

2. VEŽBA - ODREĐIVANJE DEBLJINE PREVLAKA

Postoji veliki broj postupaka za određivanje debljine prevlake, a isti se mogu podeliti na direktne i indirektne postupke određivanja debljine prevlake. Opšti problem pri merenju debljine prevlake je definicija debljine.

Debljina prevlake može se definisati na tri načina:

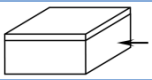

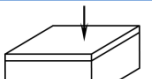
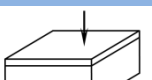
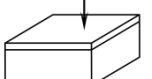
Geometrijska debljina (geometrical thickness) – predstavlja razmak između dve površine izražen u jedinicama za dužinu (mikrometri, nanometri, angstromi). Ne uzima u obzir sastav, gustinu, mikrostrukturu i druge osobine prevlake.

Masena debljina (mass thickness) – meri se masa prevlake u $\mu\text{g}/\text{cm}^2$, tako izmerene vrednosti mogu se pretvoriti u geometrijsku debljinu ukoliko je poznata gustina materijala prevlake.

Debljina dobijena na osnovu osobina (property thickness) – meri se neka osobina, kao što su absorpcija X-zraka, povratno rasejanje jona, optička absorpcija, električna provodljivost i druge osobine koje zavise od gustine, sastava, mikrostrukture, kristalografske orijentacije i drugih osobina prevlake. Izmerene osobine mogu se pretvoriti u geometrijsku debljinu ako je poznat odnos te osobine i debljine.

Pored toga što se dele na direktne i indirektne, postupci određivanja debljine prevlake dele se na kontaktne i beskontakne. A sa aspekta uticaja na ispitivani materijal mogu se podeliti na metode sa razaranjem i bez razaranja.

Nekoliko primera direktnih metoda dato je na slici 2.1 .

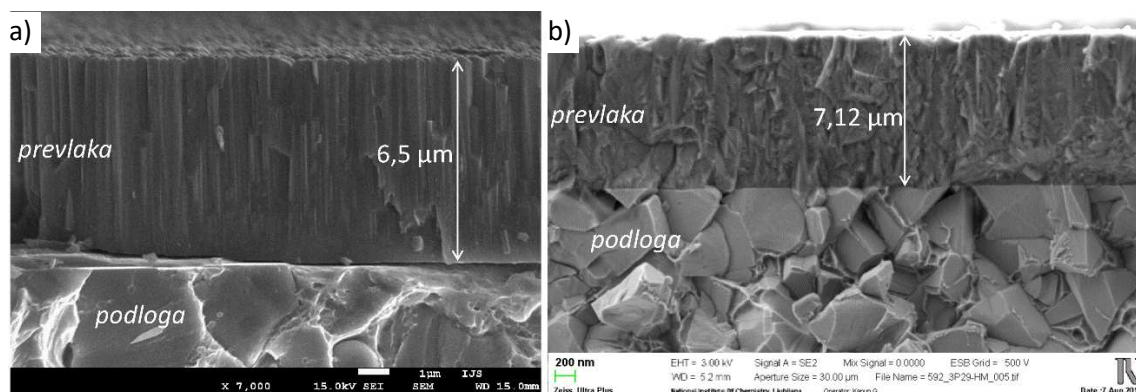
Optičke i elektronske metode		Metalografija SEM
Metode uklanjanja materijala		Profilometar KALOTEST
Elektro - magnetne metode		Magnetni fluks Vrtložne struje Kapacitivnost
Metode sa povratnim signalom		Povratno rasejani beta elektroni Ultrazvuk
Ekscitacione metode		Fluorescencija X-zraka

Slika 2.1 Prikaz direktnih metoda merenja debljine prevlake (1)

DIREKTNE METODE MERENJA DEBLJINE PREVLAKA

METALOGRAFIJA - ODREĐIVANJE DEBLJINE POMOĆU SEM-A

Princip određivanja debljine prevlake pomoću skening elektronskog mikroskopa (SEM) je relativno prost. Vršiti se prelom element (uzorka) a na koji je naneta prevlaka, a zatim se pomoću SEM-a na nastalom preseku meri debljina prevlake. Primer merenja debljine na ovaj način dat je na slici 2.2 .



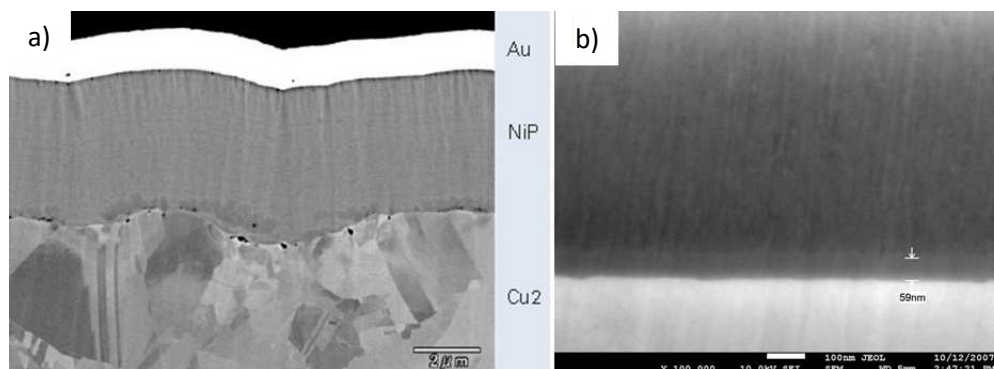
Slika 2.2 Primer određivanja debljinesloj TiSiN-1, b) sloj TiSiN-2

U slučaju sečenja može se desiti da se prevlaka u zoni rezanja deformiše tako da se ne može precizno odrediti njena debljina. Međutim, postoje i novije metode pripremanja uzorka za SEM, među koje se ubraja jonsko glodanje. Na slici 2.3 dat je prikaz uređaja koji se koriste za jonsko glodanje.

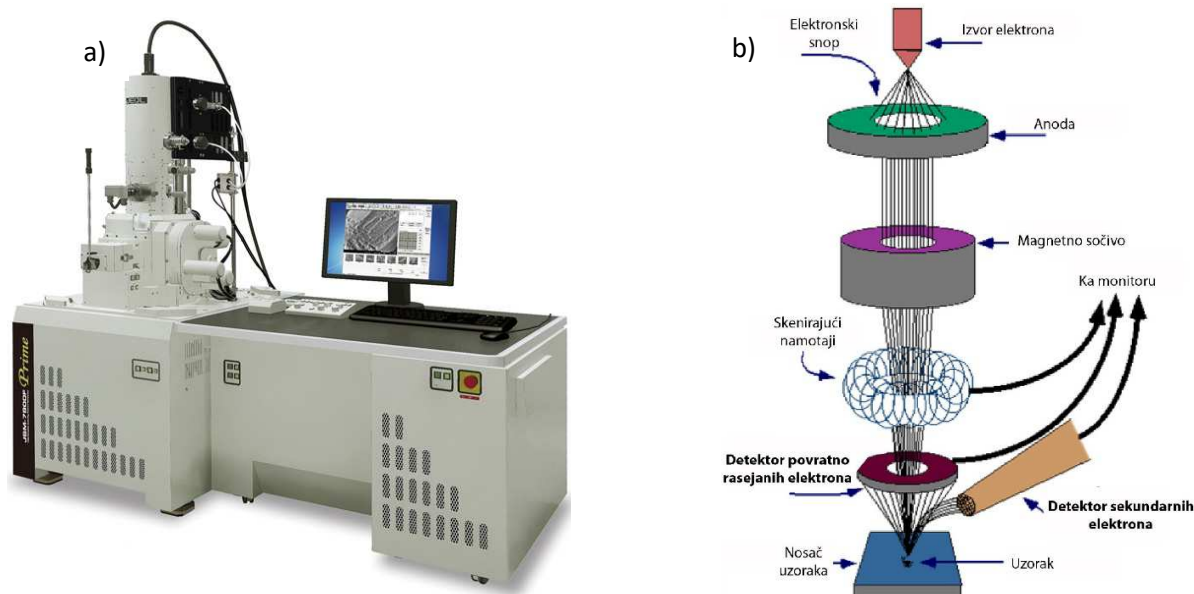


Slika 2.3 Uređaji za jonsko glodanje - Jeol Cross Section Polisher IB-19510CP

Uz pomoć jonskog glodanja mogu se dobiti vrlo kvalitetne slike poprečnog preseka uzorka. Ovakvim načinom pripreme uzorka moguće je uočiti i vrlo tanke slojeve kod višeslojnih prevlaka, dodatna prednost jeste i uočavanje mikrostrukture prevlake i podloge (substrata), slika 2.4 .



