,409
11	0,084	0,334	56,65	0,485	2,201	3,105	17,026	2,650
12	0,091	0,365	61,8	0,529	2,401	3,387	18,574	2,891

U tablici 4.1 je moguće vidjeti normalnu силу којом сonda pritišće površinu uzorka pri svakom voltu set-point vrijednosti piezoaktivatora. Pomoću krutosti gredica, dobila se normalna sila koja je potrebna kako bi se dalje moglo napraviti eksperimentalno mjerjenje poprečne sile. Za potrebe diplomskog rada odabrane su gredice Aio – AL A i Aio – AL B iz jednostavnog razloga da one pokrivaju dovoljno široki spektar sila izraženih u mikronjutnima [μN]. Također, na dijagramu na Slici 4.10 moguće je vidjeti logaritamsku ovisnost dobivenih vrijednosti krutosti gredica, odnosno, kako je dano u tablici 4.1, odgovarajuće sile koje je moguće dobiti kada se napon na piezoaktivatoru povećava, pri čemu na horizontalnoj osi se nalazi napon kojim se upravlja piezoaktivator, a na vertikalnoj osi se nalaze vrijednosti normalne krutosti po voltu.



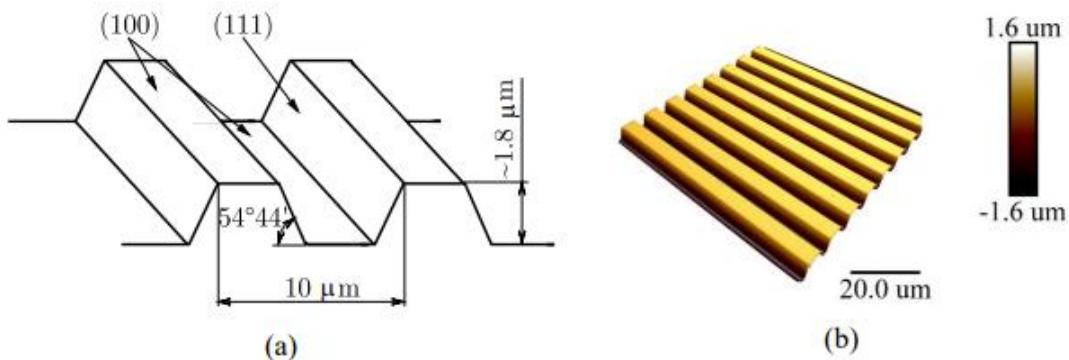
Slika 4.10 Logaritamski prikaz raspona mogućih normalnih sila za razne testirane gredice

4.2 Kalibracija poprečne sile

Kalibracija poprečne sile osjetnika predstavlja najvažniji aspekt kvantitativne mikroskopije sile trenja. Postoji nekoliko metoda za kalibriranje poprečne krutosti osjetnika, a neke od njih su [25]:

- kalibracija pomoću kalibracijskog uzorka,
- kalibracija dodavanjem poznate mase gredici,
- kalibracija pomoću referente sonde s poznatom krutošću
- kalibracija preko određivanja krutosti gredice numeričkom metodom.

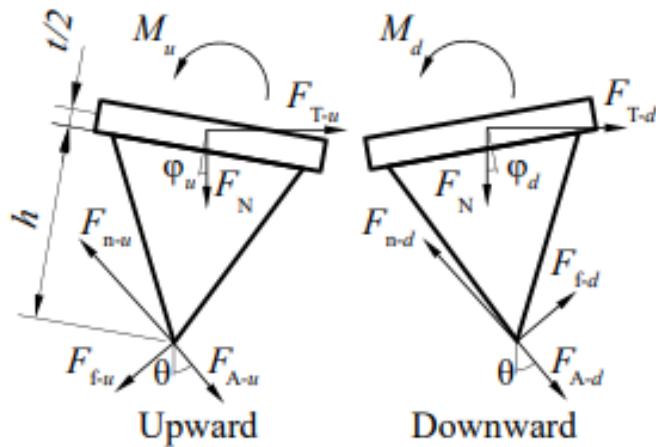
Za izradu diplomskog rada, odabrane su dvije gredice, Aio – Al A i Aio – Al B. Odabrane gredice, kako je spomenuto u prošlome potpoglavlju pokrivaju široki spektar normalne sile te će se koristiti za daljnju kalibraciju. Postupak kalibracije poprečne sile pomoću kalibracijskog uzorka vrlo je sličan postupku kalibracije normalne krutosti. Pri pokretanju Nanoscope programa se odabire kontaktni mod, ali sada se odabire opcija „*Lateral Force*“. Dalje se podešavaju laser i fotodioda tako da zbroj njihovih signala daje najveći mogući napon. Nakon što se podešavanje gredice namjestilo, slijedi pokretanje, odnosno započinje spuštanje gredice do uzorka i dolazak u dodir s njegovom površinom. Kalibracija se vrši na TGF11 uzorku. TGF11 uzorak ima trapezoidnu površinu prikazanu Slici 4.11 [25].



Slika 4.11 Shematski prikaz (a) i stvarna topologija TGF11 uzorka (b) [25]

Za dobivanje poprečne krutosti, a samim time kasnije i bočne sile gredice, gredica se mora gibati na takav način da je njena putanja okomita na uspone i padove topologije TGF11 uzorka. To znači da se prilikom kalibracije, gredica koja je pritisnuta određenom silom koja se u Nanoscope programu definira opcijom „*Set point*“, pomiče tako da vršak osjetnika okomito prolazi po stranici orientacije 111, kao što je to prikazano na Slici 4.11 a. Vršak se uzastopno podiže na stranicu 100, spušta se po stranici 111, i opet prolazi po stranici 100. Na isti način se vraća u početni položaj. Za kalibraciju je dovoljno da osjetnik prođe preko 2 doline i 2 brijega. Na Slici 4.12 se može vidjeti prikaz svih sila i momenata koje djeluju na vršak osjetnika koji se koristi prilikom skeniranja topologije uzorka [25].

Vidljivo je kako na vršak djeluje normalna sila F_N , orientirana prema dolje, vučna sila F_T , koja djeluje transverzalno, sila adhezije F_A , sila trenja F_T i reakcijska normalna sila F_n . Zbog sila adhezije, trenja i reakcijske normalne sile, na gredici se javlja torzijski moment [25].



Slika 4.12 Reakcijske sile i momenti na vršku osjetnika prilikom mjerjenja [25]

Poput svakog eksperimenta, iza njega stoji proračun koji se pokušava dokazati. Tako je i u ovdje promatranom slučaju. Skupljajući sve bitne informacije, od dimenzija osjetnika, pa do pripadajućih koeficijenata krutosti i sl. pokušava se dobiti vrijednost prosječne sile trenja na površini ispitivanog materijala. Kako bi se pomoću eksperimenta moglo zaključiti jesu li dobiveni rezultati dobri ili ne, potrebno je to dokazati kroz matematički proračun. U tu je svrhu korišten rad iz literature naslovljen M. Varenberg, et al.: „*An improved wedge calibration method for lateral force in atomic force microscopy*“ [26].

4.3 Varenbergov proračun

Prema Varenberg-ovom radu mjerjenje kontaktne sile nije primaran zadatak AFM-a, jer zahtjeva kompleksnu kalibraciju poprečne i normalne sile. Za dobivanje vrijednosti normalne sile, potrebni su savojna krutost osjetnika i sila adhezije, pri čemu se može pretpostaviti da je sila adhezije jednaka sili odvajanja sonde od podloge [26].

Kalibracija poprečne sile pomoću kalibracijskog uzorka može se izvesti na dva načina. Direktno ili u dva koraka. Direktna metoda zahtjeva da se gredica optereti momentom, te se analizira kontaktni odziv koji se mjeri na površini podloge. Metoda u dva koraka uključuje kalibraciju torzijskog kuta gredice u radijanima, koji se javlja zbog poprečne sile koja djeluje na vršak osjetnika, te torzijsku krutost osjetnika. Ovom metodom moguće je pretvoriti kut torzije u poprečnu силу [26].

Prema Varenberg-ovom radu, a kako je vidljivo na Slici 4.12, treba promatrati dva slučaja. Kada osjetnik skenira u smjeru prema gore, i kada se on vraća. Uzimajući to u obzir, na vršak osjetnika u svakome trenutku djeluje kontaktna sila F_N , sila adhezije F_A , i sila trenja F_f . Te sile moraju biti u ravnoteži s opterećenjem L , silom F_T i momentom torzije M [26].

Kako vršak osjetnika kliže po površini, sve sile su u ravnoteži i ovise o smjeru kretanja sonde. Kada se osjetnik kreće prema gore, tada se u smjeru y osi javljaju sile čija se ravnoteža može opisati izrazom [24]:

$$F_{T-u} \cdot \cos \theta - L \cdot \sin \theta - F_{f-u} = 0 \quad (4.2)$$

gdje je:

- θ – kut nagiba površine [rad]
- F_{T-u} – sila u središtu poprečnog presjeka vrška osjetnika [nN]
- L – sila opterećenja [nN]
- F_{f-u} – sila trenja prema gore [nN]

U smjeru osi z, sile koje djeluju su također u ravnoteži koje se može opisati kao [26]:

$$-F_{T-u} \cdot \sin \theta - L \cdot \cos \theta - F_{N-u} - F_{A-u} = 0 \quad (4.3)$$

gdje je:

- F_{T-u} – sila u središtu poprečnog presjeka vrška osjetnika [nN]
- L – sila opterećenja [nN]
- F_{N-u} – sila trenja u smjeru osi z [nN]
- F_{A-u} – sila adhezije [nN]

Kako je potrebno odrediti jednadžbu ravnoteže kada se sonda kreće prema gore, tako treba postaviti jednadžbe ravnoteže kada se ona vraća. Jednadžbe ravnoteža za y-os i z-os kada se sonda kreće prema dolje glase [26]:

$$F_{T-d} \cdot \cos \theta - L \cdot \sin \theta + F_{f-d} = 0 \quad (4.4)$$

$$-F_{T-d} \cdot \sin \theta - L \cdot \cos \theta + F_{N-d} - F_{A-d} = 0 \quad (4.5)$$

gdje je:

- F_{T-d} – sila u središtu poprečnog presjeka vrška osjetnika [nN]
- L – sila opterećenja [nN]
- F_{f-d} – sila trenja po y-osi [nN]
- F_{N-d} – sila trenja po z-osi [nN]
- F_{A-d} – sila adhezije [nN]

Ako se pretpostavi kako je sila trenja $f = \mu N$, pri čemu je μ konstanta, a sila adhezije u oba smjera jednaka u rasponu od N_u do N_d , tada se iz jednadžbi (4.2) i (4.3) dobije sila kada osjetnik pretražuje krećući se prema gore, a izraz za silu tada glasi [26]:

$$F_{T-u} = \frac{L \cdot \sin \theta + \mu \cdot (L \cdot \cos \theta + A)}{\cos \theta - \mu \cdot \sin \theta} \text{ [N]} \quad (4.6)$$

Korištenjem jednadžbi (4.4) i (4.5) moguće je izračunati silu na vršku osjetnika kada se on vraća, tj. kada se kreće prema dole [26]:

$$F_{T-d} = \frac{L \cdot \sin \theta - \mu \cdot (L \cdot \cos \theta + A)}{\cos \theta + \mu \cdot \sin \theta} \text{ [N]} \quad (4.7)$$

Idući korak koji se mora napraviti je postaviti jednadžba ravnoteže momenata koji se javljuju oko vrška osjetnika. Kada se osjetnik kreće prema gore, jednadžba glasi [26]:

$$M_u + L \cdot \left[R \cdot \sin \theta - \left(h - R + \frac{t}{2} \right) \cdot \varphi_u \right] - F_{T-u} \cdot \left(R \cdot \cos \theta + h - R + \frac{t}{2} \right) = 0 \text{ [Nm]} \quad (4.8)$$

Jednadžba kada se osjetnik giba prema dolje glasi [26]:

$$M_d + L \cdot \left[R \cdot \sin \theta - \left(h - R + \frac{t}{2} \right) \cdot \varphi_d \right] - F_{T-d} \cdot \left(R \cdot \cos \theta + h - R + \frac{t}{2} \right) = 0 \text{ [Nm]} \quad (4.9)$$

gdje je:

- R – radijus vrška osjetnika [nm]
- h – visina vrška [nm]
- t – debljina gredice [nm]
- F_T – sila koja se javlja u središtu vrška [N]
- M – moment torzije [Nm]
- φ – kut torzije [rad]

Odnos između momenta torzije i kuta torzije se može opisati pomoću sljedeće jednadžbe [26]:

$$\varphi = \frac{M \cdot l}{G \cdot W_p} \text{ [rad]} \quad (4.10)$$

gdje je:

- l – duljina gredice osjetnika [m]
- G – modul smicanja [N/m²]
- W_p – polarni moment otpora [Nm/rad]

Dalnjom transformacijom gornjih jednadžbi, dobivaju se nove momentne jednadžbe za osjetnik u oba smjera gibanja [26]:

$$M_u + L \cdot R \cdot \sin \theta - F_{T-u} \cdot \left(R \cdot \cos \theta + h - R + \frac{t}{2} \right) = 0 \text{ [Nm]} \quad (4.11)$$

$$M_d + L \cdot R \cdot \sin \theta - F_{T-d} \cdot \left(R \cdot \cos \theta + h - R + \frac{t}{2} \right) = 0 \text{ [Nm]} \quad (4.12)$$

Glavni cilj ove analize je određivanje odnosa između poprečne sile na vršku osjetnika dok on skenira ravnu površinu, i rezultirajućeg momenta M koji se mjeri pomoću AFM modula na računalu preko kuta torzije gredice osjetnika. Izmjereni izlazni napon M_o , pri čemu indeks „o“ označava moment mjerjen u voltima, povezan je s momentom M preko kalibracijske konstante β , te njihova veza glasi $\beta \cdot M_o = M$. Kalibracijska konstanta β je produkt svih faktora koji se nalaze u sustavu. Kombinacijom jednadžbi (4.2) i (4.11) kada je kut nagiba $\theta = 0$, dobiva se, uz kalibracijsku konstantu α u njutnima po voltu [N/V], jednadžba za silu trenja po ravnoj površini [26] :

$$F_f^{flat} = F_T^{flat} = \frac{M^{flat}}{h + \frac{t}{2}} = \alpha \cdot M_o^{flat} \text{ [N]} \quad (4.13)$$

$$\alpha = \frac{\beta}{h + \frac{t}{2}} \text{ [N/V]} \quad (4.14)$$

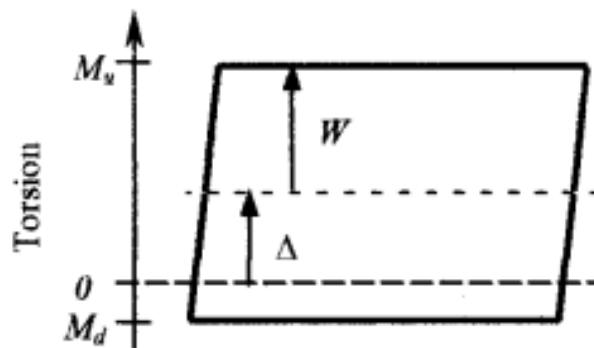
Kalibracijska konstanta α pretvara moment izražen u voltima M_o u silu trenja F_f^{flat} . Zbog izgleda vrška koji može biti u obliku piramide i u obliku kuglice, potrebno je kalibracijsku konstantu α odrediti zasebno. U ovom diplomskom radu su se koristili osjetnici s vrškom u obliku piramide pa se za takav vršak može pretpostaviti da je njegova visina puno veća od njegovog polumjera, $h \gg R$ [26].

U skladu s tom pretpostavkom te koristeći jednadžbe (4.11) i (4.12), dobivaju se jednadžbe momenta torzija za oba smjera skeniranja [26]:

$$M_u = F_{T-u} \cdot \left(h + \frac{t}{2} \right) [\text{Nm}] \quad (4.15)$$

$$M_d = F_{T-d} \cdot \left(h + \frac{t}{2} \right) [\text{Nm}] \quad (4.16)$$

Torzijska petlja predstavlja jedan ciklus dobivanja momenta torzije kada osjetnik pretražuje u smjeru prema gore po površini, te kad se vraća u početni položaj, odnosno kada skenira površinu prema dolje. Torzijska petlja prikazana je Slikom 4.13, a odgovarajuća jednadžba glasi [26]:



Slika 4.13 Torzijska petlja [26]

$$W = \frac{M_u - M_d}{2} [\text{Nm}] \quad (4.17)$$

gdje je:

- W – polovica širine petlje [Nm]

Eksperimentalno, zbog odstupanja signala, razlike između otklona signala i signala torzije, pa čak i male neusklađenosti lasera u odnosu na fotodiodu, nije moguće odrediti točnu nulu torzijskog signala. Iz toga razloga se postavlja pomak od petlje Δ , kao što je to prikazano na slici 4.13 [26]:

$$\Delta = \frac{M_u + M_d}{2} \text{ [Nm]} \quad (4.18)$$

gdje je:

- Δ – pomak od petlje [Nm]

Kako se izlazni napon veže uz kalibracijsku konstantu β , tako se i stvarna polovica širine petlje i pomak od petlje mogu okarakterizirati pomoću kalibracijske konstante $\beta \cdot W_o = W$ i $\beta \cdot \Delta_o = \Delta$ [26].

Korištenjem gore opisane kalibracijske površine s ravnim i kosim površinama uzorka TGF11, gdje je pomak torzijske petlje jednak nuli na ravnoj površini, može se ispraviti netočno izmjereni pomak torzijske petlje Δ_o^* , tako što se od njega oduzima pomak torzijske petlje na ravnoj površini Δ_o^{flat} . Ovim postupkom se dobiva točan pomak torzijske petlje $\Delta_o = \Delta_o^* - \Delta_o^{flat}$ [26].

