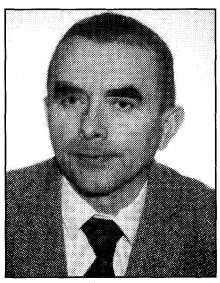
Zygmunt RYMUZA

POLITECHNIKA WARSZAWSKA,
WYDZIAŁ MECHATRONIKI,
INSTYTUT MIKROMECHANIKI I FOTONIKI

Badania mikro/nanomechaniczne i mikro/nanotribologiczne materiałów w szczególności ultracienkich powłok



Dr hab. inż. Zygmunt RYMUZA
– jest profesorem nadzwyczajnym na Politechnice Warszawskiej. Zajmuje się mikrotribologią (tarciem zużyciem i smarowaniem) miniaturowych węzłów tarcia w urządzeniach mechaniki precyzyjnej a także w urządzeniach mikro/nanotechniki – MEMS. Obszarem zainteresowań i prowadzonych ostatnio badań jest także mikro/nanomechanika materiałów dla MEMS, w szczególności ultracienkich powłok. Jest autorem ok. 200 publikacji w tym monografii „Trybologia polimerów ślizgowych" (WNT, Warszawa, 1986) i „Tribology of Miniature Systems", Tribology Series, Vol. 13 (Elsevier Science Publishers, Amsterdam 1989).

Streszczenie

Przedstawiono metody i niektóre wyniki badań materiałów, w szczególności ultracienkich warstw, umożliwiające ocenę ich własności mechanicznych i zachowania się tribologicznego w skali mikro/nano. Wyniki takich badań są w szczególności przydatne przy budowie mikrosystemów elektromechanicznych (MEMS – Micro Electro Mechanical Systems) i urządzeń do magnetycznego zapisu informacji (twarde dyski).

Abstract

The methods of investigation and some results relating to the micro/nanomechanical and micro/nanotribological behaviour of materials, in particular ultrathin films, are discussed. The results of such studies are applicable in particular in the construction of Micro Electro Mechanical Systems (MEMS) and devices for magnetic recording (hard disks).

Wprowadzenie

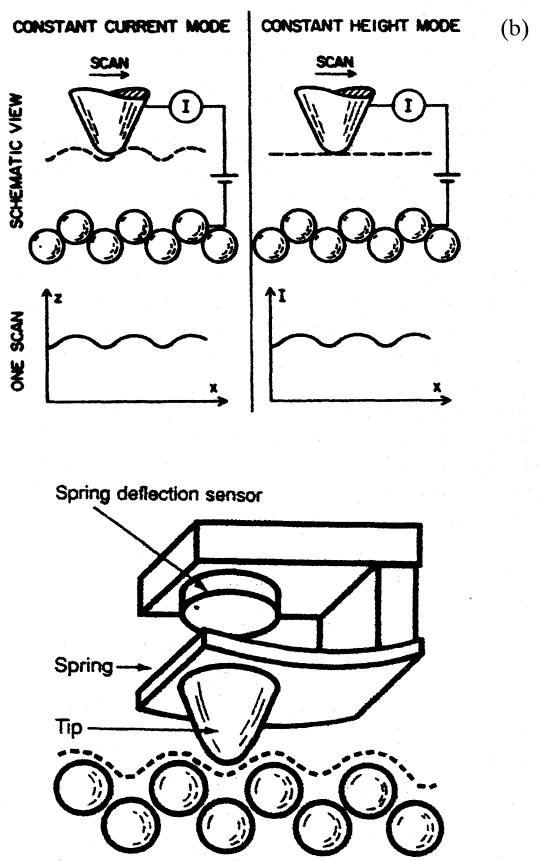
Dynamiczny rozwój technologii zapisu magnetycznego (dysków twardych) i technologii mikrosystemów (Micro Electro Mechanical Systems (MEMS) – mikrourządzeń o mikrometrowych wymiarach elementów)) stwarza ogromne potrzeby poznania właściwości mechanicznych i tribologicznych materiałów w mikro/nanoskali. Równolegle z rozwojem powyższych technologii następuje postęp w technikach badawczych umożliwiających zbadanie mechanicznego i tribologicznego zachowania się materiałów w mikro/nanoskali.

Postęp ten został umożliwiony przez wynalezienie nowych technik badawczych umożliwiających precyzyjne pomiary topografii powierzchni, adhezji, tarcia, zużycia, grubości warstwy smarnej, własności mechanicznych na mikro/nano-obszarach. Te wspaniałe możliwości w zakresie badań eksperymentalnych są efektywnie uzupełniane przez symulację komputerową procesów adhezyjnych i tribologicznych w mikro/nanoskali (także w skali atomowej) .

Techniki badawcze

Techniki badania mikrosystemów (i ich elementów) mechanicznych i tribologicznych znacznie się różnią od technik stosowanych w badaniach systemów makromechanicznych i makrotribologicznych [1-10]. Podstawowym narzędziem w badaniach mikro/nanotribologicznych jest mikroskopia igłowa:skaningowy mikroskop tunelowy (Scanning Tunneling Microscope (STM)) i mikroskop sił atomowych (Atomic Force Microscope (AFM)) wynalezione w latach osiemdziesiątch. Cechą charakterystyczną tych przyrządów badawczych jest możliwość badania powierzchni materiałów z rozdzielczością atomową wraz z jednoczesną możliwością ingerencji w warstwę wierzchnią badanego materialu (np. wykonanie testów nanozarysowania (nanoscratching) lub nanozużycia ultracienkich warstw)). Efekty tych eksperymentalnych oddziaływań mogą być natychmiast wizualizowane przy użyciu tego samego przyrządu.

Schematy mikroskopów STM i AFM przedstawiono na rys. 1. W obu przypadkach do trójwymiarowej wizualizacji powierzchni badanego materiału wykorzystuje się ostro zakończoną igłę (o promieniu zaokrąglenia rzędu kilka-klikadziesiąt nanometrów), która znajduje się w odległości nanometrowej od badanej powierzchni lub do niej dotyka.



