

# Eksperimentalno mjerenje nanotriboških 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://um.nsk.hr/um:nbn:hr:190:769319>

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

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-11-17**



*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 ispitu i završetku diplomskih studija Tehničkog fakulteta u Rijeci, izjavljujem da sam samostalno izradio diplomski rad pod naslovom „Eksperimentalno mjerenje nanotriboloških svojstava tankih filmova pretražnom mikroskopijom u modalitetu poprečne sile“ pod vodstvom mentora prof. dr. sc. Saše Zelenike i komentora 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 diplomsko rada.

Zahvaljujem se obitelji, prijateljima i kolegama na neizmjerne 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 mjerenja 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. Provjera vrška sonde.....	45
6.2. Kalibracijska mjerenja .....	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 mjerenja [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 makrosvijetu, 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 neizbježno 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 mjerenja 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 mjerenja [4].

Prilikom izrade diplomskog rada dolazi do odstupanja od izrade zadanog zadatka. Odstupa se od izrade zadatka jer se traži da se eksperimentalna mjerenja izvode s tri promjenjiva parametra što komplicira cijelu izradu. Tako zadani zadatak zahtijeva 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

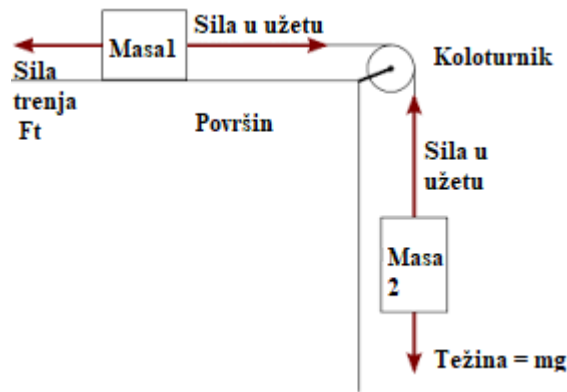
Eksperimentalne metode u tribologiji su metode kojima se promatraju fizikalni fenomeni na površini materijala u relativnom gibanju, pomoću čega se one mogu opisati i rastumačiti matematičkim modelima ili drugim metodama.

Prve primjene triboloških principa datiraju još od paleolitskoga doba, gdje su prvi ljudi koristili trenje kako bi stvorili vatru. 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 skalama. 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 mjerenja, 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  $\mu$ , 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 mjerenja 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  $\mu\text{N}$ .

Za provođenje eksperimentalnih mjerenja 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 mjerenja 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 prolaženjem po površini se stvara 3D slika topologije na računalo [7].



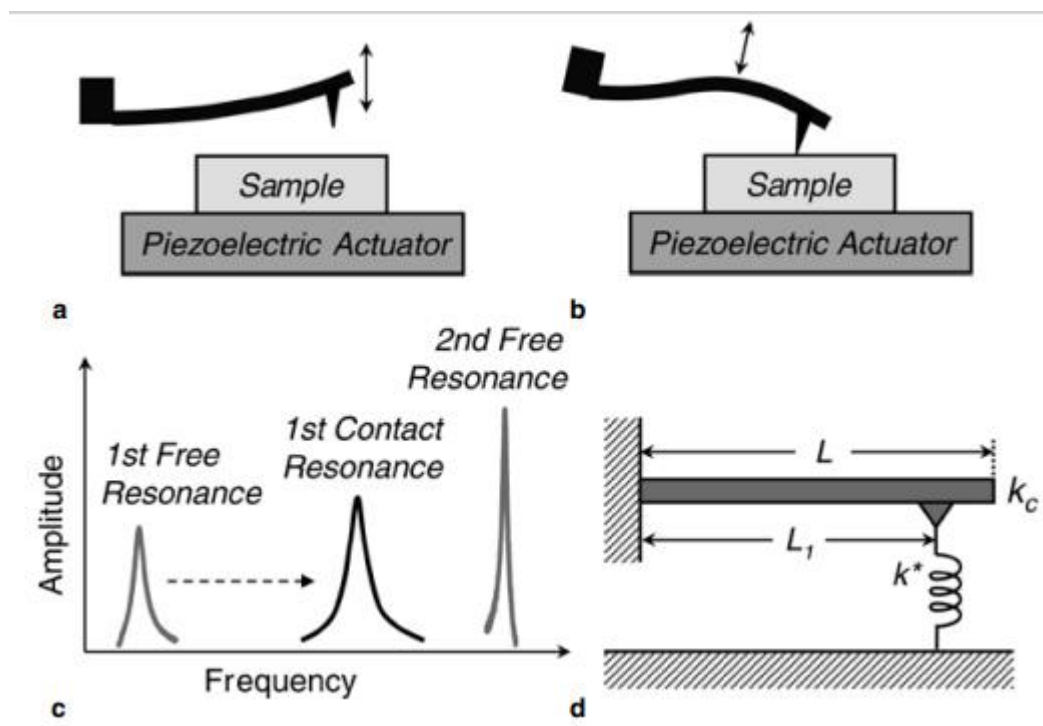
*Slika 2.2 Nanoindenter Keysight G200 [8]*

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 mjerenja [9]

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

Eksperimentalna mjerenja 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 aktuatora za precizno pozicioniranje i optičku interferometriju za mjerenje udaljenosti između površina. Koristeći ove elemente, omogućena je razlučivost mjerenja udaljenosti od 0,1 nm i mjerenje sile do  $10^{-8}$  N [10].

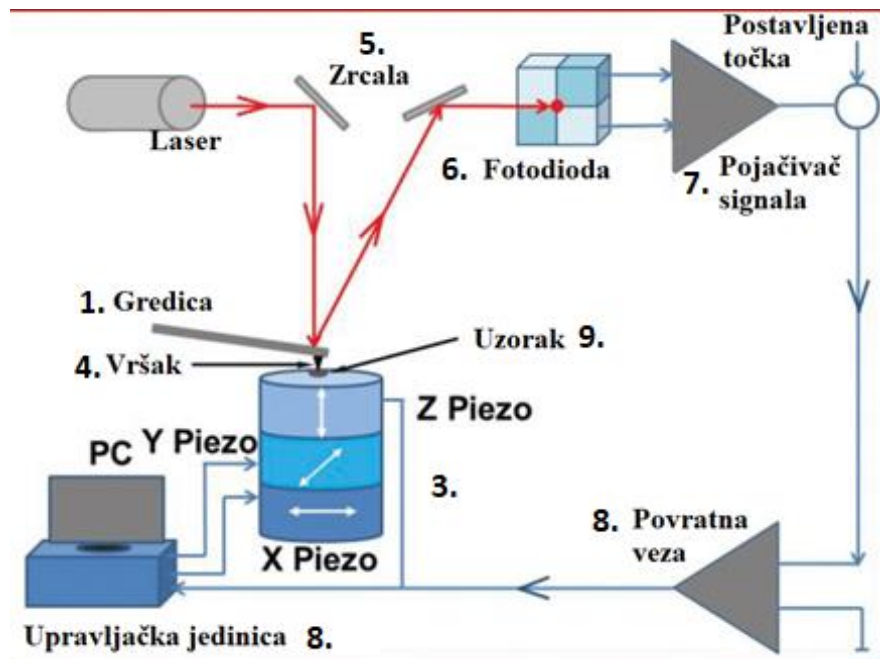
Eksperimentalna mjerenja izvršena u sklopu ovog diplomskog rada su rađena, pak, na AFM uređaju te će ta eksperimentalna metoda biti detaljnije opisana u nastavku rada.

### 3. MIKROSKOPIJA ATOMSKIH 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):

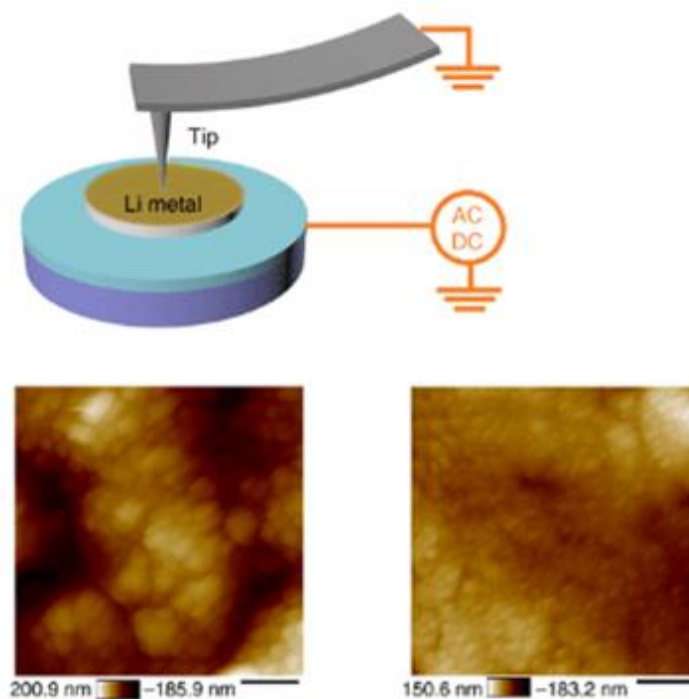
1. gredica
2. potpora za gredicu
3. piezoelektrični aktuator
4. vršak
5. zrcala
6. fotodioda
7. pojačivač signala
8. upravljačke jedinice s povratnom vezom
9. uzorak za skeniranje



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 osjetnika (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 fotodetektorom 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-praznjenja 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 oštećuje 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]:

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

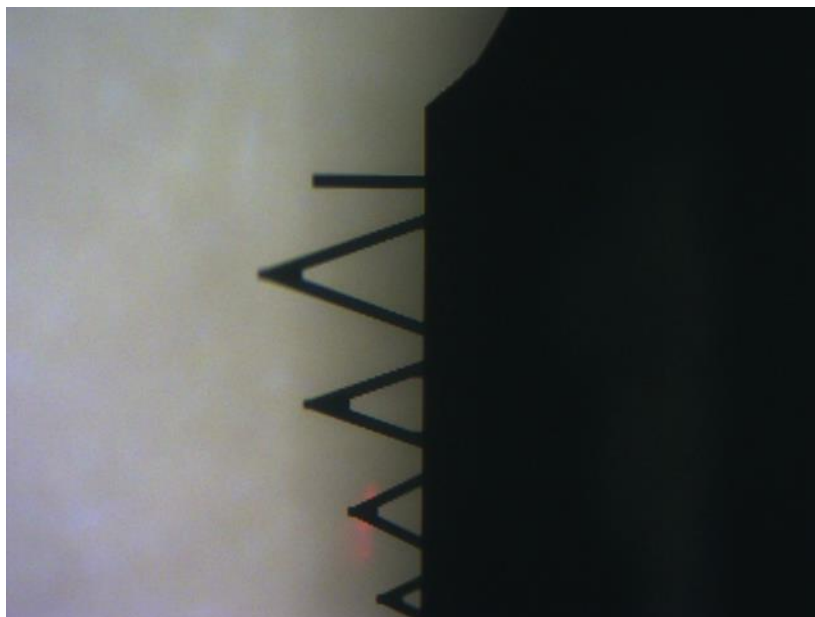
gdje je:

- $k$  – 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 [ $N/m^2$ ]

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*

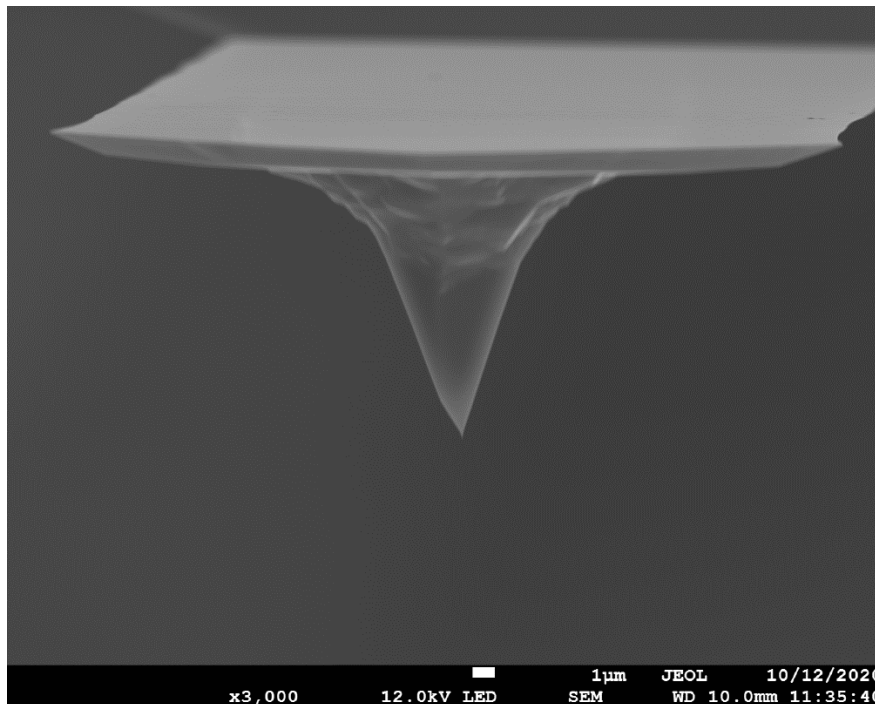
Gredica i vršak se u pravilu izrađuju od istoga materijala, pri čemu se vršak zna dodatno obložiti s dodatnim materijalom. Također, gredica se ponekad sa stražnje strane obloži sa zlatom ili aluminijem kako bi se pojačala refleksija lasera od poledine gredice [14, 15]. U ovome radu će se koristiti više 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].

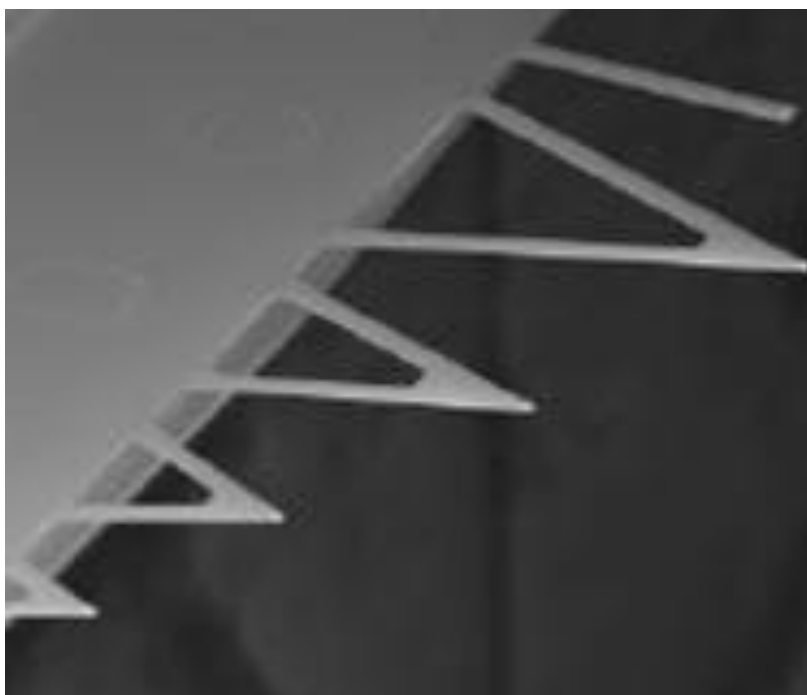
Vršci (Slika 3.4) imaju mogućnost prevlačenja materijalima poput kobalta ili platine, pa čak i zlatom. Različiti materijali poboljšavaju različita mjerenja, pa tako kobalt i platina mogu poboljšati električna ili magnetska mjerenja, dok se zlato koristi kada je potrebno provesti

kemijska ili biološka mjerenja. Kada vrh skenira površinu uzorka, polumjer vrška mora biti manji od veličine mjerenih površinskih značajki kako bi se one mogle pravilno odrediti. To znači da vršak koji ima zakrivljenost manju od površinskih značajki, točnije iscertava 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].