Nadalje, supstitucijom jednadžbi (4.6), (4.7), (4.14), (4.15) i (4.16) u jednadžbu (4.17), dobiva se novi izraz [26]:

$$\frac{\mu \cdot (L + F_A \cdot \cos \theta)}{\cos^2 \theta - \mu^2 \cdot \sin^2 \theta} = \frac{W}{h + \frac{t}{2}} = \alpha \cdot W_o \quad (4.19)$$

Istim postupkom supstitucija, iz jednadžbe (4.18), s korekcijom $\beta \cdot (\Delta_o^* - \Delta_o^{flat}) = \Delta$, dobiva se izraz [26]:

$$\frac{\mu^2 \cdot \sin \theta \cdot (L \cdot \cos \theta + F_A) + L \cdot \sin \theta \cdot \cos \theta}{\cos^2 \theta - \mu^2 \cdot \sin^2 \theta} = \frac{\Delta}{h + \frac{t}{2}} = \alpha \cdot (\Delta_o^* - \Delta_o^{flat}) \quad (4.20)$$

Idući korak je da se jednadžbe (4.20) i (4.19) podijele. Rezultat tog dijeljenja je kvadratna jednadžba kojom će se dobiti nepoznati koeficijent μ . Kvadratna jednadžba koja se dobije, glasi [26]:

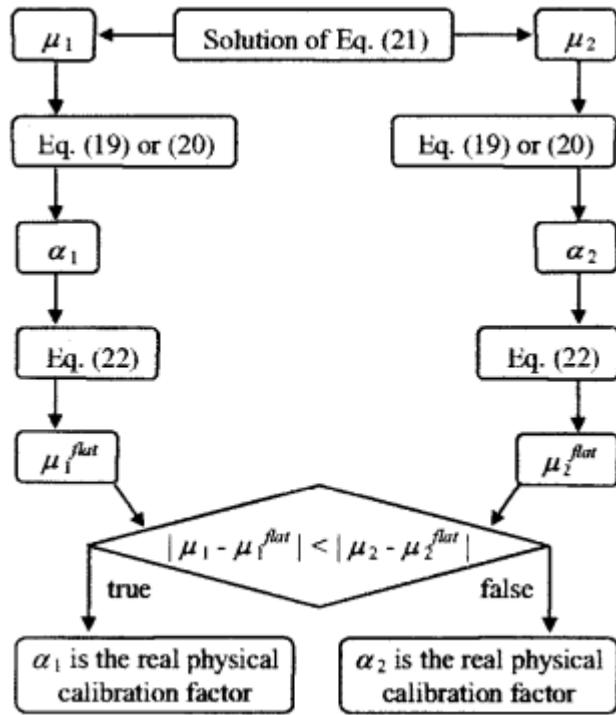
$$\sin \theta \cdot (L \cdot \cos \theta + F_A) \cdot \mu^2 - \frac{\Delta_o^* - \Delta_o^{flat}}{W_o} \cdot (L + F_A \cdot \cos \theta) \cdot \mu + L \cdot \sin \theta \cdot \cos \theta = 0 \quad (4.21)$$

U kvadratnoj jednadžbi (4.21) se nalazi poznati nagib površine, potrebne za kalibraciju poprečne krutosti, θ u radijanima, opterećenje L , sila adhezije F_A , izmjereni stvarni pomak torzijske petlje ($\Delta_o^* - \Delta_o^{flat}$), i polovica širine torzijske petlje W_o . Rješavanjem jednadžbe (4.3.20) dobiti će se dva moguća rješenja koja predstavljaju koeficijent trenja μ za poznati nagib. Iako postoje dva rješenja, samo jedno je točno. Točno rješenje će biti manje vrijednosti od $\frac{1}{\tan \theta}$, a u protivnome se, kada se koeficijent trenja μ uvrsti u jednadžbe (4.19) i (4.20), dobiva negativna kalibracijska konstanta α . U slučaju kada obje vrijednosti μ zadovoljavaju uvjet: $\mu < \frac{1}{\tan \theta}$, za dobivanje odgovarajuće kalibracijske konstante α_i , koristi se metoda prikazana na Slici 24 [26].

Alternativna metoda pokazuje da, nakon što se pomoću kvadratne jednadžbe (4.21) dobiju koeficijenti trenja μ_1 i μ_2 , oni se uvrste u jednadžbe (4.19) i (4.20). Nakon što se koeficijenti trenja uvrste u odgovarajuće jednadžbe, njihovim rješavanjem dobiti će se dvije kalibracijske konstante, α_1 i α_2 . One se uvrštavaju u jednadžbu (4.22) [26].

$$\mu^{flat} = \frac{\alpha \cdot W_o^{flat}}{(L + F_A)} \quad (4.22)$$

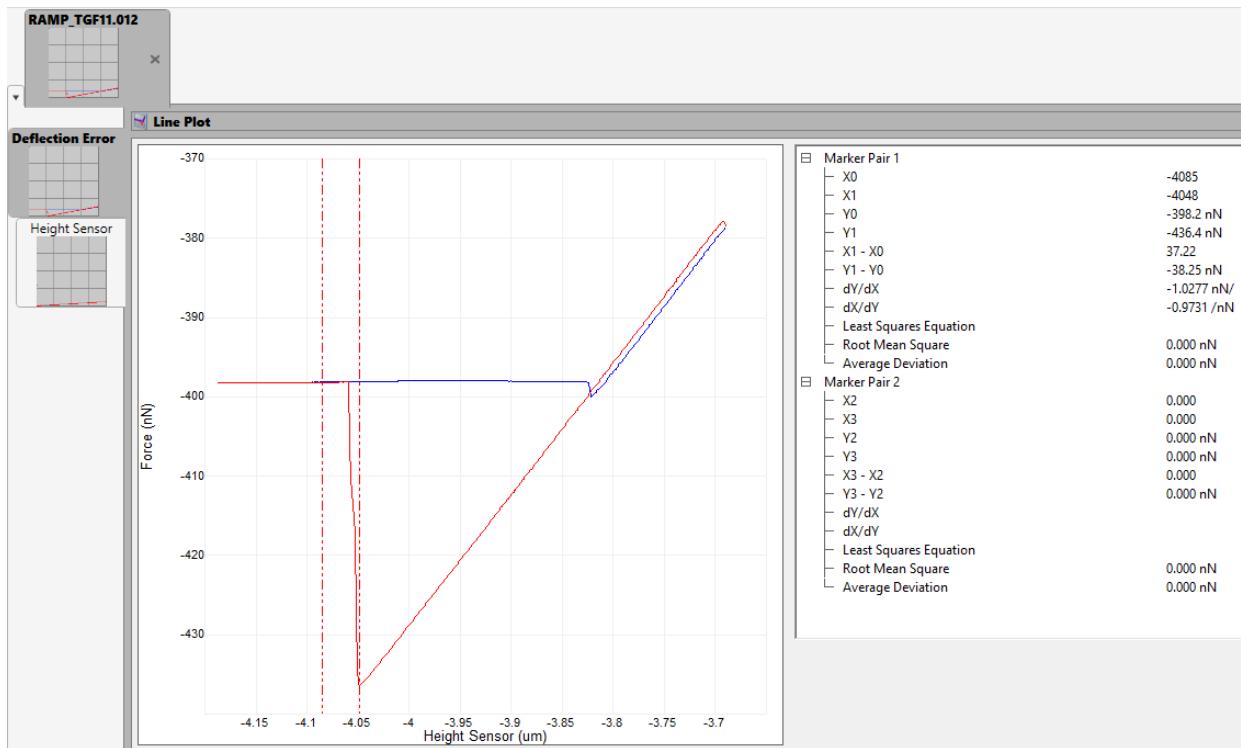
Rješavanjem jednadžbe (4.22) dobiti će se koeficijent trenja na ravnoj površini. Dalnjim praćenjem dijagrama na Slici 4.14 rješava se izraz razlike koeficijenata trenja, pri čemu oni moraju dati apsolutnu vrijednost, odnosno pozitivan rezultat. Na posljetku se dobiva realna kalibracijska konstanta α koja se koristi pri interpretaciji rezultata mjerena [26].



Slika 4.14 Alternativna metoda određivanja kalibracijske konstante α [26]

4.4. Sila adhezije

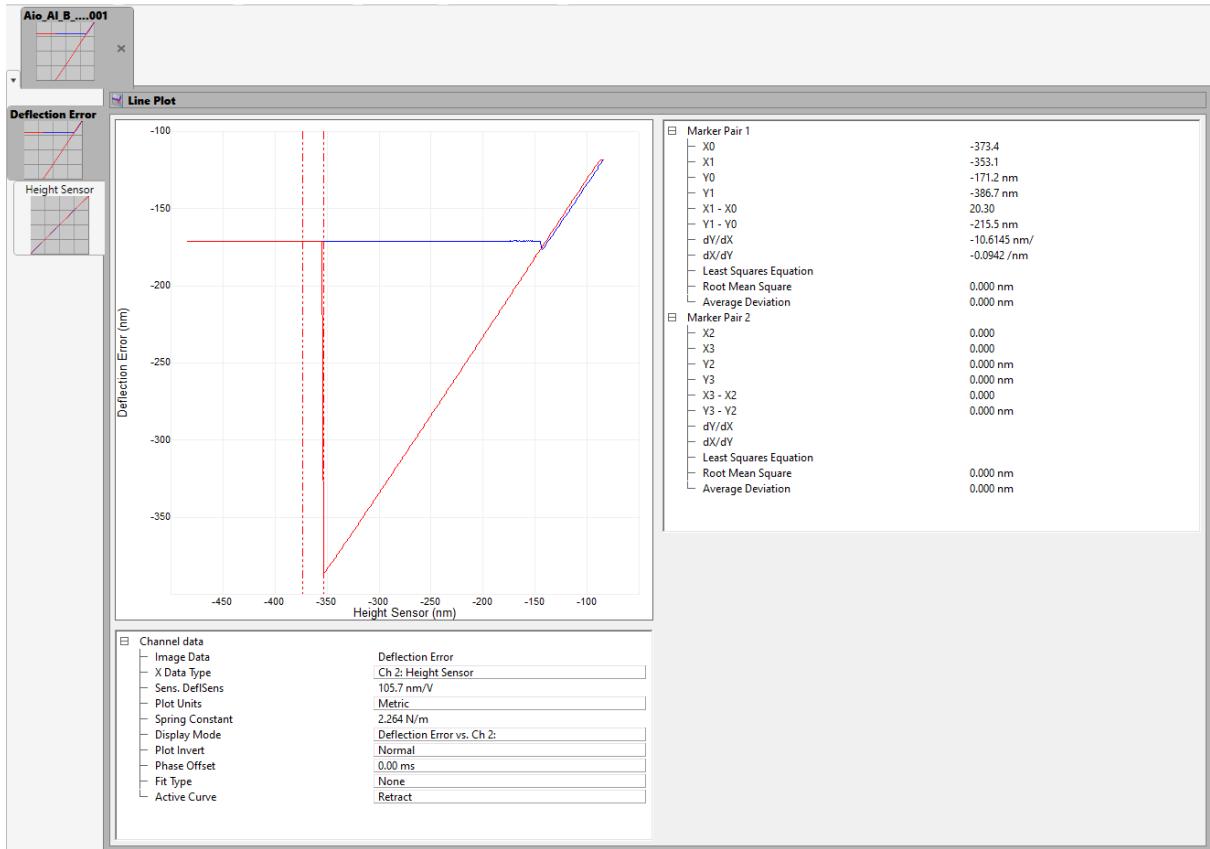
Za dobivanje kalibracijskih konstanti, pomoću kojih se dobivaju rezultati sile trenja na površini mjernog uzorka, potrebno je odrediti ključne komponente. Određuje se, stoga sila kojom će se pritisnuti sonda na površinu ispitivanog materijala, određuje se sila adhezije koja na nano razini ima povećani utjecaj, te je potrebno poznavati kut nagiba kalibracijske površine. Za potrebe ovog diplomskog rada koristio se kalibracijski uzorak TGF11, čiji nagib je poznat, iznosi $54^\circ 44'$. Kako se postupak u diplomskom radu temeljio na Varenberg-ovom radu [26], za izračunat kalibracijske konstante α , kut TGF11 potrebno je pretvoriti u radijane, te se on uzima 0,955 rad. Sila adhezije se mjeri u kontaktnom modu, kada se osjetnik odvaja od površine materijala, pri čemu se osjetnik ne odvoji u onome trenutku kada je dotaknuta površinu, već nešto kasnije (vidjeti dijagram sa slike 16 i pripadajuće objašnjenje). Na Slici 4.15 može se vidjeti dijagram pomoću kojega je određena sila adhezija za sondu Aio-Al-A, te ona iznosi 38,2 nN.



Slika 4.15 Sila adhezije za sondu Aio-Al-A

Na Slici se mogu vidjeti dvije okomite isprekidane crvene crte. Te dvije crte predstavljaju silu na površini kada osjetnik dođe u kontakt s materijalom i kada je ona najveća. S desne strane u tablici te dvije crte predstavljaju vrijednosti Y_0 i Y_1 . Y_0 iznosi -398,2 nN, a Y_1 -436,4 nN. Njihova razlika daje silu adhezije od 38,2 nN te se ta vrijednost uzima kao apsolutna tj. pozitivna vrijednost.

Pri provođenju eksperimenata s osjetnikom Aio-Al-B (Slika 4.16), sila adhezije je iznosila 215,6 nN, tako velika vrijednost je uzrokovana s više faktora, kao što je promjena vlažnosti, povećanje radijusa zakrivljenosti vrška gredice, itd.

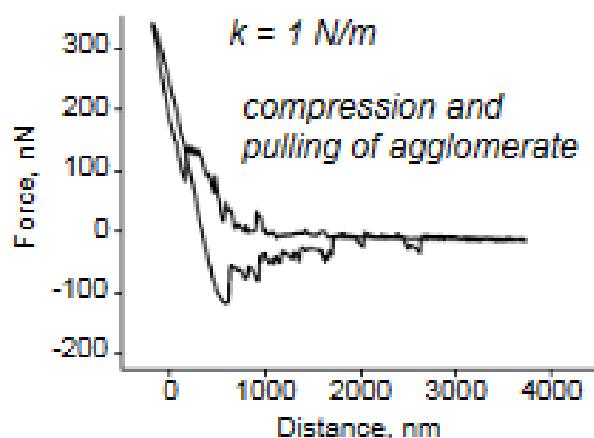


Slika 4.16 Sila adhezije za sondu Aio-Al-B

Kako je prikazano na Slikama 4.17, 4.18 i 4.19 postoji više različitih grafova koji prikazuju silu adhezije zbog različitih uvjeta koji se javljaju. Za mjerjenje AFM krivulje sile, mjeri se sila kojoj je gredica osjetnika podvrgnuta kada se vrškom osjetnika približimo, pa čak i pritisne površinu promatranog materijala, te se zatim osjetnik odmakne. Taj postupak je prikazan na Slici 4.6. AFM krivuljom sila mogu se odrediti kemijska i mehanička svojstva poput tvrdoće, elastičnost, duljine rupture veze i adhezija [27].

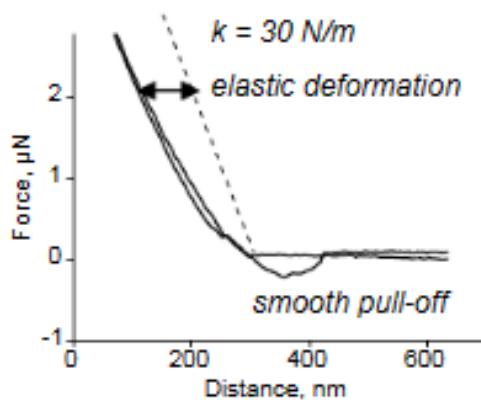
Sve kalibracije osjetnika u ovom diplomskom radu, izvedene su u zraku. Taj podatak je jako bitan, jer se prilikom podešavanja programa mora odabrati pravilan model kalibracije kako bi se dobili pouzdani rezultati. Iz tog razloga postoji i više različitih krivulja adhezije koje se javljaju.

Prilikom izrade *ramp* dijagrama (Slika 4.6), moguće je dobiti dijagram kod kojeg granice između ulaska vrška osjetnika u kontakt s površinom materijala i odvajanjem vrška nisu pravilne, već postoje vibracije (Slika 4.17). To se događa kada vršak dođe u kontakt između dviju čestica na površini uzorka koje se međusobno slabu privlače [27].



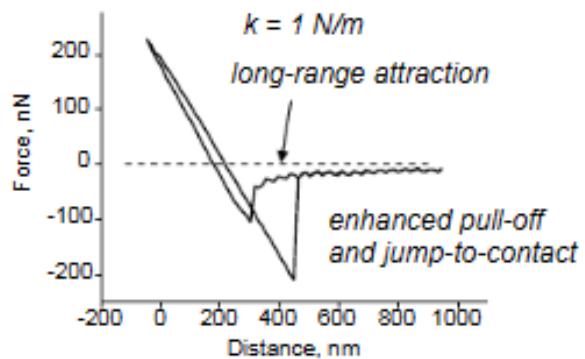
Slika 4.17 Adhezija između dviju čestica [27]

Iduća vrsta AFM krivulje sila je kada se javlja elastična deformacija, te dolazi do pomaka od bazne linije (Slika 4.18). Ovom krivuljom je moguće odrediti tvrdoću ispitivanog materijala [27].



Slika 4.18 Adhezija uz deformaciju elastičnih materijala [27]

Treća vrsta AFM krivulje sila, je krivulja koja karakterizira hidrofobni materijal. Ova krivulja je karakteristična po tome što je sila prianjanja i odvajanja vrška osjetnika od materijala veća, te je krivulja pomaknuta od horizontalne osi (Slika 4.19) [27].



Slika 4.19 Sila adhezije hidrofobnog materijala [27]

U ovoj cjelini rada obrađeni su mehanički podaci koji su bitni za dobivanje sile trenja kao krajnji rezultat. Za potpunu karakterizaciju ponašanja osjetnika još je potrebno usporediti teorijsku geometriju osjetnika sa stvarnom kako bi se mogla napraviti prihvatljiva eksperimentalna mjerena, što će biti obrađeno u poglavljju 4.5.