Rys. 1. Schematy mikroskopów igłowych: a, b – skaningowego tunelowego (STM) pracującego przy stałym prądzie tunelowym (a) lub przy stałej odległości końca igły od powierzchni badanej (b), c – sił atomowych (AFM). (Constant current mode – praca przy stałym prądzie, Constant height mode – praca przy stałej odległości igły od próbki, One scan – jedno skanowanie, Schematic view – schemat, Spring deflection sensor – czujnik ugięcia sprężyny, Spring – sprężyna, Tip – igła)

Mikroskop STM został zbudowany jako pierwszy w 1981 roku przez Binniga i Rohrera, późniejszych laureatów Nagrody Nobla (w dziedzinie fizyki w 1986 roku) za to osiągnięcie. Obraz badanej powierzchni uzyskuje się przez skanowanie próbki wykonanej z materiału przewodzącego prąd elektryczny pod igłą (znajdującą się w nanometrowej odległości od badanej powierzchni) wykonaną z przewodnika (rys. 1 a i b). Między igłą a powierzchnią badaną płynie wtedy prąd tunelowy I=Uexp(Cd) (U – przyłożony potencjał, C- stała materiałowa, d – odległość od najniżej położonego atomu końca igły do najwyżej położonego atomu na powierzchni badanej). Niewielkie zmiany odległości d powodują duże zmiany prądu I. Skanując próbkę w kierunku osi x i y uzyskujemy matrycę informacji o zmiennej odległości d odpowiadającej topografii badanej powierzchni jeśli mikroskop pracuje w modzie przy utrzymywanym stałym wyjściowym prądzie tunelowym (rys. 1 a) lub przy stałej odległości wyjściowej (rys. 1 b). Stosując dobry skaner piezoelekryczny i syntetyzując w systemie komputerowym te informacje, można uzyskać trójwymiarowy obraz powierzchni badanej z rozdzielczością w kierunku normalnym 0.01 nm a w kierunku stycznym do powierzchni lepszą od 0,1 nm .

Z zasady działania mikroskopu STM wynika , że może on być stosowany do badania materiałów przewodzących prąd elektryczny. W 1985 roku wynalazcy STM zbudowali pierwszy mikroskop w którym do wizualizacji powierzchni wykorzystuje się siły oddziaływań atomowych (stąd nazwa mikroskopu) o wilekości rzędu 1nN. Tak jak w przypadku STM w mikroskopie sił atowym wykorzystuje się ostro zakończoną igłę przymocowaną do płaskiej sprężyny (tzw. cantilevera) o małej sztywności (rzędu 0.5-1 N/m). Skanując podobnie jak w przypadku STM próbkę pod igłą można uzyskać trójwymiarowy obraz topografii powierzchni dowolnego materiału.

Do detekcji siły (przez pomiar ugięcia sprężyny – cantilevera) wykorzystuje się zwykle układ z wiązką światła laserowego i fotodiodą. Stosowane są (rzadziej) inne sposoby pomiaru ugięcia cantilevera (np. interferometria, pomiar pojemnościowy) a ostatnio wykonuje się cantilevery z cienką warstwą materiału piezorezystywnego. Mikroskopy (i cantilevery do nich) zostały skomercjalizowane po raz pierwszy w 1989 roku przez firmę Digital Instruments. Schemat budowy mikroskopu AFM (oraz typowego cantilevera) dostępnego na rynku pokazano na rys. 2 (wg [3]).

Mikroskop sił atomowych (AFM) nadaje się w szczególności nie tylko do wizualizacji powierzchni materiału, lecz także do jej modyfikacji mechanicznej i późniejszego zobrazowania efektu tej modyfikacji. Ponieważ w mikroskopie wykorzystuje się oddziaływania siłowe (mechaniczne) jest on interesującym narzędziem do badania właściwości mechanicznych i tribologicznych materiałów, w szczególności ultracienkich powłok i materiałów implantowanych jonowo. Właściwości mechaniczne warstwy wierzchniej materiału elementu trącego odgrywają istotną rolę w procesach tarcia i zużycia, dlatego mikroskop AFM znajduje szczególne zastosowanie w badaniach nie tylko mikro/nanotribologicznych, lecz także makrotribologicznych.

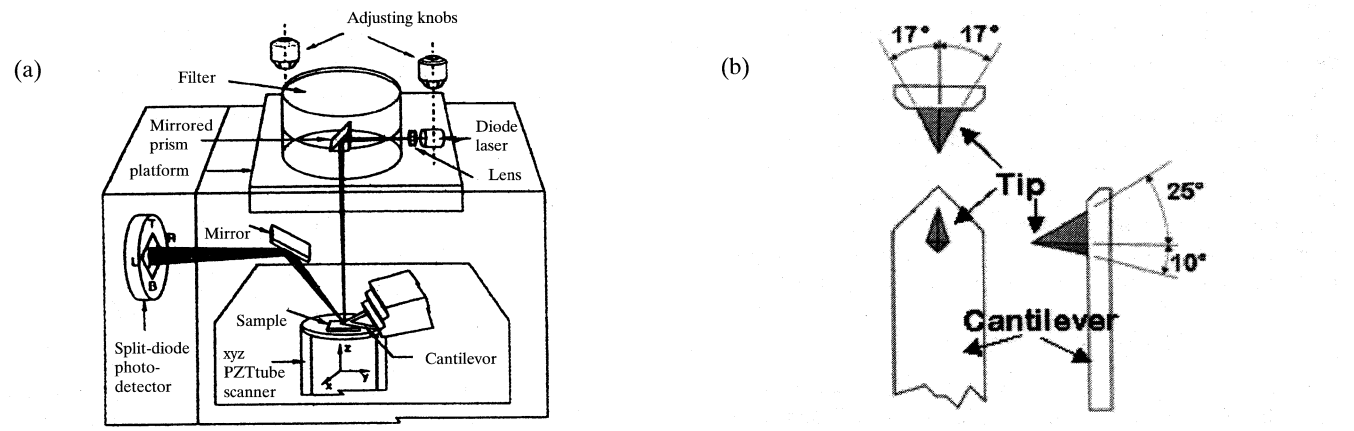
W badaniach mikro/nanotribologicznych wykorzystuje się także, lecz rzadziej, inne techniki badawcze: przyrząd do pomiaru oddziaływań adhezyjnych (a także sił stycznych) [3,11], mikrowaga kwarcowa z drgającym kryształem kwarcu [6,12] oraz specjalne mikrotribometry [6,13,14].