Slika 2.4 Izgled TiN uzorka dobijenog na Jeol Cross Section Polisher-u



Slika 2.5 a) JSM-7800FPRIME, b) principijalna šema skenirajućeg elektronskog mikroskopa

Izgled skeniranja elektronskog mikroskopa i njegova principijalna šema dati su na slici 2.5 .

Osnovni princip rada: snop elektrona kreće se po ispitivanom elementu pri čemu dolazi do emitovanja više vrsta elektrona čijom se detekcijom formira slika površine uzorka.

Snop elektrona formira se u izvoru elektrona, a energije tog snopa kreću se do oko 40 KeV. Tako formirani snop se fokusira na površinu uzorka pomoću nekoliko elektromagnetnih sočiva (na slici 2.5 b prikazano je samo jedno sočivo). Veličina fokusirane tačke kreće se približno od 2 do 10 nm. Položaj fokusirane tačke menja se pomoću skenirajućih namotaja, a detektorima se iz svake od te tačke mere odgovarajuća zračenja i količina novonastalih elektrona. Na osnovu tako detektovanih signala stvara se slika u katodnoj cevi. Jačina emisije elektrona iz katode katodne cevi reguliše se signalima iz detektora, struja kroz namotaje za skeniranje snopa elektrona preko ekrana katodne cevi je proporcionalna struji kroz namotaje za skeniranje snopa elektrona preko uzorka.

Uvećanje mikroskopa je zapravo odnos veličine slike katodne cevi i skenirane površine uzorka. Mogućnost razlaganja SEM-a je prema tome njegova mogućnost postizanja što manje fokusirane tačke elektrona na uzorku. Normalna rezolucija je 5 do 100 nm, dok je kod najmodernijih čak oko 1nm, što je uvećanje 200.000 do 300.000 puta (1). Najveća rezolucija danas na mikroskopima ovog tipa iznosi 0.4 nm (4) jer se postižu uvećanja i do 800.000 puta.

Tipovi slike koje se mogu dobiti sa SEM-om

Razlikuju se tri tipa slika koje se mogu proizvesti u SEM-u (5):

- slika dobijena na osnovu sekundarnih elektrona (secondary electrons-SE),
- slika dobijena na osnovu povratno rasejanih elektrona (backscattered electrons-BSE) i
- mape elemenata dobijene na osnovu X-zraka.

Pomenute dve vrste elektrona razlikuju se prema mehanizmu nastanka i prema veličini njihove energije. Prilikom udara upadnog elektrona sa površinom ispitivanog uzorka dolazi do dve vrste sudara:

- neelastični sudar sa elektronima iz atoma ispitivanog uzorka
- elastični sudar sa jezgrom atoma ispitivanog uzorka.

Prilikom sudara sa elektronima iz uzorka, upadni elektroni istim predaju određenu količinu energije. (neelastični sudar) Ako je ta energija dovoljno velika elektron iz uzorka može napustiti uzorak, tako nastali elektron naziva se *sekundarni elektron (SE)*. Emitovani elektroni čija je energija manja od 50 eV nazivaju se sekundarni elektroni. Većina sekundarnih elektrona potiče iz površinskog sloja debljine svega nekoliko nm. Sekundarni elektroni koji nastaju na većim dubinama trpe dodatne neelastične sudare koji smanjuju njihovu energiju i zadržavaju ih unutar materijala.

U drugoj vrsti sudara (elastični sudar), primarni elektroni koji nisu izgubili svoju energiju u sudarima sa elektronima atoma ili su izgubili samo manji deo iste sudaraju se sa jezgrom atoma i bivaju povratno rasejani. Emitovani elektroni čije je energija veća od 50 eV smatraju se *povratno rasejanim elektronima (BSE)*. Što je veći atomski broj materijala veća je verovatnoća nastajanja povratno rasejanih elektrona. Stoga je signal povratno rasejanih elektrona jači kod elemenata sa većim atomskim brojem, a time je jače i osvetljenje na mestima na kojima se javljaju ti elementi. Na ovaj način formira se kontrast usled razlika u hemijskom sastavu.

Razlikuju se tri vrste sekundarnih elektrona:

- SEI – nastaju pri interakciji upadnog snopa i uzorka
- SEII – nastaju pri interakciji povratno rasejanih elektrona koji napuštaju uzorak i uzorka
- SEIII – nastaju pri interakciji povratno rasejanih elektrona koji su napustili uzorak i komponenti mikroskopa.

Poslednje dve vrste sekundarnih elektrona najčešće ne dolaze iz posmatrane oblasti (po kojoj se kreće snop) i mogu veoma negativno uticati na krajnju sliku posmatranog mesta na uzorku.

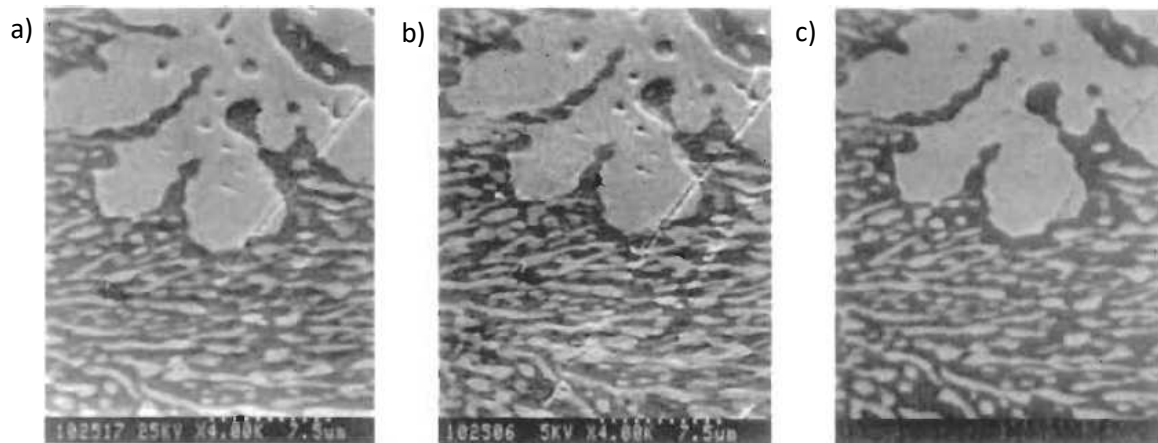
Prinos elektrona

Prinos elektrona je količina elektrona koja se detektuje iz neke površine nakon što je snop primarnih elektrona koji je poslat u tu površinu izvršio interakciju sa njom. Prinos sekundarnih i povratno rasejanih elektrona zavisi od energije upadnih elektrona. Prinos povratno rasejanih elektrona raste sa atomskim brojem Z , međutim za neki određen broj Z taj prinos ostaje konstantan za energije snopa veće od 5 keV. Prinos sekundarnih elektrona opada polako sa povećanjem energije snopa nakon dostizanja maksimuma na nešto nižim voltazama, najčešće oko 1 keV. Za bilo koju određenu vrednost voltaže, prinos SE se vrlo malo menja sa atomskim brojem Z .