4.5. Usporedba nominalnih i stvarnih dimenzija osjetnika

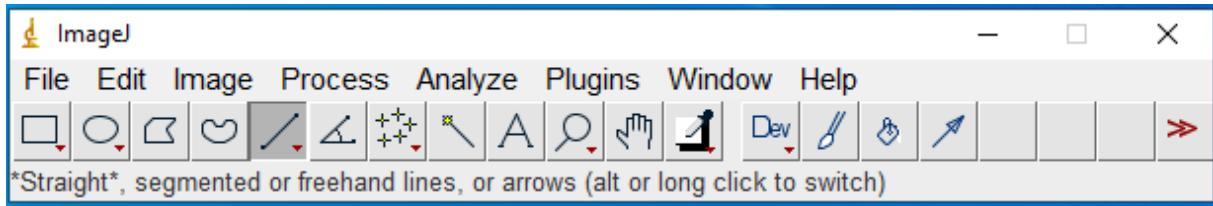
Poput svake industrije koja ima proizvod za kojega se definiraju pripadajuće tehničke karakteristike, tako i na području AFM osjetnika proizvođači pružaju informacije o osnovnim dimenzijama svakog osjetnika. Kao što je prikazano na Slici 4.20, svaki proizvođač na kutijici osjetnika daje informacije o veličini kako gredice, tako i vrška osjetnika. Uz to, tu su još dane informacije o vlastitoj frekvenciji i krutosti gredice.

Cantilever A - Contact Mode		Cantilever B - Force Modulation	
Shape	Beam	Shape	Beam
Force Constant	0.2 N/m (0.04 - 0.7 N/m)*	Force Constant	2.7 N/m (0.4 - 10 N/m)*
Resonance Frequency	15 kHz (10 - 20 kHz)*	Resonance Frequency	80 kHz (50 - 110 kHz)*
Length	500 µm (490 - 510 µm)*	Length	210 µm (200 - 220 µm)*
Width	30 µm (25 - 35 µm)*	Width	30 µm (25 - 35 µm)*
Thickness	2.7 µm (1.7 - 3.7 µm)*	Thickness	2.7 µm (1.7 - 3.7 µm)*

Slika 4.20 Osnovne informacije Aio-Al-A i Aio-Al-B osjetnika [26]

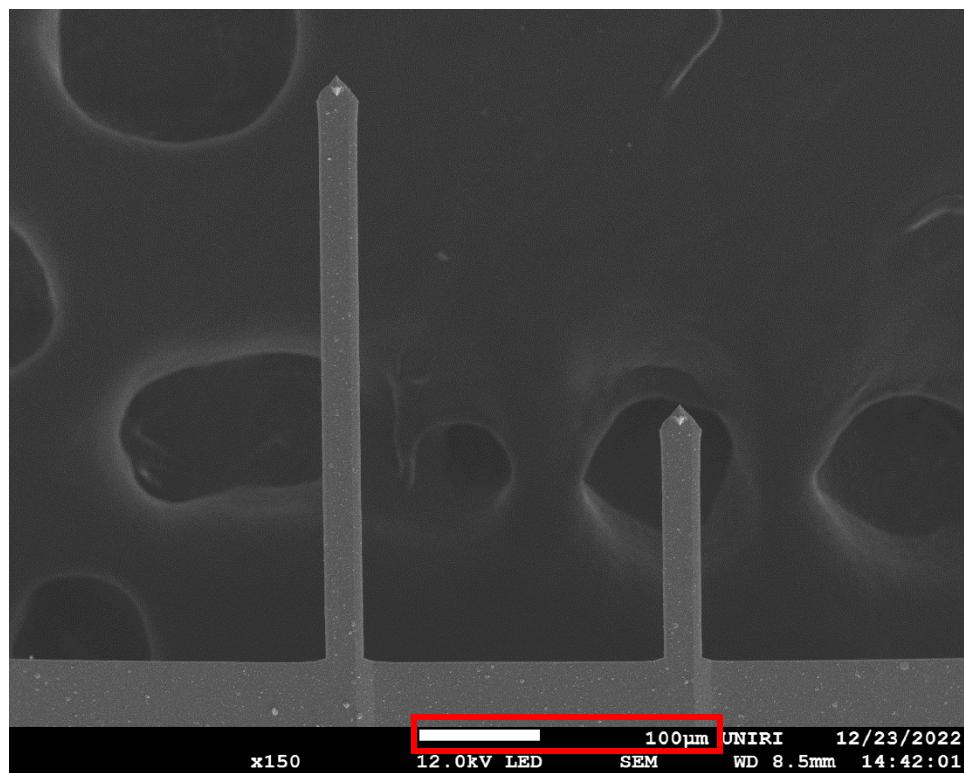
Na Slici 4.20 uz osnovne dimenzije kao što su minimalna, maksimalna i nominalna dužina i širina gredice, proizvođač također daje informacije o vrsti geometrije gredice koja može biti trokutasta ili pravokutna. Prilikom izrade ovog diplomskog rada prikupljale su se informacije za gredice Aio-Al-A i Aio-Al-B koje su prikazane Slikom 4.20. Uz osnovnu geometriju, tu je također moguće vidjeti i srednju vrijednost vlastite frekvencije gredice u kilohercima („kHz“), te krutost gredice. U praksi se stvarne dimenzije gredica najčešće razlikuju od nominalnih. Tako je i u ovom slučaju. Za određivanje stvarnih dimenzija osjetnika, u ovome je radu zato korišten program otvorenog koda **ImageJ**. ImageJ program je kreiran kao kolaboracija Nacionalnog instituta za zdravstvo i Laboratorija za optičke i računalne instrumente u Americi [28].

Pomoću ImageJ programa moguće je prikazati, dimenzionirati, mjeriti, uređivati slike i još mnogo drugih stvari. Program se najviše koristi u područjima poput medicine i astronomije, ali ga i druge industrije, poput mikroznanosti i nanoznanosti također koriste. Za potrebe ovoga rada, program će se koristiti kako bi se odredile stvarne dimenzije osjetnika. Pri pokretanju programa pojavljuje se sučelje prikazano na Slici 4.21.



Slika 4.21 ImageJ sučelje

Idući korak je otvaranje slike s poznatom skalom koja se nalazi na odabranoj slici, a prikazuje se kao bijela crta s vrijednošću skale pored, takva skala se može vidjeti na Slici 4.22 unutar crvenog pravokutnika, i postavljanje skale unutar samoga programa. Time omogućujemo da program automatski izračuna dimenzije osjetnika. Odabrana je Slika 4.22, jer se na njoj nalaze osjetnici Aio-Al-A i Aio-Al-B, te poznata skala koja se koristila prilikom SEM skeniranja osjetnika. Poznata skala iznosi 100 mikrometara. Proces postavljanja poznate skale je takav da se prvo povuče linija na poznatoj skali. Dalje, pod naredbom „Analyze“ odabere se naredba „Set scale“ gdje se upisuje mjerna jedinica i poznatu duljinu. Postavljajući ta dva parametra kalibracija programa je gotova i moguće je mjeriti osjetnike. Na Slici 4.22 prikazani su osjetnici A i B, a na Slici 4.23 izmjerene dimenzije osjetnika. Prvi dva reda govore kolike su vrijednosti duljine i širine osjetnika Aio-Al-A, treći i četvrti red kolike su vrijednosti duljine i širine osjetnika Aio-Al-B, a zadnja dva reda kolika je debljina oba osjetnika, pri čemu debljina osjetnika A je prikazana u petom redu, a debljina osjetnika B u šestom redu.



Slika 4.22 Aio-Al-A i Aio-Al-B osjetnici

A screenshot of a software window titled "Results". The window has a menu bar with File, Edit, Font, and Results. Below the menu is a table with the following data:

	Area	Mean	Min	Max	Angle	Length	
1	150.607	92.877	70.352	213.545	-89.446	483.179	
2	10.286	93.283	60.000	130.000	0.000	32.709	
3	65.890	95.852	72.487	209.027	-89.493	211.214	
4	9.995	95.653	62.000	143.176	-1.685	31.788	
5	0.039	62.586	32.122	102.000	-89.415	3.379	
6	0.039	85.674	61.371	127.918	-88.819	3.346	

Slika 4.23 Rezultati mjerenja Aio-Al-A i Aio-Al-B osjetnika

Ako se rezultati sa Slike 4.23 usporede s onima iz brošure koju daje proizvođač, može se vidjeti kako izmjerene dimenzije ne odstupaju previše od nominalnih te da je sve u skladu s njima. Ovim načinom su provjereni rezultati provedene kalibracije te je utvrđeno da su oni zadovoljavajući, što znači i da je omogućeno dobivanje dobrih rezultata skeniranja.

U tablici 4.2 moguće je vidjeti razlike u dimenzijama između onih koje je dao proizvođač i stvarnih dimenzija izmjerениh pomoću ImageJ programa za osjetnike Aio-Al A i Aio-Al B.

Tablica 4.2 Usporedba dimenzija Aio-Al osjetnika [29]

Nominalne dimenzije [μm]				Stvarne dimenzije [μm]			
Sonda	Dužina	Širina	Debljina	Sonda	Dužina	Širina	Debljina
Aio – Al A	500	30	2,7	Aio – Al A	483,2	32,7	3,3
Aio – Al B	210	30	2,7	Aio – Al B	211,2	31,8	3,3

Mora se napomenuti kako postoji mogućnost odstupanja stvarnih dimenzija, iz razloga jer se one mjere na računalu pomoću programa. Odstupanje se događa zbog toga što nije moguće u potpunosti precizno odabrati piksel na ekranu kako bi se doobile precizne izmjere.

U ovome poglavlju su opisane i prikazane vrijednosti osjetnika koje su u skladu s rasponom vrijednosti koje pruža proizvođač, što stvara pretpostavke da će daljnje izvođenje eksperimenata dati dobre rezultate.

5. TALOŽENJE MATERIJALA TANKIH FILMOVA

Nakon što su u gornjim cjelinama opisani postupci kalibracije i geometrija osjetnika, u ovom poglavlju će biti opisani postupci taloženja materijala tankih filmova.

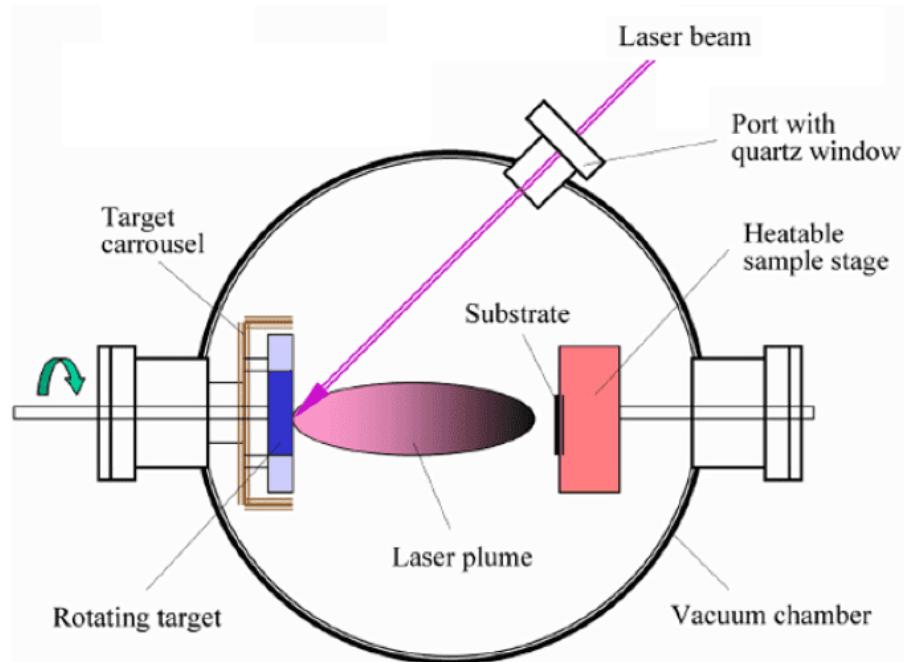
Prilikom postupka kalibracije gredica, vršak osjetnika dolazi u kontakt s površinom različitih materijala čije se karakteristike ispituju. Uzorci na kojima je vršeno nanotribološko mjerjenje u ovome radu su tanki filmovi nehrđajućeg čelika i aluminijeva oksida Al_2O_3 , taloženi s dvije različite metode nanošenja materijala na supstrat od silicija taloženje atomskih slojeva (engl. *Atomic Layer Deposition – ALD*) i taloženje pulsirajućim laserom (engl. *Pulsed Laser Deposition – PLD*). U ovom poglavlju će biti objašnjena oba postupka.

5.1 Taloženje pulsirajućim laserom

Metoda taloženja pulsirajućim laserom (PLD) je tehnika fizikalnog taloženja materijala u parnome stanju. Kod ove tehnologije nije potrebna kemijska reakcija između supstrata i materijala koji se raspršuje kroz komoru kako bi se stvorio površinski film. Vakuumska komora kod PLD postupka sadrži retortu s materijalom koji će se naparavati [28]. Najčešći materijali koje se naparuju na supstrat su aluminij, silicij, titan, zlato, platina i mnogi drugi. Isparivač u sebi može sadržavati zatvarače čija funkcija je kontrola vremena naparivanja, a može sadržavati više retorti za taloženje više slojeva na supstrat [30].

Uzimajući u obzir kako se prilikom naparivanja supstrata želi postići određena debljina sloja, mora se kontrolirati plazma i njezina svojstva. U početku procesa, laser visoke energije, u kratkim vremenskim razmacima pogađa površinu materijala koji će se naparivati. Površinski atomi materijala se zagrijavaju do temperature isparavanja gdje se odvajaju od površine materijala termičkim i elektroničkim pobuđivanjem. Druga faza procesa je kretanje odvojenih čestica materijala stvarajući plazmu u obliku pare. U posljednjoj fazi procesa dolazi do taloženja tankog filma materijala na supstrat. Kako bi se moglo kontrolirati naparivanje, mora se još primijeniti i metoda optičke emisijske spektroskopije koja omogućava monitoring svojstava plazme. Poznajući ta svojstva, moguće je podesiti pulsirajući laser tako da se dobiva točna atomska struktura naparenog sloja. Pulsirajući laser je laser određene valne duljina, čiji raspon je od $0,5 \text{ } \mu\text{m}$ do $15 \text{ } \mu\text{m}$. Isto tako, pulsirajući laser treba penetrirati površinu materijala koji će se naparavati, pa tako vremenski period između svakog pogađanja površine laserskim snopom

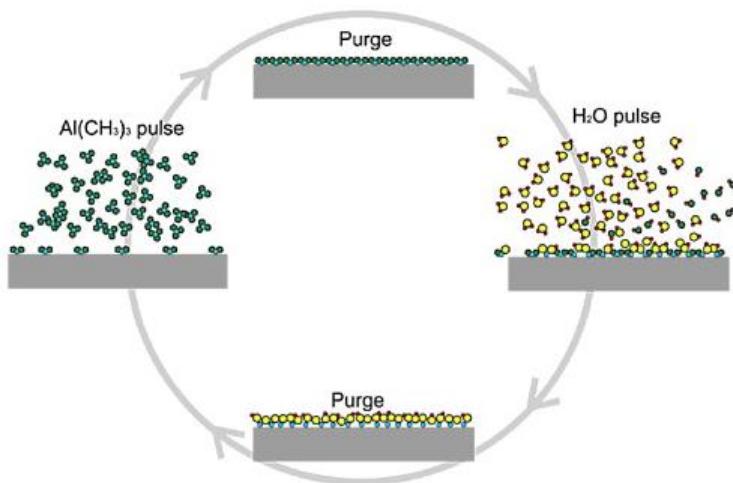
svjetlosti se kreće u rasponu od 10 ps do 1 ns. PLD metoda se još koristi pri proizvodnji izolacijskih i supravodljivih komponenti, te u medicinske svrhe [30].



Slika 5.1 Shema uređaja za naparivanje prevlaka [30]

5.2 Taloženje atomskog sloja

Taloženje atomskih slojeva (ALD) je postupak kemijskog naparivanja materijala na supstrat. Ovom metodom omogućeno je naparivanje širokog spektra materijala kao što su metalni oksidi i plemeniti plinovi, s obzirom na korišteni perkursor. Proces je takav da se dva različita materijala u plinovitome stanju serijski impulsno ubrizgavaju u reaktor te reagiraju s površinom supstrata taložeći se na nju. Prilikom ubrizgavanja svakog plina, oni se odvajaju inertnim trećim plinom kako bi se izbjegla faza reakcije između plinova. Proces taloženja se može vidjeti na Slici 5.2 koja prikazuje ubrizgavanje jednog plina, njegovo taloženje, a zatim drugi plin se ubrizgava i taloži [31].



Slika 5.2 Shema procesa ALD-a [31]

U ovom su poglavljju objašnjene PLD i ALD metode taloženja materijala tankih filmova na supstrat. Za izradu rada korišten je PLD postupak naparivanja tankog filma Al_2O_3 .

6. REZULTATI EKSPERIMENTALNIH MJERENJA

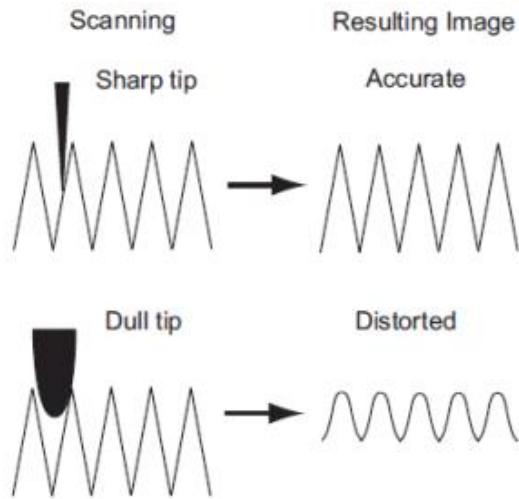
Nakon što su se napravile kalibracije normalne i poprečne sile kako je opisano u poglavljima 4.1 i 4.2, te je, kako je opisano u poglavlju 4.4 dobivena vrijednost sile adhezije, potrebno je odabrati materijal uzorka koji će se skenirati i na kojem će se prikazati vrijednost sile trenja odabranim osjetnicima. Da se podsjetimo, odabrani su osjetnici Aio-Al-A i Aio-Al-B koji pokrivaju raspon normalnih sila od 44 nN do 2,8 μ N. Materijal koji je odabran da se na njemu završi eksperiment je tanki film aluminijevog oksida dobiven ALD metodom na silicijskom supstratu kako je kratko opisano u 5. poglavlju.