Badania mikro/nanomechaniczne

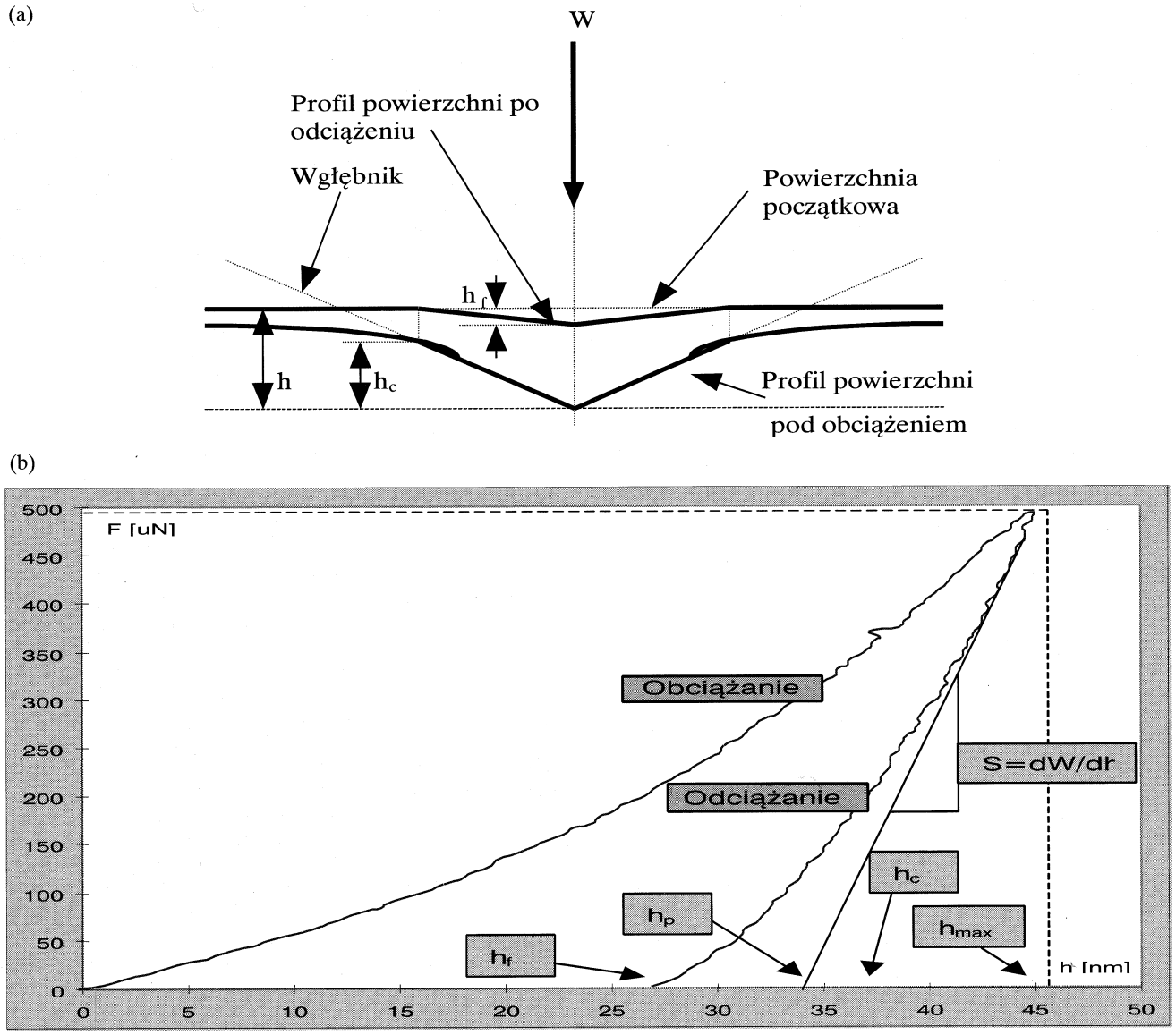
Własności mechaniczne materiałów a także ultracienkich powłok stosowanych w mikrosystemach tribologicznych często decydują o tribologicznym zachowaniu się systemu. W szczególności interesujące jest poznanie sprężysto-plastycznego zachowania się materiału, twardości, modułu Younga, odporności na zarysowanie, adhezji powłoki do podłoża, naprężeń resztkowych, pełzania w funkcji czasu, właściwości relaksacyjnych materiału, odporności na kruche pękanie, wytrzymałości zmęczeniowej.

Twardość może być rozumiana jako odporność na lokalne odkształcenie. Najczęściej do pomiaru twardości wykorzystuje się metodę quasistatycznego wciskania wgłębnika w badany materiał. Twardość tak mierzona wyraża przede wszystkim odporność materiału na odkształcenie plastyczne, w mniejszym zaś stopniu zależy od sprężystych własności badanego materiału. Twardość wyrażana jest zwykle w GPa i odpowiada średniemu naciskowi na wgłębnik obliczanemu przez podzielenie przyłożonego obciążenia przez pole powierzchni odcisku w badanym materiale. W tradycyjnych próbach twardości (np. Brinella, Rockwella, Vickersa) odcisk wgłębnika mierzony jest przy użyciu mikroskopu po odciążeniu i usunięciu wgłębnika.

