

MERJENJE MIKROTRDOTE TRDIH PVD-PREVLEK Z NANOINDENTERJEM (2. del)

Matjaž Panjan, Miha Čekada

Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana

POVZETEK

Naprave za zaznavanje globine vtisa (DSI – depth-sensing indentation) so naprave, ki omogočajo meritve trdote na mikro- in nanopodročju. Delujejo tako, da se v material vtiskuje diamantna konica in se sproti zapisujejo podatki o sili in globini konice. Iz krivulje, ki jo dobimo iz obremenjevanja in razbremenjevanja, lahko izračunamo trdoto, elastični modul ter elastično in plastično deformacijsko energijo. V članku je opisan princip delovanja naprave za zaznavanje globine vtisa, analiza, s katero izračunamo omenjene parametre, ter velikost plastične cone, ki nastane med vtiskovanjem konice v material. V zadnjem poglavju so opisani trije načini merjenja trdote tankih plasti: pravokotno na površino s spreminjanjem obtežitve, na prečnem prerezu pri konstantni obtežitvi in na poševnem prerezu pri konstantni obtežitvi. Prikazani so tudi primeri meritev na trdih prevlekah.

Measurements of PVD hard coatings microhardness by nanoindenter (Part 2)

ABSTRACT

Depth-sensing indentation testing is a method for measurements of hardness in micro- and nanorange. Measurement is done by indentation of diamond indenter into the material with simultaneous recording of force and depth of indenter. From load-displacement curves one can calculate hardness, elastic modulus and elastic or plastic deformation energy. The paper describes principles of depth-sensing indentation method, analysis of parameters from load-displacement curve and the size of a plastically deformed zone which forms when an indenter is pushed into the material. The last chapter describes three different techniques of hardness depth profiling: perpendicular to the surface with variation of load, on cross-section at constant load and on small-angle cross-section at constant load. Examples of measurements on hard coatings are shown.

1 OSNOVE MERJENJA TRDOTE

Ljudje so se že zelo zgodaj naučili razlikovati med trdimi in mehkiimi snovmi, ki so jih uporabljali za različna orodja ali ko so z ugrizom v kovancem preizkušali njegovo pristnost. Nemški mineralog Friederich Mohs je za razlikovanje trdote mineralov uporabil isto spoznanje, da trši material razi mehkejšega, in napravil lestvico trdote. V tej lestvici so minerali razdeljeni na deset stopenj trdote (najmehkejši je lojevec (1), najtrši pa diamant (10)). Minerali so izbrani tako, da tisti z večjo številko razi tistega z manjšo (npr. 5 razi 4). Danes se lestvica še vedno uporablja, vendar za tehnološko uporabo ni priročna.

Merjenje trdote z vtisom je leta 1900 predstavil švedski metalurg Johan Brinell. Pri tem načinu v material vtisnemo trdo konico določene oblike in iz velikosti vtisa določimo trdoto. Danes poznamo veliko različnih preskusov, ki se v osnovi razlikujejo samo po obliki in materialu konice (tabela 1). Za merjenje

trdote masivnih materialov se uporabljata Brinellova in Rockwellova metoda, za tanke prevleke pa Vickersova, Knoopova in Berkovicheva metoda. Vsaka od metod uporablja svojo lestvico in med njimi obstajajo samo empirične zveze. Še več, tudi pri dani metodi so rezultati odvisni od sile in časa vtiskovanja, zato poleg vrednosti trdote podajamo še ta dva parametra (npr. 5000 H_K 5/20 pomeni trdoto 5 kN/mm², izmerjeno s Knoopovo metodo pri sili 5 N in času vtiskovanja 20 s).

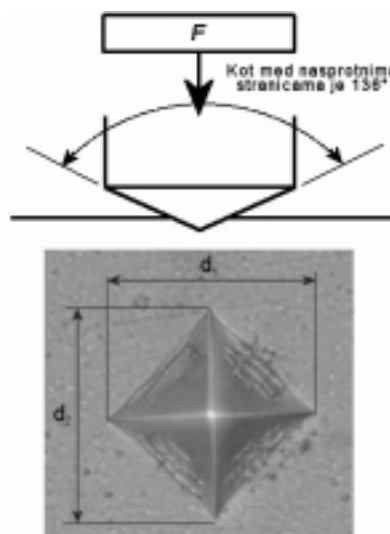
Vse zgoraj omenjene tehnike delujejo na enak način. Z vnaprej določeno silo potisnemo v material konico standardne oblike, pustimo, da sila deluje določen čas, nato pa obtežitev odmaknemo ter pod optičnim mikroskopom izmerimo velikost vtisa. Trdota je definirana kot razmerje med silo konice F in površino nastalega vtisa A

$$H = \frac{F}{A} \quad (1.1)$$

Za primer pogledimo Vickersov preskus. Pri tem preskusu se za konico uporablja štiristrana piramida iz diamanta ali safirja (kot med stranskima ploskvama je 136°). Z izbrano silo najprej napravimo vtis in ga pogledamo pod optičnim mikroskopom. Površino nastalega vtisa določimo iz diagonal d_1 in d_2 (slika 1), saj je ta povezana z geometrijo konice: $A = d^2/2 \sin(68^\circ)$.




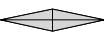

Vickersova trdota (HV) je potem enaka:

$$HV = 2 \sin(68^\circ) \frac{F}{d^2} \quad (1.2)$$



Slika 1: Vickersova konica in vtis

Tabela 1: Pregled najpogostejše uporabljenih metod za merjenje trdote na klasičen način

Metoda	Konica	Material konice	Definicija in opombe
Brinell 	polkrožen profil	jeklo, volframov karbid	$H_B = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$ D – premer krogle, d – premer vtisa
Rockwell 	polkrožen profil, stožec	jeklo, diamant	Rockwellova trdota je razlika med globino vtisa pri mali in veliki obtežitvi. Glede na obliko konice ter začetne in končne obtežitve poznamo 18 različnih lestvic trdote.
Vickers 	štiristrana piramida	diamant	$HV = \frac{2 \sin(a/2)F}{d^2}$ d – premer vtisa, $a = 136^\circ$ (kot med nasprotnima stranicama)
Knoop 	romboidna piramida, razmerje diagonal 7:1	diamant	$H_K = \frac{cF}{l^2}$ l – dolžina daljše diagonale vtisa, $c = 14,2$. Zaradi dolge diagonale ima ta metoda prednost pred Vickersovo pri trdih prevlekah in majhnih obtežitvah.
Berkovitch 	tristrana piramida	diamant	$H_{Be} = \frac{\sin^2 \beta \tan \delta F}{3 \cos \beta s^2}$ s – dolžina stranice osnovne ploskve, $\beta = 24,7^\circ$ (kot med stranico in osnovno ploskvijo), $\delta = 30^\circ$

Za diagonalo d vzamemo povprečno vrednost izmerjenih diagonal. Diagonala je za idealno Vickersovo konico približno 7-krat večja od globine vtisa ($d \approx 7h$). Pri tem naj omenimo, da so iz zgodovinskih razlogov enote pri Vickersovem preskusu kg/mm^2 in ne N/mm^2 , tako da v enačbi (1.2) dejansko nastopa masa in ne sila. Po navadi sploh ne navajamo enot, ampak samo zapišemo število in oznako za trdoto (npr: $HV = 2000$). Poleg števila je treba navesti tudi silo (oziroma maso uteži), pri kateri je bil preskus narejen, saj se trdota (posebej pri majhnih silah) spreminja tudi v odvisnosti od sile. Klasični merilnik trdote je prikazan na sliki 2.