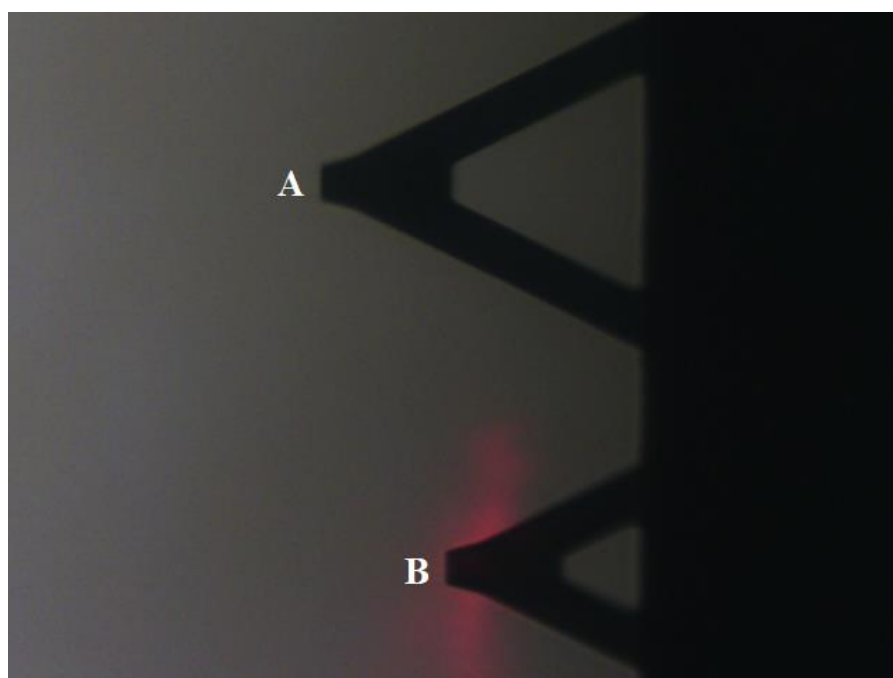


*Slika 3.4 Šiljasti vrh sonde*

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 MSNL-10E i MSNL-10F [15] koje su prikazane na Slikama 3.5 i 3.6. Slika 3.5 prikazuje raspored gređica na nosaču i može se vidjeti kako jedan nosač može sadržavati više osjetnika za skeniranje. Svaka sonda je drukčija. Sonde se razlikuje 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 mjerenja.



*Slika 3.5 MSNL-10 nosač sa osjetnicima [15]*



*Slika 3.6 Fotografija osjetnika MSNL-10E (A) te MSNL-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.

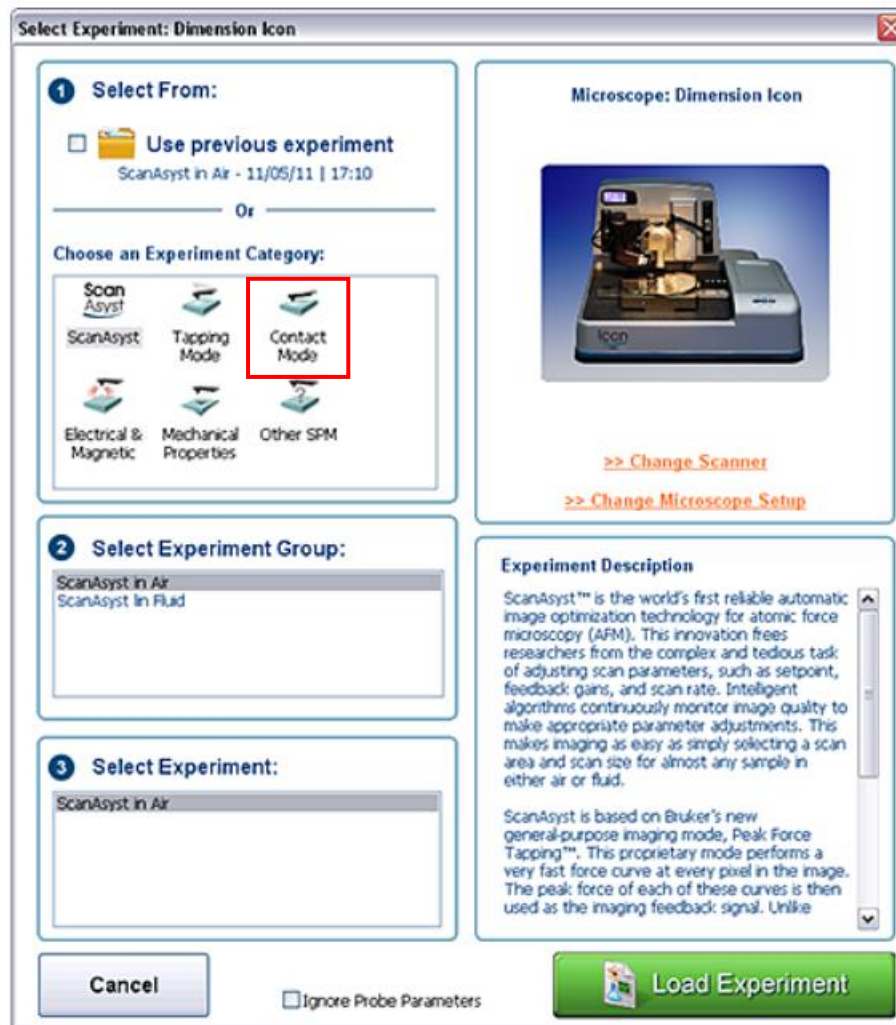
Kako je u uvodu rečeno, sile koje djeluju na makrorazinama se razlikuju od onih koje djeluju na mikrorazinama i nanorazinama. Iz toga razloga puno više se promatra djelovanje sila adhezije i kapilarnost materijala. Kako bi se proizvodi mogli koristiti na ovdje promatranim skalama, potrebno je provesti eksperimentalna mjerenja 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 mjerenja se odvijaju pomoću Nanoscope programa. Nanoscope program osmislila je tvrtka Bruker koja je ne samo proizvela AFM uređaj Dimension Icon, nego proizvodi i gredece pomoću kojih se rade eksperimentalna mjerenja, te druge znanstvene uređaje [20].

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

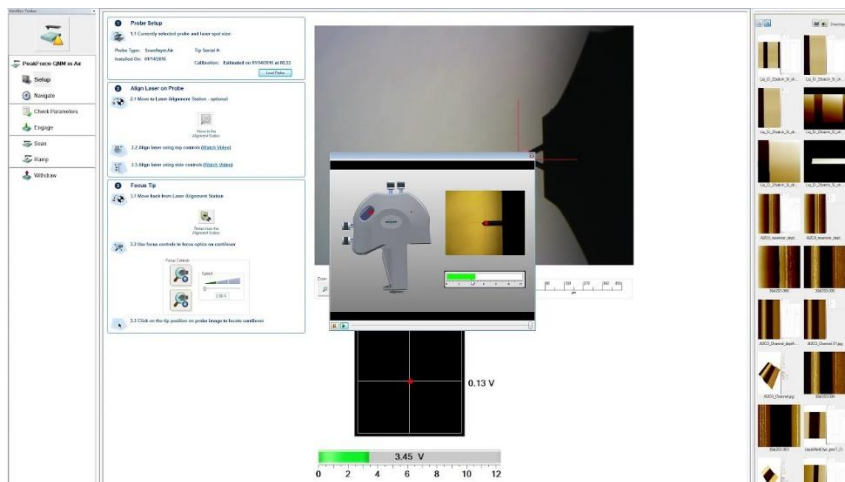


Slika 4.1 Nanoscope program [21]

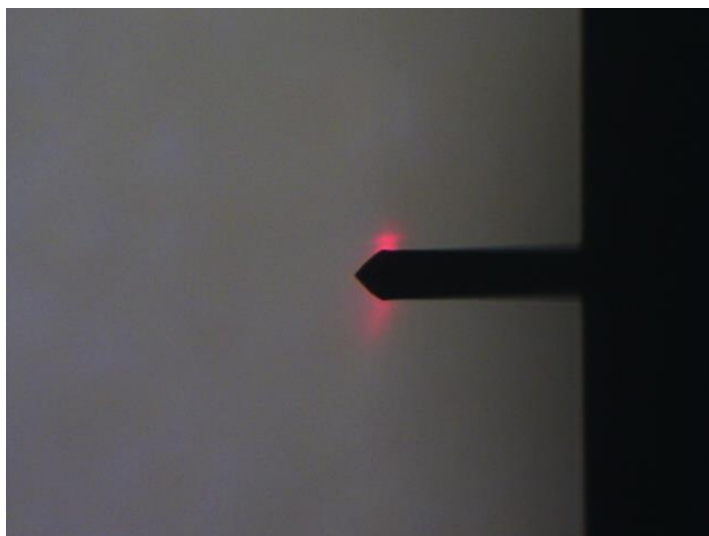
Prilikom pokretanja odabranoga modaliteta rada, prikazuje se sljedeći prozor koji se može vidjeti na Slici 4.2. Kad se pojavi taj prozor odabire se „setup“ opcija kojom se omogućuje postavljanje referentnog materijala koji služi za dobivanje krutosti gređice i njene osjetljivosti. Pomoću tih faktora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

Nakon što se odabrala pravilna gređica, idući korak za pravilnu kalibraciju je postavljanje laserskog snopa na takav način da se što više svjetlosti reflektira sa stražnje površine gređice 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 gređice. Na slici 4.3 vidi se pak, prikaz kako izgleda trenutak kada se laserski snop namjesti na sjenu gređice koja se koristi prilikom podešavanja kalibracije normalne krutosti. Na slici 4.4 se može vidjeti dio Nanoscope

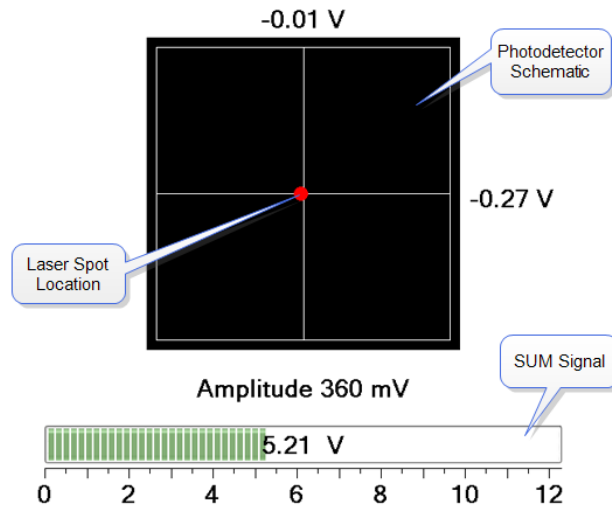
programa koji služi za dobivanje sume signala koji se dobije pomoću refleksije laserskog snopa te namještanjem fotodiioda.



Slika 4.2 Odabir i postavljanje gredice [22]

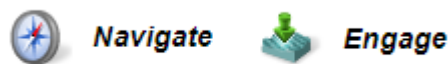


Slika 4.3 Postavljanje lasera na sjenu gredice



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 prozirnog 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].

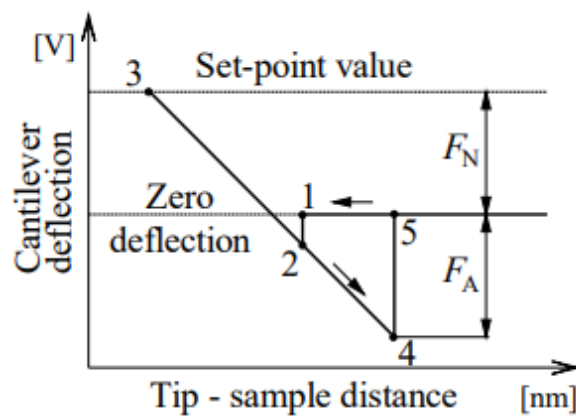


Slika 4.5 Naredbe nanoscope programa [21]

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].

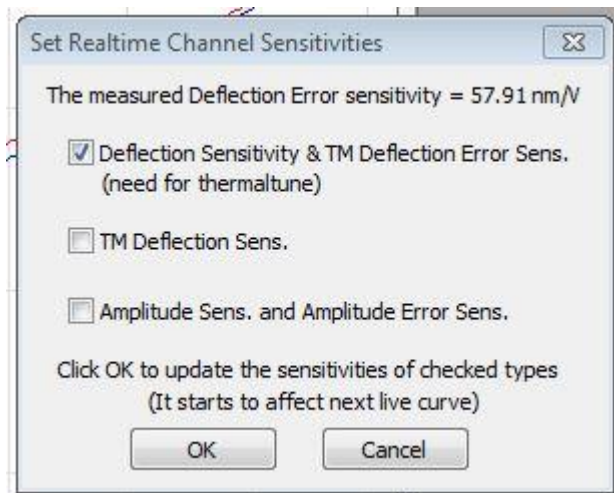
Na shematskome prikazu se može vidjeti pet karakterističnih točaka. U prvoj fazi procesa se dostiže točka 1. U toj točki vrh gredice prilazi promatranome uzorku. Tada se, vidi nagli skok u točku 2. U toj točki sila adhezije djeluje na vršak i privlači ga, te gredica dolazi u kontakt s površinom uzorka. Daljnjim 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]

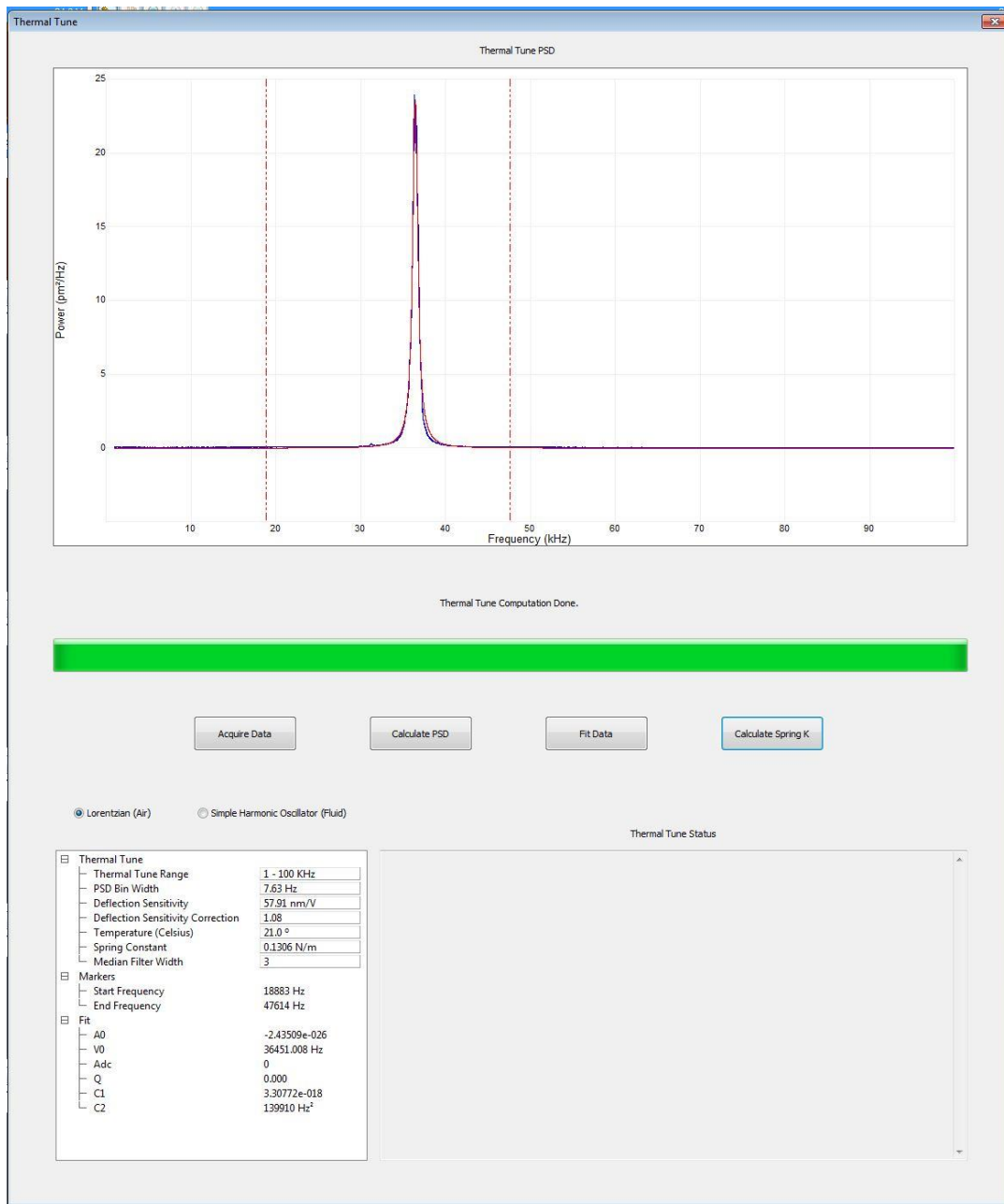
Jednom kada se se završi opisani proces, moguće je dobiti osjetljivost gredice. Prilikom ovog procesa, piezoaktuatoru se mijenja dolazni napon, od 1-12 V. Trenutak kada je gredica započela kontakt s površinom uzorka, napon na piezoaktuatoru se povećava do 12 V i zatim se smanjuje. Na računaru se dobiva 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.