Prinos obe vrste elektrona povećava se sa smanjenjem upadnog ugla snopa jer se više rasejavanja (scattering) javlja u blizini površine. Ovo je jedan od glavnih razloga zašto SEM daje odličan kontrast topografije u SE modu, kako se menja nagib površine tako se menja i broj sekundarnih elektrona koji nastaju.

Kvalitet slike dobijene u SEM

Rezolucija SEM-a (pri nastanku slike na osnovu SE) poboljšava se sa povećanjem energije upadnog snopa, jer se snop može fokusirati u manju tačku. Međutim, pri većim energijama elektroni prodiru više u dubinu što može dovesti do opadanja rezolucije usled pojave druge dve vrste sekundarnih elektrona (SEII i SEIII). Pri manjim energijama dubina prodiranja elektrona je manja čime se omogućuje dobijanje slike sa više detalja same površine. Na slici 2.6 date su slike površine dobijene korišćenjem snopa energije 25 keV (a) i snopa energije 5 keV (slika 2.6 b).



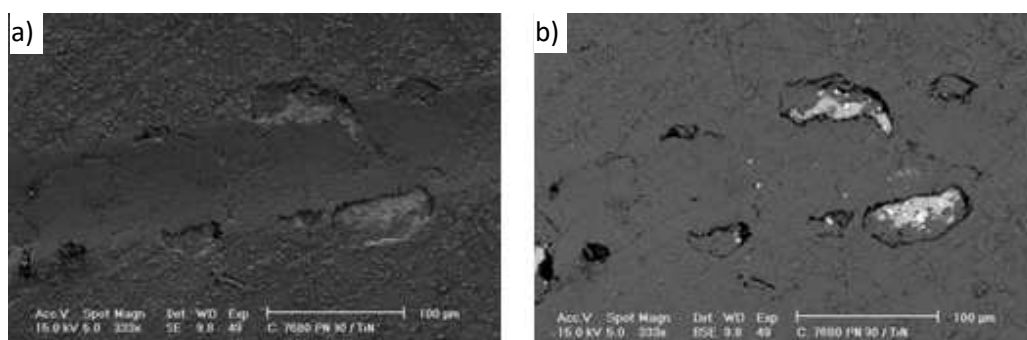
Slika 2.6 Prikaz istog područja jednog uzorka snimljenog različitim načinima rada i različitim parametrima: a) SE mod 25 keV, b) SE mod 5 keV, c) BSE mod (5)

Za detektovanje povratno rasejanih elektrona koristi se posebna vrsta detektora, tzv. scintilator. Ovaj detektor sadrži materijal koji pri bombardovanju povratno rasejanim elektronima proizvodi svetlosni signal koji se može pojačati. Primer primene ovakvog detektora dat je na slici 2.6 c. Pošto nema sekundarnih elektrona, topografija površine se ne vidi i prisutan je kontrast samo usled razlike u hemijskom sastavu.

Primena određenog načina rada mikroskopa

- Snimak sekundarnih elektrona (SE image) daje čisto topografiju površine sa dobrom predstavom prostornosti (dubinom slike). Za snimanje sekundarnih elektrona nije potrebna nikakva priprema osim odmašćivanja i sušenja uzoraka, a kod elektroneprovodnih uzoraka (biljke, insekti i sl.) na njihovu površinu se mora deponovati tanak sloj metala, obično zlata.
- Snimak povratno rasejanih elektrona (BSE image) daje zbirni uticaj topografije i lokalnog hemijskog sastava. Ovaj način rada se koristi za utvrđivanje razlika u hemijskom sastavu na ispitivanoj površini. Radi eliminisanja uticaja topografije za površinu uzoraka je neophodno da bude ravna i ispolirana.

Na 2.7 c dat je primer jedne habane površine snimljen u dva različita načina rada. 2.7 a prikazuje topografiju habane površine posle testa zaparavanja, na kojoj su vidljiva mesta otkinute prevlake. 2.7 b predstavlja BSE snimak, a pošto površina nije ravna i ispolirana prikazuje zajedno topografiju i razliku srednjeg atomskog broja (hemijskog sastava) u okviru skenirane tačke. Poređenjem ove dve slike može se zaključiti da „fleke“ na površini ne predstavljaju samo deliće odvojene prevlake, već i pohabani materijal tela (kuglice) kojom je vršeno zaparavanje površine prevlake.



Slika 2.7 Primer SEM slike jedne habane površine: a) SE načina rada, b) BSE način rada (1)

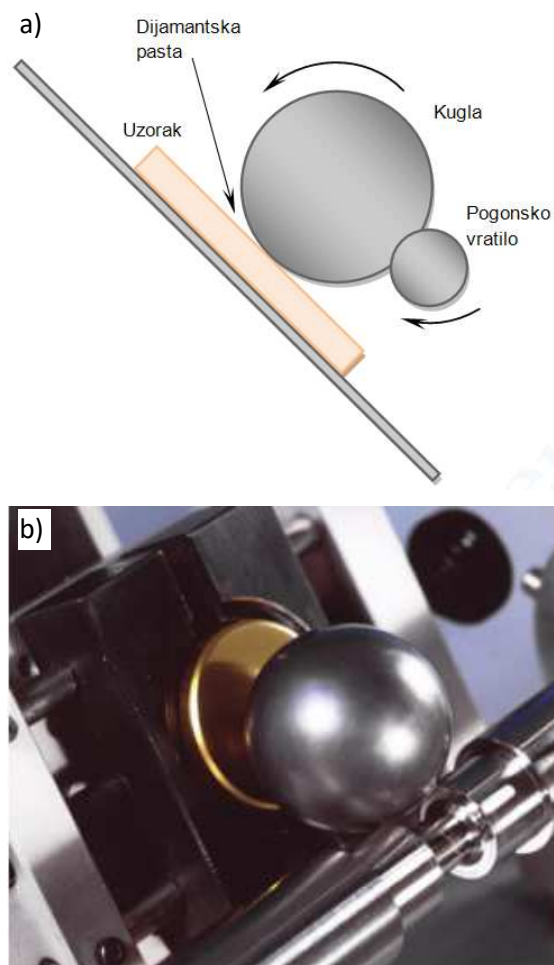
METODE UKLANJANJA MATERIJALA

ODREĐIVANJE DEBLJINE PREVLAKE POMOĆU KALOTESTA

Merenje debljine prevlake pomoću ovog uređaja odlikuje se jednostavnošću i kratkim vremenom trajanja testa (1-2 minute). Koristi se za analizu prevlaka debljine između 0.1 i 50 μm .