6.1. Provjera vrška sonde

S obzirom na to da se kod eksperimentalnih mjerena radi o pretraživanju površine s osjetnikom koji može, ali ne mora biti prevučen s nekim drugim materijalom, potrebno je na kraju mjerena provjeriti kakav je vršak osjetnika. To bi se u pravilu trebalo raditi poslije svakog mjerena, jer su rezultati u potpunosti valjani samo kada je polumjer zakrivljenosti vrška manji od značajki koje se nalaze na površini uzorka, tj. kada je kontaktna površina mala, pa bi, u slučaju kada se nakon provjere utvrdi da vršak s kojim su se provodila mjerena nije dobar (da je jako istrošen), bilo potrebno mjerena ponoviti kako bi se ustanovilo jesu li dobiveni rezultati dobri, ili ne.

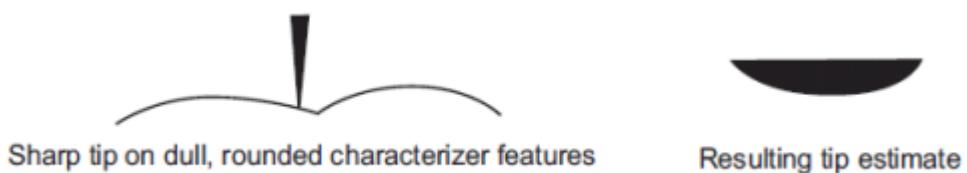
Nakon izvršenih mjerena, oba osjetnika su se provjerile kako bi se utvrdilo jesu li i dalje valjani za korištenje ili je za buduća mjerena potrebno koristiti nove osjetnike. Za dobivanje rezultata korišten je dolje opisani proces provjere kojim se procjenjuje oblik vrška osjetnika prema odgovarajućim uzorcima. Na osnovu takve usporedbe se vršak osjetnika može procijeniti kao: dobar, istrošen, loš, sumnjiv ili osjetnik je bez vrška.

Doista, kako se vršak osjetnika troši, tako se i slika AFM skena mijenja. Sukladno tome, mjerena koja se vrše da bi se utvrdile hrapavost i stanje površine uvelike ovise o stanju osjetnika, odnosno o tome koliko je vršak oštar. Ako je vršak osjetnika istrošen i ima veliki polumjer zakrivljenosti, generirana slika prikazivat će manju hrapavost i manju površinu nego slika koja bi se dobila kada bi se koristio oštar vršak, kao što je prikazano na Slici 6.1 [32].



Slika 6.1 Učinak oštrine vrha [32]

Kako bi se što bolje prikazao vršak osjetnika, započinje postupak procijene kvalitete vrška generiranjem modela pomoću slike uzorka koja se dobije pomoću kalibracijskog uzorka iz titanija, čija površina je povoljna za određivanje stanja vrška osjetnika uslijed na uzorku prisutnih ponavljajućih topoloških karakteristika [30]. Kalibracijski uzorak ima puno izdanaka koji su u pravilu veoma oštiri. Iako kalibracijski uzorci nisu savršeno oštiri, dovoljno su precizni kako bi se njima moglo odrediti stanje vrška osjetnika. Prilikom procjene stanja vrška osjetnika mora se paziti na tip korištenog uzorka, jer ako se koristi takva vrsta uzorka koja ima velika zaobljenja doći će do procjene da je vršak osjetnika istrošen, odnosno da ima veliko zaobljenje te je nepogodan za korištenje, iako je taj osjetnik u stvari i dalje pogodan za korištenje. Takav je slučaj prikazan na Slici 6.2.



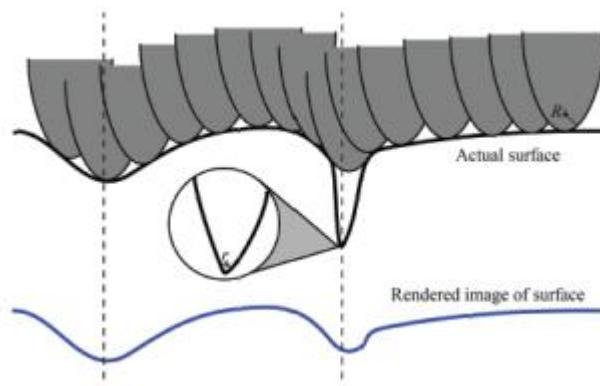
Slika 6.2 Oštar vrh sonde na zaobljenom karakterizatoru [32]

Svaki lokalni izdanak na topografiji slike se onda analizira, pročišćuje, te se kreira trodimenzionalni model vrška osjetnika. Na svakom lokalnom izdanku se mjeri nagib u svim smjerovima, kako bi se odredila minimalna oštrina vrška. S obzirom na to da je ovo ponavljajući

proces, rezultati „oštrine“ vrška se kontinuirano ažuriraju kako bi se dobila nova procjena kvalitete vrška.

Proces kojim se kvalificira kvaliteta vrška osjetnika, uzima u obzir procjenu stanja vrška, tj. njegovu oštrinu, te se na temelju dobivenih podataka dobiva pokazatelj je li osjetnik s ispitivanim vrškom pogodan za korištenje. Proces se može periodički koristiti kako bi se pratilo habanje vrška, pa time i zaključiti kada je potrebno zamijeniti osjetnik.

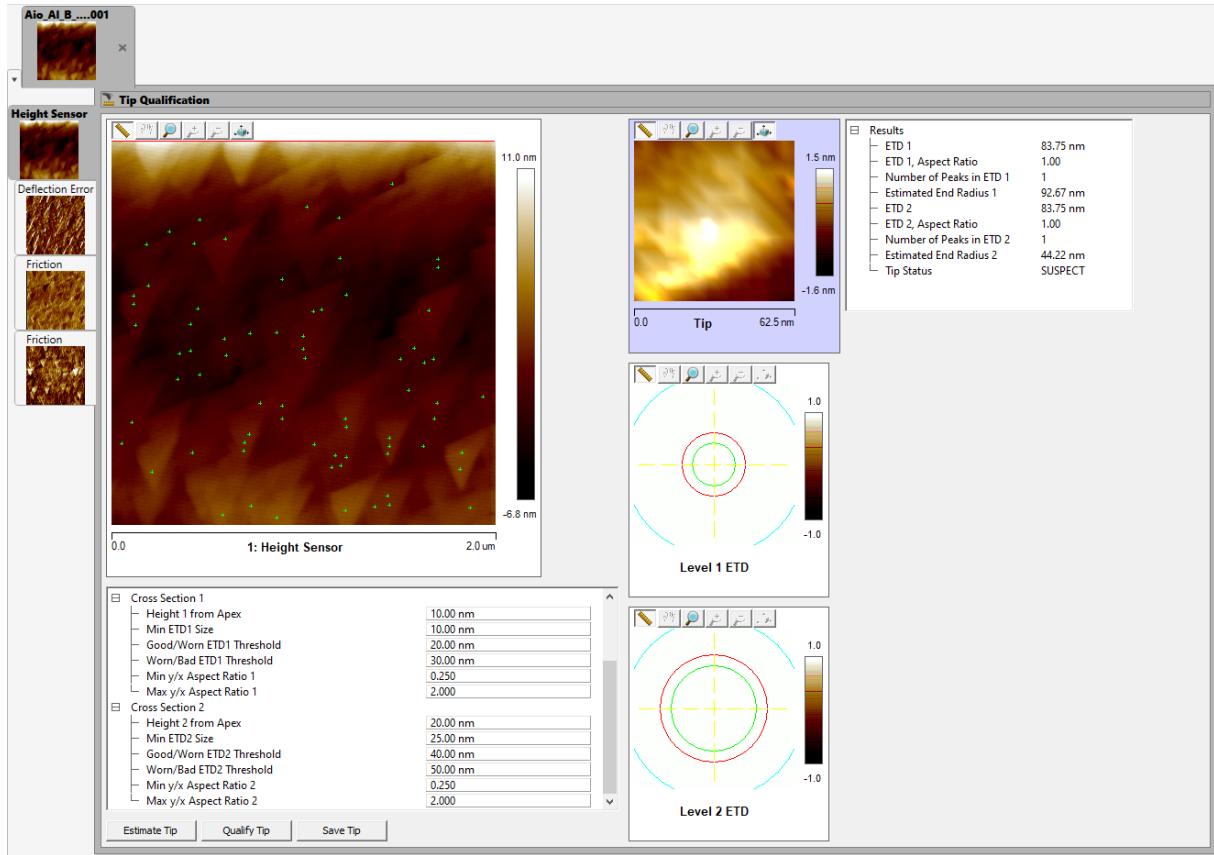
Kako postupak AFM pretraživanja ovisi o stanju vrška osjetnika veliku ulogu tu igraju tzv. artefakti. Artefakti su značajke koje se pojavljuju ili koje nedostaju na skeniranoj površini, a koje u pravilu ne bi trebale biti na tome mjestu (Slika 6.3) [32].



Slika 6.3 Prikaz artefakta vrha [32]

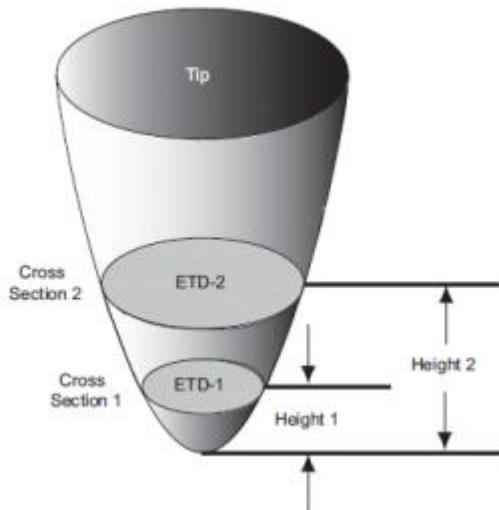
Za procjenu vrška osjetnika koji su se koristili prilikom izrade ovog diplomskog rada, odrađen je i dio procjene stanja kvalitete vrška. Korišten je pritom uzorak tvrtke Bruker iz polikristaličnog titanija. Ovaj uzorak ima nazubljene značajke koje su pogodne za dobivanje točnog modela vrška [32].

Još jednom korišten je program NanoScope Analysis u kojemu postoji i naredba „*Tip Qualification*“, koja otvara mnogo mogućnosti. Prvo se odabire veličina područja pretraživanja s topografskim značajkama kojima će se odrediti stanje vrška osjetnika (Slika 6.4).



Slika 6.4 Kvalifikacija vrha sonde

„Tip Image Size“ opcija je u konkretnom slučaju postavljena na 150 nm. Opcijom „LPE for max select“ se smanjuje utjecaj vibracija koje nastaju tijekom procjene kvalitete vrška osjetnika, a preporučeno je da ova opcija ostane uključena. Isto tako, na Slici 6.4 je vidljivo da se, kako bi se moglo odrediti je li vršak i dalje valjan za korištenje, uzimaju vrijednosti na dvije različite visine vrška. Vrijednosti pod poprečnim presjekom 1 govore sljedeće: prvom vrijednošću se određuje na kojoj udaljenosti od vrška se definira presjek, i ona iznosi 10 nm. Druga vrijednost definira kolika je minimalna vjerodostojna ETD vrijednost poprečnog presjeka 1. Kraticom ETD se pritom označava „procijenjeni promjer vrška“. Ako je proračunati ETD manji od minimalne vrijednosti, tada je vršak potrebno dalje provjeriti. Minimalna vrijednost s kojom se uspoređuju vrijednosti vrška osjetnika se dobiva prije početka izvođenja eksperimentalnih mjerenja kada se uzima vrijednost stanja vrška osjetnika [32].



Slika 6.5 Odabir visina poprečnih presjeka za procjenu kvalitete vrška osjetnika [32]

Potrebno je također pratiti iste vrijednosti i za poprečni presjek 2, kako je prikazano na Slici 6.5 [32].

Nakon provjere kvalitete vrška, utvrđeno je kako ga je potrebno dodatno ispitati, da se konkretni osjetnik više neće koristiti, već je bilo potrebno za mjerena uzeti novi osjetnik. Doista, u tablici 6.1 prikazane su karakteristične vrijednosti za vršak osjetnika Aio-Al-B prije i nakon mjerena iz kojih je vidljivo kako vršak već bio istrošen, što je bilo i za očekivati uslijed velikih normalnih sila u kontaktu.

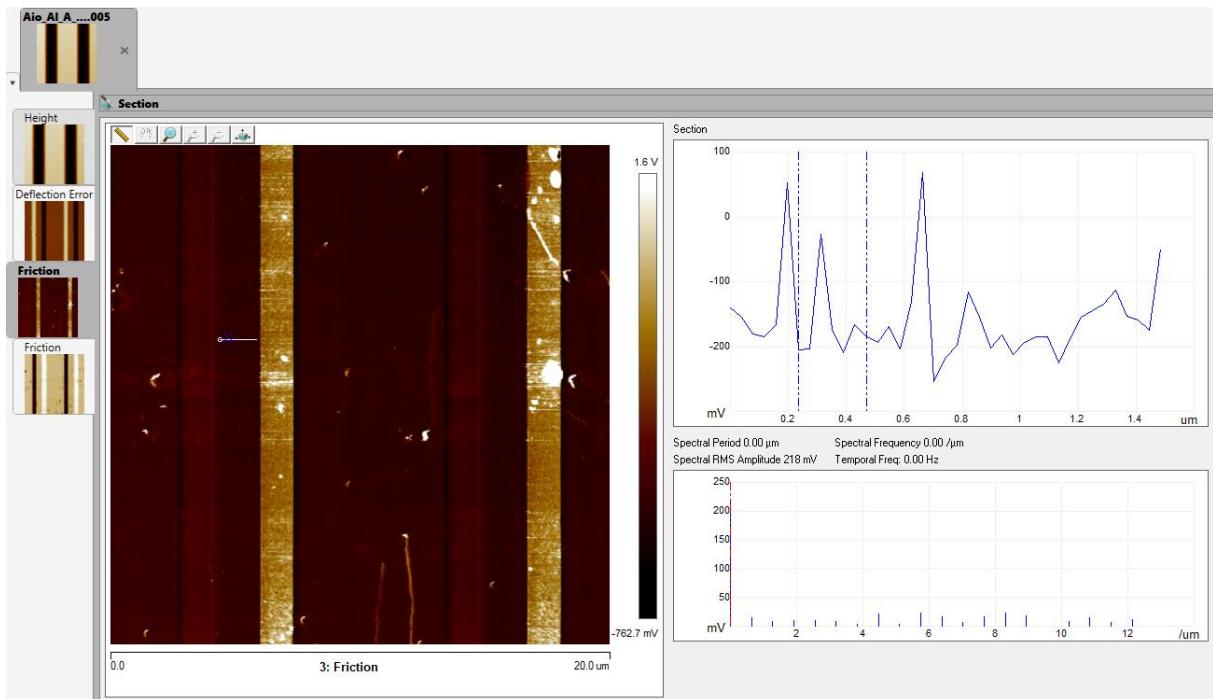
Tablica 6.1 Vrijednosti vrha sonde prije i poslije mjerena

	Vrh prije mjerena	Vrh poslije mjerena
ETD 1	75,52 nm	92,67 nm
ETD 2	83,75 nm	44,22 nm

U ovoj je cjelini rada opisan utjecaj stanja vrška osjetnika koji je najbitniji dio za provođenje eksperimentalnih mjerena. Utvrđeno je kako treba pratiti habanje vrška kako bi dobiveni rezultati bili valjani, na osnovu čega se može zaključiti kako vrijednosti sile trenja na nanometarskoj razini su adekvatno prikazani za uzorke aluminijevog oksida i nehrđajućeg čelika.

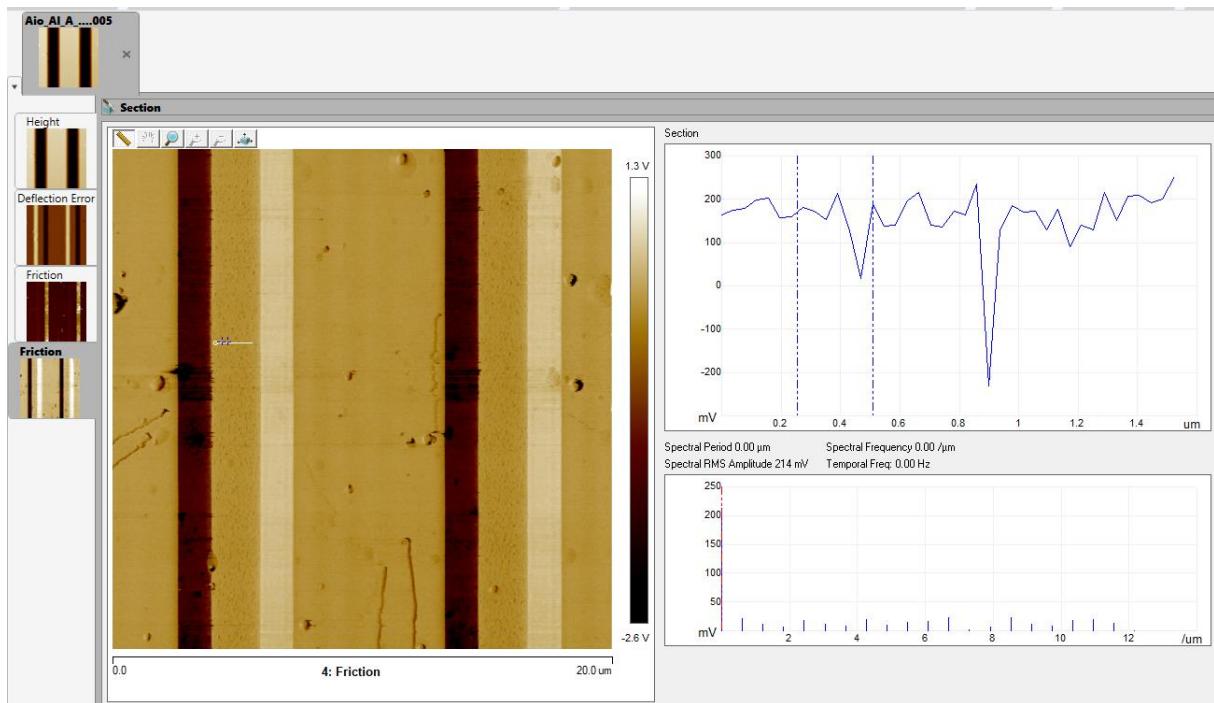
6.2. Kalibracijska mjerena

Kako bi se mogli prikazati rezultati određivanja sile trenja na Al_2O_3 , prvo se skenira TGF11 kalibracijski uzorak, pomoću kojega se dobiva kalibracijska konstanta koja služi za prikazivanje rezultata sile trenja na Al_2O_3 . Na Slici 6.6 vidi se površina TGF11 uzorka s grafom koji predstavlja signal na određenoj liniji. Linija je prikazana na slici lijevo bijelom crtom.