Slabost klasičnih merilnikov je subjektivno odčitavanje velikosti vtisov, kar lahko prinese večje napake.

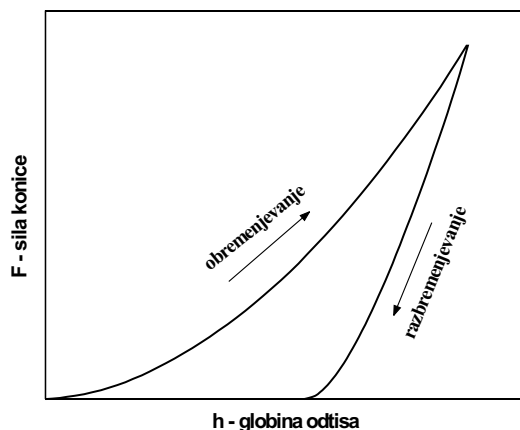
**Slika 2:** Merilnik mikrotrdote

Ta problem je posebej izrazit pri majhnih obtežitvah (pod 0,25 N), kjer je velikost vtisa na trdih prevlekah že tako majhna, da je na meji ločljivosti optičnega mikroskopa, zato so napake lahko precejšnje.

Metode za merjenje trdote iz tabele 1 so danes standard za kontrolo kvalitete v industriji. Zgoraj omenjeni načini preskušanja se uporabljajo v makro- ($2 \text{ N} \leq F \leq 30 \text{ kN}$) ter mikropodročju ($F < 2 \text{ N}$, globina vtisa $h > 0,2 \mu\text{m}$). V zadnjih desetletjih pa se je povečalo zanimanje za merjenje mehanskih lastnosti manjših volumnov snovi, kot so npr. tanke plasti ali posamezne faze spojin. Danes se meri trdoto z globino vtisa na nanometrski skali. Nastali vtisi so tako majhni, da jih ne moremo odčitati z optičnim mikroskopom, zato se uporablja tehnika dinamičnega (nano)globinskega vtiskanja (DSI), kjer ni več treba določiti velikosti vtisa. Natančno jo bomo opisali v naslednjem poglavju.

2 MERJENJE TRDOTE Z NAPRAVO ZA ZAZNAVANJE GLOBINE VTISA

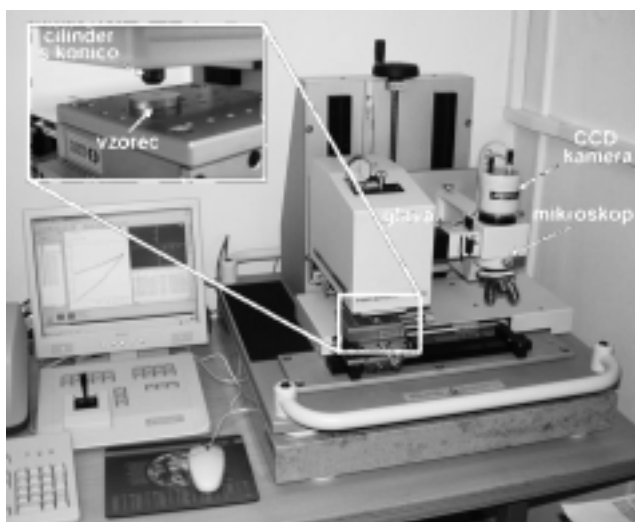
Pri novejših napravah, s katerimi merimo v mikro- in nanopodročju (po ISO-standardu ⁽¹⁾ je mikropodročje za $F < 2 \text{ N}$ in $h > 0,2 \mu\text{m}$, nanopodročje pa za $h \leq 0,2 \mu\text{m}$), ni potrebno optično odčitavanje vtisov. S tem se izognemo napakam zaradi pristranskega odčitavanja. Trdota se izračuna samo iz krivulje sile v odvisnosti od globine vtisa $F(h)$. Takim napravam pravimo *naprave za zaznavanje globine vtisa* (DSI – depth-sensing indentation).



Slika 3: Shematski prikaz krivulje sile konice v odvisnosti od globine vtisa (Pravilen izraz bi bil globina vtisa v odvisnosti od sile, saj se globina spreminja glede na silo konice. Vendar uporabljamo izraz sila v odvisnosti od globine vtisa, ker se tako navaja v večini literature). Pri obremenjevanju se konica vtiskuje v material, pri razbremenjevanju pa se globina vtisa zmanjšuje zaradi elastičnosti materiala.

Naprava deluje tako, da vtiskamo diamantno konico (Vickersove ali Berkovicheve oblike) v vzorec in po doseženi maksimalni sili konico (z enako ali različno hitrostjo) odmaknemo. Med obremenjevanjem in razbremenjevanjem se zapisujejo podatki o globini in sili konice. Rezultati take meritve nam dajo celoten potek deformacije v obliki krivulje $F(h)$ (slika 3). Obtežitveni del krivulje pomeni odpornost vzorca proti prodiranju konice v material ter izraža elastične in plastične lastnosti preskušane materiala. Razbremenitveni del krivulje pa vsebuje podatke o elastični relaksaciji vtisa. Iz teh krivulj lahko ob poznanju geometrije konice izračunamo trdoto, elastični modul ter elastično in plastično energijo vzorca.

Napravo za zaznavanje globine vtisa smo pred kratkim dobili na Odseku za tanke plasti in površine Instituta "Jožef Stefan" (slika 4). Sestavljata jo dva

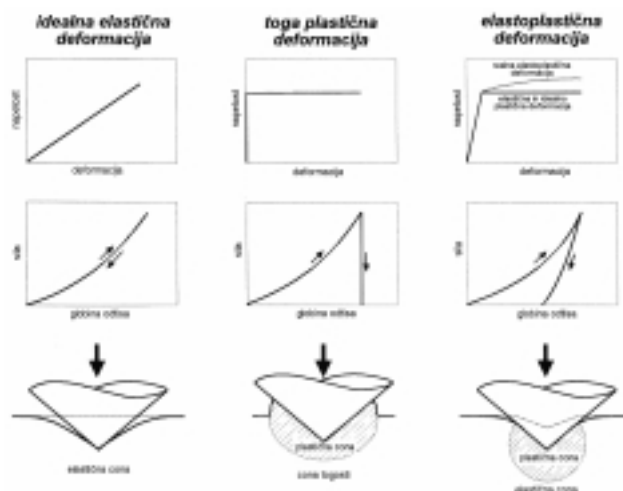


Slika 4: Naprava za zaznavanje globine vtisa Fischerscope® H100 C

glavna dela: glava za vtiskovanje, ki izmeri krivuljo globine vtisa v odvisnosti od sile, in optični mikroskop, s katerim izberemo želeno mesto na vzorcu. Glavo sestavljajo cilindri, v katerem je diamantna konica Vickersove oblike, generator sile in senzor odmika. Cilinder pritiska na vzorec s silo 20 N zato, da se ta med meritvijo ne premakne. Naprava omogoča meritve v območju sil od 0,4 mN do 1000 mN z natančnostjo sile 0,2 μ N in natančnostjo globine vtisa 0,1 nm. Naprava je v osnovi namenjena za merjenje tankih plasti, vendar lahko z njo merimo tudi trdoto in elastični modul barv, lakov, gum ter drugih masivnih materialov.