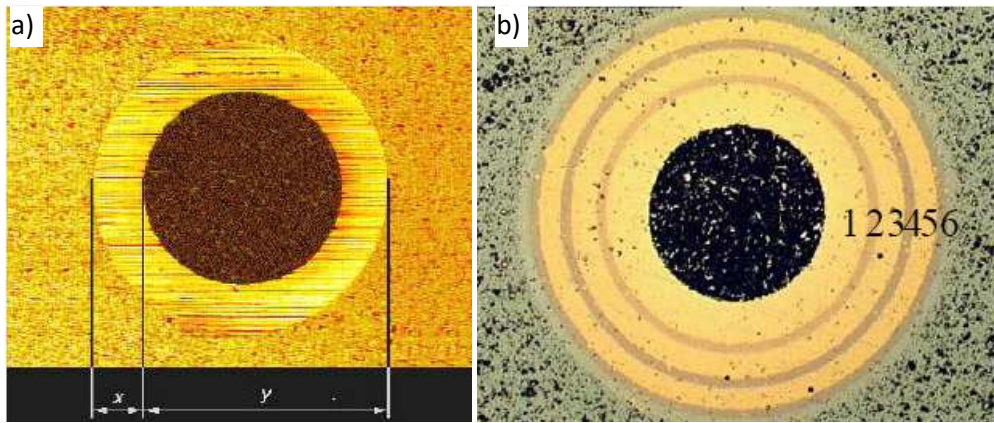
Princip merenja

Kuglica poznatog prečnika se dovode u kontakt sa površinom prevlake i vrši se rotiranje kuglice. Dodaje se abrazivno sredstvo u zonu kontakta. Rotirajuća kugla se konstantnim opterećenjem pritiska na površinu prevlake što usled abrazije dovodi do stvaranja ulegnuća (traga) u obliku kalote. Normalna sila koja se javlja između kugle i uzorka određuje se na osnovu težine kugle. Rotiranje kugle vrši se pomoću pogonskog vratila čija se brzina može podešavati. Šema postupka data je na slici 2.8 .



Slika 2.8 a) principijelna šema određivanja debljine kalotestom, b) stvarna slika merenja (6)

Novonastalo ulegnuće (trag) se posmatra na mikroskopu i mere se veličine X i Y, na osnovu kojih se određuje debljina prevlake (slika 2.9).



Slika 2.9 Izgled ulegnuća pri određivanju debljine a) jednoslojne, b) višeslojne prevlake (6)

Debljina prevlake se određuje geometrijski, a konkretan način računanja zavisi od oblika uzorka na kome se meri debljina. Kalotest može da se primeni na ravnim, sferičnim i cilindričnim uzorcima.

Ispitivanje na ravnom uzorku

Na osnovu skice debljina prevlake može se odrediti kao:

$$s = T - t$$

gde je T ukupna dubina prodiranja:

$$T = R - \left(\frac{1}{2} \sqrt{4R^2 - D^2} \right)$$

t je dubina prodiranja u supstrat:

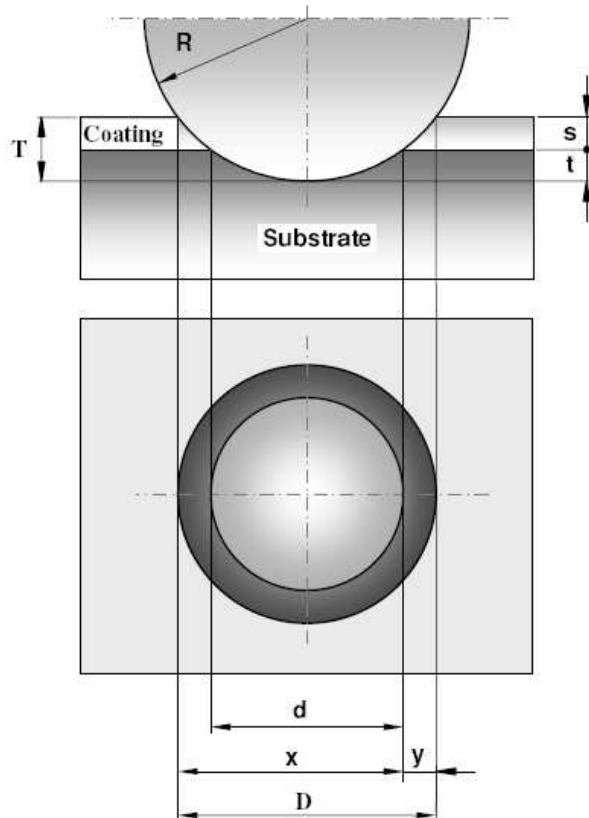
$$t = R - \left(\frac{1}{2} \sqrt{4R^2 - d^2} \right)$$

Konačno se može odrediti debljina prevlake:

$$s = \frac{1}{2} \left(\sqrt{4R^2 - d^2} - \sqrt{4R^2 - D^2} \right)$$

Ako je $d \ll R$ i $D \ll R$ sledi:

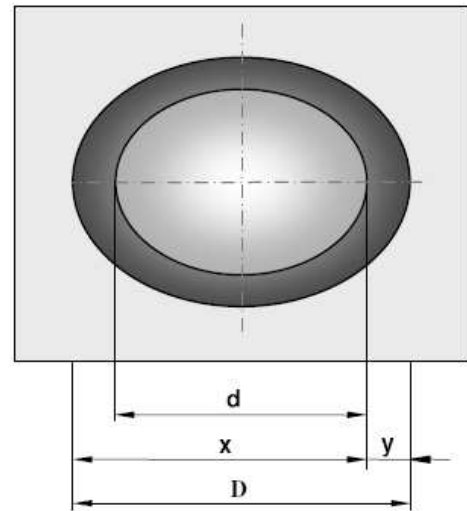
$$s = XY/2R$$



Slika 2.10 Određivanja debljine prevlake na ravnom uzorku (6)

Ispitivanje na cilindričnom uzorku

Koristi se isti izraz kao kod ispitivanja na ravnom uzorku. Jedina razlika je što se sada mogu meriti manji i veći prečnik (horizontalno i vertikalno). U proračunu se koristi veći prečnik.

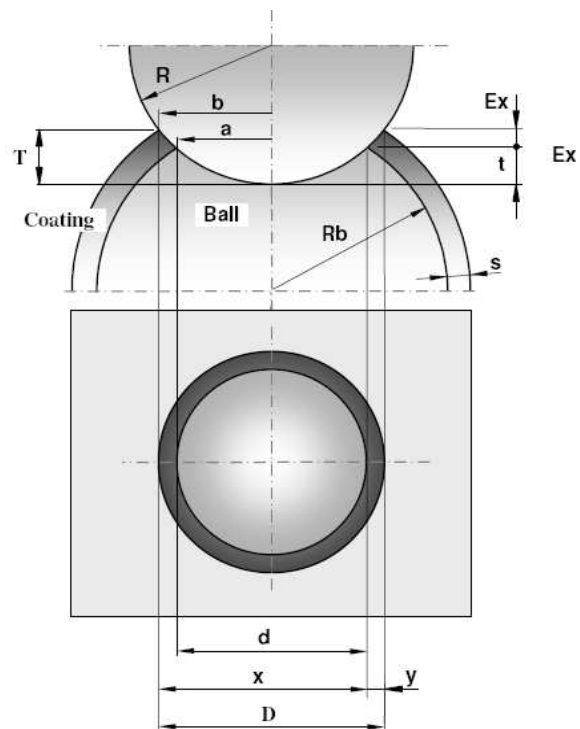


Slika 2.11 Određivanje debljine prevlake na cilindričnom uzorku (6)

Ispitivanje na sferičnom uzorku

U ovom slučaju izvođenje je nešto kompleksnije pa je u nastavku dat samo krajnji izraz za određivanje debljine prevlake na sferičnim uzorcima.

$$s = \frac{xy}{2} \left(\frac{1}{Rb} + \frac{1}{R} \right) = xy \left(\frac{1}{Db} + \frac{1}{D} \right)$$