Slika 6.6 TGF11 [100] trace signal

Dijagram koji se vidi na Slici 6.6 desno, prikazuje signal u mV u svakoj točki TGF11 uzorka. Te vrijednosti signala se moraju podudarati s vrijednostima kada se osjetnik prilikom skeniranja vraća u početni položaj (tzv. *retrace* signal) tako da će signali biti zrcaljeni. Zrcaljenost signala se može vidjeti na Slici 6.7.



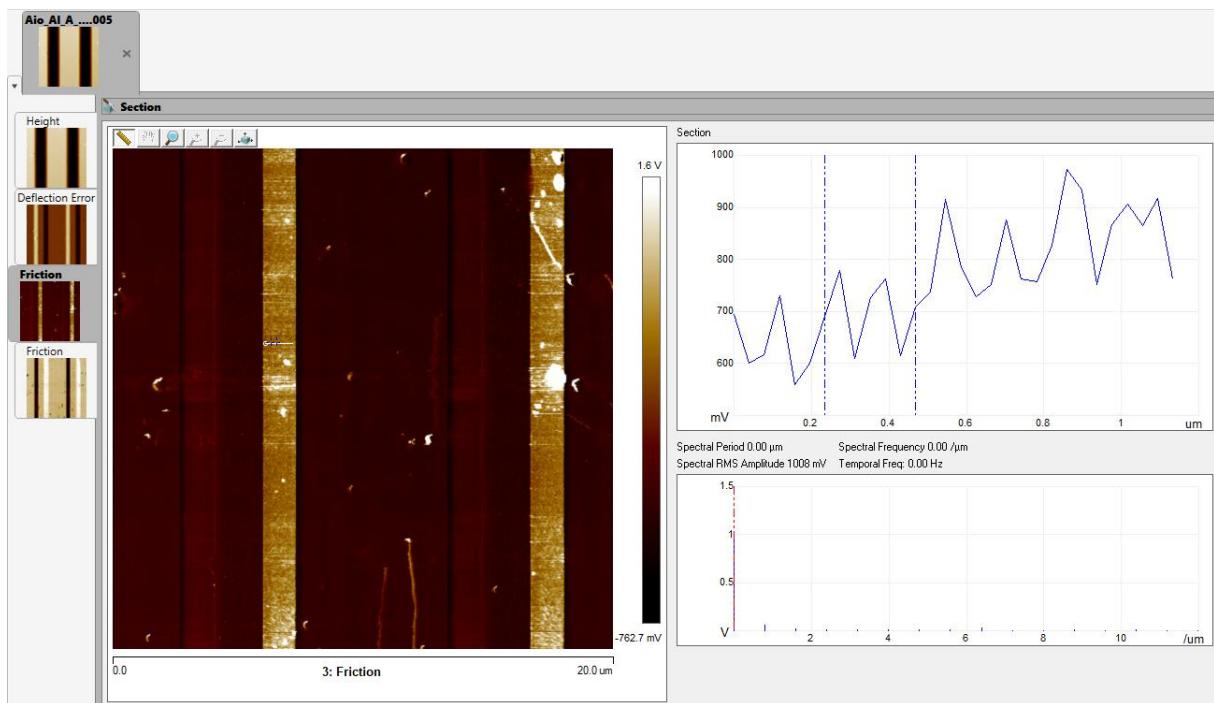
Slika 6.7 TGF11 [100] retrace signal

Signali u oba smjera daju vrijednosti koja se u Varenberg-ovom radu [26] predstavlja kao Δ_0^{flat} .

Vrijednost Δ_0^{flat} bi se trebala nalaziti oko 0. Za osjetnik Aio-Al-A kada se koristila sila od 100 nN, vrijednost Δ_0^{flat} iznosila je -2 mV, što je dobar pokazatelj za početak eksperimenta.

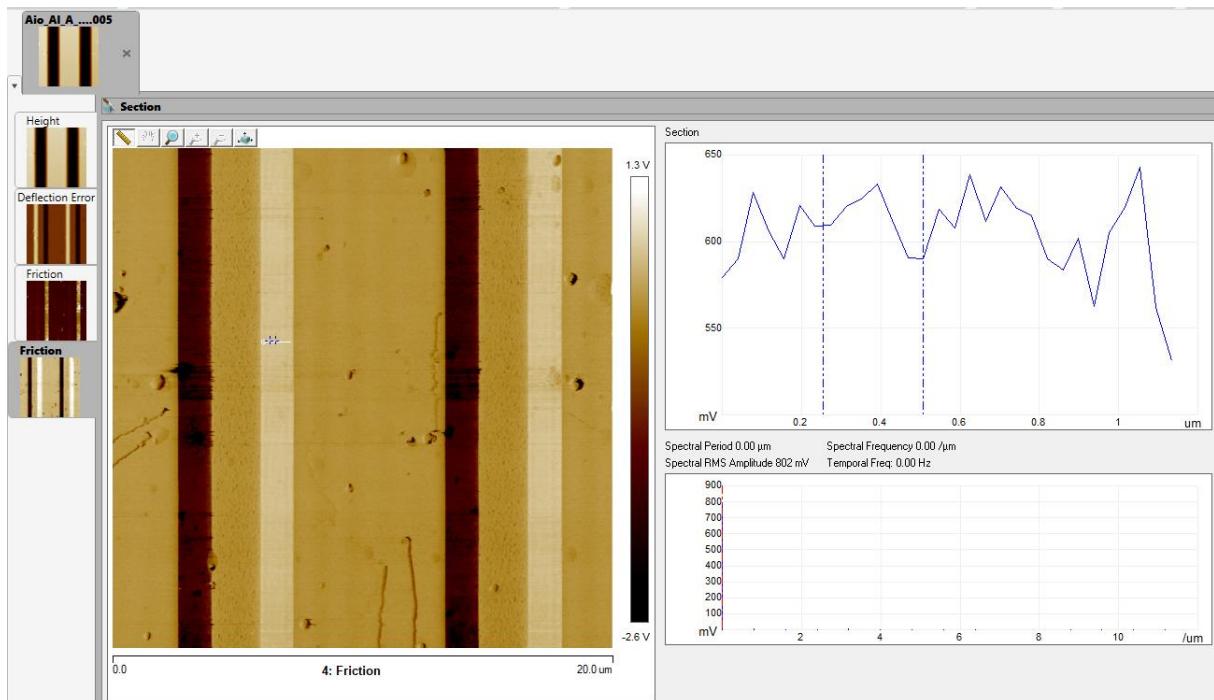
Proces se nastavlja tako da se uzimaju signali i na kosoj površini TGF11 uzorka koji će se označavati oznakom [111].

Na Slici 6.8 vidi se prikaz signala kada osjetnik prolazi prvi puta kosom površinom TGF11.



Slika 6.8 TGF11 [111] trace signal

Slika 6.9 prikazuje, pak, vrijednost signala za silu od 100 nN kada se osjetnik vraća po istoj liniji u početni položaj.



Slika 6.9 TGF11 [111] retrace signal

Nakon što su dobivene vrijednosti i na kosoj površini TGF11 uzroka, dobivaju se, u skladu s gornjim jednadžbama 4.18 i 4.19, vrijednosti Δ_0^* i W_0^* . Δ_0^* predstavlja vrijednost kojom je graf kalibracije pomaknut od x-osi, tj. od vrijednosti 0, a W_0^* predstavlja srednju vrijednost signala između *trace* i *retrace* [111] signala.

Za mjerjenje silom od 100 nN, Δ_0^* iznosi 682,5 mV, a vrijednost W_0^* iznosi 155 mV. Nakon što su dobivene vrijednosti Δ_0^{flat} , Δ_0^* i W_0^* , prema Varenberg-ovom radu [26] se može riješiti kvadratna jednadžba koja opisana relacijom (4.21) u kojoj su poznate i vrijednosti kuta $\theta = 0,955$ rad, sile $L = 100$ nN i sila adhezije $A = 38,2$ nN. Jedina nepoznanica u kvadratnoj jednadžbi (4.21) je tako koeficijent trenja μ . Uvrštavajući sve poznate vrijednosti u jednadžbu, pri čemu se mora paziti da su sve mjerne jedinice u V i N, dobivaju se dva koeficijenta trenja: μ_1 i μ_2 .

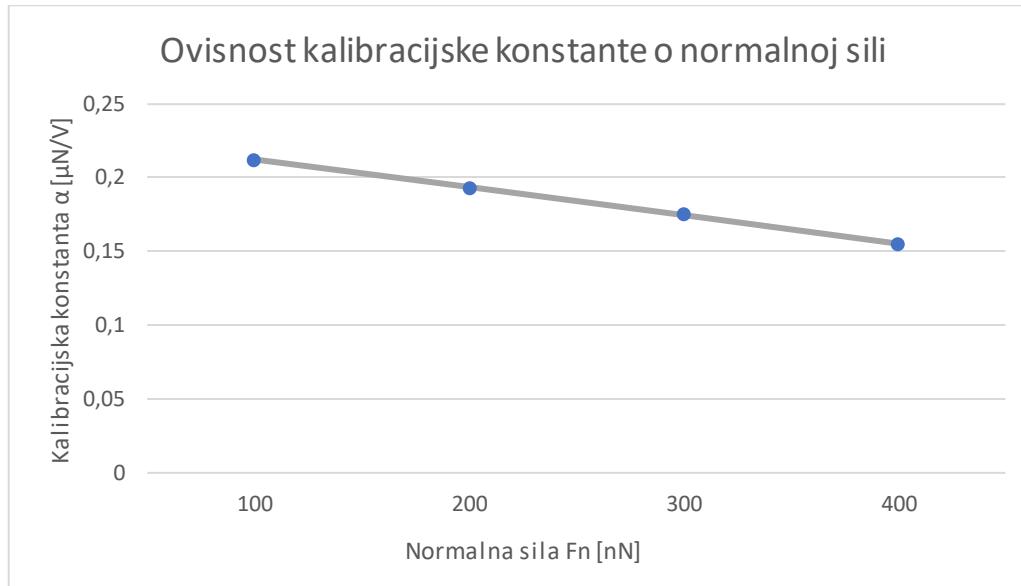
Za silu pritiska 100 nN i silu adhezije 38,2 nN, koja je očitana sa Slike 25, koeficijenti trenja iznose 6,793 i 0,088. Nakon što su se dobole vrijednosti koeficijenta trenja treba provjeriti koji od njih zadovoljava uvjet: $\frac{1}{\tan \theta}$. Vrijednost uvjeta postavljena je na 0,707. Provjeravajući rezultate vidi se kako taj uvjet samo jedan koeficijent trenja, a to je μ_2 .

Dalje se vrijednost koeficijenta trenja μ_2 uvrštava u jednadžbu (4.19), podijeli se s vrijednosti W_0^* , i dobiva se kalibracijska konstanta α koja u ovom slučaju ima vrijednost 0,2125 $\mu\text{N/V}$. Ova vrijednost ima veliki značaj, jer kada je dobivena vrijednost kalibracijske konstante, ponovo se pokreće *NanoScope Analysis* program, i učitava se datoteka skeniranog Al_2O_3 uzorka. U toj datoteci se nalaze također skenirane sile trenja. Kako bi se dobila reprezentativna vrijednost sile trenja na Al_2O_3 uzroku, od *trace* signala treba oduzeti vrijednost *retrace* signala i podijeliti s 2: $\frac{\text{trace} - \text{retrace}}{2}$. Kadase to napravi dobiva se nova slika koja predstavlja ukupni signal po površini Al_2O_3 u mV.

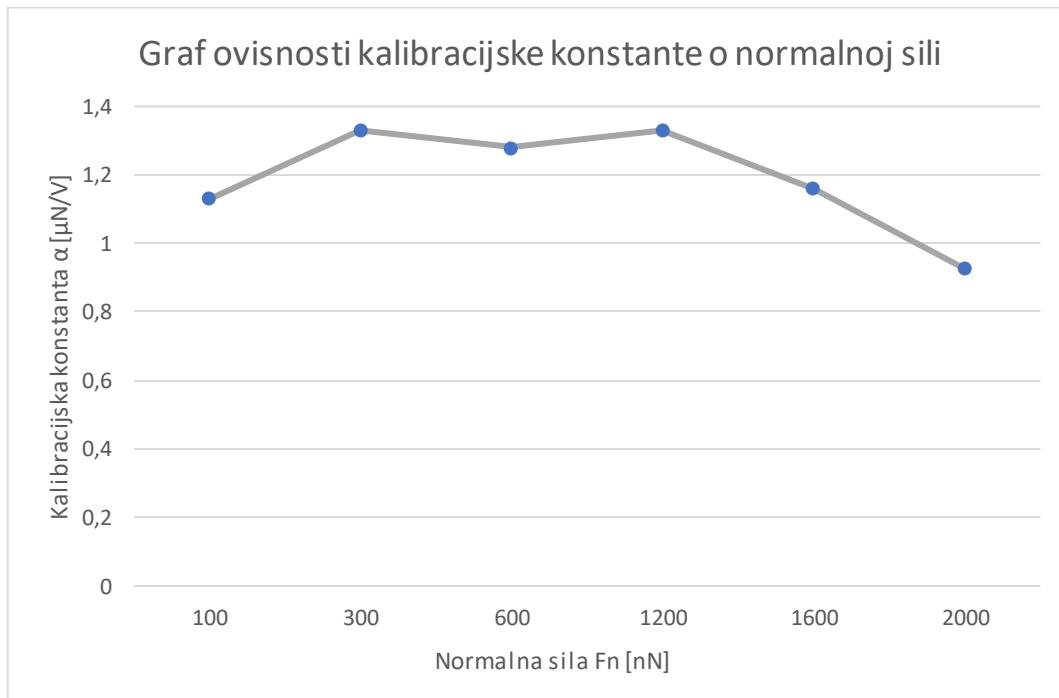
Za tako dobivenu sliku, do značaja dolazi kalibracijska konstanta. Njena vrijednost se unosi u program, i ta novonastala slika se množi s tim koeficijentom kako bi se dobila vrijednost skena u μN , odnosno kako bi se dobila prosječna vrijednost sile trenja na površini Al_2O_3 .

Na Slici 6.10 vidi se onda prikaz dobivenih kalibracijskih konstanti za osjetnik Aio-Al-A u ovisnosti o narinutoj normalnoj sili, pri čemu prosječna vrijednost dobivenih kalibracijskih konstanti iznosi 0,184 $\mu\text{N/V}$, a standardna devijacija dobivenih rezultata iznosi 0,024. Ti podaci pokazuju kako dolazi do odstupanja i od 13%. Na Slici 6.11 se, pak, vidi graf ovisnosti kalibracijske konstante o narinutoj normalnoj sili osjetnika Aio-Al-B. Prosječna vrijednost

kalibracijske konstante za ovaj osjetnik iznosi $1,192 \mu\text{N/V}$, a standardna devijacija 0,155 iz čega se još jednom dobiva odstupanje od 13%, baš kao i za osjetnik A.

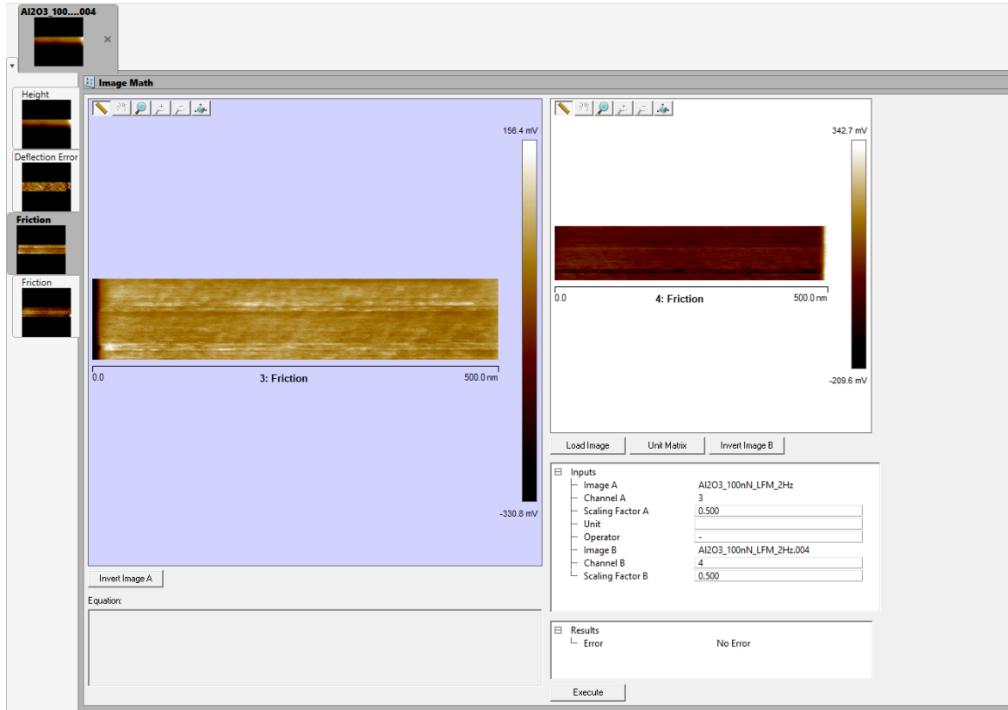


Slika 6.10 Graf ovisnosti kalibracijske konstante o normalnoj sili osjetnika Aio-Al-A



Slika 6.11 Graf ovisnosti kalibracijske konstante o normalnoj sili osjetnika Aio-Al-B

Na Slici 6.12 vidi se, napokon, prikaz kada su učitani *trace* i *retrace* skenovi koji se oduzimaju i svaki se pomnoži s vrijednošću 0,5 kako bi se dobila resultantna slika skena.

