

## OPIS METOD ZA ŠTUDIJO TOPOGRAFIJE POVRŠINE PODLAG NA MIKRONIVOJU

Peter Panjan, Miha Čekada, Matjaž Panjan, Srečko Paskvale, Jožko Fišer

Institut »Jožef Stefan«, Jamova 39, 1000 Ljubljana

### 1 UVOD

Topografija površine podlag, na katere nanašamo tanke plasti, v splošnem vpliva na električne, optične, magnetne in mehanske lastnosti te plasti. Površine podlag so zlasti pomembne v tribologiji, ker so bistven sestavni del vsakega tribološkega sistema. Določajo obrabno obstojnost, koeficient trenja, sprijemanje materiala obdelovanca ter korozijsko in oksidacijsko obstojnost orodij in strojnih delov. Pri tem ni pomembna samo sestava in mikrostruktura površinske plasti, ampak tudi topografija. Morfologija površine podlag na mikrometrski skali je pomembna tudi z vidika nukleacije in rasti tankih plasti, saj je od nje odvisna prednostna rast kristalnih zrn.

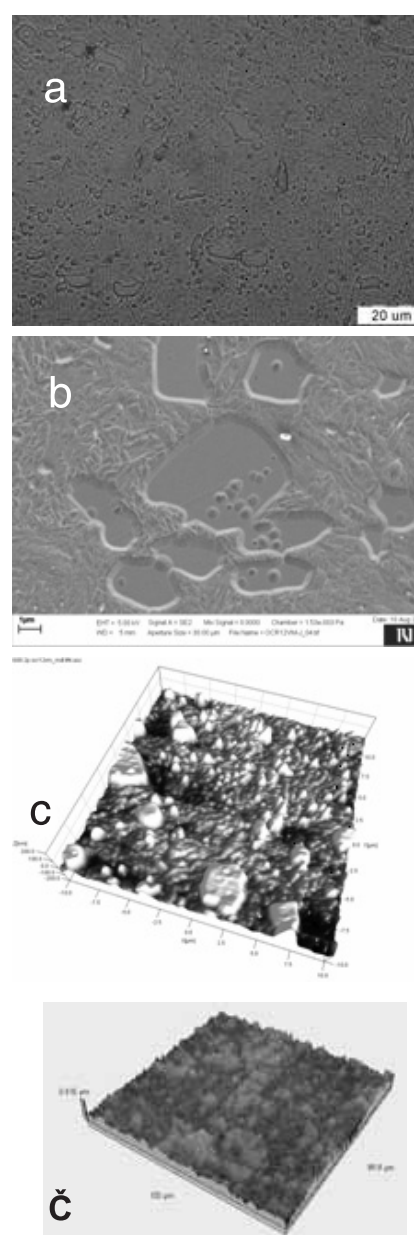
Hrapavost in druge topografske značilnosti površine podlage obstajajo hkrati na več različnih dimenzijskih skalah. Kot makroskopsko topografsko značilnost površine lahko obravnavamo raze, ki so nastale med brušenjem in poliranjem, mikroskopske značilnosti pa so npr. razni vključki ali meje med kristalnimi zrn. Topografija površine je odvisna od postopka izdelave podlage, od mehanskih postopkov površinske obdelave (brušenje, poliranje, peskanje), ter od ionskega jedkanja, ki se uporablja kot zadnja faza čiščenja podlag pred nanosom tankih PVD-plasti.

Za karakterizacijo topografije površine trdnih snovi na mikro- in submikrometrskem področju je na voljo več različnih tehnik: optična mikroskopija, 3D-profilometrija z uporabo tipala, optična profilometrija, vrstična elektronska mikroskopija in mikroskopija na atomsko silo. Vsaka od teh tehnik ima svoje omejitve. V prispevku bomo predstavili možnosti uporabe teh tehnik pri študiju topografskih sprememb podlag iz orodnega jekla po poliranju, po ionskem jedkanju in po nanosu trdih PVD-prevlek.