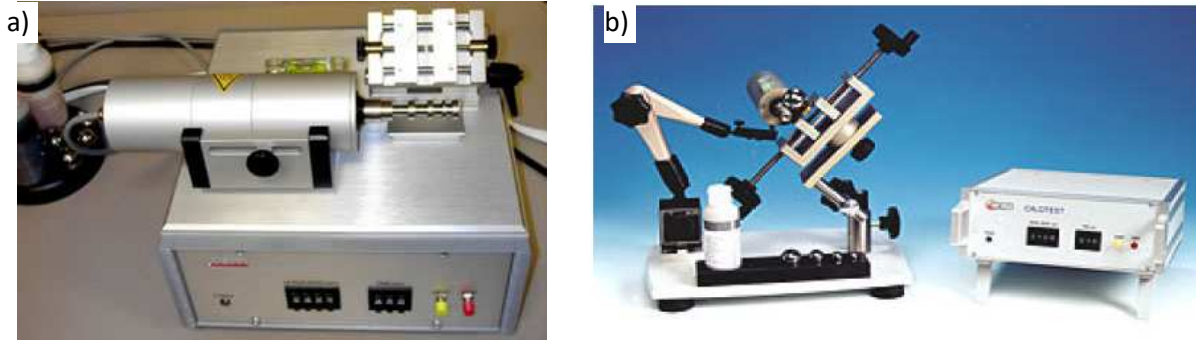
Slika 2.12 Određivanje debljine prevlake na sferičnom uzorku (6)

Ovaj princip merenja se stručno zove određivanje debljine sa sferičnom abrazivnim habanjem.

Instrumentacija i primeri primene

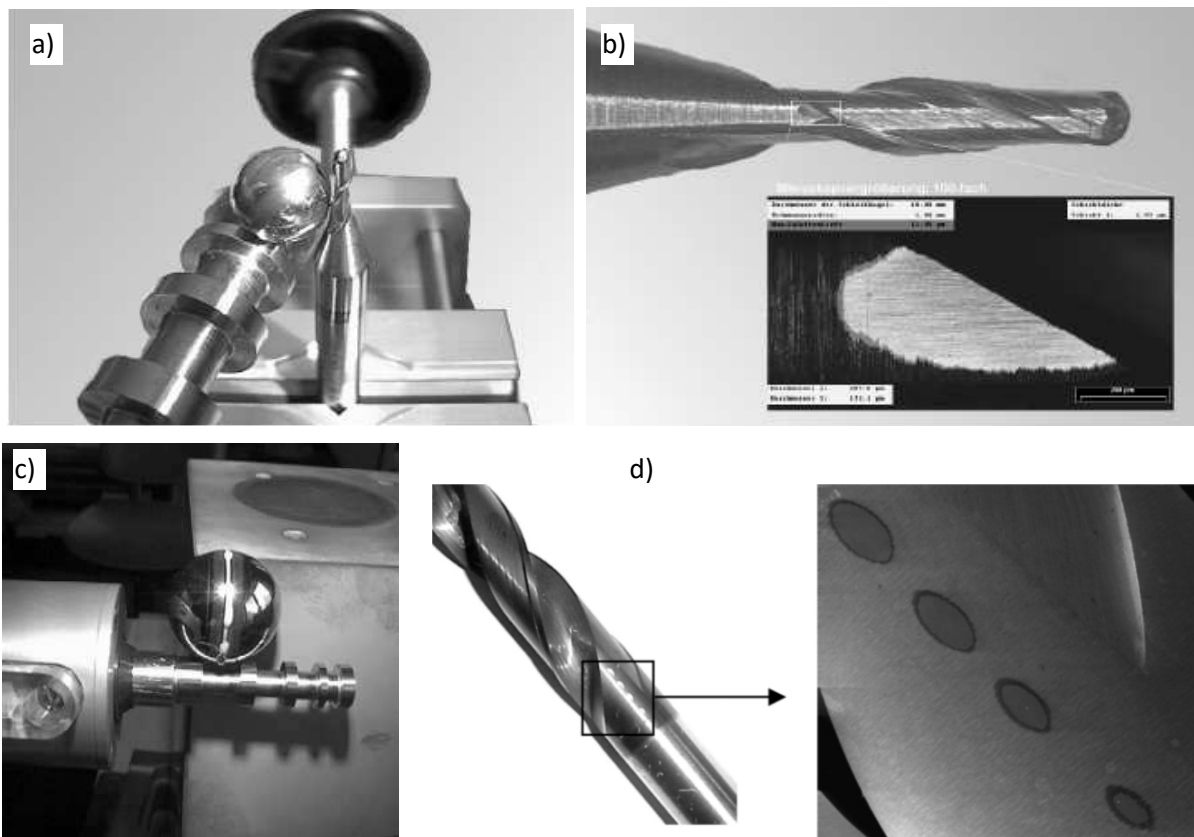
Koriste se dve izvedbe kalotest uređaja:

- kompaktni kalotest uređaj i
- industrijski kalotest uređaj, slika 2.13b.



Slika 2.13 a) kompaktni kalotest, b) industrijski kalotest sa kontrolnom jedinicom (6)

Industrijski kalotest ima nekoliko prednosti: postolje na koje se postavlja ispitivani uzorak je veće i može da prihvati uzorke različitih oblika i dimenzija; za merenje većih uzoraka koji ne mogu stati na postolje služi podesiva „ruka“ pomoću koje se može pomeriti ceo motor na potrebno mesto; čišćenje uređaja je jednostavnije jer su motor i elektronika odvojeni, slika 2.13b.



Slika 2.14 a) Određivanje debljine prevlake na zavojnici glodala prečnika 2 mm, b) mikroskopski snimak nastalog ulegnuća; c) primer određivanja debljine prevlake na uzorku velikih dimenzija (6), d) primer primene kalotesta na burgiji (7)

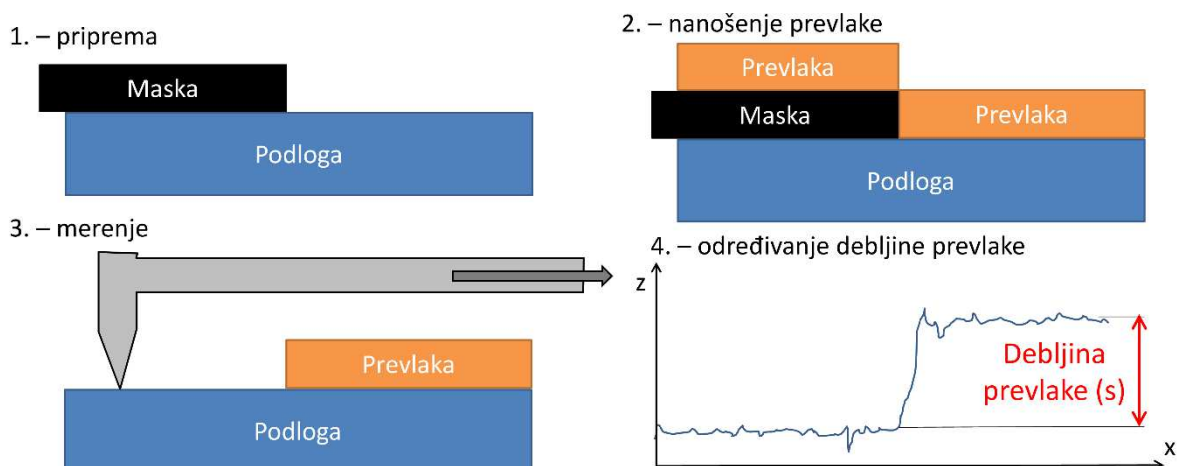
Primer fleksibilnosti ovog uređaja dat je na slici 2.14a i b dat je prikaz merenja na zavojnici glodala prečnika svega 2 mm. Ovakvo merenje moguće je izvesti primenom kugle manjeg prečnika (10 mm) u kraćem vremenu (30 s). Iako je nastalo ulegnuće nekompletno i nepravilnog oblika moguće je precizno odrediti debljinu prevlake, koja u ovom slučaju iznosi 1.93 μm . Na slici 2.14 prikazano je određivanje debljine na uzorku velikih gabarita. Kuglica se može precizno pozicionirati na željeno mesto jednostavnim pomeranjem mehaničke „ruke“.