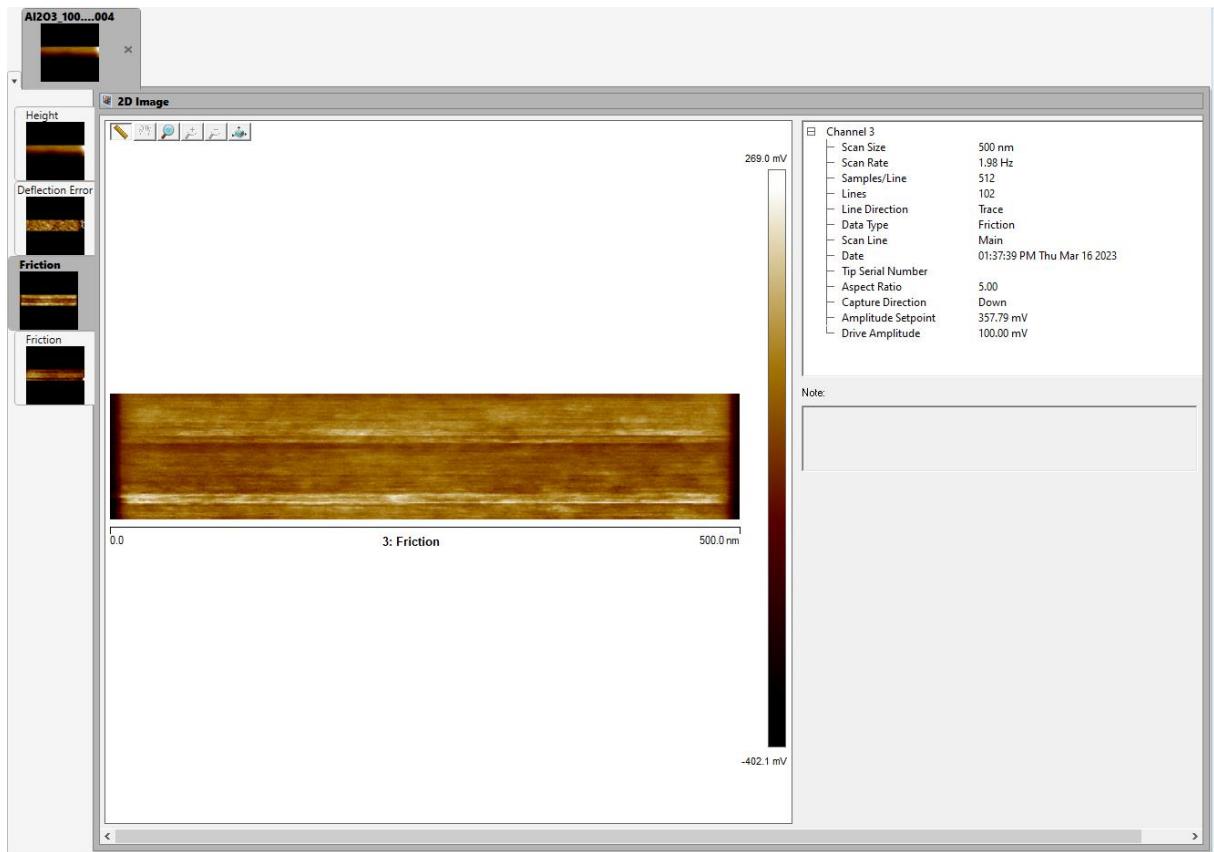


Slika 6.12 Dobivanje resultantne slike

6.3. Izmjerene sile i koeficijenti trenja

Jednom kada su se učitale datoteke skenova, izabrale odgovarajuće opcije kako bi se dobila dobra slika, te su postavljeni odgovarajući koeficijenti skaliranja i operator oduzimanja korištenjem naredbe „*Execute*“ će se dobiti glavna slika, a ona se može vidjeti na Slici 6.13.

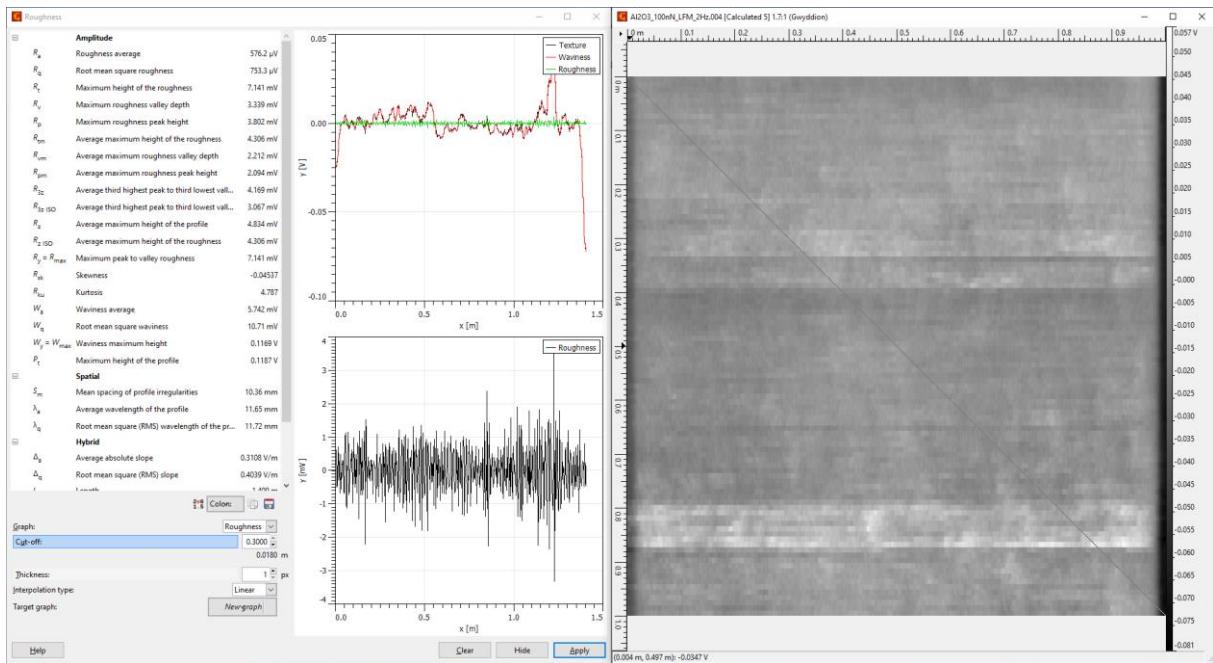
Na Slici 6.13 s desne strane moguće je vidjeti još kako je veličina skena 500 nm, te da se površina skenirala frekvencijom od 2 Hz, a to znači kako je program postavljen tako da polako pretražuje površinu Al_2O_3 kako bi se dobila što bolja slika površine s koje se uzimaju podaci. Idući korak je da se ta dobivena slika pomnoži s kalibracijskom konstantom α kako bi se dobila vrijednost sile trenja na površini jer trenutna resultantna slika daje prosječnu vrijednost sile trenja na površini u mV. Taj korak će se odraditi pomoću programa Gwyddion [33].



Slika 6.13 Površina prije množenja s kalibracijskom konstantom

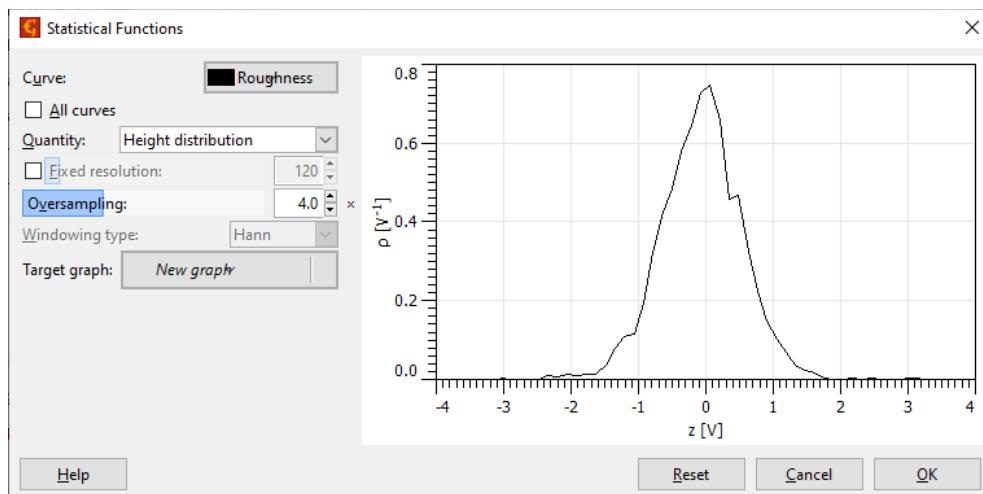
S lijeve strane Slike 6.14 se vidi tablica rezultata nakon što su se rezultati dobiveni na površini aluminijevog oksida pomnožila s kalibracijskom konstantom α . Iako su rezultati prikazani u μV , ne smije doći do zabune, jer su rezultati zapravo prikazani u μN budući da su rezultati pretraživanja na površini prije množenja u voltima, a mjerna jedinica kalibracijske konstante je $\mu\text{N}/\text{V}$. Dakle, nakon što se te dvije vrijednosti pomnože dobije se rezultat pretraživanja površine u nN , iako je program postavljen tako da sve vrijednosti prikazuje u voltima.

Prvi rezultat kojega treba uzeti u obzir je „*Roughness average*“ vrijednost, i ona iznosi 576,2 μN . Ovaj podatak nam odgovara prosječnoj vrijednosti sile na cijeloj površini Al_2O_3 uzorka. Ovakvim načinom prikazivanja uzimaju se u obzir prosječne vrijednosti iz svih redova skenirane površine.



Slika 6.14 Rezultat pretraživanja Al₂O₃ površine u μN

Idući bitan podatak je „Root Mean Square Roughness“ koji daje srednju vrijednost odstupanja sile na odabranoj liniji od središnje linije ta je vrijednost u predmetnom slučaju 753,3 μN. Važan podatak bi bio i „Skewness“, što predstavlja asimetriju distribucije rezultata. Ako je ta vrijednost pozitivna, distribucija naginje na desnu stranu, ako je negativna rezultati naginju na lijevu stranu, a ako je ta vrijednost 0, tada je distribucija rezultata simetrična. U predmetnom je slučaju ta vrijednost negativna, što znači da distribucija rezultata naginje na lijevu stranu, kao što se može vidjeti i na Slici 6.15.

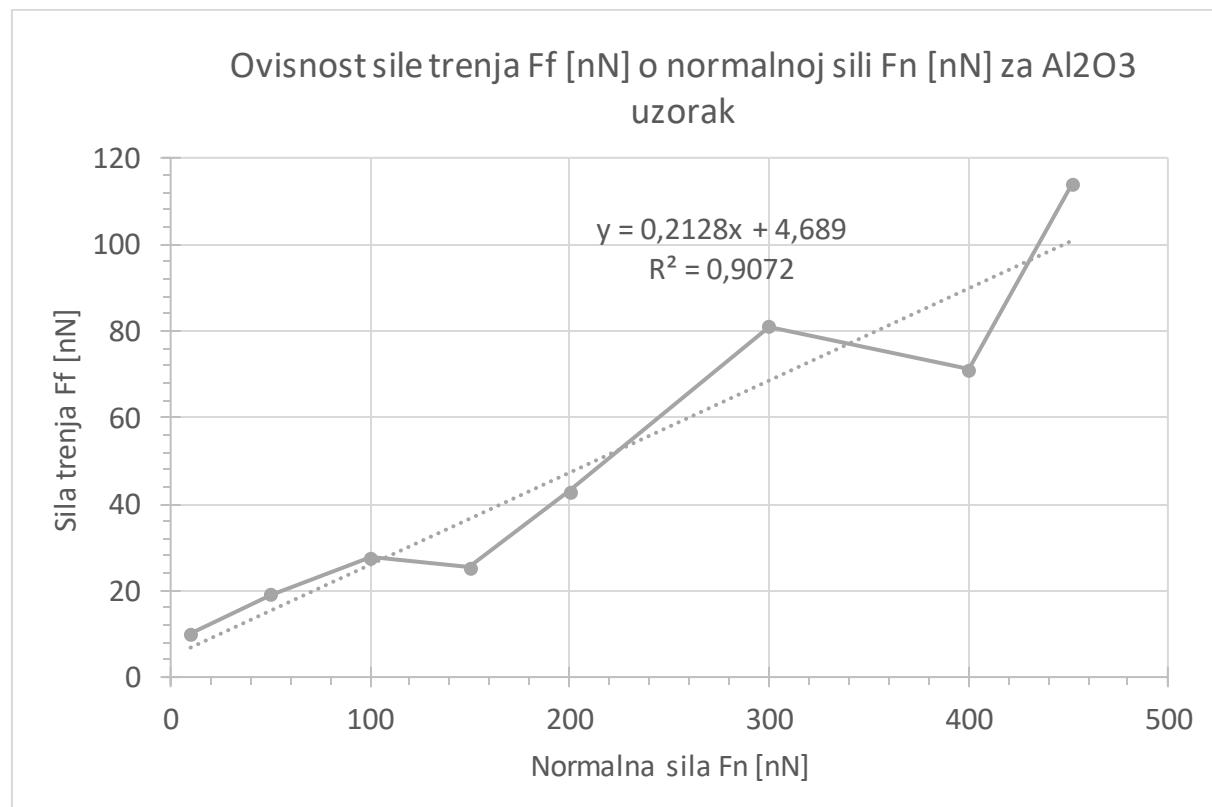


Slika 6.15 Distribucija rezultata sile izražene pomoću prosječne hrapavosti površine

U tablici 6.2 može se, napokon, vidjeti odnos normalne sile gredica sa silom trenja, a na Slici 6.16 i dijagram ovisnosti sile trenja o normalnoj sili. Iz gore danih podataka o hrapavosti, može se zaključiti kako s povećanjem narinute normalne sile zbog velike vrijednosti hrapavosti, rasti će i sila trenja na površini Al_2O_3 uzorka kako je i prikazano u tablici 6.2.

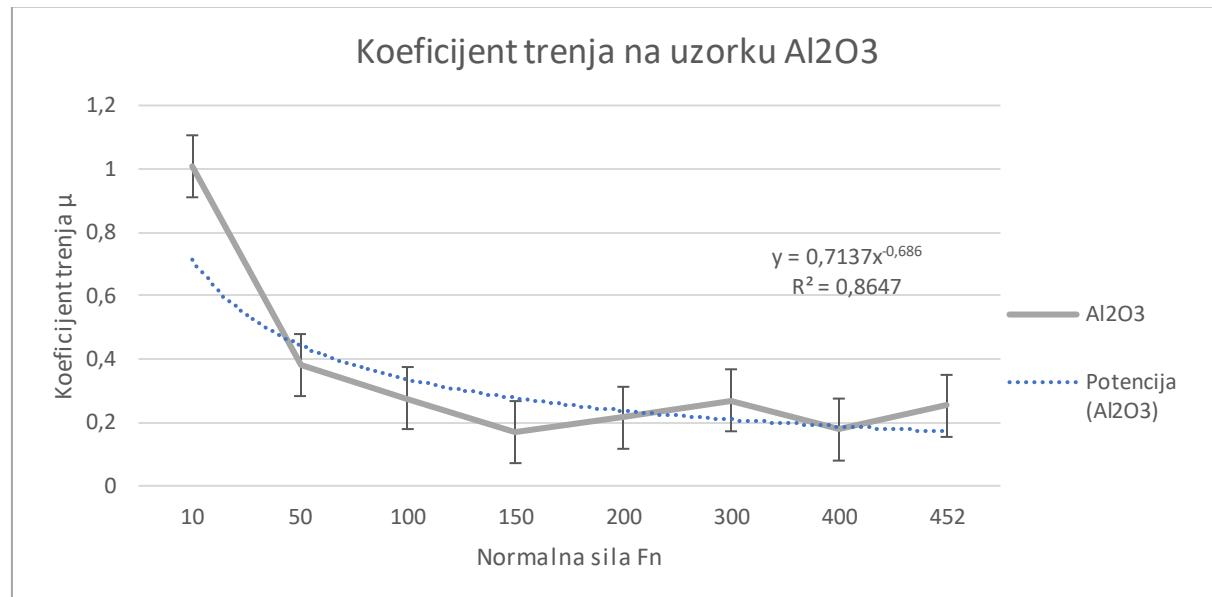
Tablica 6.2 Odnos normalne sile i sile trenja prilikom pretraživanja Al_2O_3 pomoću osjetnika Aio-Al-A

Normalna sila [nN]	Sila trenja [nN] - Al_2O_3
10	10,081
50	19,049
100	27,694
150	25,427
200	42,929
300	80,974
400	70,973
452	113,9986



Slika 6.16 Dijagram ovisnosti sile trenja o normalnoj sili prilikom pretraživanja Al_2O_3 pomoću osjetnika Aio-Al-A

U tablici 6.1 se može vidjeti kako se povećanjem normalne sile povećava i sila trenja na površini Al_2O_3 . Za osjetnik Aio-Al-A, čiji raspon normalne sile je od 10 nN do 452 nN, na Slici 6.17 vidi se kako se mijenja koeficijent trenja uzorka Al_2O_3 . Na dijagramu se također može vidjeti jednadžba krivulje koja opisuje koeficijent trenja μ , te se također vidi kvadratna vrijednost R^2 koja opisuje koliko podaci odgovaraju modelu regresije. Za osjetnik A, ta vrijednost iznosi 0,8647 (86%).