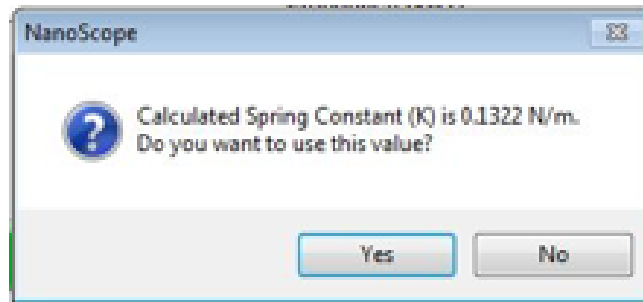
Slika 4.7 Osjetljivost gredice MSNL-10E

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 odabrati „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 MSNL-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 gre dica [21].

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

gdje je:

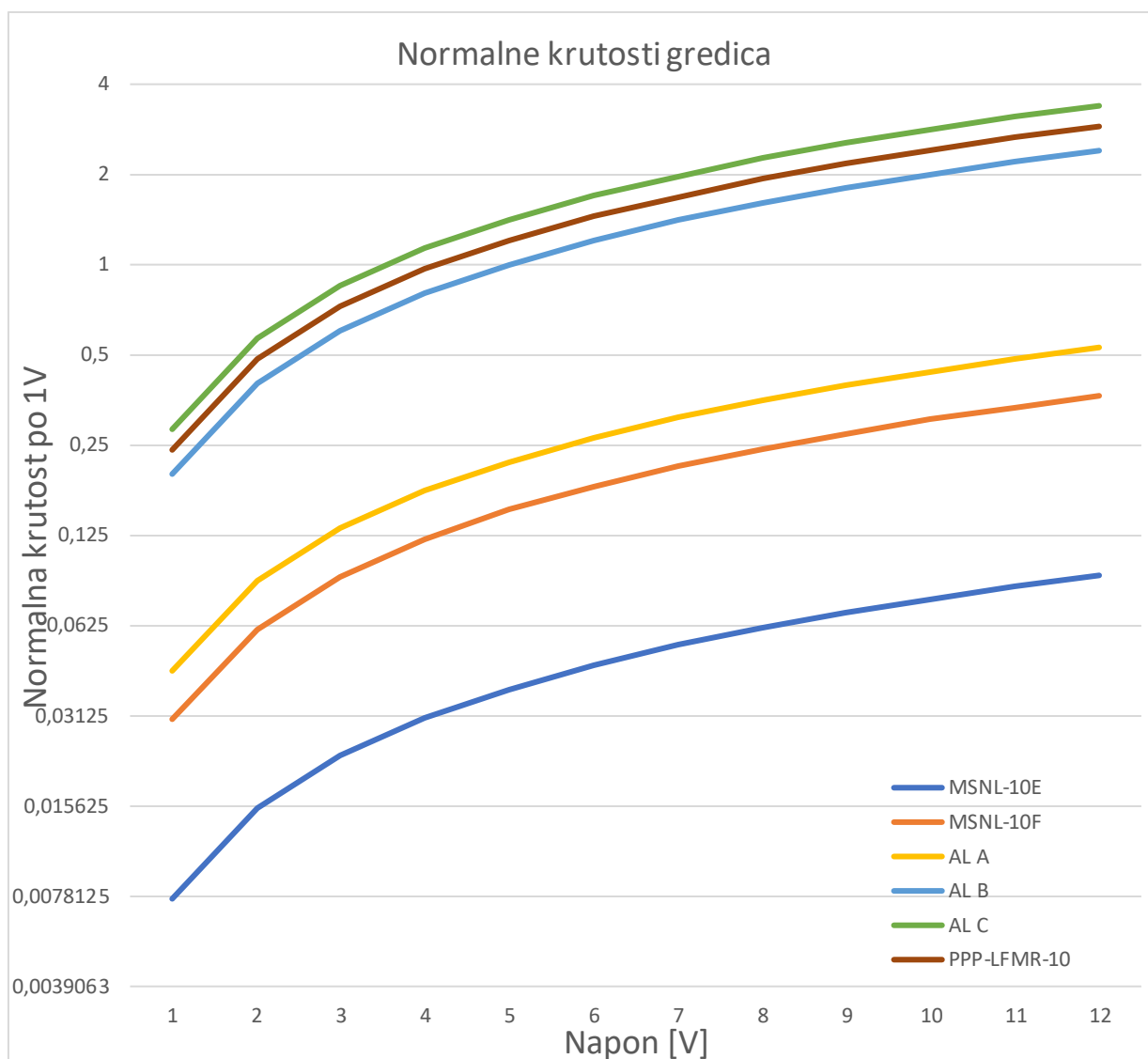
- $k_N$  – normalna krutost gre dice izražena u njutnima po voltu [N/V]
- $s$  – osjetljivost gre dice izražena u nanometrima po voltu [m/V]
- $k$  – koeficijent krutosti gre dice izražena u njutnima po metru. [N/m]

Budući da piezoaktuator radi na naponu do 12 V, u konkretnom je slučaju bilo potrebno dobivenu normalnu krutost gre dica pomnožiti s 12 V kako bi se dobila normalna sila koja djeluje na gre dicu. 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 gre dice, nadalje napravljen je thermal tune proces pomoću kojeg se dobiva vrijednost koeficijenta krutosti gre dica. Idući korak je da se za svaku gre dicu napravi mjerenje kolikom silom ona gre be po površini uzorka u normalnom smjeru za svih 12 V kojima se upravlja piezoaktuator. Prikaz rezultata dobivenih za svih osam gre dica može se vidjeti u tablici 4.1.

Tablica 4.1 Raspon mogućih normalnih sila za različite geometrije gredica

Normalna sila gredica [ $\mu\text{N}$ ]								
Napon piezoaktuatora [V]	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 silu kojom sonda pritišće površinu uzorka pri svakom voltu set-point vrijednosti piezoaktuatora. Pomoću krutosti gredica, dobila se normalna sila koja je potrebna kako bi se dalje moglo napraviti eksperimentalno mjerenje 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 [ $\mu\text{N}$ ]. 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 piezoaktuatoru povećava, pri čemu na horizontalnoj osi se nalazi napon kojim se upravlja piezoaktuator, a na vertikalnoj osi se nalaze vrijednosti normalne krutosti po voltu.



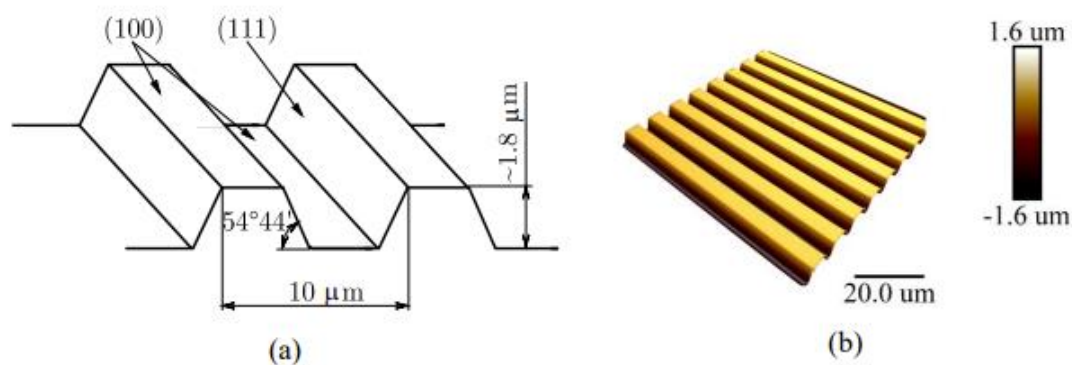
Slika 4.10 Logaritamski prikaz raspona mogućih normalnih sila za razne testirane gredice

## 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 referentne sonde s poznatom krutošću
- kalibracija preko određivanja krutosti gredice numeričkom metodom.

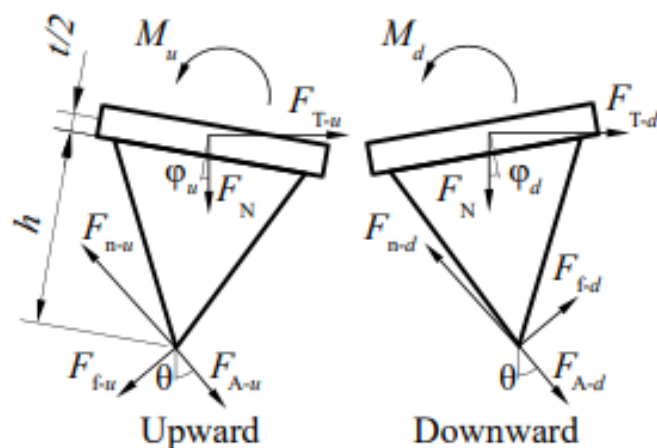
Za izradu diplomskog rada, odabrane su dvije gredice, Aio – Al A i Aio – Al B. Odabrane gredice, kako je spomenuto u prošlom potpoglavlju pokrivaju široki spektar normalne sile te će se koristiti za daljnju kalibraciju. Postupak kalibracije poprečne sile pomoću kalibracijskog uzorka vrlo je sličan postupku 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, gređica se mora gibati na takav način da je njena putanja okomita na uspone i padove topologije TGF11 uzorka. To znači da se prilikom kalibracije, gređica koja je pritisnuta određenom silom koja se u Nanoscope programu definira opcijom „*Set point*“, pomiče tako da vršak osjetnika okomito prolazi po stranici orijentacije 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  $F_N$ , orijentirana prema dolje, vučna sila  $F_T$ , koja djeluje transversalno, sila adhezije  $F_A$ , sila trenja  $F_T$  i reakcijska normalna sila  $F_n$ . Zbog sila adhezije, trenja i reakcijske normalne sile, na gređici se javlja torzijski moment [25].



Slika 4.12 Reakcijske sile i momenti na vršku osjetnika prilikom mjerenja [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 mjerenje 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 adheziju, 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 gređica optereti momentom, te se analizira kontaktni odziv koji se mjeri na površini podloge. Metoda u dva koraka uključuje kalibraciju torzijskog kuta gređice 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 silu [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:

- $\theta$  – 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  $\mu$  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 javljaju 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]
- $\varphi$  – 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 [ $\text{N/m}^2$ ]
- $W_p$  – polarni moment otpora [ $\text{Nm/rad}$ ]

Daljnjom 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  $\beta$ , te njihova veza glasi  $\beta \cdot M_o = M$ . Kalibracijska konstanta  $\beta$  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  $\alpha$  u njutnima po voltu [N/V], jednadžba za silu trenja po ravnoj površini [26] :

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

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

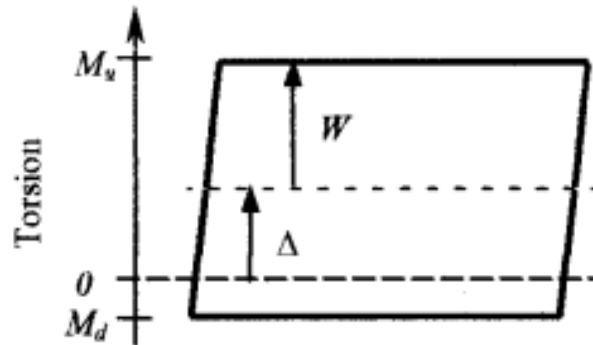
Kalibracijska konstanta  $\alpha$  pretvara moment izražen u voltima  $M_o$  u silu trenja  $F_f^{flat}$ . Zbog izgleda vrška koji može biti u obliku piramide i u obliku kuglice, potrebno je kalibracijsku konstantu  $\alpha$  odrediti zasebno. U ovom diplomskom radu su se koristili osjetnici s vrškom 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 jednačba 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  $\Delta$ , kao što je to prikazano na slici 4.13 [26]:

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

gdje je:

- $\Delta$  – pomak od petlje [Nm]

Kako se izlazni napon veže uz kalibracijsku konstantu  $\beta$ , 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  $\Delta_o^*$ , tako što se od njega oduzima pomak torzijske petlje na ravnoj površini  $\Delta_o^{flat}$ . 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  $\mu$ . Kvadratna jednadžba koja se dobije, glasi [26]:

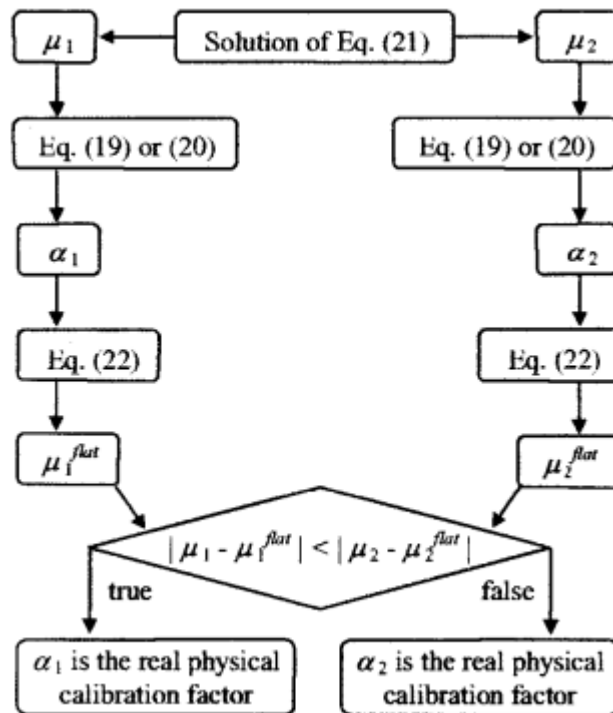
$$\sin \theta \cdot (L \cdot \cos \theta + F_A) \cdot \mu^2 - \frac{\Delta_o^* - \Delta_o^{flat}}{W_o} \cdot (L + F_A \cdot \cos \theta) \cdot \mu + L \cdot \sin \theta \cdot \cos \theta = 0 \quad (4.21)$$

U kvadratnoj jednadžbi (4.21) se nalazi poznati nagib površine, potrebne za kalibraciju poprečne krutosti,  $\theta$  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  $\mu$  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  $\mu$  uvrsti u jednadžbe (4.19) i (4.20), dobiva negativna kalibracijska konstanta  $\alpha$ . U slučaju kada obje vrijednosti  $\mu$  zadovoljavaju uvjet:  $\mu < \frac{1}{\tan \theta}$ , za dobivanje odgovarajuće kalibracijske konstante  $\alpha_i$ , koristi se metoda prikazana na Slici 24 [26].

Alternativna metoda pokazuje da, nakon što se pomoću kvadratne jednadžbe (4.21) dobiju koeficijenti trenja  $\mu_1$  i  $\mu_2$ , 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,  $\alpha_1$  i  $\alpha_2$ . One se uvrstavaju u jednadžbu (4.22) [26].