### 2 ANALITSKE TEHNIKE ZA OPAZOVANJE TOPOGRAFIJE POVRŠIN

Ko nas zanima površina podlag, si navadno najprej pomagamo z lupo ali optičnim mikroskopom. Vendar tudi pri največji povečavi optičnega mikroskopa (okrog 1000-kratni) topografskih značilnosti na

mikrometrski skali ne moremo opaziti. Lateralna in globinska ločljivost optičnega mikroskopa je zaradi uklona omejena na okrog 500 nm. Na sliki 1a je

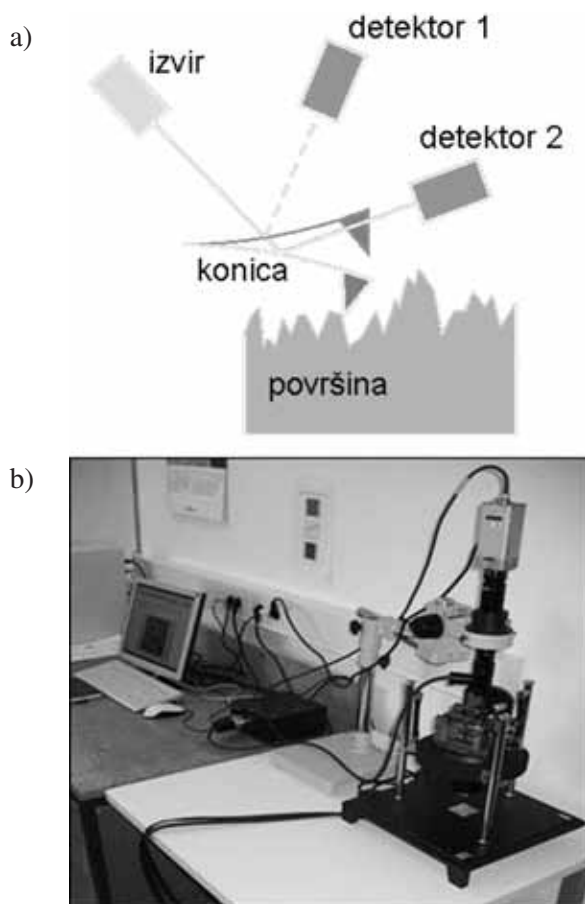


**Slika 1:** Površina orodnega jekla OCR12VM po ionskem jedkanju v napravi za nanos trdih prevlek CC800; a) posnetek z optičnim mikroskopom, b) SEM-posnetek, c) AFM-posnetek in č) posnetek s 3D-profilometrom

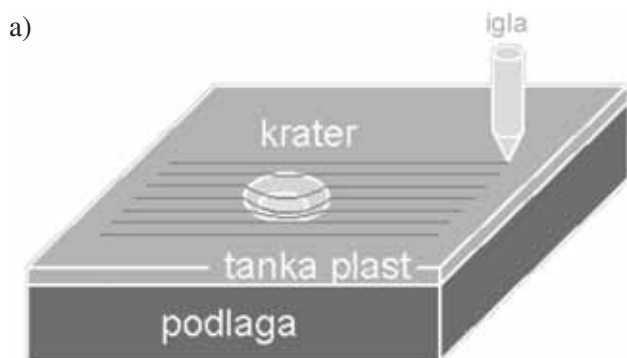
posnetek površine orodnega jekla OCR12VM (D2) po ionskem jedkanju v napravi za nanos trdih prevlek. Na posnetku zelo nejasno vidimo konture karbidnih zrn, ki so se jedkala počasneje od feritne matrice. Vendar pa iz posnetka ne moremo razločiti, ali so ta mesta višja ali nižja od feritne matrice.

Za študij tako majhnih topografskih značilnosti je primernejši vrstični elektronski mikroskop (SEM, slika 1b). Njegova lateralna ločljivost je v primerjavi z optičnim mikroskopom veliko boljše (ker je valovna dolžina, ki ustreza elektronom, veliko manjša od valovne dolžine svetlobe). Z novejšo izvedbo vrstičnih elektronskih mikroskopov, ki imajo izvir elektronov na poljsko emisijo, dosežemo povečavo do 200.000-kratno. Vendar pa je globinska ločljivost vrstičnega mikroskopa še vedno preslaba, da bi lahko zanesljivo ločili mikrometrске kraterje od vršičkov. 3D-posnetek lahko naredimo tako, da vzorec nagnemo glede na vpadni kot elektronov. Kontrast posnetka površine lahko izboljšamo tako, da naredimo posnetek s povratno sipanimi elektroni. Tako lahko identificiramo področja z različno sestavo.