Slika 6.17 Ovisnost koeficijenta trenja o normalnoj sili sonde Aio-Al-A za uzorak Al₂O₃

S obzirom na to da su se eksperimentalna mjerena obavljala s dva osjetnika, a gore prikazani rezultati se odnose na osjetnik Aio-Al-A, u tablici 6.3 je dan odnos normalne sile i sile trenja i za osjetnik Aio-Al-B. Tim je osjetnikom izvršeno 14 mjerena, kojima se pokrio cijeli pripadajući raspon normalne sile. Mjerena su tako započela sa silom od 300 nN što omogućuje usporedbu sile trenja između dvaju korištenih osjetnika, a zatim se normalna sila postepeno povećavala kako bi se što bolje pokrio cijeli raspon prikazan tablicom 6.3. Potrebno je još napomenuti kako se sila trenja osjetnikom Aio-Al-B mjerila kako na uzorku Al_2O_3 tako i na površini nehrđajućeg čelika, te se u tablici 6.3 i na Slici 6.18 vidi ovisnost sile trenja o normalnoj sili za oba ta materijala.

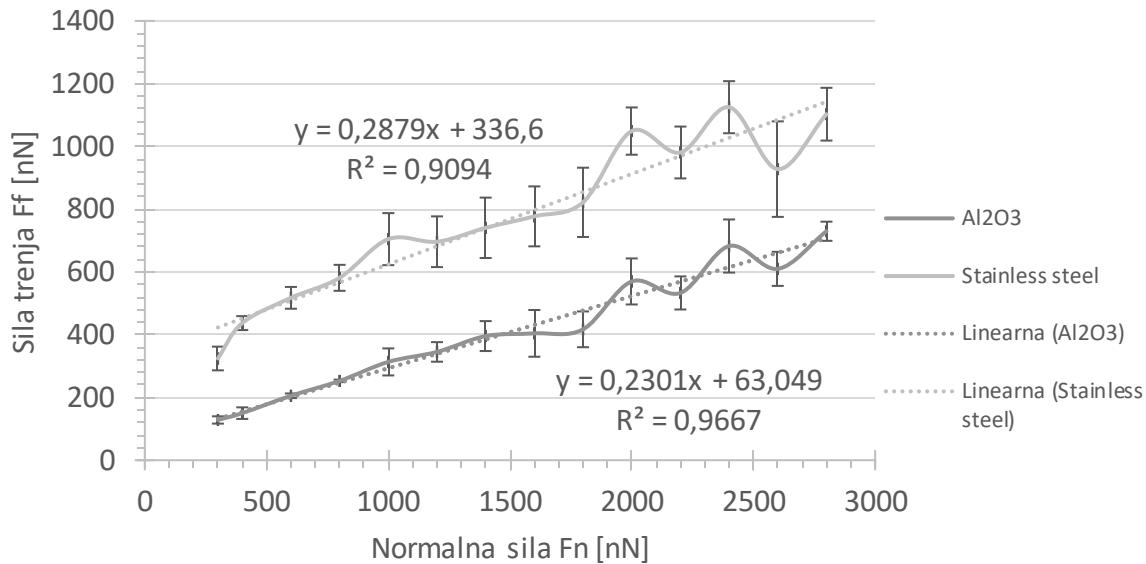
Kako kod osjetnika tipa A dolazi do povećanja sile trenja, očekivao se isti rezultat i kod osjetnika B što se doista i događa. U tablici 6.3 se također može vidjeti kako pri velikim

opterećenjima sila trenja malo varira, što bi mogao biti pokazatelj kako je u tom području dostignuta granica mogućnosti korištenja osjetnika tipa B.

Tablica 6.3 Odnos normalne sile i sile trenja prilikom pretraživanja Al_2O_3 i nehrđajućeg čelika pomoću osjetnika Aio-Al-B

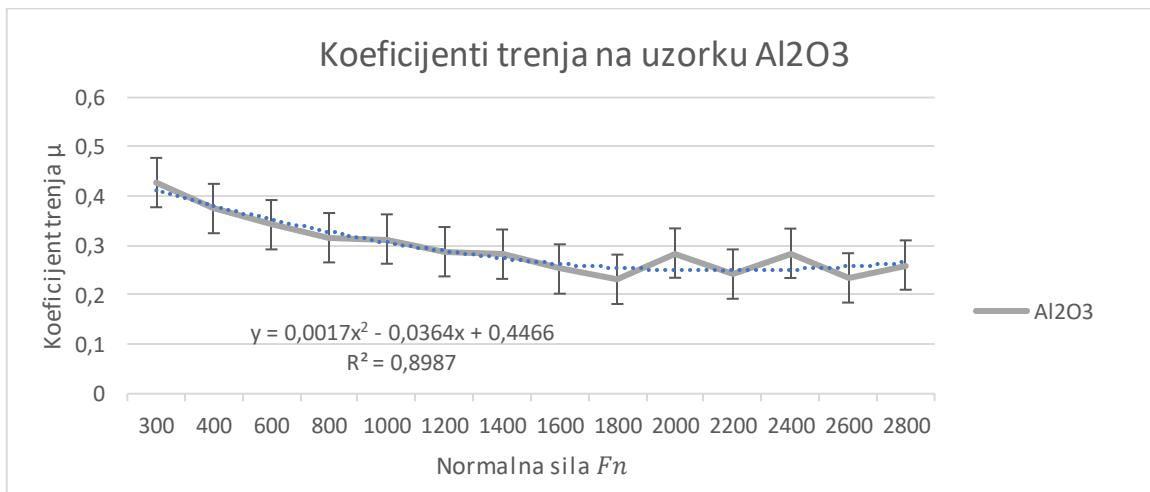
Normalna sila [nN]	Sila trenja [nN] - Al_2O_3	Sila trenja [nN] – nehrđajući čelik
300	128,315	324,215
400	150,043	437,003
600	205,401	517,543
800	252,802	581,267
1000	313,293	704,610
1200	345,152	696,355
1400	395,642	740,654
1600	404,259	777,161
1800	417,168	821,860
2000	569,768	1049,008
2200	533,135	980,807
2400	682,651	1125,117
2600	609,900	927,730
2800	729,734	1102,783

Ovisnost sile trenja F_f [nN] o normalnoj sili F_n [nN] za Al_2O_3 i nehrđajući čelik



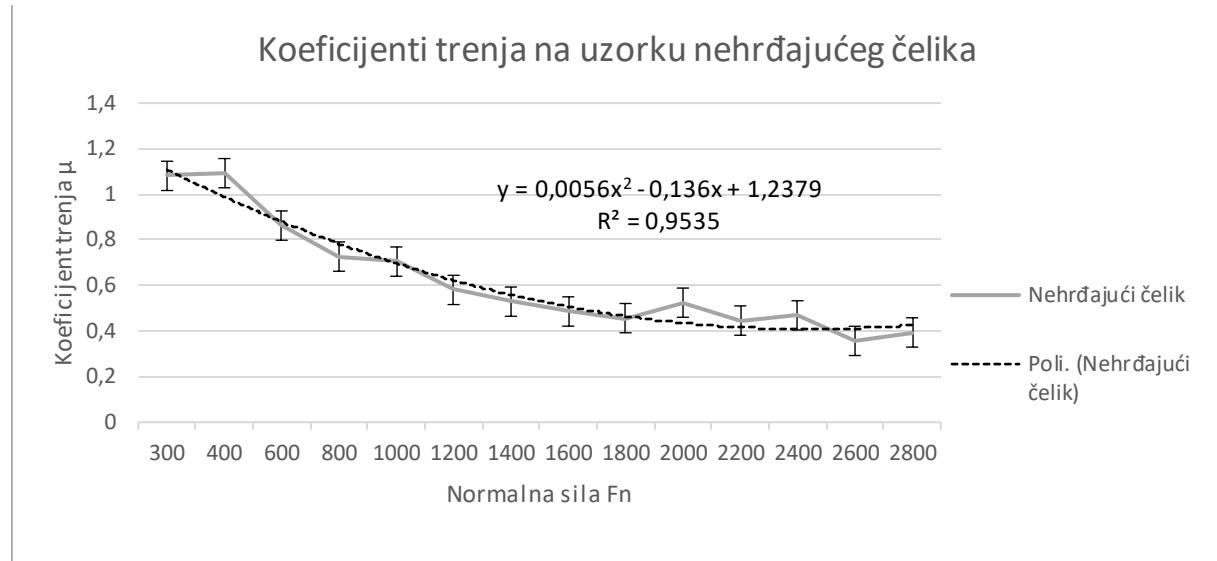
Slika 6.18 Dijagram ovisnosti sile trenja o normalnoj sili prilikom pretraživanja Al_2O_3 i nehrđajućeg čelika pomoću osjetnika Aio-Al-B

Na Slikama 6.19 i 6.20 se može, naposljetku, vidjeti promjena koeficijenta trenja u ovisnosti o normalnoj sili na uzorcima Al_2O_3 i nehrđajućeg čelika. Za uzorak Al_2O_3 prosječna vrijednost koeficijenta trenja iznosi 0,295, pri čemu slaganje podataka s modelom regresije iznosi 0,8987 (90%).



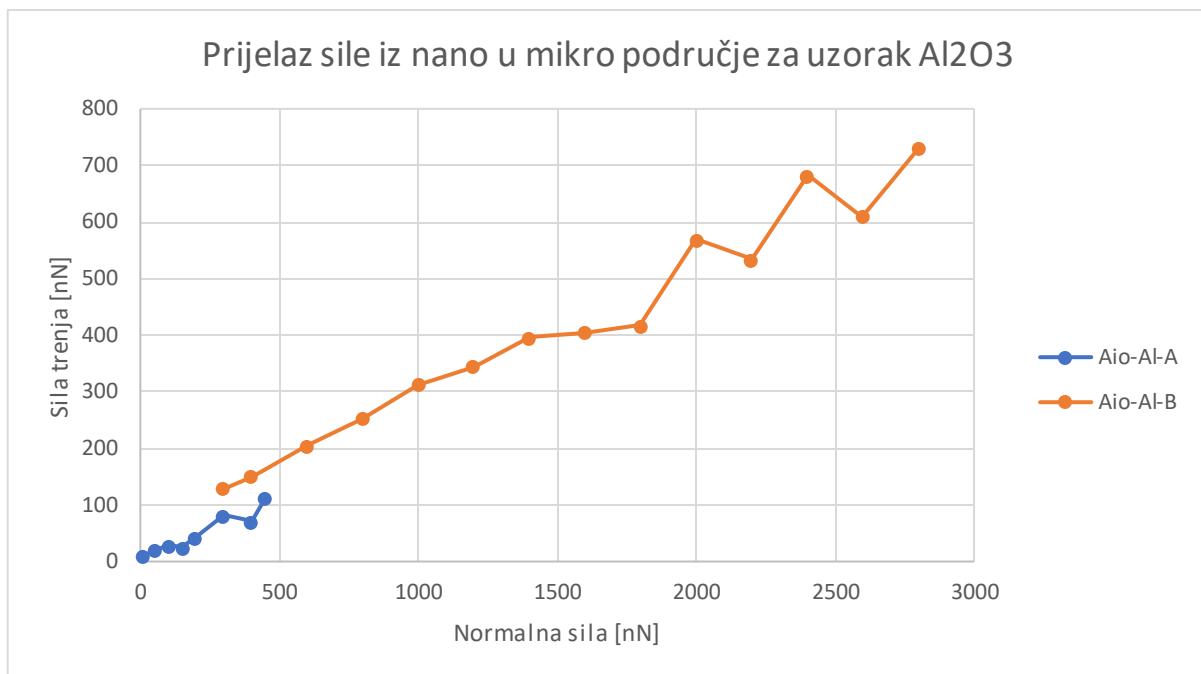
Slika 6.19 Dijagram ovisnosti koeficijent trenja o normalnoj sili za uzorak Al_2O_3 korištenjem osjetnika Aio-Al-B

Za uzorak nehrđajućeg čelika, prosječna vrijednost koeficijenta trenja za narinute normalne sile iznosi 0,622, a vrijednost odgovaranja podataka regresijskom modelu je čak 0,9535 (95%).



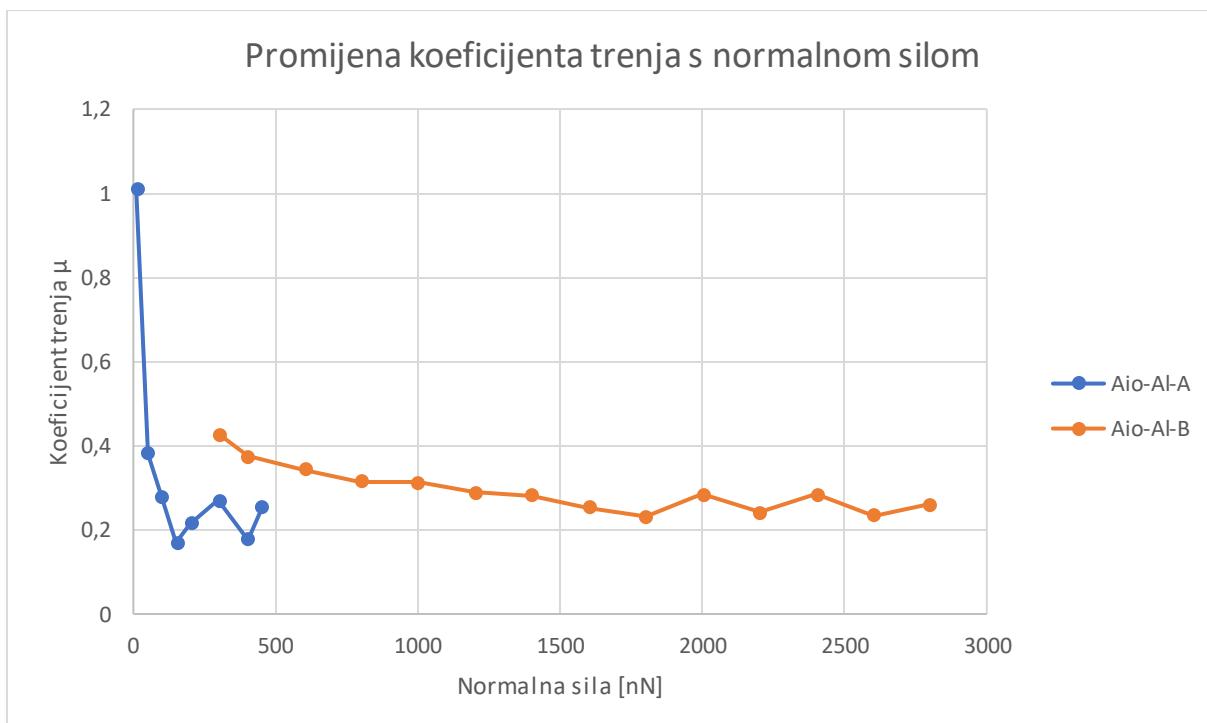
Slika 6.20 Dijagram ovisnosti koeficijenta trenja o normalnoj sili za uzorak nehrđajućeg čelika korištenjem osjetnika Aio-Al-B

Nakon izvršenih eksperimentalnih mjerena te obrade podataka, izradila su se dva dijagrafa koja prikazuju kako se sila trenja i koeficijent trenja mijenjaju s promjenom normalne sile, ali i promjenom osjetnika kojom su se vršila mjerena. Na Slici 6.21 vidi se tako ovisnost sile trenja o povećanju narinute normalne sile, pri čemu se kod iste normalne sile od 300 i 400 nN upotrebom dvaju različitih osjetnika javlja malo odstupanje u dobivenim rezultatima. To pokazuje kako se već pri malim normalnim silama osjetnikom B, tendencionalno dobiva nešto veću silu trenja.



Slika 6.21 Prijelaz sile trenja iz nanopodručja u mikropodručje za Al₂O₃ uzorak

Na Slici 6.22 prikazano je kako povećanjem normalne sile koeficijent trenja lagano (osim na samom početku mjerjenja, s vrlo malim normalnim silama) opada.



Slika 6.22 Utjecaj normalne sile na koeficijent trenja Al₂O₃ uzorka

7. ZAKLJUČAK

U ovom je diplomskom radu obrađen osvrt kroz povijest o nanotriblogiji, obrađene su suvremene metode izvođenja eksperimentalnih mjerena isto tako i metode za nanošenje tankih filmova. Provedena su eksperimentalna mjerena na danu temu, te dobiveni rezultati su razjašnjeni. Naime, odstupanje od izvođenja zadatka dolazi jer u predviđenom vremenskom razdoblju se ne bi sve zadane promjenjive varijable mogle pažljivo obraditi i protumačiti. Donesena je odluka kako će se rad temeljiti na najdominantnijoj promjenjivoj varijabli, normalnoj sili, s kojom su se izvodila eksperimentalna mjerena, te se njen utjecaj analizirao i izvršio kritički osvrt.

U prvom djelu rada opisane su metode određivanja triboloških svojstava materijala kako na makroskali , tako na mikroskali i nanoskali. Opisujući razne metode kojima se mogu dobiti tribološka svojstva, približilo se problematici koja se pojavljuje kada se skala smanjuje. Opisivanjem metoda nanometarske razine postali su jasni izazovi koje je potrebno premostiti kako bi se odradila eksperimentalna mjerena primjerene pouzdanosti. Obraćajući pažnju na utjecaj okoline, poput temperature i vlage u zraku, vibracija drugih strojeva u blizini laboratorija koja stvaraju smetnju, u samome početku se krenulo s pretpostavkom da je mogućnost pojave odstupanja rezultata od stvarnih moguća.

U prisutne izazove, ulazi i ljudska pogreška. Zato što su korišteni osjetnici iznimno malih dimenzija, moralo se paziti na svaki pokret prilikom njihovog postavljanja u mjerni uređaj. Svaki krivi potez rezultirao je oštećivanjem osjetnika, te potrebnom njihove zamjene novima.