Ostatnio w szczególności w badaniach nanotwardości okazało się przydatne stosowanie techniki pomiaru twardości polegającej na wykonywaniu charakterystyki obciążenie-wgłębienie podczas cyklu obciążania i odciążania wgłębnika [3]. Znając geometrię wgłębnika możliwe jest obliczenie wymiarów odcisku (zmiennego w czasie obciążania-odciążania) i obliczenie twardości według klasycznej definicji. Ponadto z takiej próby można wyznaczyć moduł Younga wykorzystując nachylenie stycznej do krzywej odciążania [3, 15] (rys 3).



Rys. 2. a) schemat budowy mikroskopu sił atomowych (AFM) z możliwością detekcji siły normalnej i stycznej (tarcia), b) postać konstrukcyjna i wymiary typowego cantilevera (wraz z igłą) wykonywanego zwykle techniką głębokiego trawienia w krzemie i napylania warstw cienkich (Adjusting knobs – pokrętła regulacyjne, Filter – filtr, Mirrored prism- pryzmat ze zwierciadłami, Diode laser – dioda laserowa, Platform – płyta, Lens – soczewki, Mirror – zwierciadło, Sample – próbka, Split-diode photo-detector – Fotodioda czteropolowa, Sample – próbka, xyz PZT tube scanner – skaner rurkowy piezoceramiczny, Cantilever – cantilever-dźwignia, Tip – igła)



Rys. 3. *Proces wciskania wgłębnika (a) oraz charakterystyka obciążenie-wgłębienie (b)*

Dla typowych wgłębników stosowanych przy badaniach nanotwardości (wgłębnik Berkovicza, stożkowy, róg sześcianu) można przyjmować następującą zależność [15]

$$h_p = h_{max} - W_{max}/S_{max} \quad (1)$$

Oznaczenia wielkości podanych w zależności (1) można znaleźć na rys. 3 (W i S oznaczają odpowiednio obciążenie i sztywność). Wartość hc jest zwykle nieco większa od wartości h_p odpowiadającej wgłębieniu przy odkształceniu plastycznym.

Dla wgłębnika Berkovicza zależność pola przekroju kontaktu wgłębnika z materiałem badanym A i głębokości wniknięcia wgłębnika h_c jest następująca

$$A = 24{,}5\ h_c \quad (2)$$

Oczywiście zależność (2) jest słuszna tylko dla idealnego wgłębnika tzn. takiego w którym promień zaokrąglenia wierzchołka jest równy zero. W przypadku wgłębnika rzeczywistego pole styku A jest większe niż w przypadku wgłębnika idealnego i może być opisane następującą funkcją ustalaną empirycznie

$$A^{1/2} = F(h_c) \quad (3)$$

Zależność A od h_c może być przedstawiona następującym wielomianem

$$A = 24{,}5\ h_c + C_1 h_c + C_2 h_c^{1/2} + C_3 h_c^{1/4} + \ldots + C_8 h_c^{1/128} \quad (4)$$

Określenie postaci wielomianu (4) może być zrealizowanene przez wykonanie serii małych wgłębień w stopionym kwarcu [3, 15] zwykle w zakresie od 15 do 700 nm (przy zagłębieniach powyżej 700 nm wgłębnik może być traktowany jako idealny przy obliczaniu twardości).

Moduł sprężystości może być wyznaczony z następującej zależności [15]

$$C = (1/S) = (dh/dW) \approx (1/E_r)(\pi/A)^{1/2} \quad (5)$$

gdzie C – podatność, $1/E_r = [(1 - v_s^2)/E_s] + [(1 - v_i^2)/E_i]$

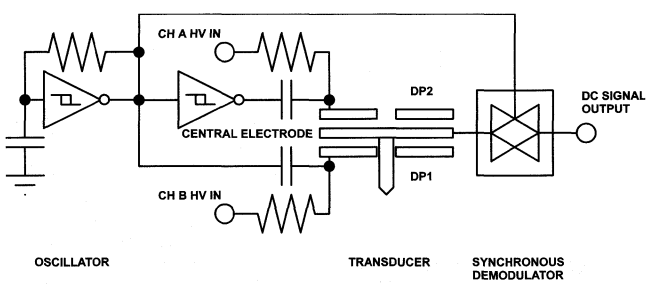
a dW/dh jest nachyleniem krzywej odciążania przy maksymalnej wartości obciążenia (rys. 3), E_r, E_s i E_i są odpowiednio zredukowanym modułem sprężystości, modułem sprężystości materiału bada-

nego i modułem sprężystości materiału wgłębnika a v_s i v_i są współczynnikami Poissona badanego materiału i materiału wgłębnika. Wgłębnik jest wykonywany z diamentu o module sprężystości 1140 GPa i współczynniku Poissona 0.07 a promień zaokrąglenia końca wgłębnika wynosi zwykle 100 nm.

Przy badaniu twardości i modułu sprężystości ultracienkich powłok leżących na podłożu należy pamiętać o wpływie podłoża na uzyskiwane wyniki. Orientacyjnie przyjmuje się że wpływ podłoża jest pomijalnie mały jeśli największa głębokość wniknięcia wgłębnika nie przekracza 30% grubości powłoki [3,6].

