

Charakteristika povrchu vrstev (AFM a optický profilometr), stanovení optických vlastností, stanovení adheze (metodou vrypu – Scratch – test, odtrhávací metodou – mikrotrhačka) a srovnání hodnot adheze zjištěné oběma metodami

Teoretické základy:

Mikroskopie atomárních sil

Mikroskopie atomárních sil (Atomic Force Microscope – AFM) se využívá pro zobrazení morfologie povrchu TiO_2 . Metoda AFM využívá odpudivých či přitažlivých meziatomárních sil, které působí mezi atomy hrotu a vzorku [1].

Z oblastí vyznačených na Obr. se odvozují základní režimy (módy) AFM měření:

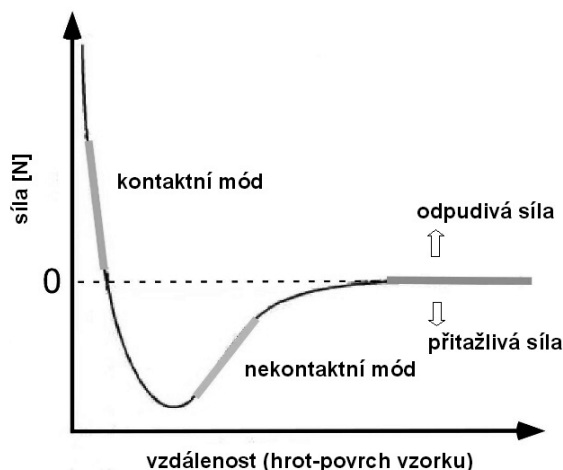
- I. **kontaktní mód**, ve kterém na hrot působí odpudivé síly
- II. **nekontaktní mód**, kdy jsou detekovány přitažlivé síly

V prvním případě může dále měření probíhat dvěma základními způsoby:

Ia. s konstantní výškou, při níž je udržována určená hodnota výšky z_0 a měří se ohnutí nosníku

Ib. s konstantní silou, kdy se udržuje konstantní ohnutí nosníku a posunuje se vzorkem (či hrotem) ve směru osy z . Tato modifikace je častěji používaná, protože se vyvarujeme závislosti prohnutí na kapilárních silách a pružnosti nosníku, je ovšem pomalejší.

Měření v **nekontaktním režimu II** probíhá obvykle metodou kmitajícího hrotu. Ze změn amplitudy a frekvence oscilace je určována velikost interakce s měřeným povrchem. Bezkontaktní režim měření neumožňuje dosažení tak vysokého rozlišení, jako režim kontaktní. Je však velmi vhodný pro studium např. měkkých povrchů [1,2,3].

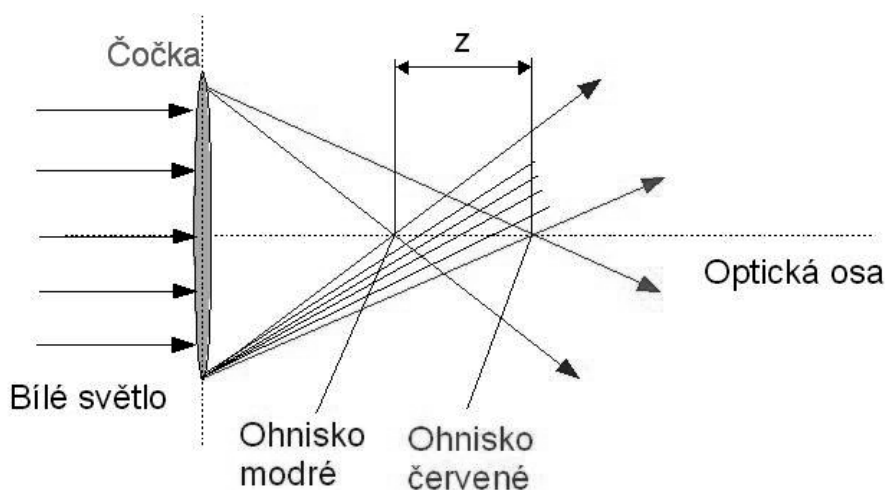


Obr. 1: Závislost meziatomových sil na vzdálenosti hrotu od povrchu vzorku [2].

Optická profilometrie

Tento optický senzor funguje na principu optické aberace čočky a je znázorněna na obrázku Obr. 1. Díky chromatické vadě čočky dojde po průchodu „bílého“ světla k lomu paprsků s různými vlnovými délkami do různých ohniskových vzdáleností. Senzor vyhodnocuje profil vzorku v souřadnici z na základě zjišťování vlnové délky zpětně odražených paprsků od povrchu vzorku.

Pracuje v rozsahu osy z 0 až 300 μm s rozlišením 10nm a v osách x, y v rozsahu až 100 x 100 μm s rozlišením 1 μm .