ODREĐIVANJE DEBLJINE PREVLAKA SA PROFILOMETRIJOM

Pored kalotesta u metode uklanjanja ubraja se i *profilometrija*. Princip merenja je veoma prost. Meri se visina stepenika od površine podloge (supstrata) do slobodne površine prevlake. Stepjenik na uzorku za merenje se može izraditi na dva načina:

- stavljanjem maske u pre nanošenja prevlake, slika 2.15 -1 i 2, i
- stavljanjem maske i nagrivanjem prevlake do podloge (supstrata).

Formirani stepjenik se skenira sa specijalnim uređajem sa iglom (sondom) koji se zove profilometar. Vršni se skeniranje određene dužine pri čemu se kreće sa podloge koja je bez prevlake (slika 2.15-3) slobodne površine izorka i ide se ka površini. Kao rezultat merenja dobija se linijski profil (izgled površine u x-z koordinatnom sistemu, odnosno profil stepenika odakle se određuje debljina prevlake (slika 2.15-4). Debljina prevlaka koje se može određivati sa ovom metodom zavisi od rezolucije uređaja za merenje visine stepenika a mogu biti i veoma male 20 Å. Kod ove metode tačnost i osetljivost merenja zavisi od hrapavosti površine, ravnosti, kao i strmosti stepenika (7; 8).



Slika 2.15 Princip izvođenja merenja debljine prevlake sa profilometrom sa metodom postavljanja maske

ELEKTRO-MAGNETNE METODE

TEST MAGNETNOG POVLAČENJA (MAGNETIC PULL-OFF TEST)

Koristi se za merenje debljine nemagnetične prevlake na magnetičnom podlogu.

Uređaj sadrži stalni magnet, kalibrisanu oprugu i odgovarajuću skalu. Stalni magnet prinosi se na površinu uzorka i meri se sila potrebna za odvajanje magnetu od uzorka. Što je debljina prevlake veća, to je lakše povući magnet od ispitivanog uzorka. Ovaj način ispitivanja osetljiv je na površinsku hrapavost, zakrivljenost, debljinu i hemijski sastav podloge. Uređaji su jednostavne konstrukcije, jeftini, prenosivi i uglavnom ne zahtevaju kalibraciju. Dobri su kada kontrola kvaliteta ne zahteva veliki broj merenja tokom proizvodnje.

Primer jednog uređaja prikazan je na slici 2.16. Kod ovog uređaja vrti se točičić pri čemu opruga povećava silu na magnetu i povlači ga sa površine. Koristi se za najčešće za određivanje debljine boje i prevlaka dobijenih tehnologijom praha. Tipična tolerancija ovog uređaja je $\pm 5\%$.



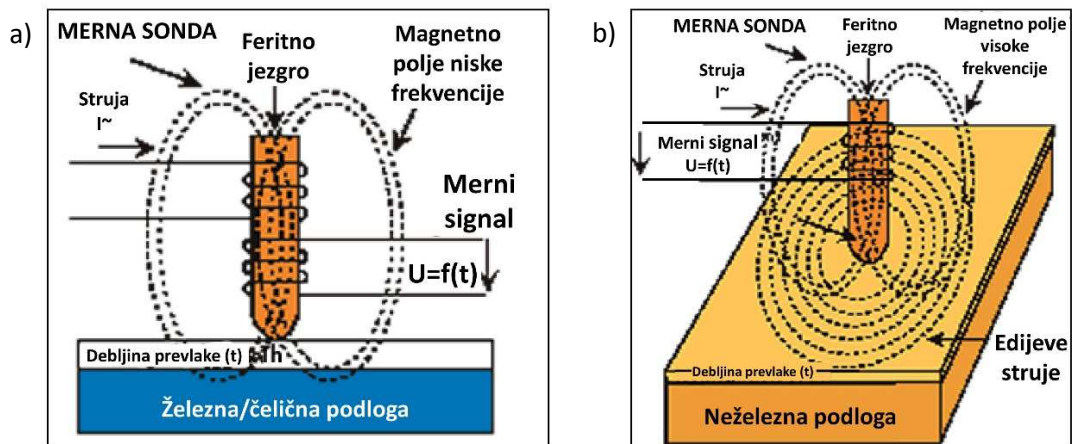
Slika 2.16 Uređaj za merenje debljine prevlake magnetnim povlačenjem

MERENJE DEBLJINE PREVLAKE POMOĆU MAGNETNE INDUKCIJE

Ovaj postupak koristi se za određivanje debljine nemagnetičnih prevlaka nanešenih na podloge čija je osnova železo.

Sonda se dovodi u kontakt sa površinom prevlake i praktično se meri rastojanje između podloge i sonde (slika 2.17). Unutar sonde za merenje nalaze se dva namotaja. Jedan namotaj služi za stvaranje promenljivog magnetnog polja. Kada se sonda postavi na ispitivani predmet menja se gustina magnetnog fluksa u pomenutom polju. Promena magnetnog fluksa direktno zavisi od udaljenosti sonde od podloge, a ista se meri pomoću drugog namotaja. Signal iz ovog namotaja odlazi u mikroprocesor i na displeju uređaja se ispisuje debljina prevlake. Ovaj postupak koristi se najčešće za određivanje debljine slojeva hroma, cinka, bakra i drugih neželjeznih slojeva metala na čeličnim i železnim podlogama. Takođe se primenjuje za određivanje debljine sloja boje, laka i sintetičkih prevlaka na čeliku i legurama sa železom.

Standardne metode ovog testa mogu se naći u ASTM D 1186, D 7091-05, ISO 2178 i ISO 2808.



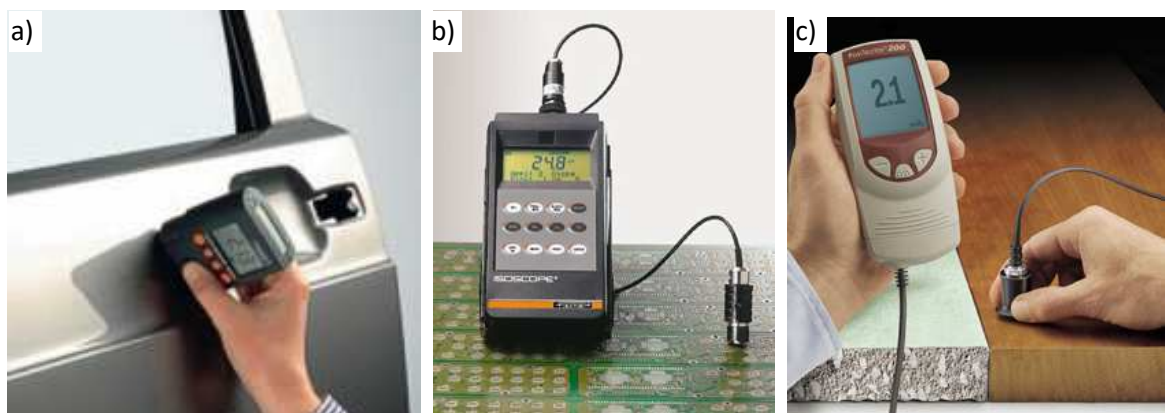
Slika 2.17 Šema merenja a) magnetnom indukcijom, b) vrtložnim strujama (Edijevim strujama)

MERENJE DEBLJINE PREVLAKE PREKO VRTLOŽNIH STRUJA

Ovaj postupak koristi se za određivanje debljine neprovodnih prevlaka na neželesnim provodnim metalima.