2.1 Analiza krivulje sila-globina vtisa

Analiza temelji na predpostavki, da se površina pod konico deformira delno elastično in delno plastično. Na sliki 5 so prikazani diagrami napetosti od deformacije, sile od globine vtisa ter ustrezne sheme deformacije površine za različne vrste deformacij. V primeru idealne elastične snovi je napetost linearno odvisna od deformacije. Delo, ki ga opravi konica ob obremenjevanju, se povrne ob razbremenjevanju in material se popolnoma relaksira, zato na vzorcu ne opazimo vtisa. Obremenitveni in razbremenitveni del krivulje sile v odvisnosti od globine vtisa se zato skladata. Pri togi plastični deformaciji je napetost pod materialom konstantna. Delo, ki ga opravi konica, se v celoti porabi za plastično deformacijo. Zaradi togosti se volumen ohranja, zato se material nabere na površini. Ker v snovi ni elastične deformacije, se pri razbremenjevanju ne povrne nič energije in globina vtisa ostane enaka kot pri maksimalno doseženi sili. Materiali niso



Slika 5: Shematski prikaz krivulj napetosti od deformacije, sile konice od globine vtisa ter profilov vtisa pri maksimalni obtežitvi in po odstranitvi konice za idealno elastične, toge plastične in elasto-plastične materiale ⁽²⁾

idealni, ampak se vedejo deloma elastično in deloma plastično, pravimo, da se deformirajo elastoplastično.

Poglejmo sedaj natančneje, kako iz krivulje sile v odvisnosti od globine vtisa dobimo trdoto, elastični modul ter elastično in plastično energijo. Postopek sta razvila Oliver in Pharr⁽³⁾, temelje zanj pa je postavil Sneddon⁽⁴⁾, ki je izračunal zvezo med silo, globino vtisa in površino vtisa za kontakt med polneskončno elastično površino ter togo konico različnih oblik. Sneddon je definiral *togost stika* S (contact stiffness) kot odvod sile po globini za primer, ko ni plastične deformacije:

$$S \equiv \left. \frac{dF}{dh} \right|_{\text{elast. def.}} \quad (2.1)$$

Togost stika predstavlja začetek strmice krivulje pri razbremenitveni krivulji in je po Sneddonu enaka:

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{E}{1-\nu^2} \sqrt{A_p} \quad (2.2)$$

E in ν sta elastični modul in Poissonovo število preiskovane snovi, A_p pa je projekcija površine stika pri maksimalni sili. Enačba (2.2) velja samo, če predpostavimo idealno togo konico. To pa ni res pri merjenju zelo trdih snovi, saj se (diamantna) konica tudi elastično deformira. Elastično deformacijo konice upoštevamo tako, da dodamo še njen elastični modul. Če predpostavimo, da se konica in vzorec vedeta kot zaporedje dveh vzmeti, lahko zapišemo "reduciran elastični modul" E_r

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu^2}{E} \quad (2.3)$$

kjer sta E_i in ν_i elastični modul in Poissonovo število konice. Za diamantno konico je $E_i = 1141$ GPa in $\nu_i = 0,07$. Stik med konico in vzorcem lahko v tem primeru modeliramo kot kontakt med popolnoma togo konico in izotropno polneskončno snovjo z elastičnim modulom E_r . Sedaj lahko enačbo (2.2) preoblikujemo v:

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_p} \quad (2.4)$$

Ta enačba se imenuje kanonična Sneddonova togost. Če poznamo Poissonovo število, lahko skupaj z enačbo (2.3) iz nje izračunamo elastični modul materiala E , sicer pa se zadovoljimo z "vtisnim modulom" (indentation modulus) $I = E/(1-\nu^2)$.

2.2 Definicije trdot

Pri napravah za zaznavanje globine vtisa se definicija trdote razlikuje od trdote, kot jo definiramo pri klasičnem načinu merjenja (enačba (1.2)). Dejansko je definiranih več vrst trdot, vendar se po ISO-standardu⁽¹⁾ uporabljata Martensova trdota HM in vtisna trdota

H_{IT} , ki je povezana z Vickersovo trdoto HV . **Martensova trdota** je definirana kot trenutna sila F , deljena s ploščino (in ne projekcijo) konice v vzorcu A_s na globini h :

$$HM = \frac{F}{A_s(h)} \quad (2.5)$$

Martensovo trdoto se meri samo med obremenjevanjem in po navadi podajamo le vrednost, ki jo ima pri maksimalni sili. Navajamo jo v enotah N/mm². Martensova trdota je torej po definiciji odpornost materiala proti plastični in elastični deformaciji. Definirana je samo za konici s štiristrano (Vickers) in tristrano (Berkovich) piramido. Za idealne konice lahko iz geometrije izračunamo ploščino A_s

$$\begin{array}{ll} \text{a) Vickersova konica} & \text{b) Berkovichova konica} \\ A_s(h) = \frac{4 \sin(\alpha/2)}{\cos^2(\alpha/2)} h^2 & A_s(h) = \frac{3\sqrt{3} \tan(\alpha)}{\cos(\alpha)} h^2 \end{array} \quad (2.6)$$

kot α je pri Vickersovi piramidi 136° ($A_s(h) \approx 26,43h^2$), pri Berkovichevi pa 65,3°.

Vtisna trdota H_{IT} je definirana kot maksimalna sila F_{\max} , deljena s projekcijo ploščine kontakta med konico in vzorcem A_p , ki jo določimo iz krivulje $F(h)$

$$H_{IT} = \frac{F_{\max}}{A_p} \quad (2.7)$$

Vtisna trdota je torej merilo za odpornost materiala proti plastični deformaciji.