Obr. 1: Princip optického profilometru

Testování adheze – scratch test

Scratch test je základní a nejrozšířenější zkouškou pro sledování adheze systému tenká vrstva – substrát. Tato metoda našla své uplatnění jako efektivní metoda kvalitativní kontroly.

Principem metody je plynulé zatěžování indentoru. Vzorek se pohybuje konstantní rychlostí horizontálně a indentor, který je zatěžován konstantní nebo plynule se zvyšující silou, proniká do povrchu vzorku při jeho pohybu a vytváří tak vryp. Tím se na rozhraní vrstva - substrát generuje pnutí, které při dosažení kritické hodnoty způsobí odtržení vrstvy od substrátu. Hodnota, při níž dojde k poškození vrstvy, se nazývá kritické zatížení L_c a je používána jako míra adheze dané vrstvy.

Přístroj zaznamenává průběh normálové F_n a tangenciální síly F_t působící na indentor, hodnoty koeficientu tření $\mu = F_t / F_n$ a signál akustické emise (AE- elastické vlny generované uvolněním energie vnitřně vázané ve struktuře materiálu).

Hodnotu kritického zatížení L_c , při níž dojde k porušení vrstvy, lze zjišťovat několika způsoby: pomocí připojeného optického mikroskopu, popř. pomocí řádkovacího

elektronového mikroskopu doplněné o zpracování zaznamenaných závislostí koeficientu tření a signálu akustické emise na normálovém zatížení [4].

Testování adheze – odtrhová zkouška

Přístroj sestává ze zatěžovacího členu a z vyhodnocovací elektroniky. Postup odtrhové zkoušky je stanoven výše zmíněnou normou: na povrchovou úpravu se nalepí zkušební váleček (resp. zkušební terč, zkušební panenka), řezným nástrojem - např. ruční frézou se prořízne po celém obvodu zkušebního válečku povrch nátěru až na podklad. Tím je pevně definována plocha pro odtrhovou zkoušku. Váleček se připevní - přišroubuje - k siloměru zatěžovací jednotky a otáčením ramene se přes pohybový šroub vyvozuje odtrhová síla kolmo k rovině, na níž je aplikována povrchová úprava. Vyhodnocovací a měřicí elektronika zaznamenává maximální napětí v MPa, při němž dojde k odtržení zkušebního válečku. Důležitým faktorem při průběhu zatěžování je rychlost nárůstu zatěžovacího napětí. Výše zmíněná norma stanoví, že nárůst tahového napětí nesmí překročit hodnotu 1MPa za vteřinu. Jiné normy dokonce stanovují jak maximální tak také minimální hodnotu nárůstu zatěžovacího napětí resp. síly [5].

Zadání:

Proveďte charakterizaci morfologie povrchu vrstev pomocí mikroskopie atomárních sil (AFM). Změřte tloušťku vrstvy na optickém profilometru. Změřte propustnost dle ASTM D 1003, D 1044 (množství světla, které propustil zkoumaný materiál) a zákal dle ASTM D 1003, D 1044 na optickém přístroji Haze gard BYk Gardner. Určete adhezi vrstvy k substrátu scratch-testerem a odtrhovou metodou. Výsledky porovnejte.

Pomůcky

- Mikroskop atomárních sil AFM kombinovaný s optickým profilometrem, isopropyl alkohol, varná baňka, vaříč
- Optický přístroj Haze gard BYk Gardner
- Scratch – tester Revetest Xpress CSM
- Odtrhový přístroj COMTEST OP ¾ od společnosti Coming Plus a.s., speciální lepidlo, zkušební terčíky

Postup

- Deponované vzorky očistěte v parách izopropylalkoholu.
- Změřte tloušťku vrstvy TiO₂ v místě přechodu po maskování. Proveďte 5 měření na každé straně vzorku pro statistické vyhodnocení.

- Proved'te charakteristiku morfologie povrchu vrstvy TiO_2 metodou AFM na třech různých místech vrstvy. Snímky porovnejte
- Na optickém přístroji změřte propustnost a zákal na třech různých místech vrstev TiO_2
- Proved'te měření adheze scratch-testem na třech místech vrstvy
- Proved'te měření adheze odtrhovou metodou

- [1] [online] URL <<http://atmilab.upol.cz/mss/mss17.html>>[citováno 2007-04-03]
- [2] Kalvoda, L., Parshin, A.S., *Fyzika povrchů*, skripta ČVUT, [online] URL <<http://kipl.fjfi.cvut.cz/cz/FYPO/FYPO.pdf>>[citováno 2007-06-15]
- [3] P. Hájková, Fotokatalytické účinky TiO_2 vrstev připravovaných plazmochemickou depozicí z plynné fáze (PE CVD), disertační práce TU Liberec, 2007.
- [4] [online] URL <http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_fel_1.pdf>[citováno 2010-11-01]
- [5] [online] URL <<http://www.povrchovauprava.cz/uploads/assets/casopisy/pu-2006-05.pdf>>[citováno 2010-11-04]