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

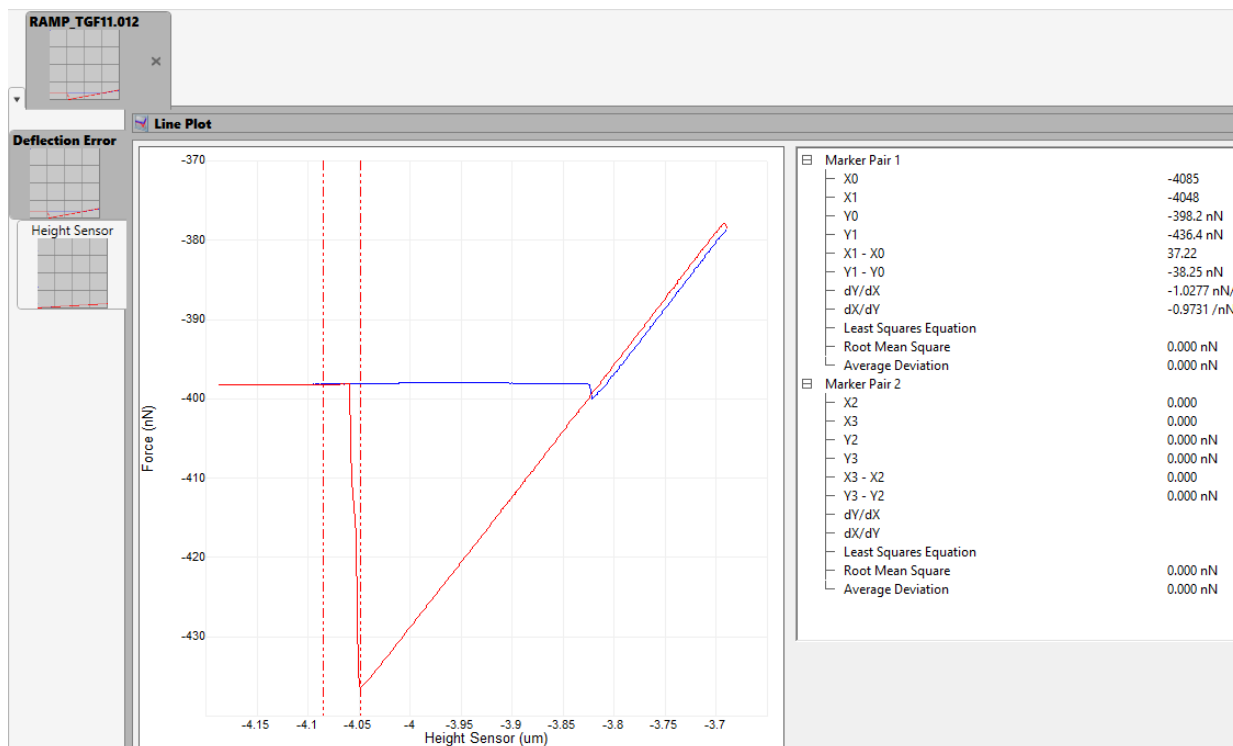
Rješavanjem jednadžbe (4.22) dobiti će se koeficijent trenja na ravnoj površini. Daljnjim praćenjem dijagrama na Slici 4.14 rješava se izraz razlike koeficijenata trenja, pri čemu oni moraju dati apsolutnu vrijednost, odnosno pozitivan rezultat. Na posljeticu se dobiva realna kalibracijska konstanta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



Slika 4.14 Alternativna metoda određivanja kalibracijske konstante  $\alpha$ . [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  $\alpha$ , 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.

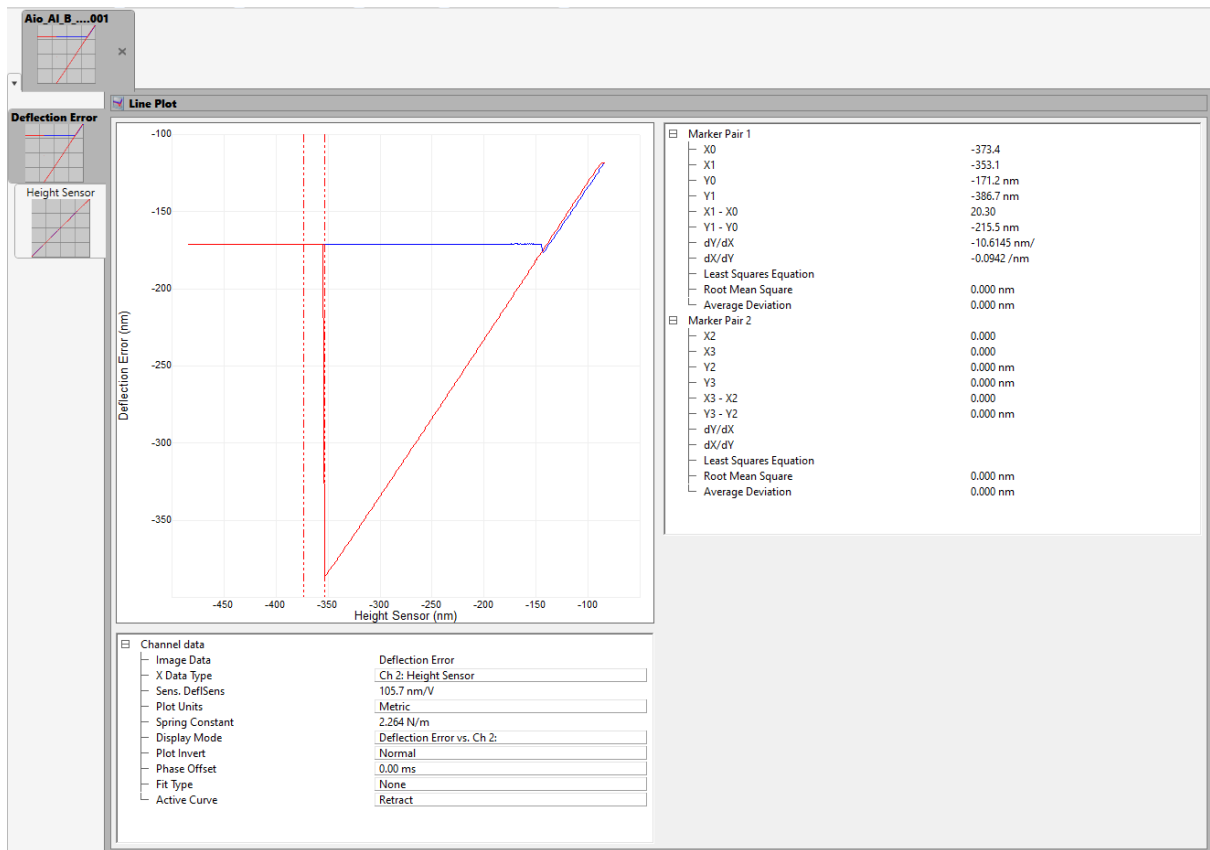


Slika 4.15 Sila adhezije za sondu Aio-A1-A

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 Y0 i Y1. Y0 iznosi -398,2 nN, a Y1 -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-A1-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.



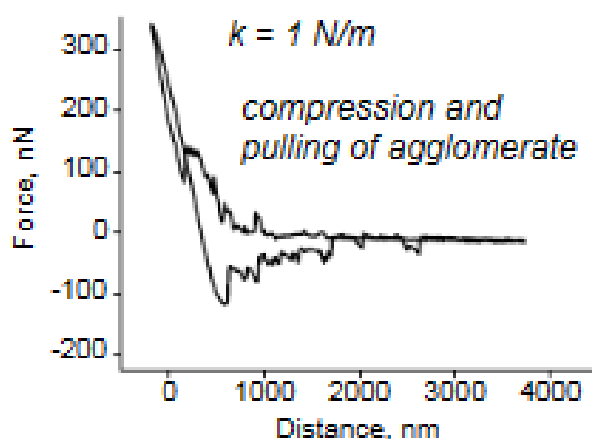


Slika 4.16 Sila adhezije za sondu Aio-Al-B

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 mjerenje 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].

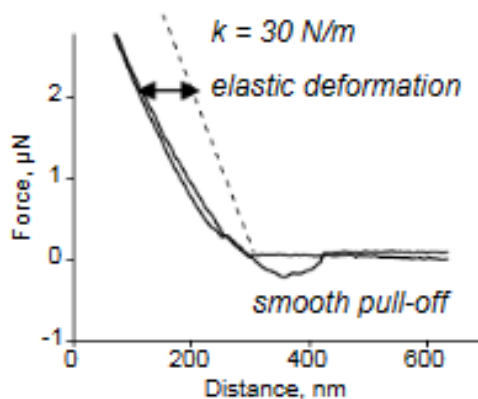
Sve kalibracije osjetnika u ovom diplomskom radu, izvedene su u zraku. Taj podatak je jako bitan, jer se prilikom podešavanja programa mora odabrati pravilan model kalibracije kako bi se dobili pouzdani rezultati. Iz tog razloga postoji i više različitih krivulja adhezije koje se javljaju.

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 slabo privlače [27].



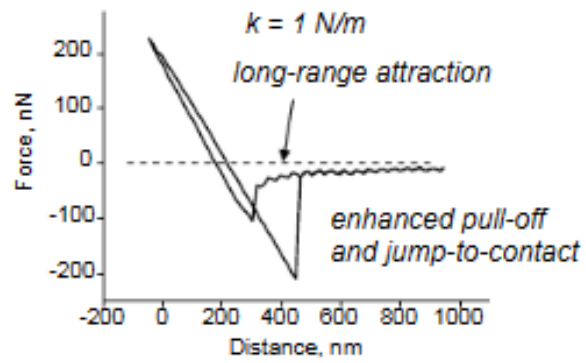
Slika 4.17 Adhezija između dviju čestica [27]

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 prijanjanja 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 mjerenja, što će biti obrađeno u poglavlju 4.5.

#### 4.5. Usporedba nominalnih i stvarnih dimenzija osjetnika

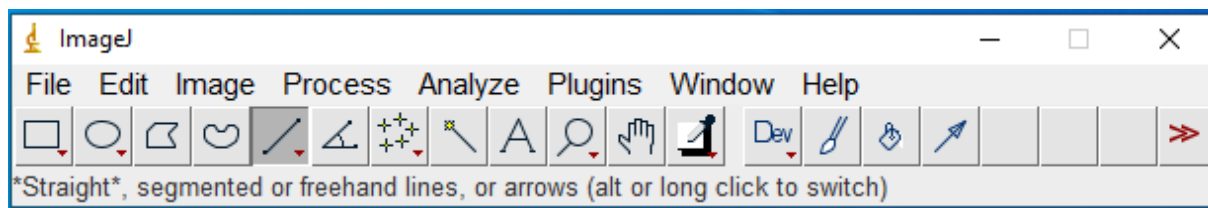
Poput svake industrije koja ima proizvod za kojega se definiraju pripadajuće tehničke karakteristike, tako i na području AFM osjetnika proizvođači pružaju informacije o osnovnim dimenzijama svakog osjetnika. Kao što je prikazano na Slici 4.20, svaki proizvođač na kutijici osjetnika daje informacije o 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 $\mu\text{m}$ (490 - 510 $\mu\text{m}$ )*	Length	210 $\mu\text{m}$ (200 - 220 $\mu\text{m}$ )*
Width	30 $\mu\text{m}$ (25 - 35 $\mu\text{m}$ )*	Width	30 $\mu\text{m}$ (25 - 35 $\mu\text{m}$ )*
Thickness	2.7 $\mu\text{m}$ (1.7 - 3.7 $\mu\text{m}$ )*	Thickness	2.7 $\mu\text{m}$ (1.7 - 3.7 $\mu\text{m}$ )*

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

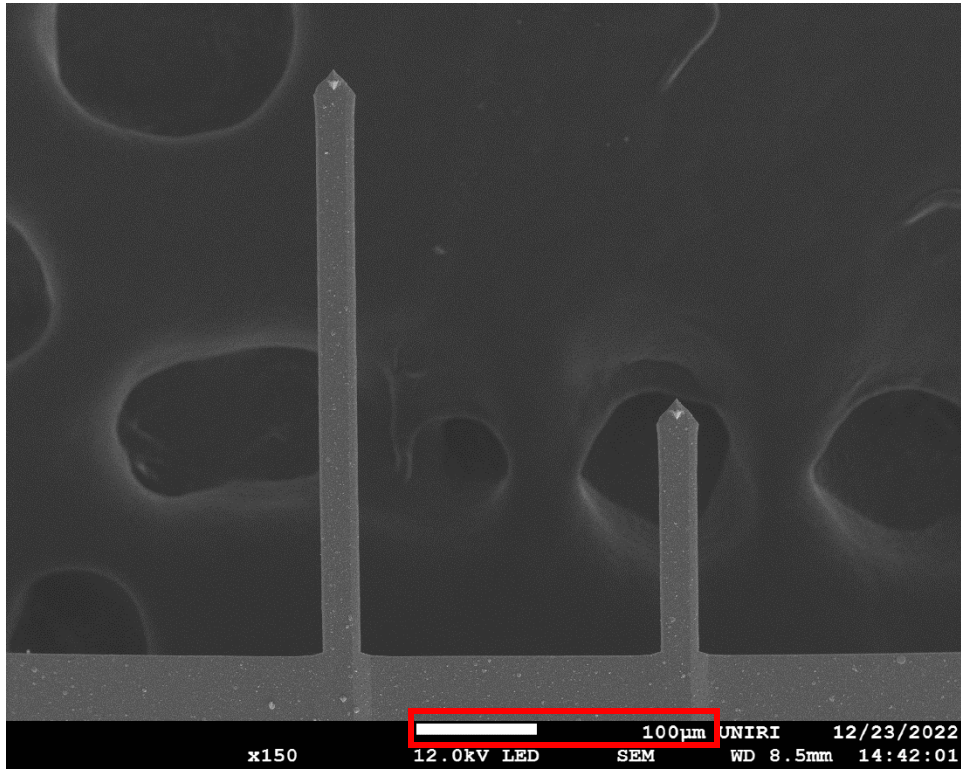
Na Slici 4.20 uz osnovne dimenzije kao što su minimalna, maksimalna i nominalna dužina i širina gredice, proizvođač također daje informacije o vrsti geometrije gredice koja može biti trokutasta ili pravokutna. Prilikom izrade ovog diplomskog rada prikupljale su se informacije za gredice Aio-Al-A i Aio-Al-B 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 gređica 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 mikroznosti i nanoznosti 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-A1-A i Aio-A1-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-A1-A, treći i četvrti red kolike su vrijednosti duljine i širine osjetnika Aio-A1-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

	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 izmjerenih pomoću ImageJ programa za osjetnike Aio-Al A i Aio-Al B.

*Tablica 4.2 Usporedba dimenzija Aio-Al osjetnika [29]*

Nominalne dimenzije [ $\mu\text{m}$ ]				Stvarne dimenzije [ $\mu\text{m}$ ]			
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 dobile 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 mjerenje u ovome radu su tanki filmovi nehrđajućeg čelika i aluminijska 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.

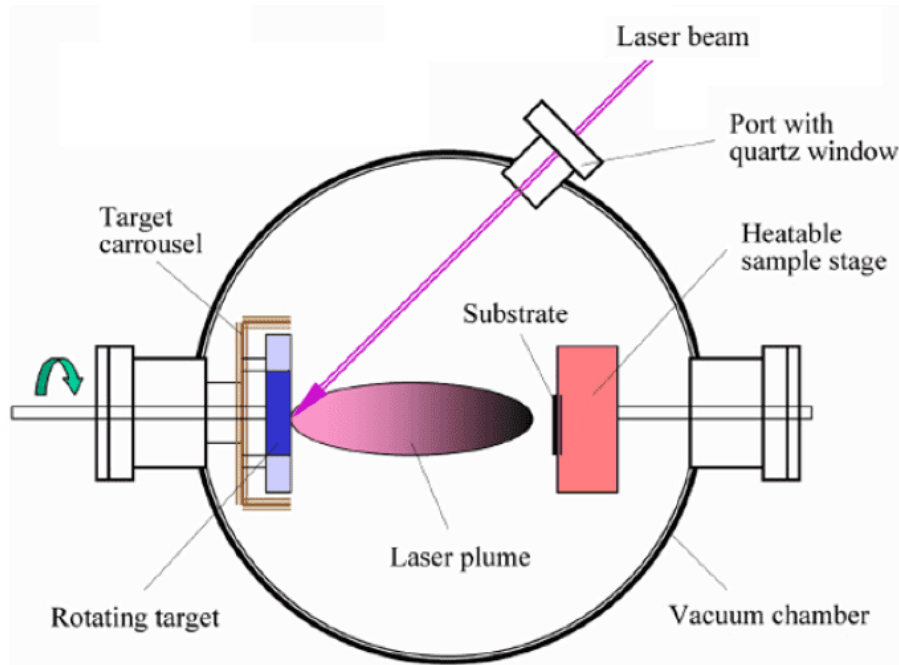
### 5.1 Taloženje pulsirajućim laserom

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 neparavati [28]. Najčešći materijali koje se neparuju na supstrat su aluminijski, silicij, titan, zlato, platina i mnogi drugi. Isparivač u sebi može sadržavati zatvarače čija funkcija je kontrola vremena neparivanja, a može sadržavati više retorti za taloženje više slojeva na supstrat [30].