V primeru popolnega plastičnega kontakta je vtisna trdota povezana z mejo plastičnosti σ_y ⁽⁵⁾

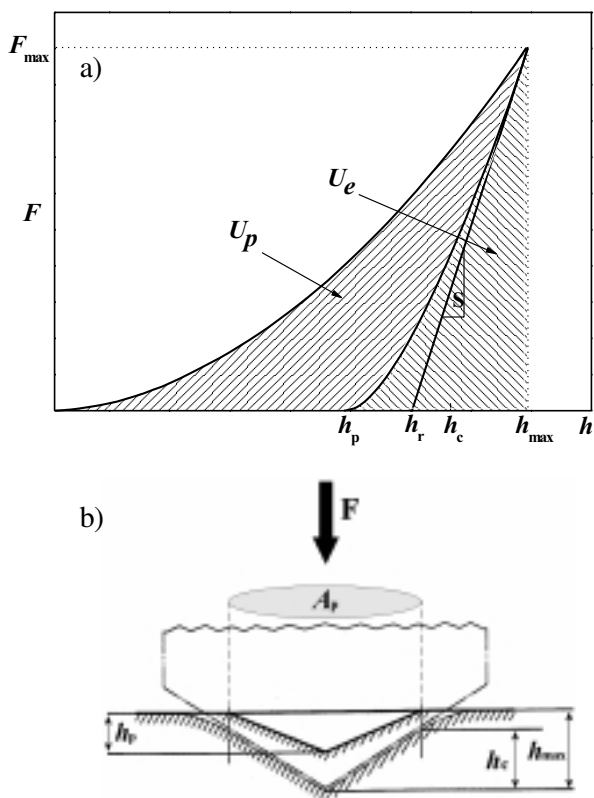
$$H_{IT} = c \cdot \sigma_y \quad (2.8)$$

kjer je faktor c odvisen od razmerja E/σ_y . Za snovi, ki imajo to razmerje majhno, npr. polimeri ($E/\sigma_y \approx 10$), je ovira, ki jo predstavlja elastična cona za širjenje plastičnega področja, majhna in vtisna trdota je le malo večja od meje plastičnosti: $c \leq 1,5$. Večina kovin, za katere je $E/\sigma_y \geq 100$ ima $c \approx 3$ ⁽⁵⁾. Treba je poudariti, da enačba (2.8) velja samo, če je dosežen popolnoma plastičen stik.

Vtisna trdota H_{IT} in Vickersova trdota HV upoštevata samo plastični del deformacije, zato med njima obstaja zveza. Definiciji se razlikujeta le po površini – Vickersova trdota uporablja celotno ploščino vtisa A_s , medtem ko H_{IT} vsebuje projekcijo te ploščine A_p . Za idealno Vickersovo konico je razmerje $A_p/A_s = 0,9270$, za realno obliko konice pa vzamemo ustrezen A_p . Vickersova trdota je potem:

$$HV = H_{IT} \frac{A_p}{A_s g} \quad (2.9)$$

pri čemer je g gravitacijski pospešek, saj po Vickersovi metodi namesto sile uporabimo maso uteži.



Slika 6: Krivulja sile konice v odvisnosti od globine vtisa in količine, uporabljene v analizi (h_p – globina vtisa po razbremenitvi, h_r – globina, dobljena kot presečišče tangente in osi h , h_c – globina kontakta konice in vzorca pri maksimalni sili, h_{\max} – maksimalna globina, F_{\max} – maksimalna sila, S – togost stika, U_e – elastična energija, U_p – plastična energija). Spodaj so iste količine prikazane na profilu vtisa.

Za določitev vtisne trdote in elastičnega modula potrebujemo togost stika S in projekcijo površine kontakta med konico in vzorcem A_p . Togost stika se večinoma določi z linearno ekstrapolacijo začetka razbremenitvene krivulje. V primerih, ko začetek razbremenitvene krivulje ni linearen, pa se uporabi potenčni nastavek $F = K(h - h_p)^m$, kjer je h_p globina po odstranitvi bremena (slika 6 a), K konstanta, m pa eksponent, ki je odvisen od geometrije konice. Togost stika v tem primeru dobimo z odvajanjem te funkcije pri maksimalni sili.

Projekcija ploščine kontakta med konico in vzorcem pri maksimalni sili A_p je odvisna od geometrije konice in globine kontakta pri maksimalni sili h_c (slika 6 b). Na razdaljah, večjih od h_c , stika med konico in snovjo ni več, ker je površina zaradi elastičnosti upognjena. Elastično deformacijo površine zunaj kontakta $h_{\max} - h_c$ je izračunal Sneddon⁽⁴⁾

$$h_{\max} - h_c = \varepsilon_k \frac{F_{\max}}{S} \quad (2.10)$$

kjer je ε_k konstanta, odvisna od geometrije konice (za Vickersovo in Berkovichovo konico je $\varepsilon_k = 3/4$). Če preuredimo zgornjo enačbo, dobimo h_c :

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon_k \frac{F_{\max}}{S} \quad (2.11)$$

Ker velja, da je strmina tangente $S = F_{\max}/(h_{\max} - h_r)$, lahko to zapišemo kot:

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon_k (h_{\max} - h_r) \quad (2.12)$$

h_r je globina na presečišču tangente z osjo h .

Iz enačbe (2.12) dobimo globino kontakta med konico in vzorcem pri maksimalni sili h_c , za določitev vtisne trdote pa potrebujemo ploščino A_p . Zvezo med tema količinama opisuje tako imenovana funkcija oblike konice $A_p = f(h_c)$, ki jo za idealno konico lahko določimo iz geometrije konice. Za Vickersovo konico je $A_p = 24,50 h_c^2$, za Berkovichovo pa $A_p = 23,96 h_c^2$. Vendar pa konice niso nikoli idealno ostre, ampak so vedno malo zaobljene. Takšna nepravilnost oblike pa je ključnega pomena pri vtisih v nanometriškem območju, saj lahko prinese veliko napako pri izračunu parametrov, zato je treba konico umeriti. Dejansko obliko konice lahko dobimo na različne načine. Izmerimo jo lahko direktno z mikroskopom na atomsko silo ali pa posredno tako, da napravimo več vtisov v snov z znanim elastičnim modulom in iz enačbe (2.4) izračunamo A_p . Določimo jo lahko tudi tako, da naredimo več vtisov pri isti sili in opazujemo odmike vtisne trdote, seveda za to potrebujemo homogen referenčni vzorec. Meritve nato najbolje prilagodimo izrazu:

$$A_p = a_0 h_c^2 + a_1 h_c + a_2 h_c^{1/2} + a_3 h_c^{1/4} + a_4 h_c^{1/8} + a_6 h_c^{1/16} \quad (2.13)$$

tu so a_i konstante, ki jih dobimo z umeritvijo. Obliko prave konice upoštevamo tudi pri izračunu Martensove trdote.

Vtisno trdoto torej izračunamo po enačbi (2.7), vtisni modul pa dobimo iz enačbe (2.4)

$$\frac{E}{1 - \nu^2} = \left(\frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{\sqrt{A_p}}{S} - \frac{1 - \nu^2}{E_i^2} \right)^{-1} \quad (2.14)$$

Treba je upoštevati še dejstvo, da sila, s katero pritiska konica, ne vpliva samo na vzorec, ampak tudi na podstavek, na katerem je vzorec. Ta se elastično deformira in povzroči, da je izmerjena globina večja od dejanske, zato je treba poznati njegove snovne konstante. Po navadi je dodatna globina sorazmerna s silo, s katero delujemo. Ta vpliv je zlaten pri velikih silah in poveča izmerjeno maksimalno globino ter tako vpliva na velikost trdote in elastičnega modula.