Sličan je prethodno opisanom postupku. Koristi se sonda koja u sebi sadrži namotaj u kome se generiše polje promjenjive struje visoke frekvencije (iznad 1 MHz) (slika 2.18b). Kada se ovo polje dovede u blizinu metalnog provodnika nastaju vrtložne struje na površini. Karakteristike podloge i rastojanje sonde od podloge (debljina prevlake) utiču na jačinu vrtložnih struja. Vrtložne struje formiraju svoje sopstveno elektromagnetno polje koje se može detektovati osnovnim namotajem ili dodatnim namotajem. Na ovaj način se na osnovu promene impedance može meriti debljina prevlake.

Rezultat ispitivanja zavisi od hrapavosti površine, zakrivljenosti, debljine podloge, vrste metalne podloge i udaljenosti sonde od ivice. Postupak se najčešće koristi za određivanje debljine prevlaka kao što su lakovi, boje i sintetika na aluminijumu, bakru, mesingu, cinku i nerđajućem čeliku. Tipična tolerancija merenja debljine prevlake je $\pm 1\%$. Metoda je osetljiva na površinsku hrapavost, zakrivljenost, debljinu podloge, vrstu metala i razdaljinu od ivice. Standardne metode ovog testa mogu se naći u ASTM B 244, ASTM D 1400, D 7091-05 i ISO 2360



Slika 2.18 Izgled uređaja za merenje a) magnetnom indukcijom, b) vrtložnim strujama, c) ultrazvukom

Prednosti oba postupka su merenje bez razaranja, niska cena, jednostavnost rukovanja uređajem, tačnost, ponovljivost i brzina. Danas se najčešće prave uređaji pomoću kojih se može vršiti merenje

zasnovano na oba postupka. Na slici 2.18 su prikazani uređaji za merenje elektro-magnetnim metodama.

METODE SA POVRATNIM SIGNALOM

MERENJE POMOĆU ULTRAZVUKA

Koristi se za merenje debljine prevlaka na nemetalnim podlogama kao što su plastika, drvo i drugi. Sonda uređaja sadrži ultrazvučni odašiljač koji šalje signal kroz prevlaku. Signal se odbija od podloge ka odašiljaču i pretvara se u električni signal visoke frekvencije. Odbijeni talasi se digitalizuju i analiziraju kako bi se odredila debljina prevlake. Ponekada je moguće čak odrediti debljinu pojedinih slojeva u višeslojnom sistemu.

Tipična tolerancija ovakvih uređaja je $\pm 3\%$.

Standardne metode ovog testa mogu se naći u ASTM D 6132.

MERENJE NA OSNOVU POVRATNO RASEJANIH BETA ELEKTRONA

Elektroni iz radioaktivnog izvora usmeravaju se na radni predmet (zlato na niklu na štampanoj ploči, na primer) i bivaju rasejani od strane podloge i prevlake. Analizom povratno rasejanih elektrona može se izvršiti određivanje debljine prevlake. Da bi se dobila pouzdana merenja neophodno je da razlika u atomskom broju materijala prevlake i materijala supstrata bude najmanje četiri atomska broja. Veličina debljine koja se može meriti zavisi od izvora elektrona i sposobnosti materijala da izvrši rasejavanje. Najčešće se ova metoda koristi za deblje prevlake. Na primer ako se koristi izvor C_{14} mogu se detektovati debljine sloja zlata od 1.25 do 1.9 μm , a ako se koristi izvor Ru_{106} mogu se detektovati debljine sloja zlata od 15 do 38 μm (7).

EKSITACIONE METODE

Fluorescencija X-zraka

Često je potrebno odrediti debljinu prevlake bez njenog razaranja. Jedan od načina da se ovo postigne jeste metoda fluorescencije x-zraka (9). Ispitivani uzorak izlaže se zračenju X-zraka. Atomi uzorka absorbuju energiju iz X-zraka i pobuđuju se, a zatim emituju sekundarne X-zrake. Svaki materijal emituje karakteristične X-zrake koji se zatim detektuju i razvrstavaju na osnovu talasne dužine (WDXRF) ili energije (EDXRF). Zahvaljujući različitom hemijskom sastavu podloge i prevlake može se odrediti debljina prevlake. Količina oslobođene energije zavisi od debljine materijala čija se debljina meri. U standardnoj izvedbi uređaja dubina prodiranja x-zraka je reda veličina nekoliko mikrometara i nije praktična za tanje prevlake. Međutim, dodatkom uređaja za izbor upadnog ugla mogu se meriti debljine i do 100 nm (10). Tačnost izmerene debljine prevlake kreće se oko $\pm 3\%$.

Mogu se meriti debljine jednokomponentnih (Zn, Ni, Cr, Cu, Ag, Au, Sn, ...), dvokomponentnih (SnPb, ZnNi, NiP na Fe), trokomponentnih (AuCdCu na Ni), dvoslojnih (Au/Ni na Cu, Cr/Ni na Cu, Au/Ag on Ni, Sn/Cu na mesingu, ...) i višeslojnih prevlaka. Primer uređaja za merenje sa metodom primenom Fluorescencije X-zraka je prikazan na slici 2.19.



Slika 2.19 Izgled uređaja za merenje debljine prevlake sa fluorescencijom X-zraka (STRATA 920 Oxford instruments)

INDIREKTNE METODE MERENJA DEBLJINE PREVLAKE

MERENJE MASE

Postupak se zasniva na merenju veličine ispitivane površine i određivanju mase prevlake ispod te površine. Masa prevlake može se odrediti na nekoliko načina (11):

1. vrši se nagrizanje osnovnog materijala bez diranja prevlake, a zatim se meri masa prevlake;
2. određivanje mase prevlake kao razlike mase ispitivanog uzorka pre i posle nagrizanja prevlake, bez diranja podloge;
3. određivanje mase prevlake kao razlika mase uzorka pre i posle nanošenja prevlake;

Od sva tri nabrojana načina, samo je treći postupak određivanja bez razaranja.

Kada se odrede površina i masa, debljina prevlake može se odrediti na osnovu sledećeg izraza:

$$T = \frac{m \cdot 10}{A \cdot d}$$

gde su:

T – debljina prevlake (μm),

m – masa prevlake (mg),

A – ispitivana površina (cm^2) i

d – gustina (g/cm^3)

Nedostatak postupka je mala tačnost, odnosno visoka nepreciznost jer:

- rezultat zavisi od preciznosti merenja: mase uzorka, površine prevlake, gustine prevlake;
- gustina prevlake varira po debljini filma;
- debljina filma često nije uniformna.

Metoda je opisana standardom ASTM B 767.

MERENJE POMOĆU KVARCNOG KRISTALA

Kvarci kristal koristi se u toku depozicije prevlake za merenje njene debljine, ali i za određivanje brzine depozicije. Kvarc osciluje na rezonantnoj frekvenciji koja zavisi od debljine i atomske mase filma koji je nanešen (deponovan) na taj kristal. Promenu frekvencije oscilovanja za istu pobudu, uređaj pretvara u debljinu. Padom frekvencije oscilovanja ispod radnog opsega uređaj prijavljuje otkaz mernog kristala. Za konkretni kristal, to odgovara debljini naparenog Ti od oko 10 kÅ (1 µm). Rešenje za prevlake veće debljine je primena više senzorskih glava sa zaklonima (shutter).

Uređaji koji rade na principu oscilovanja kvarcnog kristala imaju mogućnost tačnost merenja od 0.5%. Uređaj za detektovanje debljine mora se programirati tačno za onaj materijal koji će se meriti. Položaj senzorske glave u komori za isparavanje je relativan. Postoji faktor „*tooling factor*“ koji se koristi za kalibraciju položaja glave u komori.