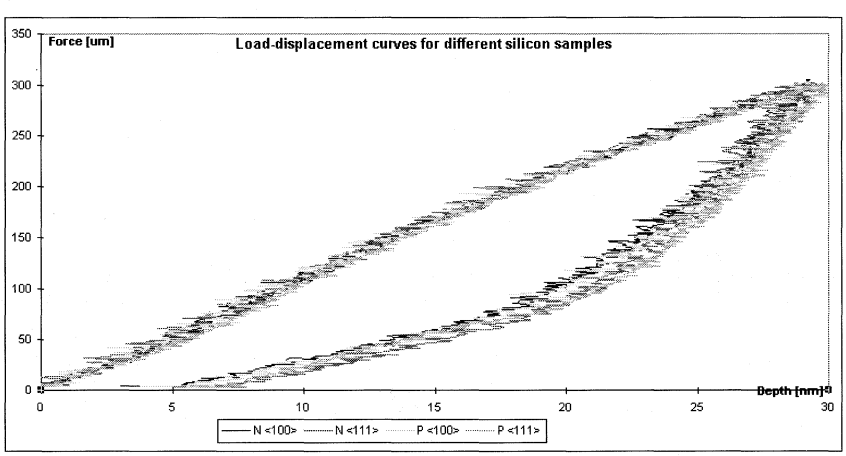
Do sporządzania charakterystyk obciążenie-wgłębienie przy próbach nanoindentacji (nanowgłębiania) stosuje się dość złożone konstrukcje urządzeń, których szczegółowe opisy można znaleźć w opracowaniu [3]. Prostym rozwiązaniem jest zastosowanie specjalnego przetwornika siła-przemieszczenie (Triboscope) wytwarzanego przez firmę Hysitron Inc. (USA) (rys. 4) wg [3, 16]. Przetwornik może być zamocowany na mikroskopie AFM co umożliwia wizualizację nanoodcisków. Możliwe jest też wykonanie naoindentacji przy użyciu tylko mikroskopu AFM wyposażonego w sztywny cantilever z diamentową igłą.

(a)



Rys. 4. Przetwornik firmy Hysitron Inc.wykorzystywany do sporządzania charakterystyk obciążenie-wgłębienie stosowany przy nanoindentacji i montowany na mikroskopie AFM co umożliwia wizualizację nanoodcisków. Central electrode – elektroda środkowa, DC signal output – wyjście sygnału prądu stałego, Oscillator – generator, Transducer – przetwornik, Synchronous demodulator – demodulator synchroniczny

(a)



Rys. 5. Krzywe obciążenie (μN) – wgłębienie (nm) przy próbie nanoindentacji krzemu o różnej orientacji krystalicznej (a) oraz powłoki diamentopodobnej o grubości 20 nm naniesionej na krzemie <100>; widać że głębokość odcisku po zdjęciu obciążenia wynosiła mniej niż 2 nm. Force – siła, Load-displacement curves for different silicon samples – krzywe obciążenie-przemieszczenie dla różnych próbek krzemowych, Depth – głębokość, Indentation depth – głębokość wniknięcia

Przetwornik zbudowany jest z trzech elektrod wykonanych z brązu berylowego pracujących w układzie kondensatora różnicowego, co umożliwia zarówno uzyskiwanie siły jak i jednoczesny pomiar przemieszczenia środkowej elektrody do której mocowany jest wgłębnik przy próbie nanoindentacji. Rozdzielczość siłowa przetwornika jest lepsza od 100 nN a przemieszczenia 0,1 nm. Zakres przykładanych obciążeń wynosi zwykle od 1 μN do 10 mN przy możliwości zmienności szybkości zadawania obciążenia w szerokich granicach. Na rys. 5 przedstawiono przykładowe charakterystyki obciążenie-wgłębienie przy wykonywaniu próby nanoindentacji krzemu o różnej orientacji krystalicznej oraz ultracienkiej powłoki diamentopodobnej.

Jak już wspomniano, oprócz zbadania nanotwardości materiału i jego modułu sprężystości możliwe jest wykorzystanie próby nanoindentacji do oceny adhezji powłoki do podłoża, naprężeń resztkowych, pełzania/relaksacji, odporności na kruche pękanie, wytrzymałości na nanozmęczenie [3].

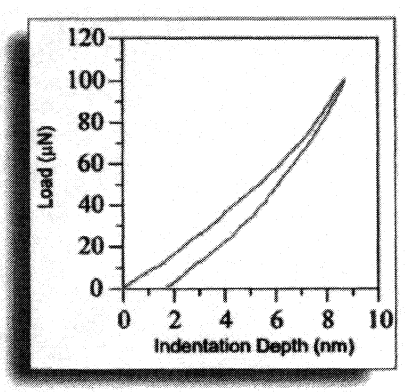
Badania mikro/nanotribologiczne

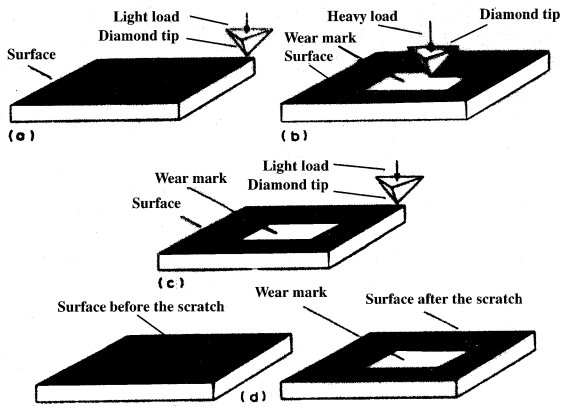
Do wykonania prób tribologicznych w szczególności nanozarysowania (nanoscratchingu) i nanozużycia używa się zwykle mikroskopu AFM wyposażonego w cantilever o sztywności przynajmniej 25 N/m wykonany z taśmy stalowej z przyklejoną igłą diamentową w postaci wgłębnika Berkovicza, stożka lub rogu sześcianu o promieniu zaokrąglenia końca ok. 100 nm. Tak sztywny cantilever umożliwia wykonanie prób nanoscratchingu i nanozużycia przy stosunkowo dużych obciążeniach (1-150 μN) W czasie procesu nanoscratchingu i nanozużycia próbka jest skanowana (zwykle z częstotliwością 0,5 Hz) w kierunku normalnym do długości cantilevera, co umożliwia pomiar siły tarcia. Piramidkę Berkovica (lub róg sześcianu) przykleja się na cantileverze tak że jedna z krawędzi jest ustawiona prostopadle do długości cantilevera, co sprawia że zużycie przy skanowaniu wzdłuż długości cantilevera jest 2-3 razy większe niż przy skanowaniu prostopadle do długości cantilevera [3]. Przy badaniu zużycia zwykle wybiera się obszar skanowania 2x2 μm a próbę prowadzi się przy różnych obciążeniach (zwykle z zakresu 1-100 μN) dla wybranej liczby cykli.