Uzimajući u obzir kako se prilikom neparivanja 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 neparivati. 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 neparivanje, 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 neparanog sloja. Pulsirajući laser je laser određene valne duljina, čiji raspon je od 0,5  $\mu m$  do 15  $\mu m$ . Isto tako, pulsirajući laser treba penetrirati površinu materijala koji će se neparavati, pa tako vremenski period između svakog pogađanja površine laserskim snopom



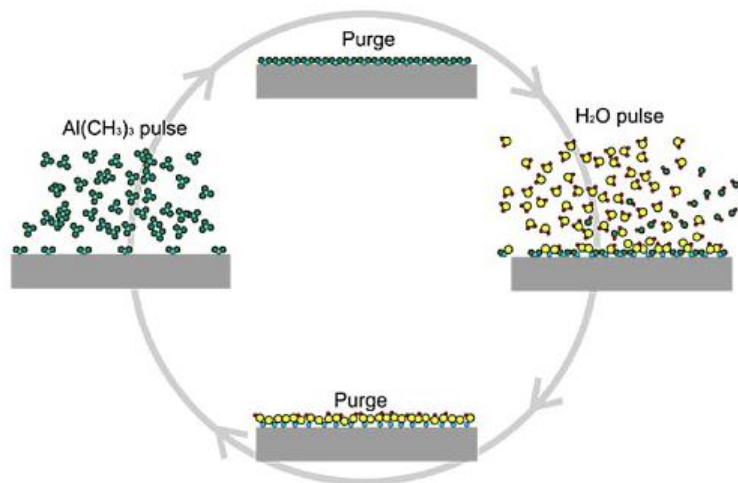
svjetlosti se kreće u rasponu od 10 ps do 1 ns. PLD metoda se još koristi pri proizvodnji izolacijskih i supravodljivih komponenti, te u medicinske svrhe [30].



Slika 5.1 Shema uređaja za neparivanje prevlaka [30]

## 5.2 Taloženje atomskog sloja

Taloženje atomskih slojeva (ALD) je postupak kemijskog neparivanja materijala na supstrat. Ovom metodom omogućeno je neparivanje 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 poglavlju objašnjene PLD i ALD metode taloženja materijala tankih filmova na supstrat. Za izradu rada korišten je PLD postupak napanivanja tankog filma  $Al_2O_3$ .

## 6. REZULTATI EKSPERIMENTALNIH MJERENJA

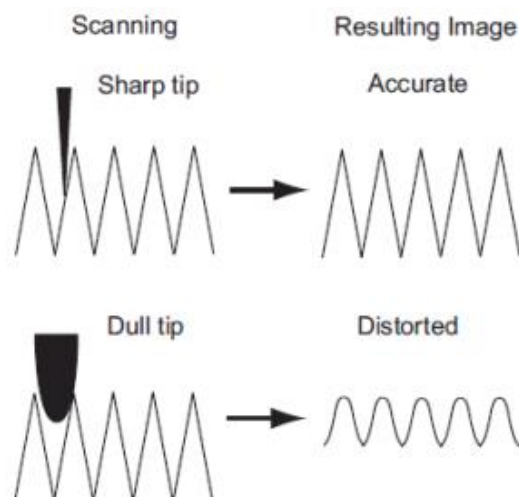
Nakon što su se napravile kalibracije normalne i poprečne sile kako je opisano u poglavljima 4.1 i 4.2, te je, kako je opisano u poglavlju 4.4 dobivena vrijednost sile adhezije, potrebno je odabrati materijal uzorka koji će se skenirati i na kojem će se prikazati vrijednost sile trenja odabranim osjetnicima. Da se podsjetimo, odabrani su osjetnici Aio-Al-A i Aio-Al-B koji pokrivaju raspon normalnih sila od 44 nN do 2,8  $\mu$ 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 mjerenja radi o pretraživanju površine s osjetnikom koji može, ali ne mora biti prevučen s nekim drugim materijalom, potrebno je na kraju mjerenja provjeriti kakav je vršak osjetnika. To bi se u pravilu trebalo raditi poslije svakog mjerenja, 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 mjerenja nije dobar (da je jako istrošen), bilo potrebno mjerenja ponoviti kako bi se ustanovilo jesu li dobiveni rezultati dobri, ili ne.

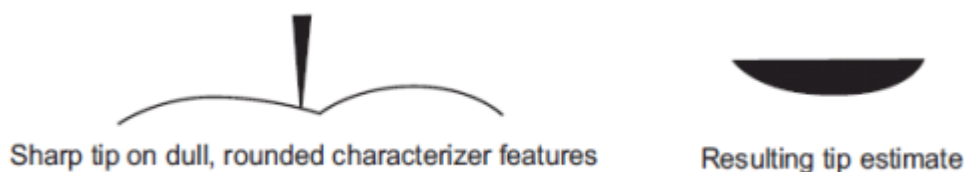
Nakon izvršenih mjerenja, oba osjetnika su se provjerile kako bi se utvrdilo jesu li i dalje valjani za korištenje ili je za buduća mjerenja potrebno koristiti nove osjetnike. Za dobivanje rezultata korišten je dolje opisani proces provjere kojim se procjenjuje oblik vrška osjetnika prema odgovarajućim 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, mjerenja 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 oštine 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 oštri. Iako kalibracijski uzorci nisu savršeno oštri, 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.



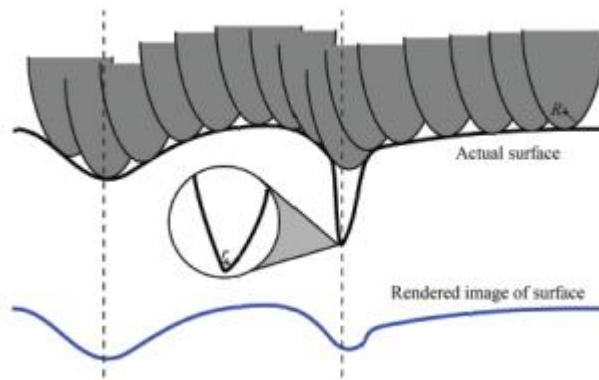
Slika 6.2 Oštar vrh sonde na zaobljenom karakterizatoru [32]

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.

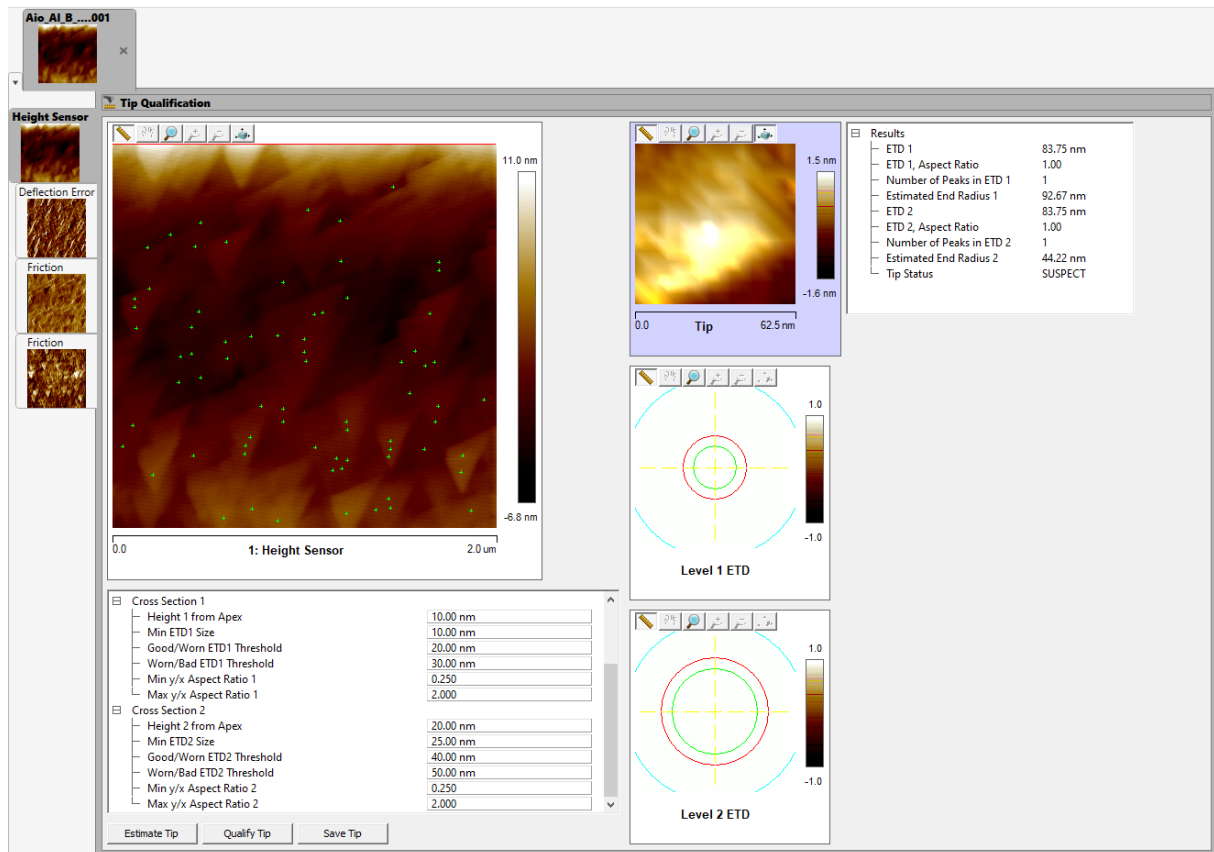
Kako postupak AFM pretraživanja ovisi o stanju vrška osjetnika veliku ulogu tu igraju tzv. artefakti. Artefakti su značajke koje se pojavljuju ili koje nedostaju na skeniranoj površini, a koje u pravilu ne bi trebale biti na tome mjestu (Slika 6.3) [32].



Slika 6.3 Prikaz artefakta vrha [32]

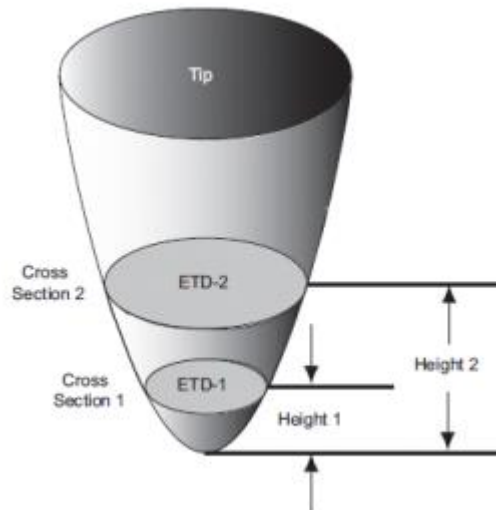
Za procjenu vrška osjetnika koji su se koristili prilikom izrade ovog diplomskog rada, odrađen je i dio procjene stanja kvalitete vrška. Korišten je pritom uzorak tvrtke Bruker iz polikristaličnog titanija. Ovaj uzorak ima nazubljene značajke koje su pogodne za dobivanje točnog modela vrška [32].

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 mjerenja uzeti novi osjetnik. Doista, u tablici 6.1 prikazane su karakteristične vrijednosti za vršak osjetnika Aio-Al-B prije i nakon mjerenja iz kojih je vidljivo kako vršak već bio istrošen, što je bilo i za očekivati uslijed velikih normalnih sila u kontaktu.

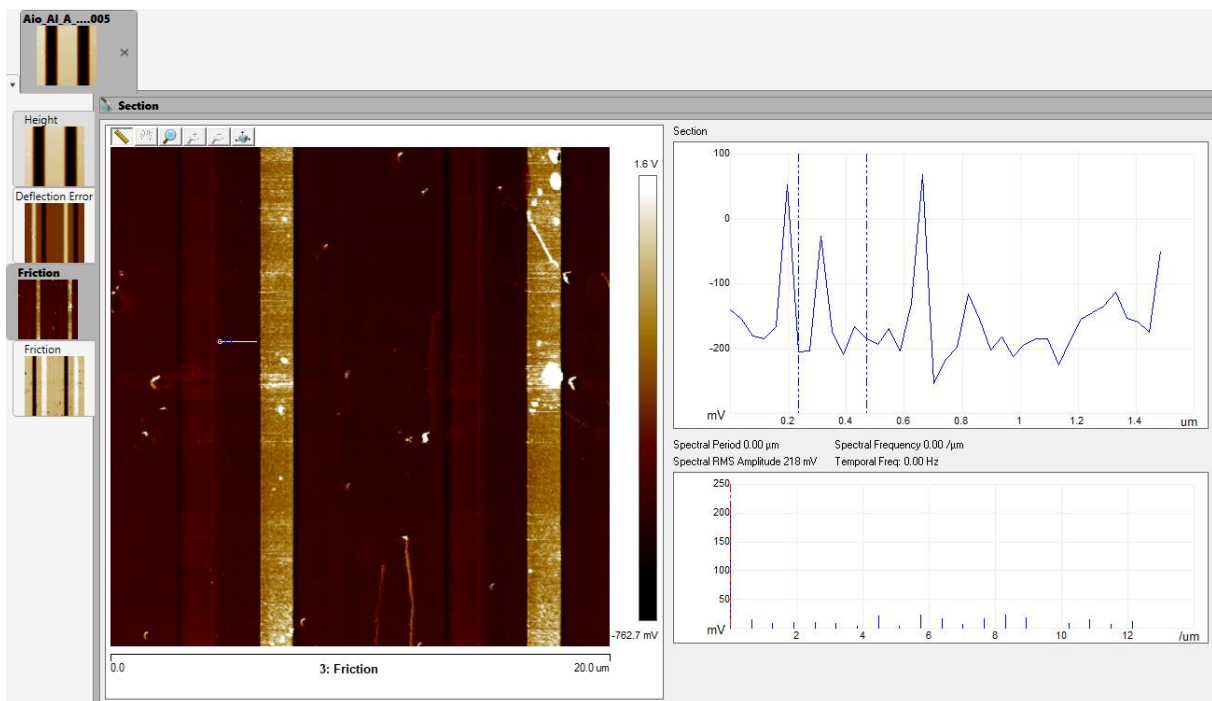
*Tablica 6.1 Vrijednosti vrha sonde prije i poslije mjerenja*

	Vrh prije mjerenja	Vrh poslije mjerenja
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 mjerenja. 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 mjerenja

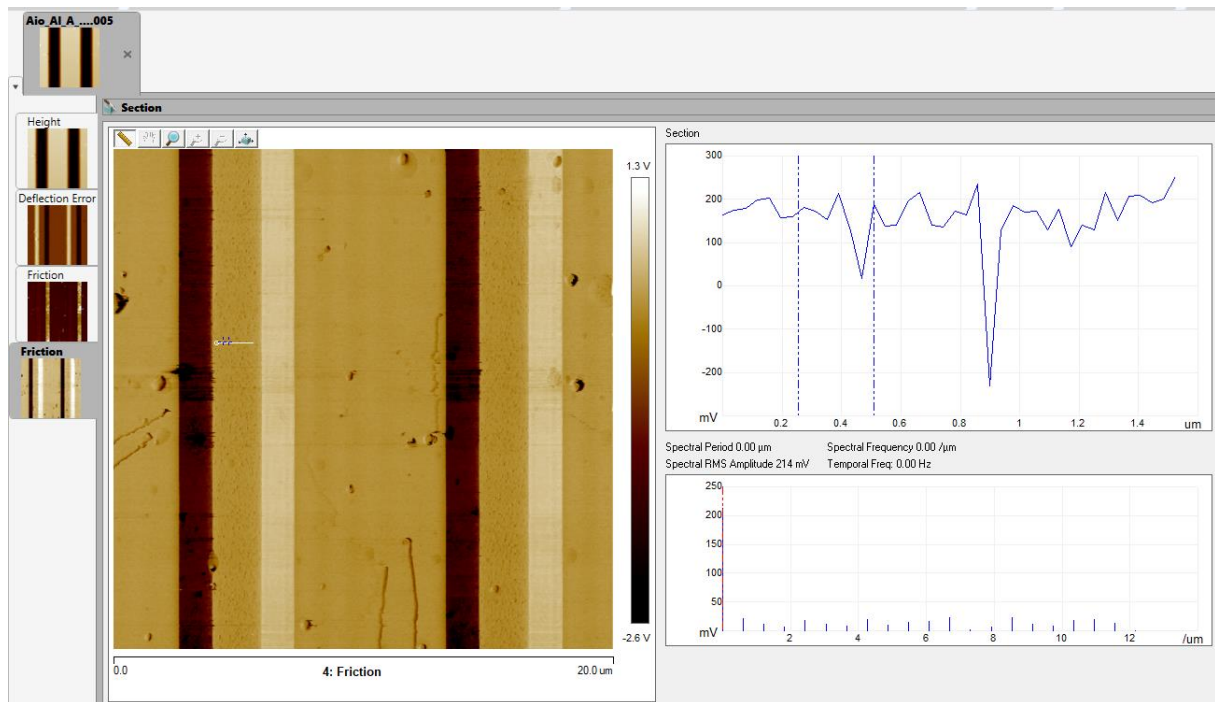
Kako bi se mogli prikazati rezultati određivanja sile trenja na  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , prvo se skenira TGF11 kalibracijski uzorak, pomoću kojega se dobiva kalibracijska konstanta koja služi za prikazivanje rezultata sile trenja na  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Na Slici 6.6 vidi se površina TGF11 uzorka 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.