Še boljše globinsko ločljivost kot s SEM-mikroskopom dosežemo z mikroskopom na atomsko silo (AFM, slika 2). Le-ta ima v principu atomsko ločljivi-



**Slika 2:** Princip delovanja AFM-mikroskopa (a) in posnetek naprave (b)



**Slika 3:** Princip delovanja 3D-profilometra z diamantno iglo (a) in posnetek naprave (b)

vost. Osnova AFM-mikroskopa je meritev sile med površino in konico. Tako kot pri profilometru tudi tu konica drsi po površini, silo pa merimo posredno, z odbojem laserskega žarka na tipalu. S povratno zanko poskrbimo, da je tipalo ves čas enako odklonjeno in s tem zapisujemo profil površine. Tipalo skenira površino v dveh smereh in tako dobimo topografijo površine. Slaba stran AFM-mikroskopa pa je relativno majhna površina vzorca, ki ga lahko analiziramo (največ  $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ ).

Ker so nekatere topografske značilnosti velikih dimenzij in ker so po površini zelo neenakomerno porazdeljene, jih je z AFM-mikroskopom težko identificirati. V takih primerih je smiselno uporabiti 3D-profilometer (slika 3), ki ima lateralno ločljivost nekaj sto nanometrov, vertikalno pa do nekaj nanometrov. Tipalo naprave je igla (najpogosteje diamantna), ki drsi po površini. Rezultat meritve je profil površine, tj. odklik v odvisnosti od lege. Sila, s katero igla pritiska na vzorec, mora biti čim manjša (nekaj milinewtonov), da se površina ne poškoduje med meritvijo. Rezultat meritve je profil površine  $y(x)$ , ki je največkrat predstavljen v izrazito pretirani merilni skali v y-osi. Programska oprema sodobnih profilometrov omogoča izračun različnih parametrov hrapavosti in analizo dobljenega profila (filtriranje,

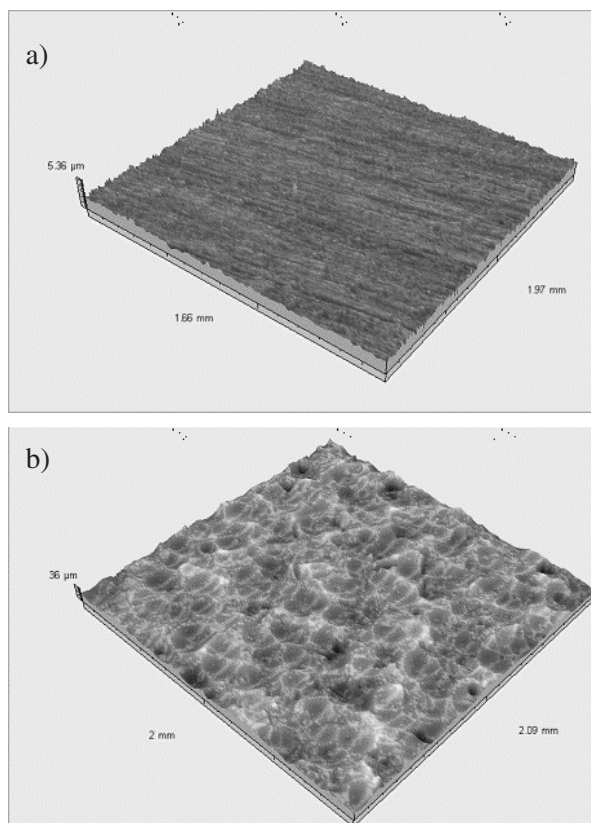
izračun porazdelitev itd.). Če naredimo niz vzporednih meritev in jih zložimo, dobimo topografijo površine.

Pri merjenju s 3D-profilometerom z diamantnim tipalom pa nasprotno od AFM-mikroskopa nismo omejeni s površino, ki jo lahko analiziramo. Največja površina, ki jo lahko posnamemo, je 5 cm x 5 cm. Njegova vertikalna ločljivost pa je dovolj dobra, da vidimo submikrometrške topografske značilnosti.

Topografijo površine podlag lahko opazujemo tudi z optičnim profilometerom, ki je bil podrobneje opisan v eni od prejšnjih števil Vakuumista (let. 25, št. 4, 2005). Naprava omogoča nekontakno merjenje, zato lahko z njo opazujemo površino zelo mehkih podlag. Deluje bodisi po principu barvnega razklona (pri tej metodi je merilno območje 300  $\mu\text{m}$ , vertikalna ločljivost pa 10 nm) ali pa po principu laserske triangulacije oz. optične paralakse (pri tej metodi je merilno območje 5 mm, vertikalna ločljivost pa 1  $\mu\text{m}$ ).