Typowa procedura stosowana przy wykonywaniu próby nanozużycia jest przedstawiona na rys. 6 (wg [17]). Procedura ta jest dość pracochłonna i czasochłonna (typowa próba trwa zwykle ok. 2 min). Dla skrócenia czasu testu można wykorzystać procedurę przedstawioną na rys. 7 [18].

W czasie wykonywania próby nanozużycia zużywa się nie tylko badany materiał, lecz także diamentowa igła [18,19]. Zużycie igły diamentowej można ocenić przez zobrazowanie jej samej przy użyciu mikroskopu AFM. Do tego celu wykorzystać można specjalną próbkę wzorcową pokazaną na rys. 8. Badania [18] nanozużycia ultracienkich powłok z dwutlenku krzemu i azotku krzemu naniesionych metodą mikrowyładowań na powierzchni krzemu wykazały ewidentne zużywanie

(b)



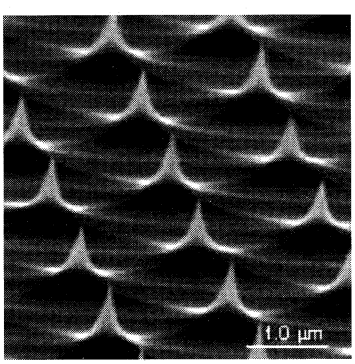


Rys. 6. Typowa procedura stosowana przy wykonywaniu próby nanozużycia przy użyciu AFM: a – wykonanie obrazu topografii powierzchni badanej, b – wykonanie testu nano zużycia przy większym obciążeniu niż przy wykonywaniu obrazu topografii, c – zobrazowanie powierzchni po wykonaniu próby nanozużycia, d – porównanie obrazów powierzchni sprzed próby i po próbie. Light load – małe obciążenie, Heavy load – duże obciążenie, Diamond tip – igła diamentowa, Surface – powierzchnia badana, Wear mark – ślad zużycia, Surface before scratch – powierzchnia przed zarysowaniem, Surface after scratch – powierzchnia po zarysowaniu.

Tabl. Przyspieszona próba nanozużycia przy użyciu AFM (dwa warianty)

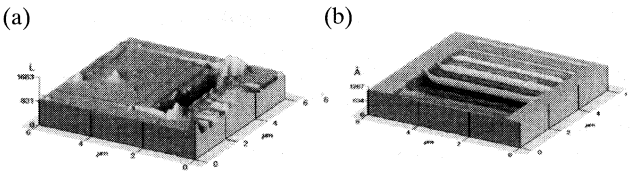
• Dosunięcie igły do powierzchni badanej przy obciążeniu 2 μN	
• Zobrazowanie powierzchni nie zużytej (6x6 mm)	
• Wykonanie próby zużycia przy stopniowanym obciążeniu igły od 10 μN do 80 μN co 10 μN przy jednym przejściu igły	• Wykonanie próby zużycia przybciążenie obciążeniu 40 Image with obciążeniu 40 μN • Przesunięcie próbki o 1 μm • Kilkakrotne powtórzenie powyżych operacji
• Powtórne zobrazowanie próbki po próbie zużycia (6x6 mm)	

się także igły diamentowej. Na rys. 9 przedstawiono zużycie ultracienkiej powłoki z dwutlenku krzemu po próbie wykonanej według procedury przedstawionej w tabl.



Rys. 7. Siatka „ostrzy" na powierzchni wzorcowej wykonanej przez firmę NT-MDT (Rosja) metodą micromachiningu w krzemie służąca do wizualizacji igieł cantileverów AFM

Do badań topografii powierzchni oraz nanotarcia używa się zwykle cantileverów o sztywności rzędu 1 N/m z igłą wykonaną z azotku krzemu (rzadziej z krzemu) o małym promieniu zaokrąglenia końca (10-20 nm). Obrazy topografii powierzchni i siły tarcia (przy skanowaniu poprzecznie do długości cantilevera) porównuje się ze sobą, gdyż obraz rozkładu sił tarcia uzależniony jest nie tylko od właściwości badanego materiału, lecz od topografii powierzchni (przestrzennego rozkładu mikronierówności). Lokalne wahania wartości współczynnika tarcia dla chropowatych powierzchni mogą być znaczne i zależą bardziej od kąta nachylenia mikronierówności niż od ich wysokości.



Rys. 8. Nanozużycie ultracienkiej powùoki (Å). a – obraz ultracienkiej powłoki (81 nm) wykonanej z dwutlenku krzemu na podłożu krzemowym po próbie zużycia przy stopniowo wzrastającym obciążeniu od 10 do 80 μN co 10 μN, 1 cykl, prędkość poślizgu 4 μm/s; b – widok tej samej próbki po próbie zużycia przy stałym obciążeniu 40 μN dla liczby cykli od 1÷5 (przy przesuwaniu próbki pod igłą co 1 μm), prędkość poślizgu 4 μm/s