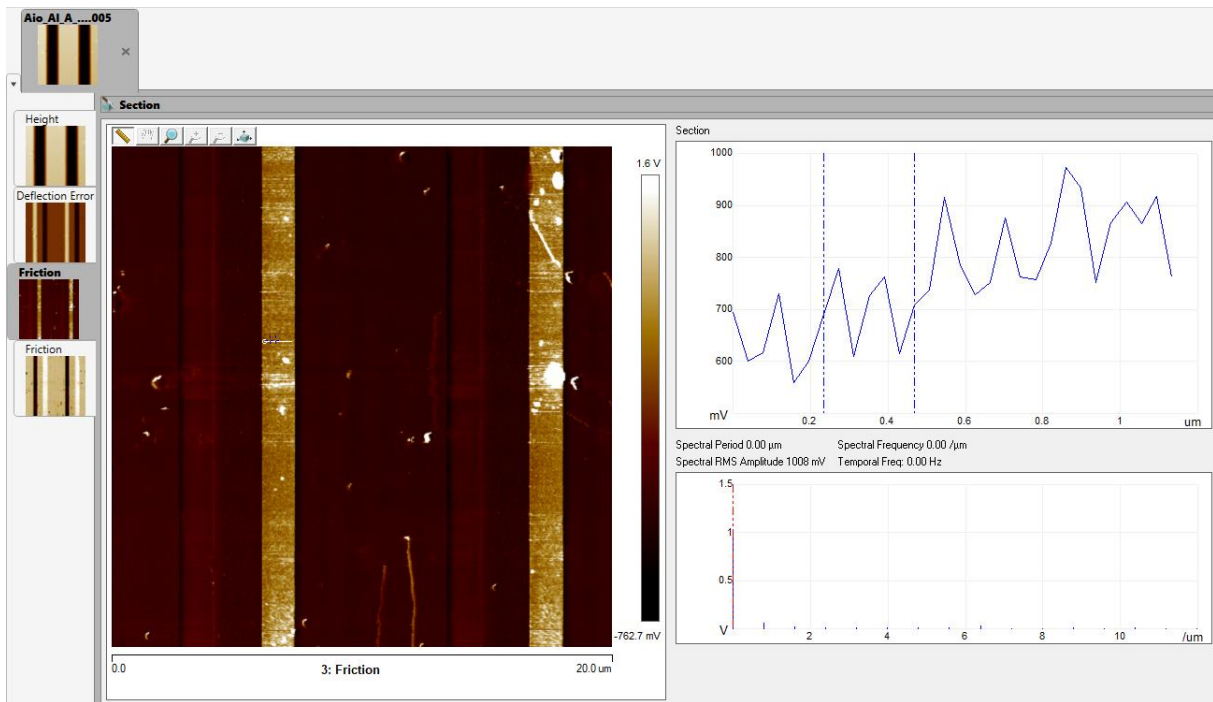


Slika 6.7 TGF11 [100] retrace signal

Signali u oba smjera daju vrijednosti koja se u Varenberg-ovom radu [26] predstavlja kao  $\Delta_0^{flat}$ . Vrijednost  $\Delta_0^{flat}$  bi se trebala nalaziti oko 0. Za osjetnik Aio-Al-A kada se koristila sila od 100 nN, vrijednost  $\Delta_0^{flat}$  iznosila je -2 mV, što je dobar pokazatelj za početak eksperimenta.

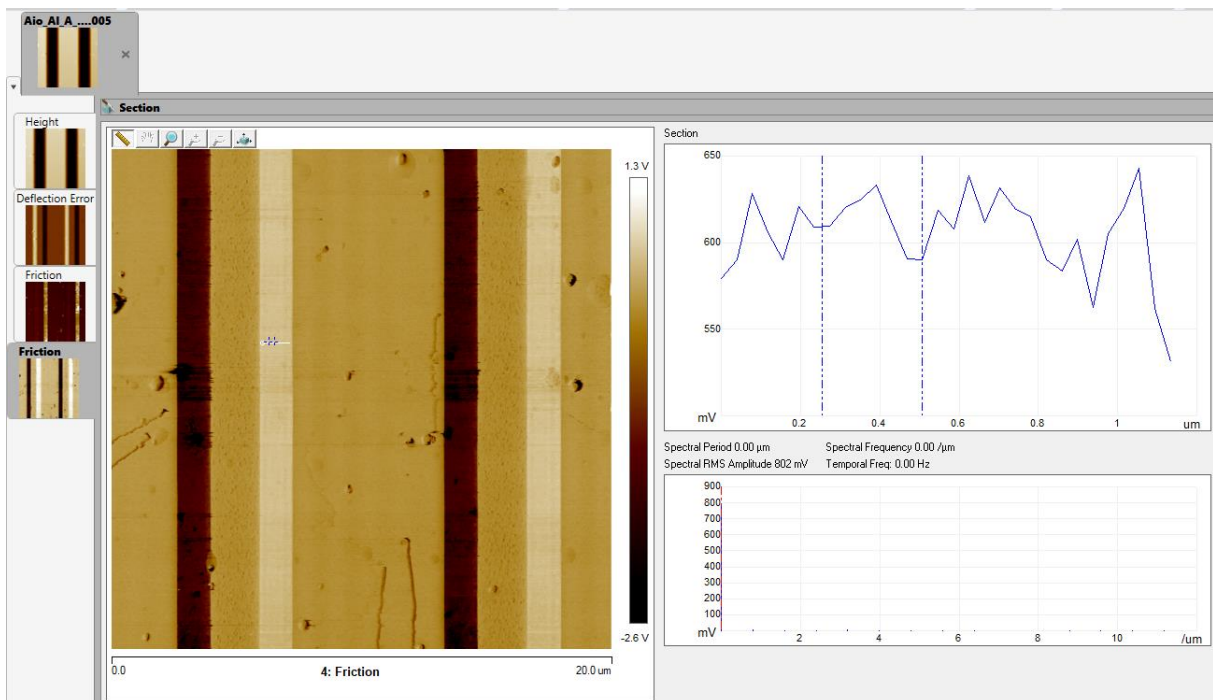
Proces se nastavlja tako da se uzimaju signali i na kosoj površini TGF11 uzorka koji će se označavati oznakom [111].

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  $\Delta_0^*$  i  $W_0^*$ .  $\Delta_0^*$  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 mjerenje silom od 100 nN,  $\Delta_0^*$  iznosi 682,5 mV, a vrijednost  $W_0^*$  iznosi 155 mV. Nakon što su dobivene vrijednosti  $\Delta_0^{\text{flat}}$ ,  $\Delta_0^*$  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  $\mu$ . 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:  $\mu_1$  i  $\mu_2$ .

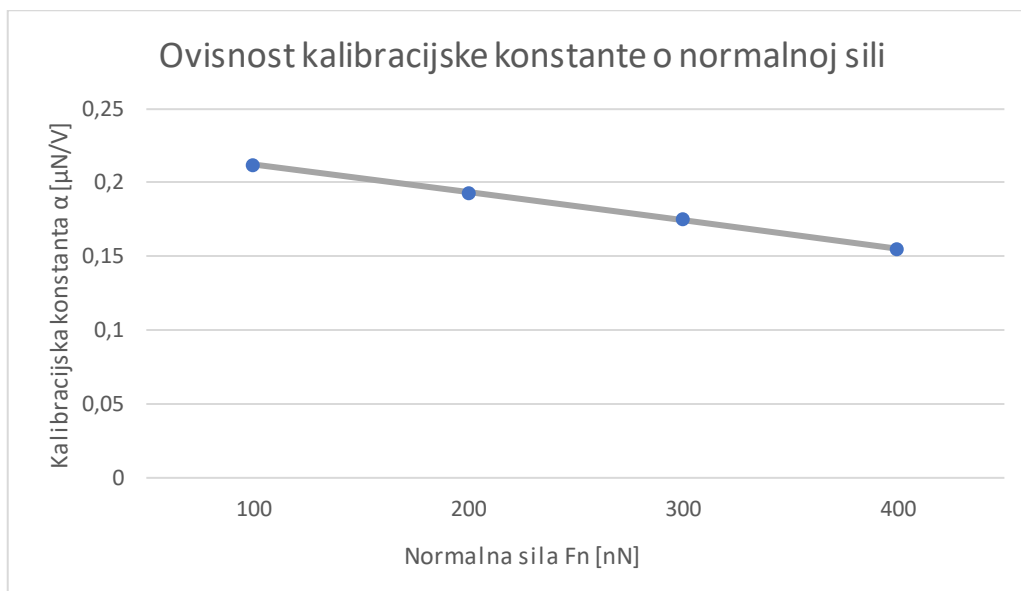
Za silu pritiska 100 nN i silu adhezije 38,2 nN, koja je očitana sa Slike 25, koeficijenti trenja iznose 6,793 i 0,088. Nakon što su se dobile vrijednosti koeficijenta trenja treba provjeriti koji od njih zadovoljava uvjet:  $\frac{1}{\tan \theta}$ . Vrijednost uvjeta postavljena je na 0,707. Provjeravajući rezultate vidi se kako taj uvjet samo jedan koeficijent trenja, a to je  $\mu_2$ .

Dalje se vrijednost koeficijenta trenja  $\mu_2$  uvrštava u jednadžbu (4.19), podijeli se s vrijednosti  $W_0^*$ , i dobiva se kalibracijska konstanta  $\alpha$  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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  uzorka. U toj datoteci se nalaze također skenirane sile trenja. Kako bi se dobila reprezentativna vrijednost sile trenja na  $\text{Al}_2\text{O}_3$  uzroku, od *trace* signala treba oduzeti vrijednost *retrace* signala i podijeliti s 2:  $\frac{\text{trace}-\text{retrace}}{2}$ . Kada se to napravi dobiva se nova slika koja predstavlja ukupni signal po površini  $\text{Al}_2\text{O}_3$  u mV.

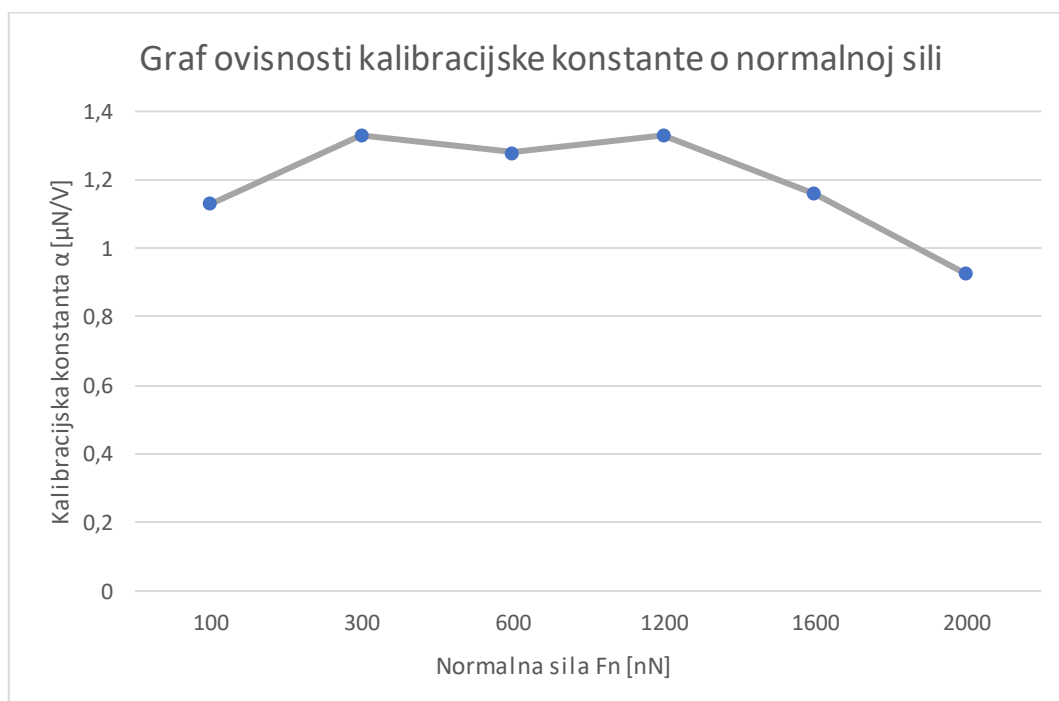
Za tako dobivenu sliku, do značaja dolazi kalibracijska konstanta. Njena vrijednost se unosi u program, i ta novonastala slika se množi s tim koeficijentom kako bi se dobila vrijednost skena u  $\mu\text{N}$ , odnosno kako bi se dobila prosječna vrijednost sile trenja na površini  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

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

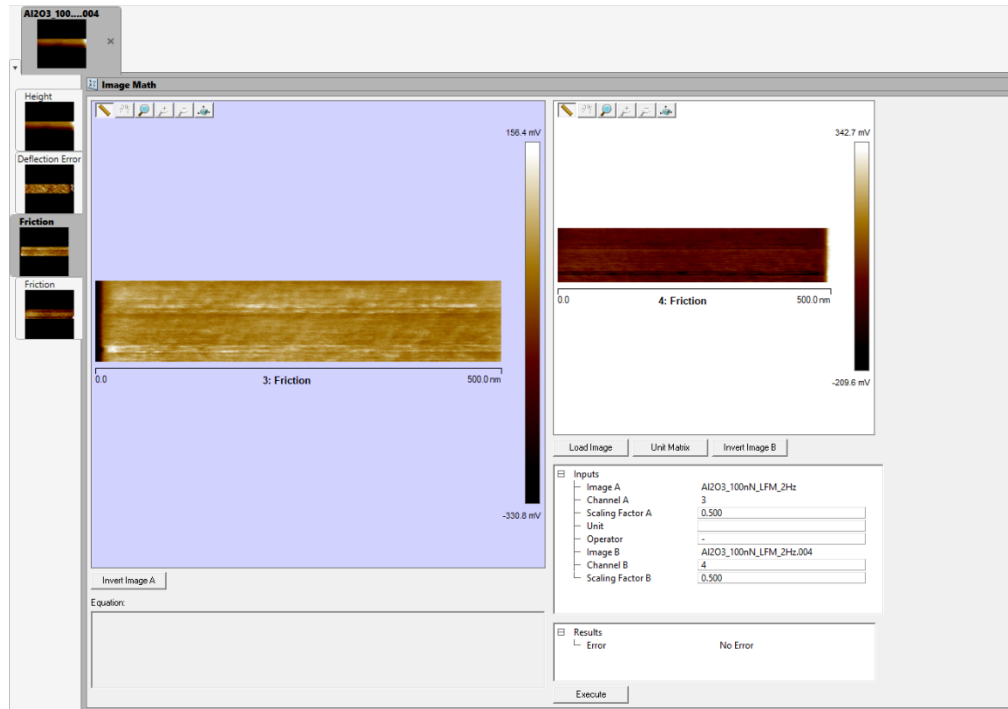


Slika 6.10 Graf ovisnosti kalibracijske konstante o normalnoj sili osjetnika Aio-Al-A



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 rezultatna slika skena.