Kako bi se obezbedila verodostojnost rezultata, kvarcni kristal mora se redovno menjati. Ukoliko brzina depozicije osciluje u toku postupka postoji velika verovatnoća da je kristal oštećen i isti se mora zameniti. Radni vek kristala zavisi od uslova procesa kao što su brzina depozicije, energija čestica, položaj glave, materijal prevlake i sastav atmosfere (residual gas composition).

Da bi se tačno odredila debljina depozicije, uređaju se mora tačno zadati o kom materijalu je reč, pre svega se zadaju gustina i faktor Z (Z-ratio).

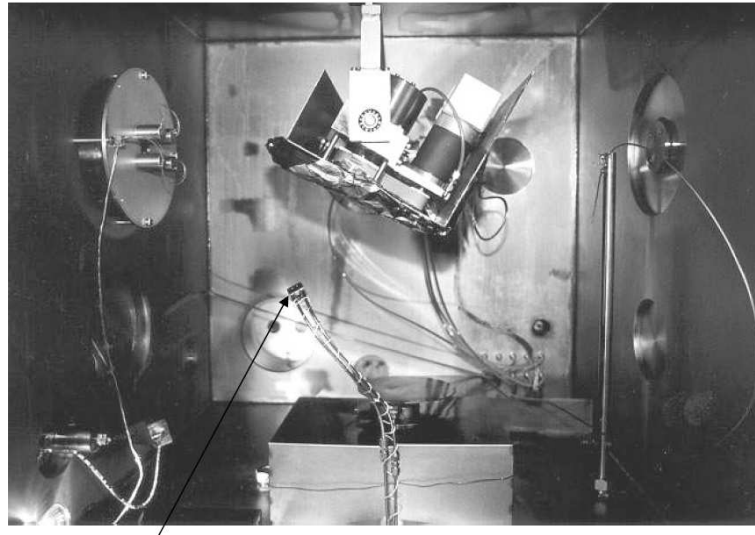
Faktor Z je parametar koji definiše *promenu frekvencije* pri promeni debljine sloja koja nastaje kao rezultat nepodudaranja akustične impedance kristala i nanešenog materijala.

Za precizno određivanje debljine prevlake potrebno je ispravno postavljanje senzorske glave. Tok materijala pri depoziciji nije uniforman, tako da je potrebno uzeti u obzir razlike u fluksu na senzorskoj glavi i na bilo kom uzorku. Ovo se uzima u obzir preko „*tooling factor-a*“, koji se može odrediti eksperimentalnim putem. Pri postavljanju senzorske glave vodi se računa o položaju u odnosu na izvor pare (*tooling factor*) i zaklonjenosti od svih izvora koji dovode do promene frekvencije oscilovanja kristala (toplota, električna i magnetna polja...).

Pored zadavanja tačnog materijala i položaja glave za tačno merenje bitno je:

- *Poštovanje zahtevanih uslova okoline za uređaj* - Npr. temperatura: 10 do 40 °C, vlažnost: manja od 30%, nadmorska visina: 1000 m, zagađenost vazduha: nivo 2;
- *Poštovanje opsega radnih uslova za sam kvarc* - Npr. -40 do 110 °C, protok vode za hlađenje 0.5 L/minut;
- Ispravno kalibrisanje.

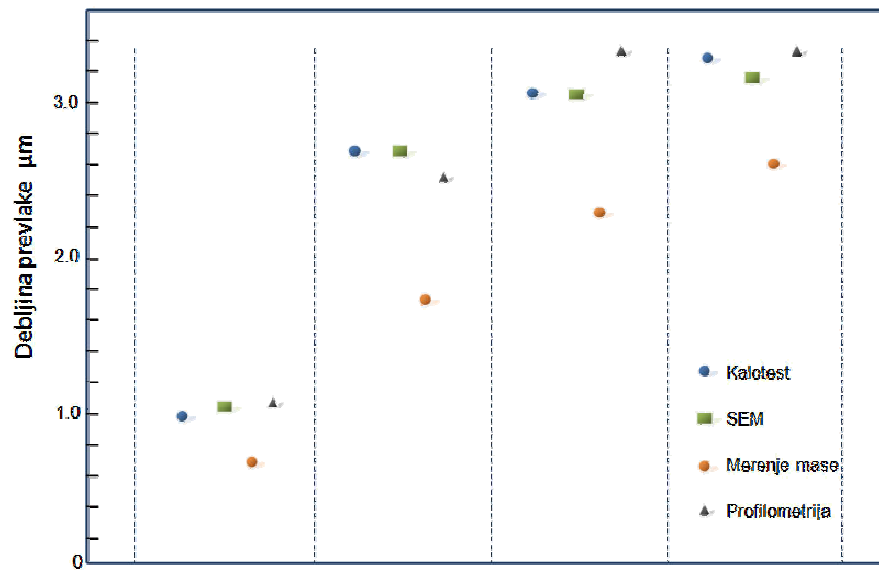
Rezime - ovo je samo metod za orijentaciono praćenje rasta filma u toku depozicije. Kod depozicija u plazmi postoji niz teškoća za pravilno montiranje senzorske glave. Montaža je pogodna u komorama za depoziciju podržanu jonskim snopom. Primer montaže senzora je prikazan na slici 2.20.



Slika 2.20 Primer postavljanja senzorske glave u IBAĐ komori

POREĐENJE DEBLJINE PREVLAKA MERENE RAZLIČITIM METODAMA

Na slici 2.21 dat je uporedni prikaz rezultata merenja debljine prevlake različitim metodama.



Slika 2.21 Prikaz rezultata merenja debljine prevlake različitim metodama

3. LITERATURA

1. *Vežbe iz inženjerstva površina*. **Rakita, Milan**. s.l. : Laboratorija za termičku obradu, 2006.
2. **Shibata, Masateru**. Cross Section Specimen Preparation Device Using Argon Ion Beam for SEM. s.l. : JEOL Ltd.
3. **Gatan**. [Na mreži] Gatan, October 2011. http://www.gatan.com/products/specimen_prep/products/693_llion.php.
4. **Hitachi**. Ultra-high Resolution Scanning Electron Microscope S-5500. [Na mreži] October 2011. <http://www.hhtc.ca/microscopes/sem/s5500.htm>.
5. *Encyclopedia of Material Characterization*. **C. Richard Brundle, Charles A. Evans Jr., Shaun Wilson**. s.l. : Butterworth-Heinemann, 1992. ISBN 0-7506-9168-9.
6. s.l. : <http://www.csm-instruments.com>.
7. **Bunshah, Rointan F**. Handbook of deposition technologies for films and coatings. s.l. : NOYES PUBLICATIONS, 1994.
8. **Mattox, Donald M**. HANDBOOK OF PHYSICAL VAPOR DEPOSITION (PVD) PROCESSING. s.l. : Noyes Publications, 1998.
9. —. *Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing*. Westwood, New Jersey : Noyes Publications, 1998. ISBN: 0-8155-1422-0.
10. **C. Richard Brundle, Charles A. Evans Jr., Shaun Wilson**. *Encyclopedia of Materials Characterization*. s.l. : Butterworth-heinemann, 1992. ISBN: 0-7506-9168-9.
11. *Thickness testing*. **Sajdera, Norbert**. 1, Chicago, USA : Metal Finishing, January 2000, T. 98, str. 565-581.
12. *Nanokarakterizacija tvrdih prevlaka*. **Miletic, A**. s.l. : Fakultet tehničkih nauka, 2005, Diplomski rad.