W czasie tarcia w mikroskali dominują trzy mechanizmy: adhezyjny, adhezyjny i mechaniczny (powodowany oddziaływaniami chropowatości powierzchni) oraz będący skutkiem bruzdowania [2, 3]. Ten drugi mechanizm może być odpowiedzialny za lokalne wahania siły (współczynnika) tarcia. Przyjmując model ślizgania się igły po mikronierówności jak po równi pochyłej o kącie nachylenia θ i oznaczając przez F siłę tarcia wzdłuż poziomej podstawy równi, obciążenie pionowe igły przez W, siłę tarcia wzdłuż równi przez S, a siłę normalną do powierzchni równi przez N, możemy zapisać lokalną wartość współczynnika tarcia μ igły (zbocze mikronierówności) jako [20]

$$\mu = S/N \tag{6}$$

Ponieważ sił tarcia oraz obciążenia mierzone są w kierunku osi poziomej i pionowej ustalony w ten sposób współczynnik tarcia μ_1 przy ślizganiu się igły w górę po zboczu mikronierówności dla małych θ wynosi

$$\mu_1 = F/W = (\mu + \mathrm{tg}\theta)/(1 - \mu\mathrm{tg}\theta) \approx \mu + \mathrm{tg}\theta \tag{7}$$

co oznacza że na części wznoszącej się mikronierówności siła tarcia i nachylenie nierówności się sumują. Dla sytuacji gdy igła zsuwa się po mikronierówności na dół dla małych kątów θ mamy

$$\mu_2 = (\mu - \mathrm{tg}\theta)/(1 + \mu\mathrm{tg}\theta) \approx \mu - \mathrm{tg}\theta \tag{8}$$

Dla symetrycznej mikronierówności średnia wartość współczynnika tarcia wyznaczona z pomiarów przy użyciu AFM wynosi dla małych kątów θ

$$\mu_{śr} = (\mu_1 + \mu_2)/2 = \mu\,(1 + \mathrm{tg}^2\theta)/(1 - \mu^2\mathrm{tg}^2\theta) \approx \mu(1 + \mathrm{tg}^2\theta) \tag{9}$$

Ponieważ współczynnik μ_p tarcia wynikający z bruzdowania można wyrazić jako

$$\mu_p \approx \mathrm{tg}\theta \tag{10}$$

więc przy stałości oddziaływań adhezyjnych lokalne zmienności współczynnika tarcia wynikają głównie ze wspinania się i opadania igły cantilevera mikroskopu AFM po zboczach mikronierówności.

Przy analizie wpływu nachylenia mikronierówności na wartość współczynnika tarcia przyjmuje się, że promienie zaokrąglenia igły są małe w porównaniu z wymiarami nierówności. Przy promieniach zaokrąglenia końca igły 10-50 nm promienie zaokrąglenia wierzchołków mikronierówności typowych próbek, gdy ujawnia się lokalna zmienność współczynnika tarcia, wynoszą zwykle 100-200 nm [20]. Stosowane przy badaniach tarcia obciążenia normalne nie przekraczają zwykle kilkuset nN.

Lokalna wartość siły w mikrosklali jest zależna od kierunku skanowania próbki pod igłą. Wynika to z asymetrii nachylenia zboczy mikronierówności.

Jeśli porówna się wartości współczynnika tarcia w makroskali i w mikroskali dla tych samych par trących, to generalnie wartości współczynnika tarcia w mikroskali są mniejsze [2, 3, 20]. Wynika to przede wszystkim z tego, że przy próbach tarciowych z zastosowaniem AFM nacisk rzeczywisty nie przewyższa zwykle wartości twardości materiału (co wywołuje stosunkowo małe odkształcenie plastyczne), twardość i moduł sprężystości materiału w mikroskali są większe niż w makroskali, mała wartość nominalnej powierzchni styku ogranicza możliwość zablokowania się cząstki zużycia między igłą i powierzchnią próbki, a ponadto przy małym promieniu zaokrąglenia końca igły małe są oddziaływania adhezyjne.

Przy dużych obciążeniach, gdy nacisk rzeczywisty przewyższa twardość materiału próbki, igła zagłębia się i współczynnik tarcia wzrasta w kierunku wartości uzyskiwanych przy badaniach w makroskali. Prawo tarcia Amontonsa mówiące że współczynnik tarcia nie zależy od konturowej powierzchni styku i obciążenia normalnego nie jest spełnione w mikroskali. Przy tarciu mikroelementów słaboobciążonych można spodziewć się więc wyjątkowo małego tarcia i zużycia prawie zerowego [1-3].

Zastosowania

Wyniki badań mikro/nanomechanicznych i mikro/nanotribologicznych znajdują bezpośrednio zastosowanie przy budowie urządzeń do magnetycznego zapisu informacji (twarde dyski), mikrosystemów krzemowych i innych – mikrourządzeń elektro-optomechanicznych (Micro Electro Mechanical Systems – MEMS) o mikrometrowych wymiarach elementów [21]) oraz innych mikrourządzeń. W przypadku zapisu magnetycznego nośnik magnetyczny jest obecnie pokrywany powłoką ochronną diamentopodobną lub diamentową o grubości 20-30 nm zaś dodatkowo na nim umieszcza się 2 nm grubości warstwę np. z oleju polieterowego [3-5]. Obecnie dla zwiększenia gęstości zapisu dąży się do zmniejszenia grubości warstwy ochraniającej nośnik do 3-5 nm a ponadto w związku tendencją do wprowadzenia zapisu /odczytu kontaktowego warstwy takie muszą wykazywać ekstremalnie dużą odporność na zużycie, co zmusza do poszukiwania zupełnie nowych rozwiązań np. zastosowania ultratwardych warstw z hipotetycznego dotąd azotku węgla [22].

Mikroelementy trące w mikrosystemach wykonywane są zwykle z krzemu i jego modyfikacji. Badania mikro/nanomechaniczne i mikro/nanotribologiczne koncentrują się obecnie na poznaniu własności tego podstawowego materiału i innych materiałów, w szczególności w postaci ultracienkich powłok oraz materiałów smarnych umożliwiających rozwiązanie bardzo trudnych problemów tribologicznych, z którymi zetknęli się pionierzy technologii MEMS [3, 6, 21, 23, 24].