### 3 PRIMERI UPORABE

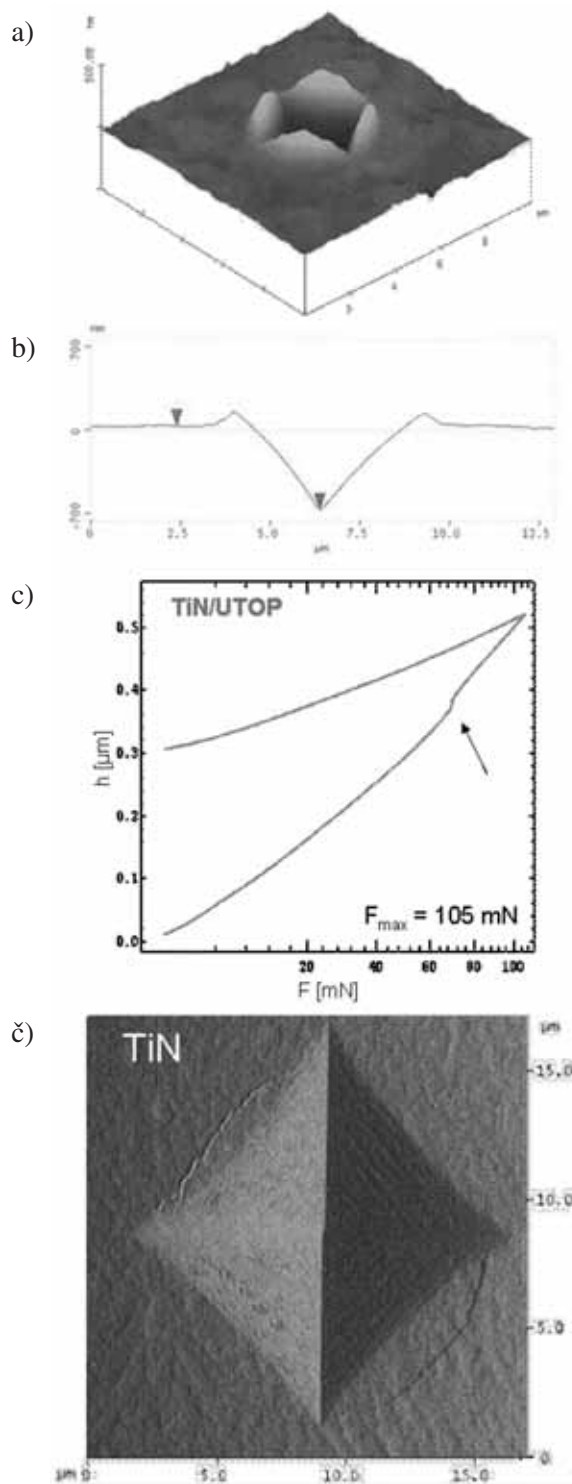
Slika 4 prikazuje površino podlage iz aluminijeve zlitine pred utrjevanjem s peskanjem in po njem. Vzorec so peskali na Institutu za varilstvo s steklenimi kroglicami (GP164), ki so imele premer okrog 0,4 mm. Čas peskanja je bil 20 s. S peskanjem se utrdi površinska plast podlage do globine okrog 200  $\mu\text{m}$ ,



**Slika 4:** Površina podlage iz Al-zlitine pred in peskanjem s steklenimi kroglicami (a) in po njem (b). Posnetka sta bila narejena s 3D-profilometerom.