Iz krivulje $F(h)$ lahko izračunamo tudi mehansko delo U_t , potrebno, da potisnemo konico v snov. Delo je enako deformacijski energiji, ki je vsota elastične U_e in plastične energije U_p

$$U_t = U_e + U_p \quad (2.15)$$

Delo dobimo z integriranjem krivulje sile konice v odvisnosti od globine vtisa ($U_t = \int Fdh$). Med razbremenjevanjem dobi konica elastično energijo povrnjeno, zato pomeni ploščina pod krivuljo razbremenjevanja elastično energijo snovi (slika 6). Površina med obremenitveno in razbremenitveno krivuljo pa pomeni energijo plastične deformacije. Po navadi nas zanima le delež elastične (ali plastične) energije, ker je normiran na delo, ki ga opravi konica pri vtiskovanju in je zato neodvisen od sile konice.

Zgornja razprava je pokazala, da trdota ni osnovna lastnost materialov, ampak je odvisna od več dejavnikov (definicije, tehnike preskušanja ...). Kljub temu se trdota široko uporablja kot parameter za karakterizacijo mehanskih lastnosti materialov, še posebej kovin. Razlogov je več: meritve z vtisom so relativno preproste in nam dajo neposredno mero za odpornost materiala proti plastični deformaciji. Za popolnoma plastični stik pa je trdota direktno povezana z mejo plastičnosti. Pomemben razlog je tudi, da je merjenje trdote z vtiskovanjem (DSI) edina tehnika, ki nam da mehanske lastnosti majhnega dela snovi.

2.3 Volumen plastične deformacije

Z vtiskovanjem konice v vzorec merimo le lastnosti določenega volumna snovi. Poznanje velikosti tega volumna je pomembno za vse vrste merjenja z vtiskovanjem, še posebej pri merjenju tankih plasti, kjer se želimo izogniti vplivu podlage. Vzorčeni volumen določa tudi najmanjšo razdaljo med dvema vtisoma, ki morata biti dovolj narazen, da lateralna širina plastične cone ne vpliva na lastnosti drugega vtisa. Včasih želimo izmeriti lastnosti določenih kristalnih zrn, zato mora biti velikost vzorčenega volumna manjša od zrna. Če pa bi radi poznali vplive meja kristalnih zrn, potem moramo narediti čim večji vtis, da vključimo več zrn.

Napetostno polje, ki se ustvari pod konico, je zelo kompleksno in analitična rešitev ne obstaja. Deformacijski mehanizmi, ki nastajajo pri tem, so odvisni od temperature, orientacije kristalov, oblike konice ... Vendar lahko širjenje plastične cone med vtiskovanjem modeliramo s širjenjem sferične votline pod vplivom notranjega tlaka v neskončni elastični in idealno plastični snovi, za katero je znana rešitev ⁽⁶⁾. Na podlagi te rešitve je bilo razvitih več modelov za oceno velikosti plastično deformirane cone. Najpogosteje se v literaturi omenja model Johnsona ⁽⁷⁾. Pri tem modelu sferično votlino zamenjamo s polkrožnim jedrom, ki obdaja površino konice (slika 7). Znotraj tega jedra predpostavimo hidrostatični tlak. Za napetosti in deformacije zunaj jedra predpostavimo radialno simetrijo. S temi predpostavkami lahko izra-

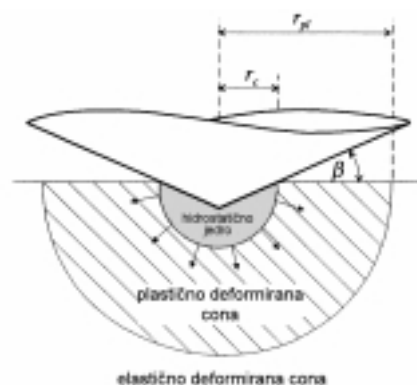
čunamo razmerje med radijem plastične cone r_{pl} in radijem konice, kjer se ta še dotika površine r_c ^(7,8)

$$\frac{r_{pl}}{r_c} = \left[\frac{E \tan \beta}{6\sigma_y(1-\nu)} + \frac{2(1-2\nu)}{3(1-\nu)} \right]^{1/3} \quad (2.16)$$

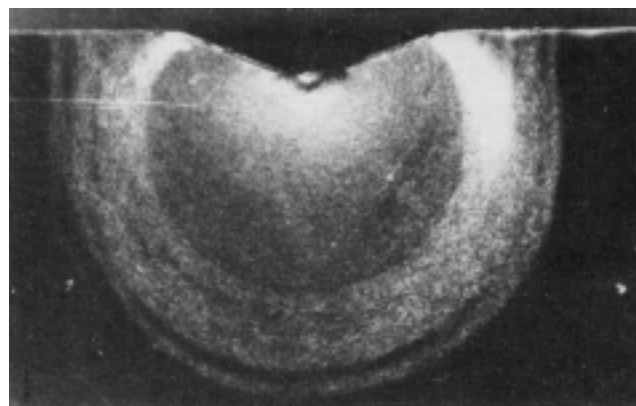
Tu je β kot med stranico konice in površino.

V primeru popolnoma plastičnega kontakta ($E \tan \beta / \sigma_y \geq 40$) in za materiale s Poissonovim številom $\nu = 0,3$ dobimo za elastoplastično mejo $r_{pl} \approx 2,2 \cdot r_c$. Ta vrednost je dober približek za snovi, ki imajo $E/\sigma_y \gg 200$. Pri materialih, ki imajo manjše razmerje, pa pride do odmika ⁽⁹⁾. Omejitve tega modela je nepoznanje narave hidrostatičnega jedra. Če bi bil tlak znotraj jedra resnično hidrostatičen, potem v jedru ne bi prišlo do plastične deformacije. To bi pomenilo, da nikoli ne bi mogli izmeriti trdote plasti tik pod konico. Plastična cone je lepo vidna na sliki 8, kjer je vtis konice narejen na trdi plasti, nanesen na mehko podlago.

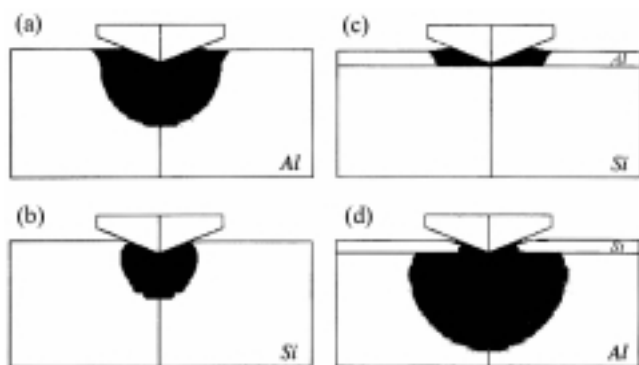
Velikost plastične cone je težko oceniti že za homogen material ⁽¹¹⁾, v materialih, ki so prekriti s tanko prevleko, pa je širjenje plastične cone še bolj kompleksno. Na sliki 9 je prikazana oblika plastične cone za mehek material na trdi podlagi (Al na Si) in trd material na mehki podlagi (Si na Al) ter cone za homogena materiala ⁽¹²⁾. Plastične cone se precej



Slika 7: Model volumna elastoplastičnega vtisa s konico stožčaste oblike (r_{pl} – radij plastične cone, r_c – radij jedra, β – kot med konico in površino) ⁽⁷⁾