Wyniki badań mikro/nanomechanicznych i mikro/nanotribologicznych umożliwiają także w szczególności rozwiązywanie podstawowych problemów makrotribologii tj. wyjaśnienia mechanizmów tarcia i zużywania na poziomie mikro/nano i atomowym. W szczególności technika badania topografii powierzchni materiałów (trójwymiarowe obrazy chropowatości z rozdzielczością atomową), własności mikro/nanomechanicznych (mapy rozkładu tych własności na powierzchni) i mikro/nanotribologicznych umożliwia bezpośrednie wykorzystywanie tych informacji np. przy rozwiązywaniu problemów kontaktowych, prognozowania i symulacji komputerowej procesu tarcia i zużywania, ocenienie topografii i własności mechanicznych warstw materiału przeniesionego w procesie tarcia, badanie topografii powierzchni zużycia z rozdzielczością atomową itp. [25-28].

Literatura

1. R. KANEKO: Microtribology, Tribology International, 28(1995)33-37.
2. B. BHUSHAN: Principles and Applications of Tribology, J.Wiley and Sons, Chichester, 1999.
3. B. BHUSHAN (ed.): Handbook of Micro/Nanotribology, 2nd edition, CRC Press, Boca Raton , 1999.
4. B. BHUSHAN: Tribology and Mechanics of Magnetic Storage Devices, 2nd edition, Springer Verlag, Berlin, 1996.
5. B. BHUSHAN: Makro- i mikrotribologia magnetycznych dysków twardych, Tribologia, nr 2 (1997) 169-181.
6. B. BHUSHAN (ed.): Tribology Issues and Opportunities in MEMS, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 1998.
7. Z. RYMUZA: Mikrotribologia, Tribologia, nr 3 (1993) 56-62.
8. Z. RYMUZA: Tribology of Miniature Systems, Tribology Series Vol.13, Elsevier Science Publishers, Amsterdam, 1989.
9. Z. RYMUZA: Mikrosystemy (MEMS) – problemy tribologiczne, Pomiary Automatyka Kontrola, nr 9 (1993) 215-219.
10. Z. RYMUZA: Badanie mikrosystemów MEMS, Pomiary Automatyka Kontrola, nr 9 (1995) 254-259 i 266.
11. J.N. ISRAELACHVILI, P.M. MCGUIGGAN: Forces between surface and liquids, Science, 241 (1988) 795-800.
12. E.T. WATTS, J. KRIM, A. WIDOM: Experimental observation of interfacial slippage at the boundary of molecularly thin films with gold substrates, Physical Review, 34B (1990) 3466-3472.
13. M. SCHERGE, LI X., J.A. SCHAEFER: The effect of water on friction of MEMS, Tribology Letters, 6 (1999) 215-220.
14. Z. KUSZNIEREWICZ, M. MISIAK, Z. RYMUZA: Budowa tribotestera do badania nowych materiałów, biomateriałów, warstw implantowanych lub/i cienkich powłok – część mechaniczna, Prace Naukowe Politechniki Warszawskiej – Inżynieria Materiałowa z.6 (1997) 111-123.
15. W.C. OLIVER, G.M. PHARR: An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, Journal Of Materials Research, 7 (1992) 1564-1583.
16. B. BHUSHAN, A.V. KULKARNI, W. BONIN, J.T. WYROBEK: Nano/picoindentation measurement of using a capacitive transducer system in atomic force microscopy, Philosophical Magazine, 74 (1996) 1117-1128.
17. J. ZIANG, C.J. LU, D.B. BOGY, T. MIYAMOTO: An investigation of the experimental conditions and characteristics of nano-wear test, Wear, 181-183(1995) 777-783.
18. Z. RYMUZA, M. MISIAK, Z. KUSZNIEREWICZ, K. SCHMIDT-SZAŁOWSKI, Z. RŻANEK-BOROCH: Micro/nanotribological testing of ultrathin films for MEMS technology, w: 11th International Summer School Mielno '99 „Modern Plasma Surface Technology" (W.Precht , red.), Politechnika Koszalińska, Koszalin, 1999, 119-131.
19. A.G. KHURSHUDOV, K. KATO, H. KOIDE: Wear of the AFM diamond tip sliding against silicon, Wear, 203-204 (1997) 22-27.
20. B. BHUSHAN: Nanoscale tribophysics and tribomechanics, Wear, 225-229 (1999) 465-492.
21. W.S. TRIMMER (ed): Micromachines and MEMS, IEEE Press, New York, 1997.
22. S. SUNDARARAJAN, B. BHUSHAN: Micro/nanotribology of ultra-thin hard amorpous carbon coatings using atomic force /friction force microscopy, Wear, 225-229 (1999) 678-689.
23. Z. RYMUZA: Control tribological and mechanical properties of MEMS surfaces , Part 1: critical review, Microsystem Technologies, 5(1999) 173-180.
24. Z. RYMUZA, M. MISIAK, L. KUHN, K. SCHMIDT-SZAŁOWSKI, Z. RŻANEK-BOROCH: Control tribological and mechanical properties of MEMS surfaces, Part 2: nanomechanical behavior of self-lubricating ultrathin films, Microsystem Technologies, 5 (1999) 181-188.
25. B.G. ROSEN, R. OHLSSON, T.R. THOMAS, Wear of cylinder bore microtopography, Wear , 198 (1996) 271-279.
26. R. CONSTANTIN, R. CHRISTOPH, J. BEGUIN, H. BOVING, H.E. HINTERMANN: Use of atomic force microscopy for surface roughness determination of ball bearings, Surface and Coatings Technology, 62 (1993) 517-522.
27. A.K. GANGOPADHYAY, M.P. EVERSON, R.C. JAKLEVIC, P.A. WILLERMET: Observation of the wear surface by scanning tunneling microscopy, Wear, 149 (1991) 313-323.
28. N.X. RANDALL, J.L. BOZET: Nanoindentaion and scanning force microscopy as a novel method for the characterization of tribological transfer films, Wear 212 (1997) 18-24.

Artykuł recenzowany