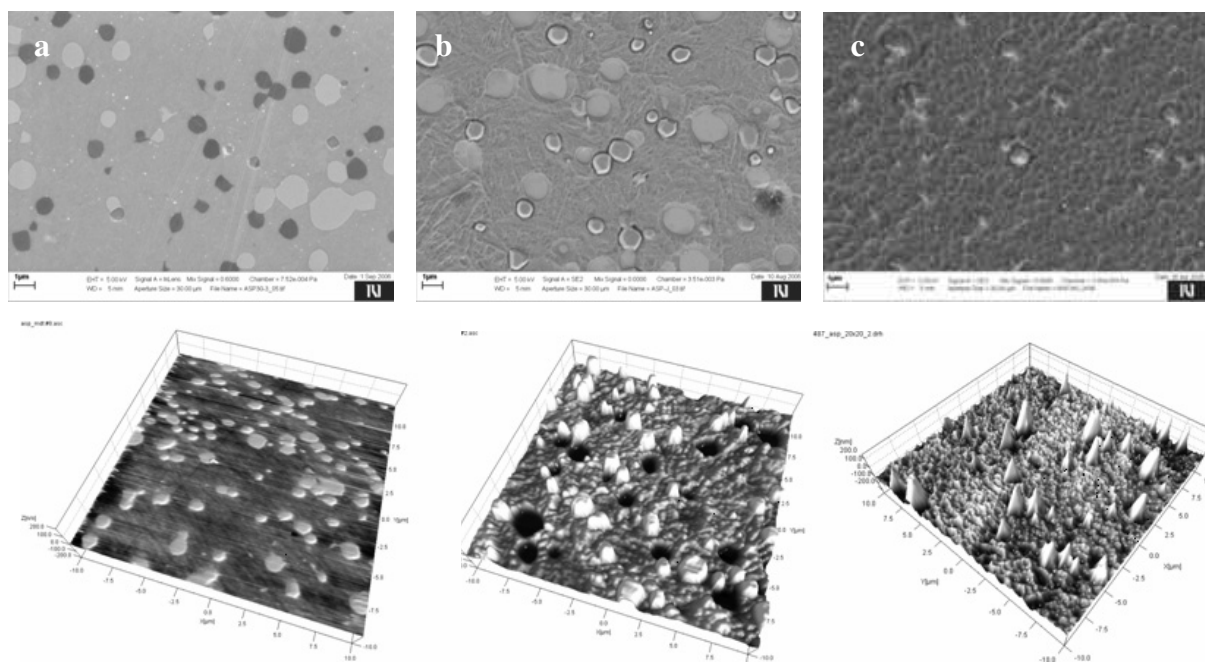
ker v njej nastanejo velike tlačne napetosti. Po peskanju se hrapavost podlage bistveno poveča. Pred peskanjem je bila površinska hrapavost 0,28  $\mu\text{m}$ , po njem pa 4,16  $\mu\text{m}$ .

Ionsko jedkanje je zadnja faza čiščenja orodnih jekel pred nanosom trde prevleke. Z ionskim jed-



**Slika 5:** AFM-posnetek odtisa v TiN-prevleko. Na posnetku (a) in linijskem profilu (b) je lepo viden narinjen material ob odtisu, na SEM-posnetku odtisa (č) pa razpoke v prevleki ob odtisu. Iz posnetka indentacijske krivulje (c) je razvidno, da so razpoke nastale pri obtežitvi okrog 70 mN (skok na indentacijski krivulji)





**Slika 6:** Površina orodnega jekla ASP30 po poliranju (a), po ionskem jedkanju (b) in po nanosu trde-TiAlN prevleke (c). Posnetki zgoraj so bili narejeni z vrstičnim elektronskim mikroskopom, posnetki spodaj pa z AFM-mikroskopom.

kanjem odstranimo adsorbirane nečistoče in vrhno plast podlage debeline približno eno do dve desetinki mikrometra. Tako očiščena površina je prvi pogoj za dobro oprijemljivost trde prevleke. Oprijemljivost se izboljša tudi zato, ker se zaradi jedkanja poveča učinkovita kontaktna površina med prevleko in podlago in ker se na površini podlage tvorijo dodatna nukleacijska jedra, na katerih začne rasti trda prevleka.

Pri obstreljevanju površine trdne snovi z inertnimi ioni, ki imajo relativno veliko energijo, pride do izbijanja atomov tarče (podlage). Vsak ion argona izbije enega ali več atomov podlage. Razpršitveni koeficient, ki je merilo hitrosti razprševanja (jedkanja), je odvisen od vrste podlage, energije, vpadnega kota in mase ionov. Različni materiali se torej različno hitro jedkajo. V večkomponentnih materialih, kakršna so npr. orodna jekla, pride zato do topografskih sprememb na njihovi površini. Tako se npr. molibden-volframova karbidna zrna v orodnem jeklu jedkajo

hitreje kot feritna matrica, vanadij karbidna in krom karbidna zrna pa počasneje. Zato se na mestu prvih pojavijo luknjice, na mestu drugih pa vršički. Tudi kristalna zrna v feritni matrici, ki imajo različno orientacijo, se jedkajo z različno hitrostjo. Vse to so razlogi, da se hrapavost površine podlage po ionskem jedkanju v primerjavi s polirano poveča za več kot dvakrat. Na sliki 5 so prikazani SEM- in AFM-posnetki topografije površine sintranega orodnega jekla ASP30 po ionskem jedkanju.

#### 4 SKLEPI

V prispevku smo predstavili uporabo različnih analitskih metod za študij topografskih značilnosti površine podlag. Ugotovili smo, da ima vsaka od njih svoje prednosti in slabosti. Celovito podobo o topografiji površine na mikrometrskem nivoju dobimo s kombinacijo različnih tehnik.