Slika 8: Slika plastične cone za trdo plast na mehki podlagi ⁽¹⁰⁾

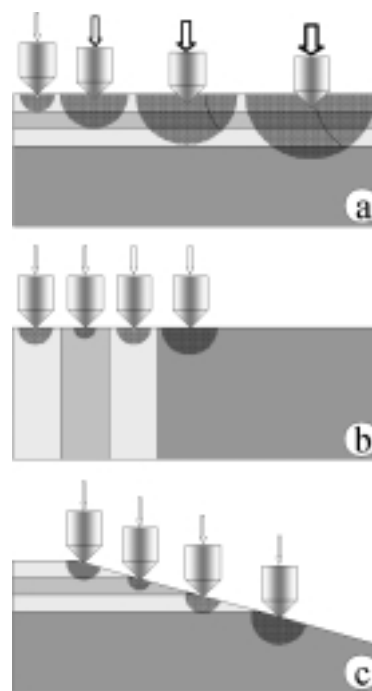


Slika 9: Cone plastične deformacije, izračunane z metodo končnih elementov za masivni aluminij (a) in silicij (b) ter za 1 µm debelo plast Al na podlagi Si (c) in 1 µm debelo plast Si na podlagi Al (d). Razmerja E/σ_y za aluminij je bilo 156, za silicij pa 29⁽¹²⁾

razlikujejo med sabo. Za sistem mehke prevleke na trdi podlagi je plastična deformacija omejena izključno na mehko plast, medtem ko trda plast na mehki podlagi le prenaša silo s konice na plast, zato je večji del deformacije v podlagi. Simulacija je bila narejena za primer idealne adhezije med plastjo in podlago, vendar se pri realnih vzorcih lahko stvari precej spremenijo. Če želimo izmeriti le trdoto plasti, potem moramo narediti vtis, ki je lahko globok toliko, da plastična cona ne sega v podlago. V praksi se je za trde prevleke uveljavilo priporočilo, da naj bo maksimalna globina vtisa največ 1/10 debeline plasti, če želimo izmeriti le trdoto prevleke brez vpliva podlage.

3 MERJENJE TRDOTE TANKIH PLASTI

Problem merjenja trdote tankih plasti je v tem, da se pri prevelikih obtežitvah plastična cona pod vtisom razteza v podlago in zato izmerjena trdota vsebuje tudi vpliv podlage. Če se želimo temu izogniti, moramo uporabiti čim manjšo obtežitev. To je danes mogoče z napravami za zaznavanje globine vtisa. Vendar pa je zanesljivost meritev pri majhnih obtežitvah zaradi hrapavosti površine slaba. Zaradi hrapavosti pride do stika med konico in površino na več mestih in ne samo v eni točki kot pri idealno gladki površini. Deli hrapave površine, ki najprej pridejo v stik s konico, se že pri zelo majhni sili deformirajo plastično, medtem ko bi se idealno gladka površina pri enaki sili deformirala elastično. To pomeni, da je globina vtisa večja na hrapavi kot na idealno ravni površini. Posledica večje globine vtisa je, da je površina projekcije, ki jo rabimo za izračun trdote in elastičnega modula (enačbi 2.7 in 2.14), prevelika, zato sta trdota in elastični modul premajhna. Napakam zaradi hrapavosti se lahko izognemo tako, da naredimo vtise, katerih globina je velika v primerjavi s hrapavostjo površine. Za dobro ponovljivost meritev ISO-standard⁽¹⁾ priporoča globine vtisa vsaj 20-krat večje od hrapavosti površine, vendar tega



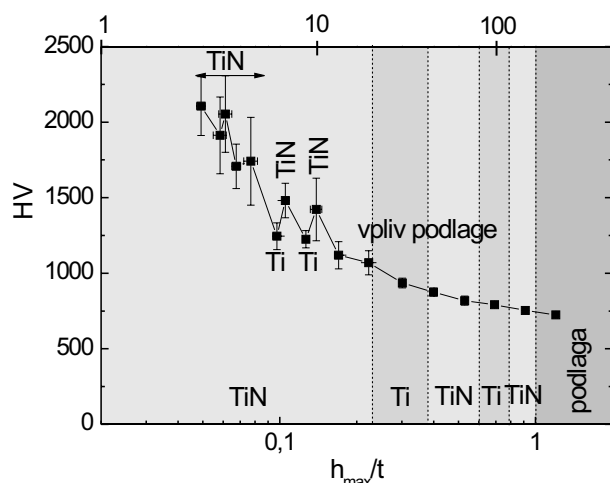
Slika 10: Shematični prikaz merjenja globinskega profila trdote: (a) pravokotno na površino, (b) na prečnem prerezu, (c) na poševnem prerezu

ni vedno mogoče zagotoviti, zato je treba narediti več meritev.

Pri merjenju tankih plasti je torej potreben kompromis med silo konice, ki mora biti dovolj velika, da se izognemo napakam zaradi hrapavosti in drugih površinskih lastnosti (npr. oksidna plast), hkrati pa dovolj majhna, da na meritve ne vpliva podlaga. Ker pa je pri zelo tankih plasteh (do 1 µm) težko ugoditi obema kriterijema, mnogokrat zavestno naredimo meritev pri večji obtežitvi in nato z različnimi modeli izločimo vpliv podlage⁽¹³⁻¹⁶⁾.

Z napravo za zaznavanje globine vtisa lahko globinski profil trdote tankih plasti izmerimo na različne načine: pravokotno na površino (slika 10 a), na prečnem prerezu (slika 10 b) in na poševnem prerezu (slika 10 c)⁽¹⁷⁾.

Najpreprostejši način merjenja trdote z napravo za zaznavanje globine vtisa je merjenje **pravokotno na površino** (slika 10 a). Globinski profil trdote preiskujemo tako, da merimo pri različnih silah konice. Prednost takšne metode je, da ne zahteva posebne priprave vzorca, pomanjkljivost pa, da pri prevelikih obtežitvah poleg lastnosti prevleke merimo tudi lastnosti podlage. Primer tega načina merjenja je prikazan na večplastni strukturi TiN/Ti debeline 1,5 µm (slika 11). Meritve so bile narejene pri obtežitvah od 1,7 mN do 500 mN, pri vsaki sili je bilo narejenih vsaj 10 meritev. Prvih pet točk na levi predstavlja trdoto TiN-plasti (trdota $HV \approx 2000$), saj velikost plastične cone ne sega skozi prvo plast. Napake so pri



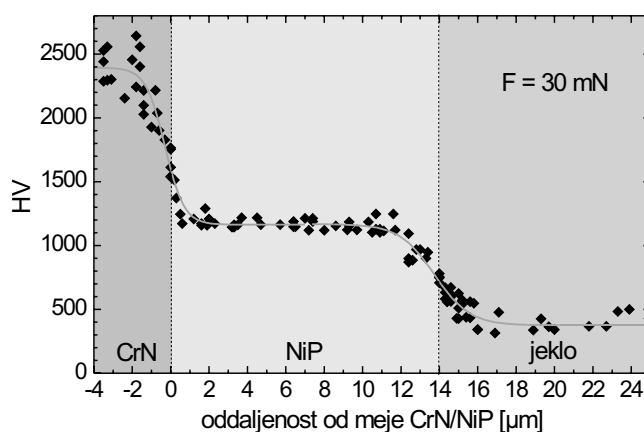
Slika 11: Meritve trdote pravokotno na površino pri večplastni strukturi TiN/Ti. Prikazana je Vickersova trdota v odvisnosti od razmerja maksimalne globine odtisa in debeline plasti. Meritve so bile narejene pri silah od 1,7 do 500 mN. Posamezne plasti so bile debele približno 300 nm.