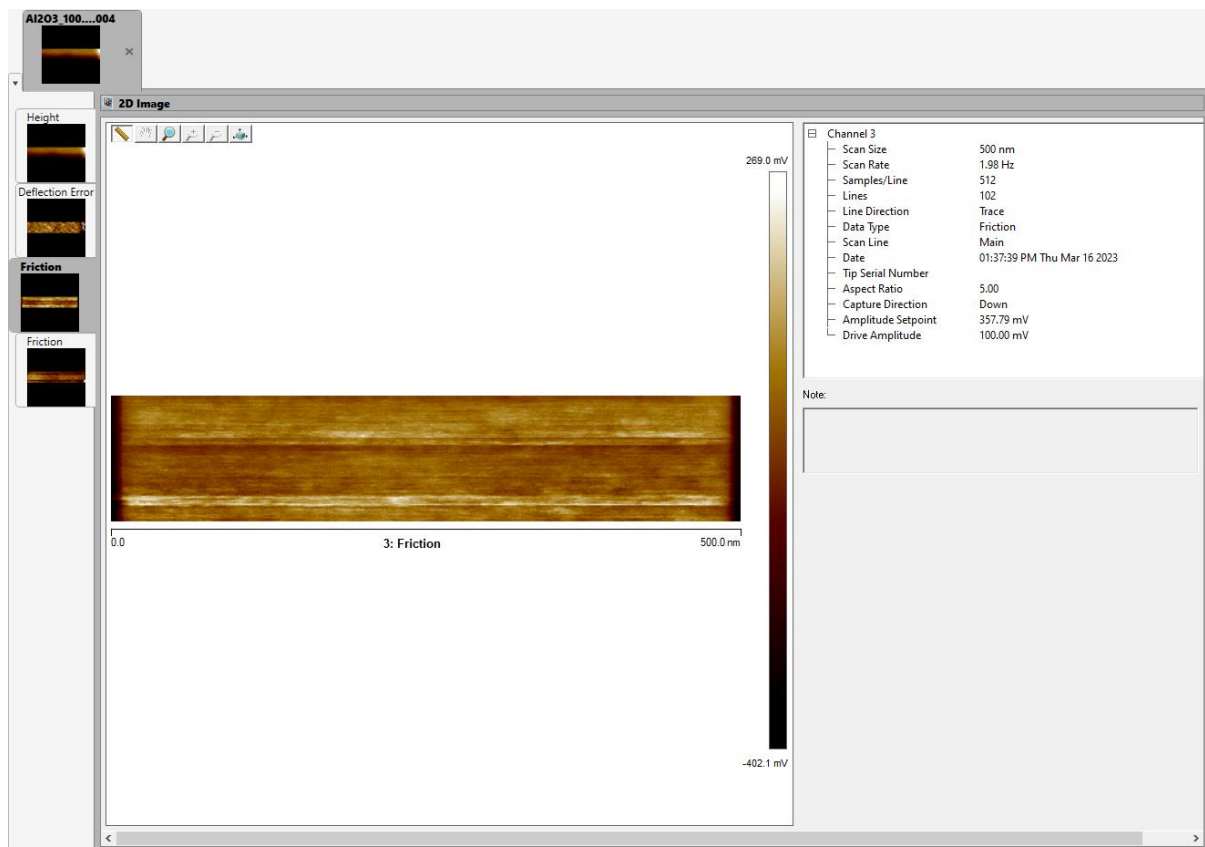


Slika 6.12 Dobivanje rezultatne slike

### 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.

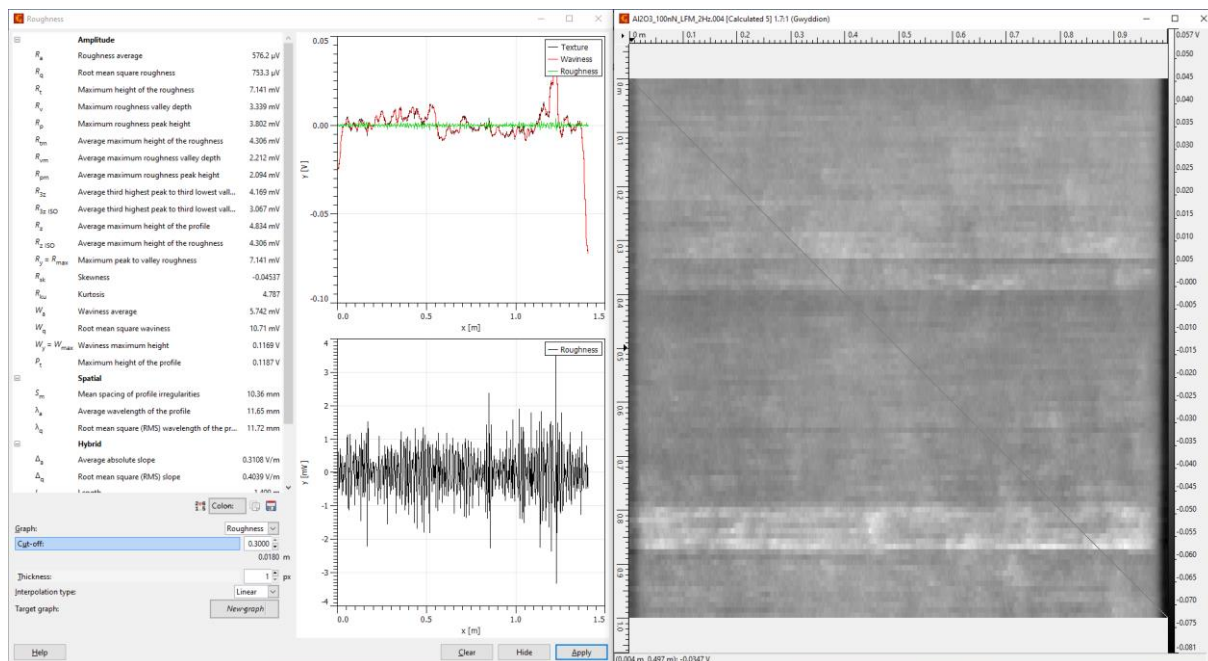
Na Slici 6.13 s desne strane moguće je vidjeti još kako je veličina skena 500 nm, te da se površina skenirala frekvencijom od 2 Hz, a to znači kako je program postavljen tako da polako pretražuje površinu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kako bi se dobila što bolja slika površine s koje se uzimaju podaci. Idući korak je da se ta dobivena slika pomnoži s kalibracijskom konstantom  $\alpha$  kako bi se dobila vrijednost sile trenja na površini jer trenutna rezultatna 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

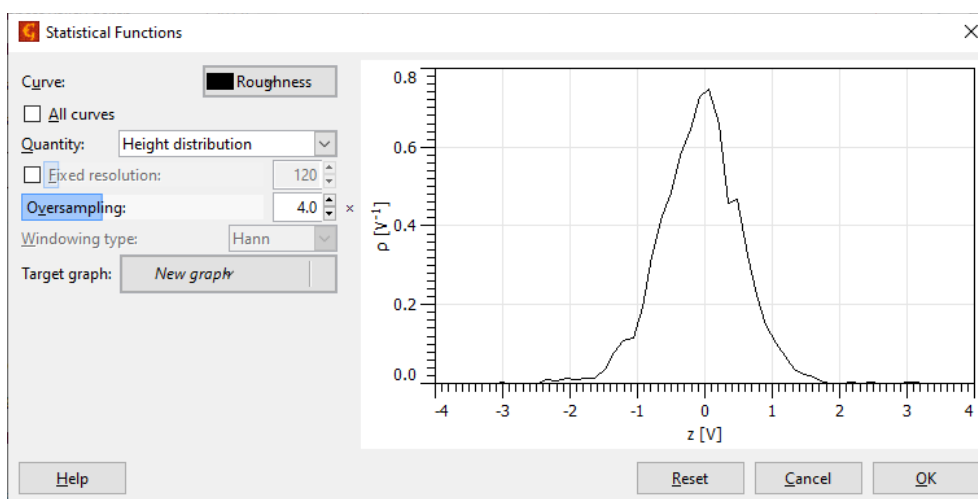
S lijeve strane Slike 6.14 se vidi tablica rezultata nakon što su se rezultati dobiveni na površini aluminijevog oksida pomnožila s kalibracijskom konstantom  $\alpha$ . Iako su rezultati prikazani u  $\mu\text{V}$ , ne smije doći do zabune, jer su rezultati zapravo prikazani u  $\mu\text{N}$  budući 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  $\text{nN}$ , 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  $\mu\text{N}$ . Ovaj podatak nam odgovara prosječnoj vrijednosti sile na cijeloj površini  $\text{Al}_2\text{O}_3$  uzorka. Ovakvim načinom prikazivanja uzimaju se u obzir prosječne vrijednosti iz svih redova skenirane površine.



Slika 6.14 Rezultat pretraživanja  $Al_2O_3$  površine u  $\mu N$

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  $\mu N$ . 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 slučaj ta vrijednost negativna, što znači da distribucija rezultata naginje na lijevu stranu, kao što se može vidjeti i na Slici 6.15.

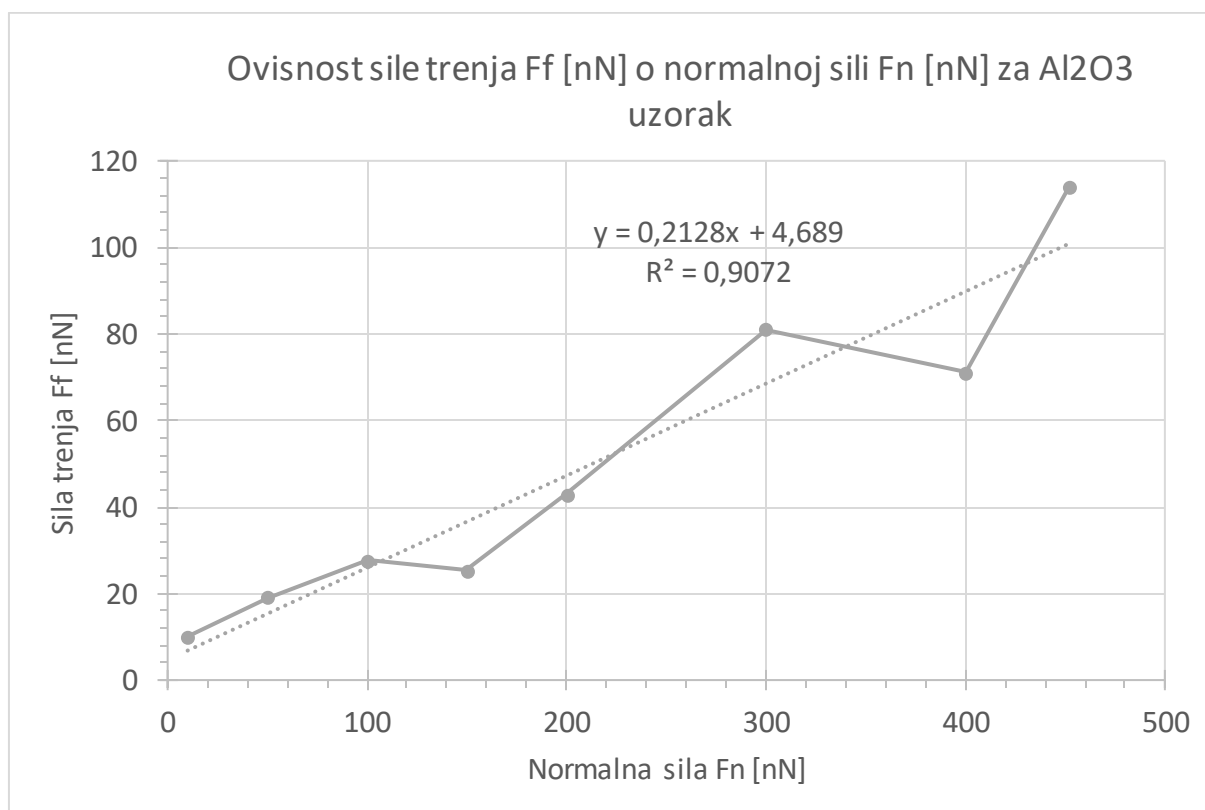


Slika 6.15 Distribucija rezultata sile izražene pomoću prosječne hrapavosti površine

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, raste 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

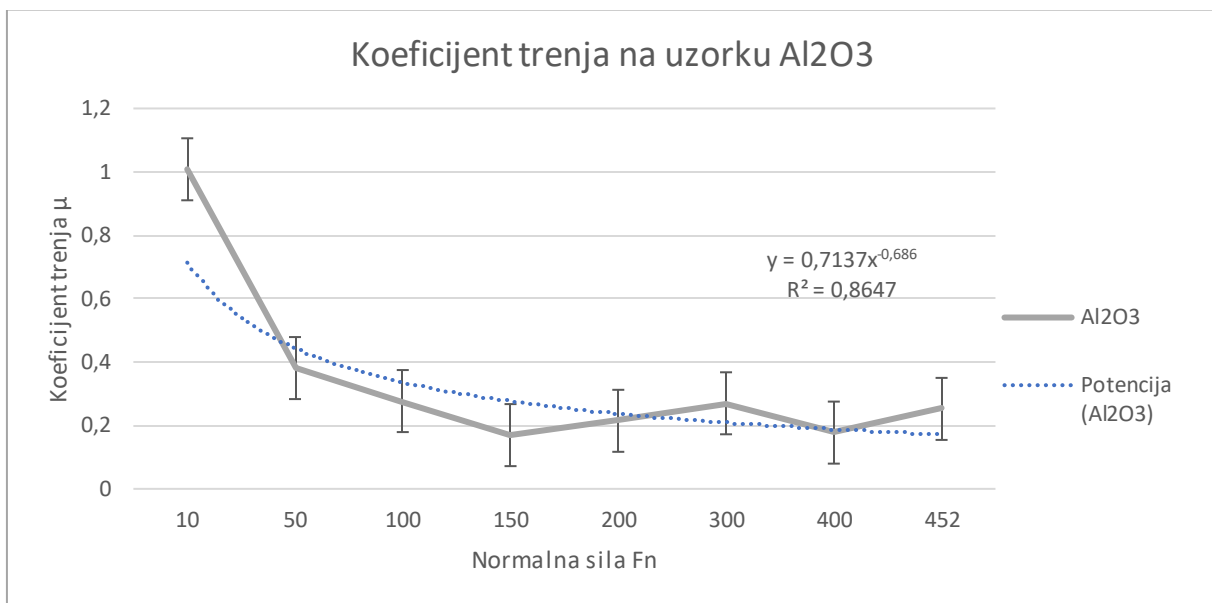
Normalna sila [nN]	Sila trenja [nN] - $Al_2O_3$
10	10,081
50	19,049
100	27,694
150	25,427
200	42,929
300	80,974
400	70,973
452	113,9986



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  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . 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  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Na dijagramu se također može vidjeti jednadžba krivulje koja opisuje koeficijent trenja  $\mu$ , 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  $\text{Al}_2\text{O}_3$

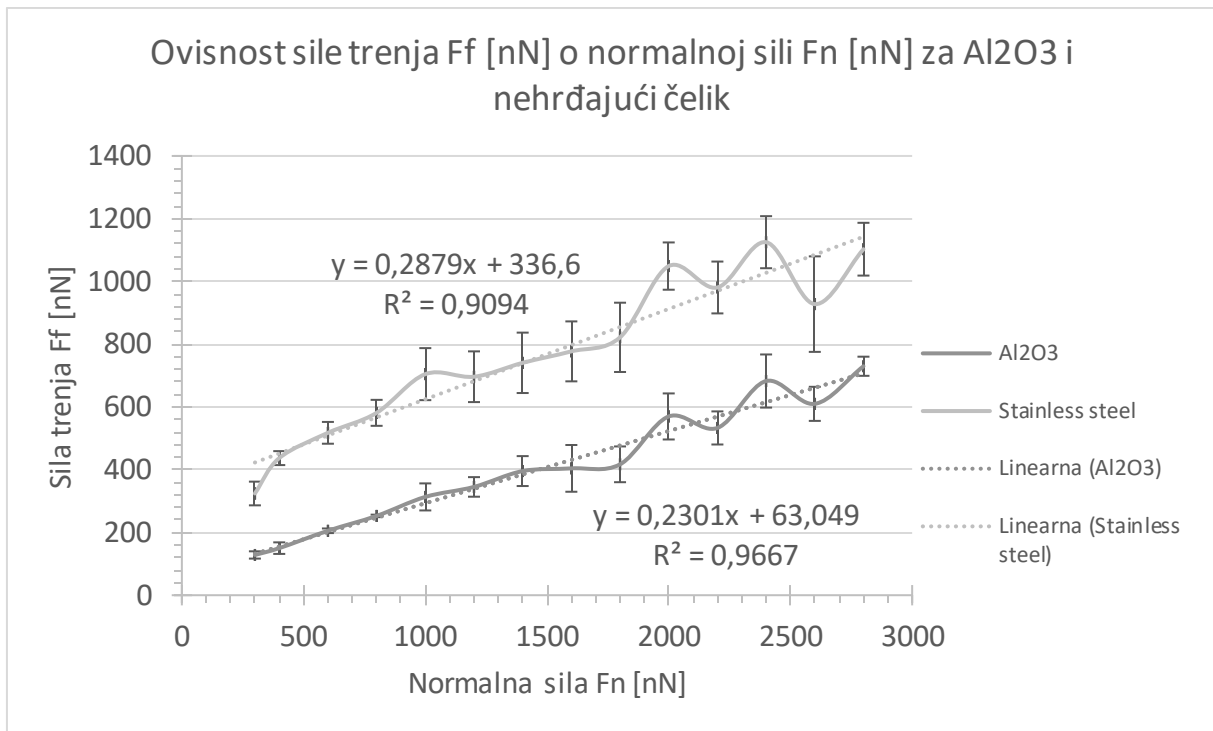
S obzirom na to da su se eksperimentalna mjerenja obavljala s dva osjetnika, a gore prikazani rezultati se odnose na osjetnik Aio-Al-A, u tablici 6.3 je dan odnos normalne sile i sile trenja i za osjetnik Aio-Al-B. Tim je osjetnikom izvršeno 14 mjerenja, kojima se pokrio cijeli pripadajući raspon normalne sile. Mjerenja su tako započela sa silom od 300 nN što omogućuje usporedbu sila 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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  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.