U radu je dalje provedena kalibracija osam različitih vrsta osjetnika kako bi se dobili podaci potrebni za provođenje mjerena. Ujedno, provjeravala su se i fizička svojstva osjetnika kako bi se mogla usporediti s nominalnim svojstvima koje daje proizvođač. Zaključeno je kako proizvođači daju dostatne informacije o svojim proizvodima uz odstupanje koje se, s obzirom na male dimenzije, može smatrati prihvatljivima.

U radu je nadalje bilo potrebno odrediti kalibracijsku konstantu, ključan podatak za kvantificiranje resultantne silu trenja na površini ispitivanog uzorka. S obzirom na to da se istim osjetnikom primjenjivalo više sila na površinu, bilo je ritom potrebno za svaku silu odrediti i pripadajuću kalibracijsku konstantu. Kao rezultat za sondu Aio-Al-A se dobila standardna devijacija od 0,0245 što je pokazatelj kako prosječna vrijednost kalibracijske konstante malo odstupa od vrijednosti kalibracijske konstante koja se dobije pri svakom novom mjerenu, iz

čega se može zaključiti kako je s tim osjetnikom moguće dobiti precizne rezultate. S druge strane, za sondu Aio-Al-B standardna devijacija je malo veća, odnosno ona iznosi 0,15, iz čega se može zaključiti kako je odstupanje od prosječne vrijednosti, koja u ovom slučaju iznosi 0,184 povećano, ali je i dalje moguće provesti mjerena koja će dati pouzdane rezultate.

U zaključnome dijelu rada, provedena su mjerena trenja na nanometarskoj razini za uzorke tankog filma Al_2O_3 uzorka nataloženog pomoću ALD metode na silicijev supstrat. Dobiveni rezultati su pomnoženi kalibracijskim konstantama kako bi se dobila informacija o sili trenja na površini.

U radu je, dakle, izvršeno mjerjenje nanotriboloških svojstava Al_2O_3 tankog filma pomoću dva osjetnika različitih krutosti kojima je moguće postići normalne sile u preklapajućem rasponu od $n\text{N}$ do μN , čime je uspješno izvršena analiza utjecaja prijelaznog režima iz nanoskale do mikroskale normalnih sila kojima je opterećivan nanotribološki sustav. Imajući, pak veliku osjetljivost provedenih mjerena, za provjeru jesu li rezultati dovoljno dobri, trebalo bi uzeti još sondi istog proizvođača, provesti iste kalibracije te mjerena, i usporediti ih.

LITERATURA

- [1] „Tribologija“, <https://www.enciklopedija.hr/natuknica.aspx?id=62238>, [10.02.2023.]
- [2] Lončarić, I., "Tribologija u obradi metala trenje, trošenje i podmazivanje", Završni rad, Sveučilište u Rijeci, Pomorski fakultet, Rijeka, 2021., [10.02.2023.]
- [3] Bhushan, B., „Springer Handbook of Nano-technology“, 3. izdanje, Springer-Verlag, Berlin (D), 2010.
- [4] Dimension Icon Microscope, s Interneta, <https://www.bruker.com/en/products-and-solutions/microscopes/materials-afm/dimension-icon-afm.html>, [13.06.2023.]
- [5] Stachowiak, G. W., Batchelor, A. W., Stachowiak, G. B., „Experimental methods in tribology“, 1. izdanje, Elsevier, Amsterdam, 2004., [10.02.2023.]
- [6] Tribometer, s Interneta, <https://en.wikipedia.org/wiki/Tribometer>, [13.06.2023.]
- [7] Keysight Technologies, s Interneta, <https://www.keysight.com/us/en/assets/7018-02195/data-sheets-archived/5990-4172.pdf>, [14.06.2023.]
- [8] Keysight G200 Nanoindenter, s Interneta, <https://nanori.uniri.hr/lpemnt/hr/keysight-g200-nanoindenter/>, [14.06.2023.]
- [9] Hurley, D.C., Kopycinska-Müller, M. i Kos, A.B., „Mapping mechanical properties on the nanoscale using atomic-force acoustic microscopy“, The Journal of the Minerals, vol. 59, str. 23-29, veljača 2007.
- [10] Surface Force Apparatus, s Interneta, https://en.wikipedia.org/wiki/Surface_forces_apparatus, [14.06.2023.]
- [11] Wang, W. i dr., „The heterogeneity and electro-mechanical characteristics of coal at the micro- and nanoscale“, vol. 16, 4. izdanje, Journal of Geophysics and Engineering, kolovoz 2019., [22.02.2023.]
- [12] „How does AFM work?“, s Interneta, <https://www.nanosurf.com/en/support/afm-operating-principle>, [22.02.2023.]
- [13] Shen, X., Li, Y., Qian, T. i dr., „Lithium anode stable in air for low-cost fabrication of a dendrite-free lithium battery“. Nature Communications 10, 900, veljača, 2019, [22.02.2023.]

- [14] Tip and cantilever, s Interneta, <https://www.doitpoms.ac.uk/tplib/afm/cantilever.php>, [14.06.2023.]
- [15] MSNL-10 osjetnici, s Interneta, <https://www.brukerfmprobes.com/p-3710-msnl-10.aspx>, [24.02.2023.]
- [16] Du, X. i dr., „Silicon Nitride as a Biomedical Material: An Overview“, International Journal of Molecular Science, 23(12):6551, lipanj, 2022.
- [17] „The importance of the probe in AFM part 1: The tip“, s Interneta, <https://analyticalscience.wiley.com/do/10.1002/micro.2100>, [24.02.2023.]
- [18] Nanosensors, s Interneta, <https://www.nanosensors.com/pointprobe-plus-lateral-force-microscopy-reflex-coating-afm-tip-PPP-LFMR>, [03.05.2023]
- [19] Opustips, s Interneta, <https://www.opustips.com/AFM-Tip-4XC-NN>, [03.05.2023.]
- [20] „How Does The AFM Work?“, s Interneta, [https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Analytical_Chemistry/Supplemental_Modules_\(Analytical_Chemistry\)/Microscopy/Scanning_Probe_Microscopy/03_Basic_Theory/02_Atomic_Force_Microscopy_\(AFM\)](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Analytical_Chemistry/Supplemental_Modules_(Analytical_Chemistry)/Microscopy/Scanning_Probe_Microscopy/03_Basic_Theory/02_Atomic_Force_Microscopy_(AFM)), [31.05.2023.]
- [21] “Nanoscope Software User Guide“, s Interneta, <https://www.nanophys.kth.se/nanolab/afm/icon/bruker-help/Content/SoftwareGuide/Realtime/GettingToKnow/WorkflowToolbar.htm>, [08.03.2023.]
- [22] „AFM Icon Nanoscope software training part 2“, s Interneta, <https://www.youtube.com/watch?v=Lg8rxdvKxIY>, [21.03.2023.]
- [23] „Thermal Tune“, s Interneta, <https://www.nanophys.kth.se/nanolab/afm/icon/bruker-help/Content/PeakForceQNM/Calibration/ThermalTune.htm#TunePanel>, [21.03.2023.]
- [24] Serry, F. M., „Improving the Accuracy of AFM Force Measurements: The Thermal Tune Solution to the Cantilever Spring Constant Problem“, s Interneta, <https://www.bruker-nano.jp/library/57e489500c201abd043451c7/57fde5d24e5256d4724aeb91.pdf>, [21.03.2023.]
- [25] Perčić, M., „Characterization of parameters influencing friction in the nanometric domain“, doktorski rad, Tehnički fakultet Rijeka, Rijeka, 2020., [21.03.2023.]

- [26] Varenberg, M., Etsion, I., Halperin, G., „An improved wedge calibration method for lateral force in atomic force microscopy“, AIP Publishing, Review of Scientific Instruments, vol. 74, 7. izdanje, Israel, travanj, 2003., [04.05.2023.]
- [27] Hodges, C.S., Jones, R., „Applications of Atomic Force Microscopy to Granular Materials: Interparticle forces in air“, knjiga: Advances in granular materials: Fundamentals and applications, Royal Society of Chemistry, ožujak, 2004., [31.05.2023.]
- [28] ImageJ, s Interneta, <https://en.wikipedia.org/wiki/ImageJ>, [03.05.2023.]
- [29] Tehničke podaci BudgetSensors osjetnika Aio-Al-A i Aio-Al-B, s Interneta, <https://www.budgetsensors.com/multipurpose-afm-probe-all-in-one>, [04.05.2023.]
- [30] “What is pulsed laser deposition (PLD)?“, s Interneta, <https://vaccoat.com/blog/what-is-pulsed-laser-deposition-pld/>, [05.05.2023.]
- [31] Leskelä, M., Niinistö, J., Ritala, M., „Atomic Layer Deposition“, Elsevier, 4. izdanje, str. 101- 123, Finska, 2014., [16.04.2023.]
- [32] „NanoScope Analysis 1.50“, s interneta, <https://www.epfl.ch/research/facilities/cmi/wp-content/uploads/2020/03/NanoScopeAnalysisV150Manual.pdf>, [31.05.2023.]
- [33] Gwyddion, s interneta, <http://gwyddion.net/>, [10.06.2023.]

POPIS SLIKA

Slika 2.1 Tribometar [6]	4
Slika 2.2 Nanoindenter Keysight G200 [8]	5
Slika 2.3 Koncept rezonantnog mjerjenja [9]	6
Slika 2.4 SFA instrument [10]	7
Slika 3.1 Pojednostavljeni prikaz dijelova AFM-a [11]	8
Slika 3.2 Prikaz rada AFM-a [13]	9
Slika 3.3 MSNL-10 gredice.....	11
Slika 3.4 Šiljasti vrh sonde	12
Slika 3.5 MSNL-10 nosač sa osjetnicima [15]	13
Slika 3.6 Fotografija osjetnika MSNL-10E (A) te MSNL-10F (B) dobivena mikroskopom na AFM uređaju korištenom u diplomskom radu	13
Slika 4.1 Nanoscope program [21]	15
Slika 4.2 Odabir i postavljanje gredice [22]	16
Slika 4.3 Postavljanje lasera na sjenu gredice	16
Slika 4.4 Zbroj signala lasera i fotodiode [22]	17
Slika 4.5 Naredbe nanoscope programa [21]	17
Slika 4.6 Shematski prikaz grafa sila - udaljenost uzorka [23]	18
Slika 4.7 Osjetljivost gredice MSNL-10E.....	19
Slika 4.8 Thermal tune MSNL-10E gredice.....	20
Slika 4.9 Izračuna konstana krutosti MSNL-10E gredice Nanoscope-om	21
Slika 4.10 Logaritamski prikaz raspona mogućih normalnih sila za razne testirane gredice... <td>23</td>	23
Slika 4.11 Shematski prikaz (a) i stvarna topologija TGF11 uzorka (b) [25]	24
Slika 4.12 Reakcijske sile i momenti na vršku osjetnika prilikom mjerjenja [25]	25
Slika 4.13 Torzijska petlja [26]	30
Slika 4.14 Alternativna metoda određivanja kalibracijske konstante α [26].....	33
Slika 4.15 Sila adhezije za sondu Aio-Al-A.....	34
Slika 4.16 Sila adhezije za sondu Aio-Al-B	35
Slika 4.17 Adhezija između dviju čestica [27]	36
Slika 4.18 Adhezija uz deformaciju elastičnih materijala [27]	36
Slika 4.19 Sila adhezije hidrofobnog materijala [27]	37
Slika 4.20 Osnovne informacije Aio-Al-A i Aio-Al-B osjetnika [26]	38
Slika 4.21 ImageJ sučelje	39

Slika 4.22 Aio-Al-A i Aio-Al-B osjetnici	40
Slika 4.23 Rezultati mjerjenja Aio-Al-A i Aio-Al-B osjetnika.....	40
Slika 5.1 Shema uređaja za naparivanje prevlaka [30].....	43
Slika 5.2 Shema procesa ALD-a [31].....	44
Slika 6.1 Učinak oštine vrha [32].....	46
Slika 6.2 Oštar vrh sonde na zaobljenom karakterizatoru [32]	46
Slika 6.3 Prikaz artefakta vrha [32]	47
Slika 6.4 Kvalifikacija vrha sonde.....	48
Slika 6.5 Odabir visina poprečnih presjeka za procjenu kvalitete vrška osjetnika [32]	49
Slika 6.6 TGF11 [100] trace signal	50
Slika 6.7 TGF11 [100] retrace signal	51
Slika 6.8 TGF11 [111] trace signal	52
Slika 6.9 TGF11 [111] retrace signal	52
Slika 6.10 Graf ovisnosti kalibracijske konstante o normalnoj sili osjetnika Aio-Al-A	54
Slika 6.11 Graf ovisnosti kalibracijske konstante o normalnoj sili osjetnika Aio-Al-B	54
Slika 6.12 Dobivanje resultantne slike	55
Slika 6.13 Površina prije množenja s kalibracijskom konstantom	56
Slika 6.14 Rezultat pretraživanja <i>Al₂O₃</i> površine u μN	57
Slika 6.15 Distribucija rezultata sile izražene pomoću prosječne hrapavosti površine	57
Slika 6.16 Dijagram ovisnosti sile trenja o normalnoj sili prilikom pretraživanja <i>Al₂O₃</i> pomoću osjetnika Aio-Al-A	58
Slika 6.17 Ovisnost koeficijenta trenja o normalnoj sili sonde Aio-Al-A za uzorak Al ₂ O ₃ ...	59
Slika 6.18 Dijagram ovisnosti sile trenja o normalnoj sili prilikom pretraživanja <i>Al₂O₃</i> i nehrđajućeg čelika pomoću osjetnika Aio-Al-B	61
Slika 6.19 Dijagram ovisnosti koeficijent trenja o normalnoj sili za uzorak Al ₂ O ₃ korištenjem osjetnika Aio-Al-B	61
Slika 6.20 Dijagram ovisnosti koeficijenta trenja o normalno sili za uzorak nehrđajućeg čelika korištenjem osjetnika Aio-Al-B	62
Slika 6.21 Prijelaz sile trenja iz nanopodručja u mikropodručje za <i>Al₂O₃</i> uzorak	63
Slika 6.22 Utjecaj normalne sile na koeficijent trenja <i>Al₂O₃</i> uzorka.....	63

POPIS TABLICA

Tablica 4.1 Raspon mogućih normalnih sila za različite geometrije gredica	22
Tablica 4.2 Usporedba dimenzija Aio-Al osjetnika [29].....	41
Tablica 6.1 Vrijednosti vrha sonde prije i poslije mjerena.....	49
Tablica 6.2 Odnos normalne sile i sile trenja prilikom pretraživanja <i>Al2O3</i> pomoću osjetnika Aio-Al-A.....	58
Tablica 6.3 Odnos normalne sile i sile trenja prilikom pretraživanja <i>Al2O3</i> i nehrđajućeg čelika pomoću osjetnika Aio-Al-B	60

SAŽETAK

U ovom diplomskom radu, obrađen je moderan i unaprijeđen način kalibracijske metode osjetnika za dobivanje poprečne sile pomoću mikroskopa atomskih sila. Uspoređene su tvorničke postavke osjetnika, s eksperimentalno dobivenim informacijama kako bi se moglo pristupiti provođenju eksperimentalnih mjerena. Sila trenja je mjerena dvama osjetnicima, te se uspostavila ovisnost dobivene sile trenja s normalnom silom, na uzorcima Al_2O_3 i nehrđajućeg čelika, u rasponu od nanometarske do mikrometarske, te su kritički analizirani dobiveni rezultati. Odrađena je provjera vrška osjetnika koja je na temelju dobivenih rezultata analizirano, i priloženo je odgovarajuće rješenje za dobivene rezultate.

KLJUČNE RIJEČI: Tribologija, AFM, sila trenja, kalibracijska konstanta

ABSTRACT

With the aim of this thesis a modern and improved method of probe calibration for obtaining lateral force measurements in atomic force microscopy, was used. The factory dimensions of AFM probes, provided by the manufacturer, have been compared with the experimentaly obtained ones enabling the execution of experimental measurements. The friction force was measured via two different AFM probes which allowed spanning from nN to μ N range of normal loads exerted on the samples of Al_2O_3 and stainless steel. The dependence has between measured friction force and variable normal forces ranging from nanonewton to micronewton scale has been established, and the obtained results are criticaly analysed and discussed. Tip qualification of probe was checked, and based on the obtained results which have been analyzed, appropriate solution has been given.

KEY WORDS: Tribology, atomic force microscopy, friction force, calibration constant

Razvoj istraživačke infrastrukture na Kampusu Sveučilišta u Rijeci
OBRAZAC ZA IZVJEŠĆIVANJE O KORIŠTENJU ZNANSTVENE OPREME

Projekt Sveučilišta u Rijeci „Razvoj istraživačke infrastrukture na Kampusu Sveučilišta u Rijeci“ financiran je iz Europskog fonda za regionalni razvoj (EFRR) u iznosu od 180.182.048,91 kn.

Vrsta rada:	Diplomski rad
Datum:	01. srpnja 2023.
Institucija/e:	Centar za mikro i nano znanosti i tehnologije
Naziv rada (HRV):	Eksperimentalno mjerjenje nanotriboloških svojstava tankih filmova pretražnom mikroskopijom u modalitetu poprečne sile
Naziv rada (ENG):	Experimental measurement of nanotribological characteristics of thin films by scanning probe lateral force microscopy
Sažetak:	<p>With the aim of this thesis a modern and improved method of probe calibration for obtaining lateral force measurements in atomic force microscopy, was used. The factory dimensions of AFM probes, provided by the manufacturer, have been compared with the experimentaly obtained ones enabling the execution of experimental measurements. The friction force was measured via two different AFM probes which allowed spanning from nN to μN range of normal loads exerted on the samples of Al_2O_3 and stainless steel. The dependence has between measured friction force and variable normal forces ranging from nanonewton to micronewton scale has been established, and the obtained results are critically analysed and discussed. Tip qualification of probe was checked, and based on the obtained results which have been analyzed, appropriate solution has been given.</p>
Ključne riječi (HRV):	Tribologija, AFM, sila trenja, kalibracijska konstanta
Ključne riječi (ENG):	Tribology, atomic force microscopy, friction force, calibration constant
Autor rada:	Martin Tomić
Mentor/i:	prof. dr. sc. Saša Zelenika
Komentor:	dr. sc. Marko Perčić