majhnih obtežitvah zaradi hrapavosti precejšnje. Ko se plastične cona pri večji obtežitvi razširi v mehkejši titan, ki ima trdoto HV približno 300, trdota pade in zopet naraste, ko doseže naslednjo plast trdega TiN. Pri še večjih silah konice se plastična cona razširi v naslednjo plast titana in nato še v zadnjo plast TiN (vrh pri 10 mN). Pri silah nad 10 mN pa začne prevladovati trdota podlage. Vrh pri 10 mN je torej primer, ko plastična cona sega približno do meje med TiN in podlago. Velikost plastične cone je v tem primeru približno 7-krat večja od maksimalne globine konice. Za trde materiale v splošnem velja, da je velikost plastične cone približno 10-krat večja od maksimalne globine konice. S tem načinom merjenja ne moremo izmeriti trdote posameznih plasti, saj je izmerjena trdota kombinacija trdot več plasti. Interpretacija teh rezultatov ni preprosta, zato za večplastne strukture raje uporabimo način merjenja na prečnem ali poševnem prerezu.

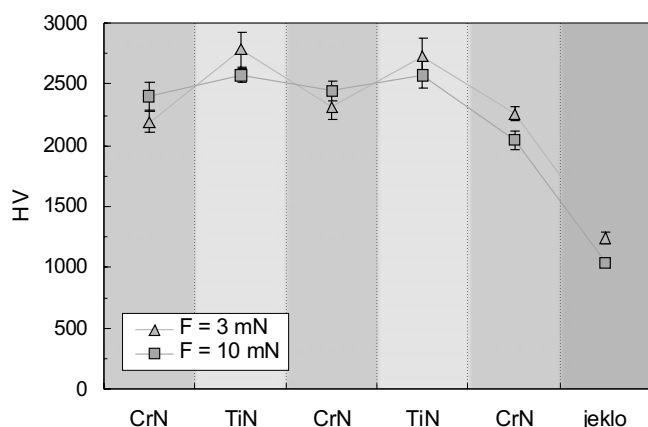
Pri merjenju **na prečnem prerezu** (slika 10 b) izmerimo trdoto le ene plasti. Trdoto posameznih plasti merimo pri enaki sili. Izbrana sila ne sme biti prevelika, zato da plastična cona v lateralni smeri ne sega v sosednjo plast. Metoda je primerna le za debelejšje plasti ($> 3 \mu\text{m}$), saj zaradi ločljivosti mikroskopa ($\approx 1 \mu\text{m}$) težko vidimo tanjše plasti in postavimo konico na želeno mesto. Za merjenje na prečnem prerezu je treba vzorec najprej prežagati in dobro spolirati, da zmanjšamo napake zaradi hrapavosti. Slika 12 prikazuje globinski profil trdote strukture CrN/NiP/jeklo. Debelina CrN-plasti je bila približno $4 \mu\text{m}$, NiP pa $14 \mu\text{m}$. Za meritve je bila izbrana sila 30 mN zato, da so bili vtisi dovolj veliki tudi v najtrši plasti in jih je bilo mogoče videti pod optičnim mikroskopom. Tako izmerjena trdota se lahko razlikuje od meritev pravokotno na površino. Na

meritve namreč vpliva tekstura plasti in poliranje, ki utrdi material. Meritve v plasti CrN se precej razlikujejo med seboj, kar je najverjetnejše posledica hrapavosti površine. Zelo tanko plast trdega CrN je namreč težko spolirati in lahko pričakujemo, da je hrapavost večja kot pri meritvah pravokotno na površino. Najbolj konstantne vrednosti trdote so v plasti NiP. Ta plast je bila narejena s kemijskim avtokatalitičnim postopkom (tj. netokovni nanos kovine iz raztopine). Ker kemijski postopki ne nastajajo v razmerah izrazitega termičnega neravnovesja, kot je to značilno za fizikalne vakuumske postopke (naparevanje, naprševanje), je plast NiP bolj homogena od trdih prevlek, zato so vrednosti trdote po globini približno enake. Večji odmiki meritev pri jeklu pa so posledica njegove poroznosti, kar precej vpliva na trdoto, saj so pore ovira za širjenje plastične cone. Meritve, narejene v bližini meje dveh plasti, so kombinacija trdot obeh plasti, zato se vrednosti trdote zvezno spreminjajo pri prehodu iz ene plasti v drugo.

Če želimo pri večplastni strukturi izmeriti trdoto posameznih plasti, lahko to naredimo z meritvami na prečnem prerezu. Vendar so lahko debeline posameznih plasti premajhne, da bi jih lahko videli pod optičnim mikroskopom. Večplastno strukturo zato razkrijemo tako, da vzorec zbrusimo ali ionsko pojedkamo pod majhnim kotom glede na površino. Trdoto posameznih plasti torej merimo **na poševnem prerezu** (slika 10 c). Meritve morajo biti narejene pri čim manjši sili in v bližini meje med plastema zato, da plastična cona ne sega v globlje plasti. Na sliki 12 je prikazan primer meritev pri večplastni strukturi CrN/TiN z debelino posameznih plasti približno 400 nm. Zaradi hrapavosti površine je bilo na vsaki plasti narejenih do 20 vtisov. Iz meritev so lepo vidne razlike v trdoti CrN in TiN. Pri 10 mN so razlike manjše, ker plastična cona sega skozi več plasti. To lahko sklepamo iz meritve v najgloblji CrN-plasti, ki ima manjšo trdoto od drugih dveh, saj je njena trdota



Slika 12: Meritve Vickersove trdote na prečnem prerezu pri strukturi CrN/NiP/jeklo



Slika 13: Meritve Vickersove trdote na poševnem prerezu na večplastni strukturi CrN/TiN

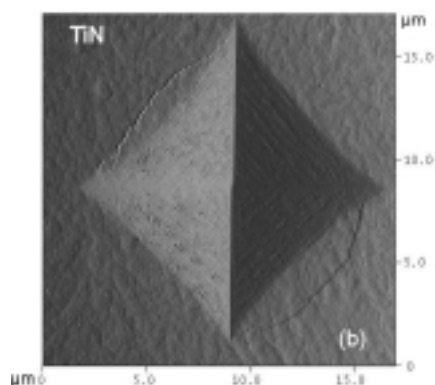
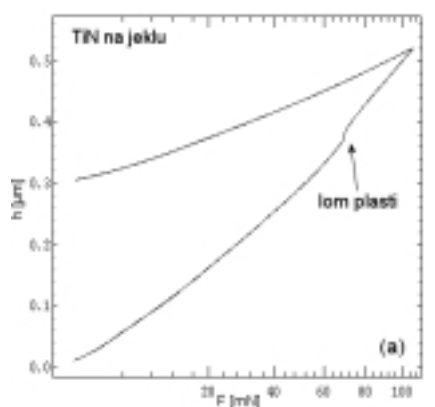
kombinacija trdote CrN in mehkejšega jekla. Meritve, narejene pri sili 3 mN, pa izražajo dejanske vrednosti trdote posameznih plasti. Metoda torej omogoča meritve trdote zelo tankih plasti, vendar je za ta način merjenja potrebna posebna priprava vzorca.