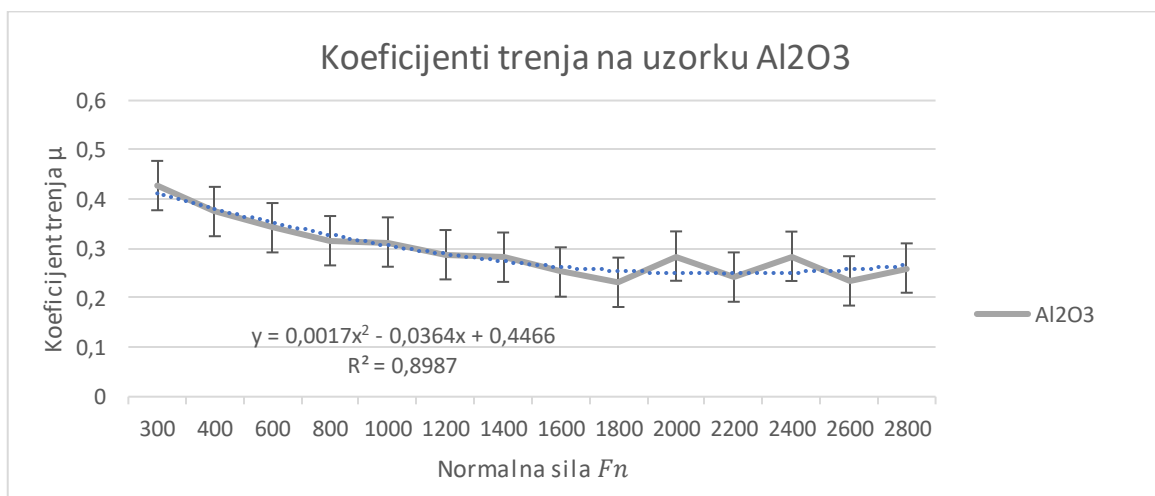
*Tablica 6.3 Odnos normalne sile i sile trenja prilikom pretraživanja  $Al_2O_3$  i nehrđajućeg čelika pomoću osjetnika Aio-Al-B*

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



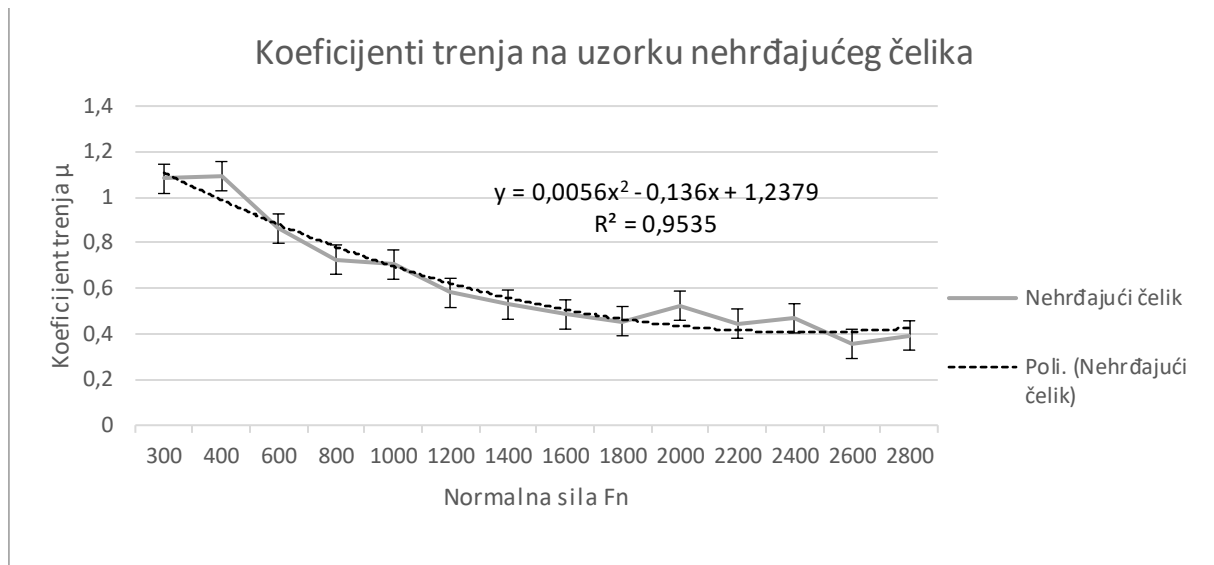
Slika 6.18 Dijagram ovisnosti sile trenja o normalnoj sili prilikom pretraživanja  $Al_2O_3$  i nehrđajućeg čelika pomoću osjetnika Aio-Al-B

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%).



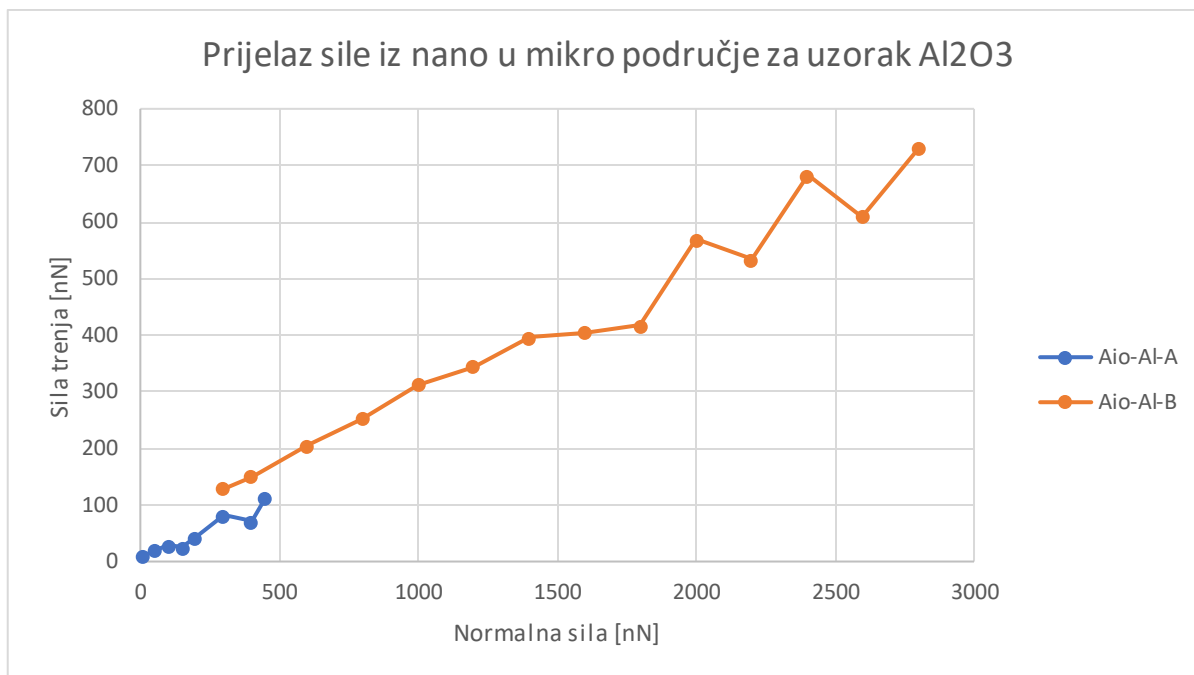
Slika 6.19 Dijagram ovisnosti koeficijent trenja o normalnoj sili za uzorak  $Al_2O_3$  korištenjem osjetnika Aio-Al-B

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%).



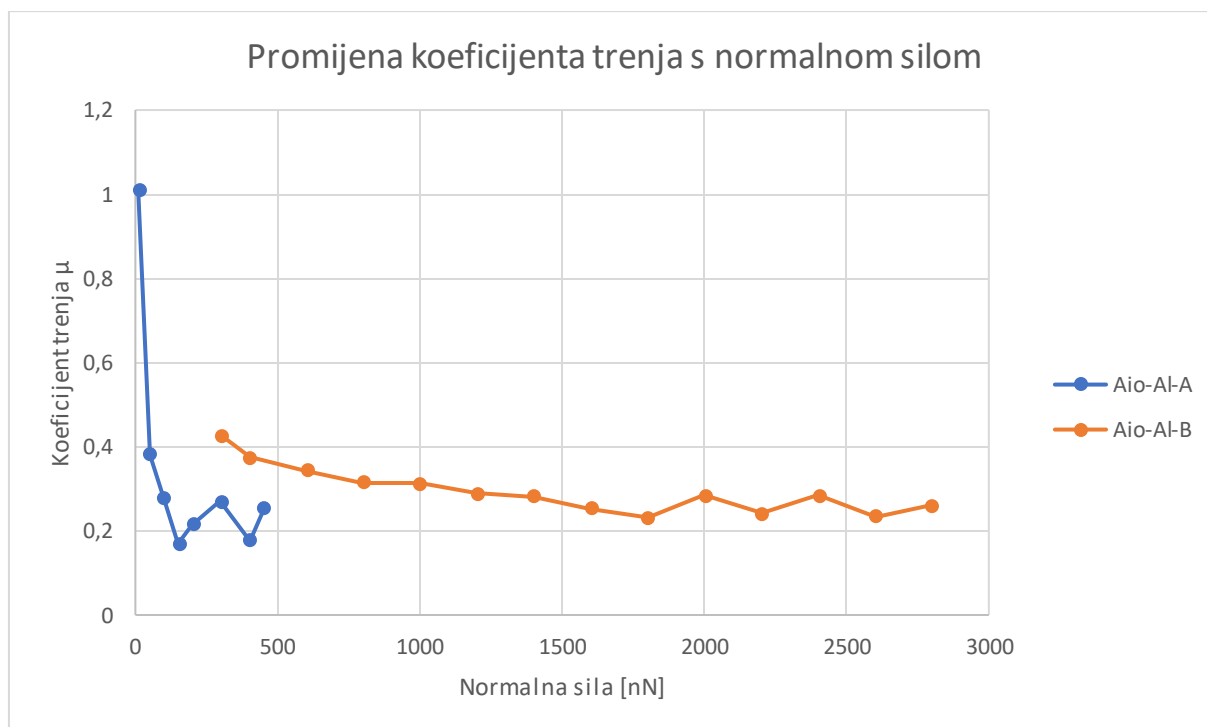
Slika 6.20 Dijagram ovisnosti koeficijenta trenja o normalno sili za uzorak nehrđajućeg čelika korištenjem osjetnika Aio-Al-B

Nakon izvršenih eksperimentalnih mjerenja te obrade podataka, izradila su se dva dijagrama koja prikazuju kako se sila trenja i koeficijent trenja mijenjaju s promjenom normalne sile, ali i promjenom osjetnika kojom su se vršila mjerenja. 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 veća silu trenja.



Slika 6.21 Prijelaz sile trenja iz nanopodručja u mikropodručje za Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> uzorak

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



## 7. ZAKLJUČAK

U ovom je diplomskom radu obrađen osvrt kroz povijest o nanotribologiji, obrađene su suvremene metode izvođenja eksperimentalnih mjerenja isto tako i metode za nanošenje tankih filmova. Provedena su eksperimentalna mjerenja 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 mjerenja, 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 mjerenja 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 mjerenja. 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 rezultantne sile 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-A1-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 mjerenju, 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 mjerenja koja će dati pouzdane rezultate.

U zaključnome dijelu rada, provedena su mjerenja trenja na nanometarskoj razini za uzorke tankog filma  $\text{Al}_2\text{O}_3$  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 mjerenje nanotriboloških svojstava  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tankog filma pomoću dva osjetnika različitih krutosti kojima je moguće postići normalne sile u preklapajućem rasponu od nN do  $\mu\text{N}$ , čime je uspješno izvršena analiza utjecaja prijelaznog režima iz nanoskale do mikroskale normalnih sila kojima je opterećivan nanotribološki sustav. Imajući, pak veliku osjetljivost provedenih mjerenja, za provjeru jesu li rezultati dovoljno dobri, trebalo bi uzeti još sonde istog proizvođača, provesti iste kalibracije te mjerenja, 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](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/tlplib/afm/cantilever.php>, [14.06.2023.]
- [15] MSNL-10 osjetnici, s Interneta, <https://www.brakerafmprobes.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/doi/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.braker-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-AI-A i Aio-AI-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 mjerenja [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 konstanta krutosti MSNL-10E gredice Nanoscope-om .....	21
Slika 4.10 Logaritamski prikaz raspona mogućih normalnih sila za razne testirane gredice ..	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 mjerenja [25] .....	25
Slika 4.13 Torzijska petlja [26] .....	30
Slika 4.14 Alternativna metoda određivanja kalibracijske konstante $\alpha$ [26] .....	33
Slika 4.15 Sila adhezije za sondu Aio-A1-A .....	34
Slika 4.16 Sila adhezije za sondu Aio-A1-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-A1-A i Aio-A1-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 mjerenja Aio-Al-A i Aio-Al-B osjetnika .....	40
Slika 5.1 Shema uređaja za napanje 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 rezultatne slike .....	55
Slika 6.13 Površina prije množenja s kalibracijskom konstantom .....	56
Slika 6.14 Rezultat pretraživanja $Al_2O_3$ površine u $\mu N$ .....	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 $Al_2O_3$ pomoću osjetnika Aio-Al-A .....	58
Slika 6.17 Ovisnost koeficijenta trenja o normalnoj sili sonde Aio-Al-A za uzorak $Al_2O_3$ ...	59
Slika 6.18 Dijagram ovisnosti sile trenja o normalnoj sili prilikom pretraživanja $Al_2O_3$ i nehrđajućeg čelika pomoću osjetnika Aio-Al-B .....	61
Slika 6.19 Dijagram ovisnosti koeficijent trenja o normalnoj sili za uzorak $Al_2O_3$ 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 $Al_2O_3$ uzorak .....	63
Slika 6.22 Utjecaj normalne sile na koeficijent trenja $Al_2O_3$ uzorka .....	63

## POPIS TABLICA

Tablica 4.1 Raspon mogućih normalnih sila za različite geometrije gređica.....	22
Tablica 4.2 Usporedba dimenzija Aio-Al osjetnika [29].....	41
Tablica 6.1 Vrijednosti vrha sonde prije i poslije mjerenja.....	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 mjerenja. 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 experimentally obtained ones enabling the execution of experimental measurements. The friction force was measured via two different AFM probes which allowed spanning from nN to  $\mu$ 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 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.

**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.

<b>Vrsta rada:</b>	Diplomski rad
<b>Datum:</b>	01. srpnja 2023.
<b>Institucija/e:</b>	Centar za mikro i nano znanosti i tehnologije
<b>Naziv rada (HRV):</b>	Eksperimentalno mjerenje nanotriboloških svojstava tankih filmova pretražnom mikroskopijom u modalitetu poprečne sile
<b>Naziv rada (ENG):</b>	Experimental measurement of nanotribological characteristics of thin films by scanning probe lateral force microscopy
<b>Sažetak:</b>	<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 experimentally obtained ones enabling the execution of experimental measurements. The friction force was measured via two different AFM probes which allowed spanning from nN to <math>\mu</math>N range of normal loads exerted on the samples of <math>Al_2O_3</math> 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>
<b>Ključne riječi (HRV):</b>	Tribologija, AFM, sila trenja, kalibracijska konstanta
<b>Ključne riječi (ENG):</b>	Tribology, atomic force microscopy, friction force, calibration constant
<b>Autor rada:</b>	Martin Tomić
<b>Mentor/i:</b>	prof. dr. sc. Saša Zelenika
<b>Komentor:</b>	dr. sc. Marko Perčić