Z napravami za zaznavanje globine vtisa lahko študiramo še druge pojave. Omenimo samo dva. Trdi materiali se plastično deformirajo do kritične napetosti pod konico. Ko je presežena ta napetost (lomna trdnost plasti), se prevleka prelomi. To tudi opazimo

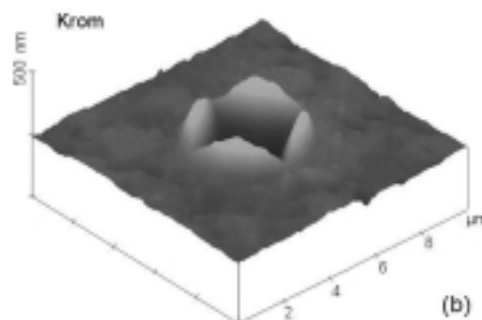
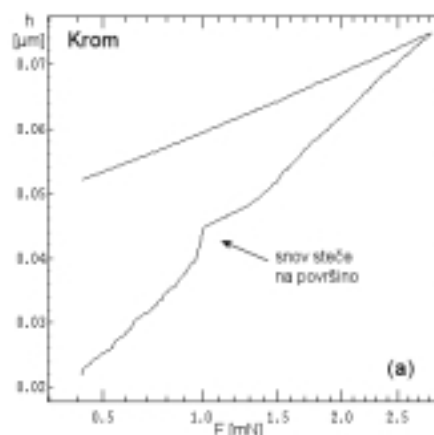
na obremenitvenem delu krivulje globine vtisa v odvisnosti od sile (slika 14 a), ko se konica pri določeni sili nenadoma premakne na večjo globino. Slika 14 b, ki je bila narejena z mikroskopom na atomsko silo, pokaže razpoke, ki so nastale zaradi loma. Pri mehkejših materialih (npr. kovine) pa pride do pojava, da snov steče na površino. Tudi to je opaziti na krivuljah globine vtisa v odvisnosti od sile (slika 15 a). Sprememba v naklonu obremenitvene krivulje nastane pri manjših sili in ni tako ostra kot pri lomu plasti. Snov, ki je stekla na površino, je vidna tudi na sliki, narejeni z mikroskopom na atomsko silo (slika 15 b). Z napravami za zaznavanje globine vtisa lahko opazujemo še druge pojave, kot so lezenje materialov, zdrs sosednjih mrežnih ravnin ter dekohezija plasti od podlage.

4 SKLEP

Merjenje z napravami za zaznavanje globine vtisa je edina metoda, ki omogoča analizo mehanskih lastnosti zelo majhnega dela snovi. Ta tehnika ima več prednosti pred klasičnim načinom merjenja. V osnovi je metoda namenjena meritvam tankih plasti v mikro- in nanopodročju. Metoda je zanesljivejša od klasičnega načina merjenja, saj ni potrebno optično



Slika 14: (a) Globina vtisa v odvisnosti od sile konice za TiN na jeklu. Na obremenitvenem delu krivulje je označen lom TiN plasti. (b) Slika vtisa, posnetega z mikroskopom na atomsko silo. Na površini so vidne razpoke zaradi loma plasti.



Slika 15: (a) Globina vtisa v odvisnosti od sile konice za krom. Izboklina na obremenitvenem delu krivulje pomeni, da krom steče na površino. (b) Slika vtisa, posnetega z mikroskopom na atomsko silo. Na robovih vtisa je vidna snov, ki je stekla na površino.

odčitavanje velikosti vtisa. Poleg tega s to metodo dobimo tudi podatke o elastičnih in plastičnih lastnostih materiala, česar ni mogoče pri klasičnem merjenju. Če želimo natančno meriti lastnosti materialov pri nanometrskih globinah vtisa, moramo dobro poznati analizo za izračun parametrov in napake, ki lahko izvirajo iz določenih predpostavk. Zavedati se moramo tudi, da na meritve na nanometrskem področju vplivajo tudi hrapavost površine, površinski defekti, oksidna plast, čistost vzorca in drugi vplivi. Z napravami za zaznavanje globine vtisa lahko merimo na različne načine: pravokotno na površino s spreminjanjem obtežitve, na prečnem prerezu pri konstantni obtežitvi in na poševnem prerezu pri konstantni obtežitvi. Poleg merjenja trdote, elastičnega modula in deformacijske energije lahko iz krivulj globine odtisa v odvisnosti od sile opazujemo druge pojave, kot so lomljenje posameznih plasti, tečenje snovi na površino, lezenje materialov, zdrs sosednjih ravnin, dekohezijo in druge pojave.

5 LITERATURA

- ¹ISO 14577: Kovinski materiali – instrumentalno vtiskanje pri preskušanju trdote in drugih lastnosti materialov – 1. del: Metoda preskušanja
- ²M. Kunert, Mechanical properties on nanometer scale and their relations to composition and microstructure, doktorat, Fakultät Chemie der Universität Stuttgart (2000)
- ³W. C. Oliver, G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* **7** (1992), 1564–1583
- ⁴I. N. Sneddon, *Int. J. Eng. Sci.* **3** (1965), 45–57
- ⁵D. Tabor, *The Hardness of Metals*, Oxford, Clarendon Press, (1951)
- ⁶R. Hill, *Theory of plasticity*, University press, Oxford, (1950)
- ⁷K. L. Johnson, *J. of Mech. and Phys. of Solids* **18** (1970), 115–126
- ⁸K. L. Johnson, *Contact Mechanics*, Cambridge University Press, (1985)
- ⁹C. C. Chiang, D. B. Marshall, A. G. Evans, *J. of Appl. Phys.* **53** (1982), 298–311
- ¹⁰W. Weiler, *British Journal of NDT* **31** (1989), 253
- ¹¹A. Bolshakov, Finite element studies of mechanical property testing by nanoindentation methods, doktorat, Rice University (1996)
- ¹²T. A. Laursen, J. C. Simo, *J. Mater. Res.* **7** (1992), 618–626
- ¹³B. Jönsson, S. Hogmark, *Thin Solid Films* **114** (1984), 257–269
- ¹⁴E. S. Puchi-Cabrera, *Surf. Coat. Technol.* **160** (2002), 177–186
- ¹⁵P. J. Burnett, D. S. Rickerby, *Thin Solid Films* **148** (1987)
- ¹⁶A. M. Korsunsky, M. R. McGurk, S. J. Bull, T. F. Page, *Surf. Coat. Technol.* **99** (1998), 171–183
- ¹⁷M. Čekada, M. Panjan, P. Panjan, D. Kek-Merl, *Surf. Coat. Technol.* (2006) sprejeto v objavo