

Anyagvizsgálat a 21. században*

Kroó Norbert**

Bevezetés

A mögöttünk hagyott 20. században a tudomány – elsősorban a fizika és az anyagtudomány, és ennek nyomán a műszaki tudományok (elsősorban az elektronika, a számítástechnika, az informatika) – valamint a technika dinamikus fejlődése lehetővé tette olyan, korábban csak a fantázia világában létezett, eszközök és eljárások kifejlesztését, amelyek széles körű alkalmazásával egyrészt gazdaságosabban kielégíthetők a létszámában növekvő emberiség igényei, másrészt az alkalmazással szerzett pozitív és negatív tapasztalatok újabb társadalmi igényeket is ébresztenek, amelyek anyag- és energiatakarékos, a természeti környezettel harmonizáló, gazdaságilag is motivált, kielégítésére készítik az alap- és alkalmazott kutatásokat végzőket, és az eredményeket hasznosító gyártmány- és technológia-fejlesztőket.

Ugyanakkor azt is megállapíthatjuk, hogy nőtt a termékek, különösen a mikro- és ma már a nano-méretű elektromechanikai rendszerek (angol betűszóval: MEMS, NEMS), összetettsége; továbbá, megnőtt a termékek minősége és használatuk megbízhatósága, biztonsága iránti igény. A termék minőségét, használatának megbízható és biztonságos voltát pedig hitelesített ellenőrző vizsgálatokkal és mérésekkel kell alátámasztani.

Mindez együtt azt is jelenti, hogy a termék- és technológia-fejlesztéssel párhuzamosan a roncsolásos és roncsolásmentes vizsgálati, mérési és ellenőrzési módszereket és eszközöket is fejleszteni kell.

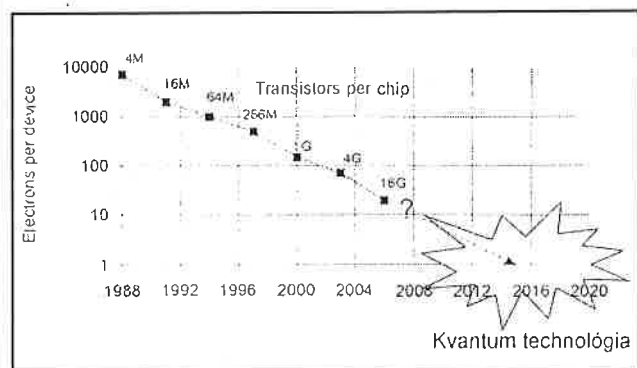
A párhuzamosan futó fejlesztések kölcsönhatásának eredménye: a korszerű mérőérzékelőkkel felszerelt, számítógéppel és szakértői szoftverrel támogatott vizsgáloberendezések. Az univerzális és speciális mechanikai vizsgálgépek mellett e tekintetben különösen szembeűnő a „hullámok” szóródásán alapuló – a technológiai sorba telepíthető és a hordozható – roncsolásmentes vizsgáloberendezések fejlődése. A korszerű ultrahang- és örvényáramú készülékekkel a keresett anyaghiányok helye, alakja és mérete ma már egyre megbízhatóbban és jól reprodukálhatóan kimutathatók és a vizsgálatok archivált eredményei egy újabb időszakos ellenőrzés eredményeivel összevethetők. De a kutatóreaktort neutronforrásként használó neutronradiográfia hazánkban is ipari alkalmazást nyert, például az abszorpciós és a kompresszoros hűtőgépek fejlesztésénél.

Mindezek ismertek az ipari anyagvizsgálatot folytató szakemberek körében, és az anyagvizsgálat tárgyú hazai szakmai rendezvények és folyóiratok témája is (lásd, pl. lapunk tematikus tartalomjegyzékét a www.anyagvizsgaloklapja.hu honlapunkon – a szerkesztő). Ezért úgy gondolom, hogy a ma még elsősorban a „makroméreték” világában jártas anyagvizsgálók körében inkább a 21. században kiteljesedő mikro- és nanoméretű termékek és gyártástechnológiáik fejlesztési, minőség-ellenőrzési és vizsgálati feladatainak megoldását szolgáló módszerekről és eszközökről adok, koránt sem teljes, rövid áttekintést.

A nanotechnológia és az anyagvizsgálat

A természet és az ember alkotta dolgok és termékek nanoméretig terjedő világában a termékek egy része nem a befoglaló mérete, hanem felületének minősége, tulajdonsága miatt érdemel figyelmet. Például, a ma már tömeggyártású PC-k winchestere tárolólemezeinek felületi

érdessége nanométer vagy az alatti kell legyen, mivel forgása közben az olvasó- és írófej néhány tized mikrométerre van a felületétől. Viszont a nagy információsűrűség kiolvasását az olvasófejben lévő, nagyon nagy mágneses ellenállású, Co-Cu-Co vékonyréteg-szerkezet teszi lehetővé. A termékek egy másik csoportjának a befoglaló mérete is nanométerekben mérhető. Például a MEMS és a NEMS rendszerekhez molekuláris méretű tranzisztorok, motorok kellene. A tranzisztorok mérete, kb. egy évtized múlva, oly mértékben csökkenhet, azaz a tranzisztorok chipenkénti száma oly mértékben megnövekedhet (a „Gordon Moore-törvény” szerint¹, 1. ábra), hogy elérheti a kvantum határt, amelynél új jelenségek lépnek fel, amelyek új működési módot és új lehetőségeket teremtenek meg többek között az informatika területén. De igény van nanoméretű anyagszemcsék előállítására is, amelyekkel, például a textilek tulajdonságai (moshatóság, golyóállóság) módosíthatók.



1. ábra. A kvantum határ felé

Mi a nanotechnológia?

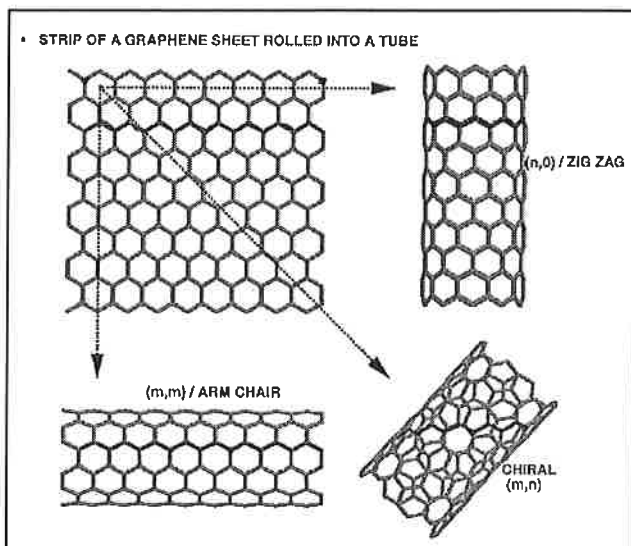
A nanotechnológia funkcionális anyagok, eszközök és rendszerek előállítása ellenőrzötten az anyagok nanométeres skáláján, valamint kihasználva az ebben a mérettartományban fellépő új (fizikai, kémiai, biológia) jelenségeket.

A szén nanocsövek (CNT) az eddig megismert tulajdonságai révén – jellemző példája – a nanotechnológia egyik sokcélú felhasználást ígérő anyagának. A CNT geometriailag egy kétdimenziós grafitréteg csőformára alakítva (2. ábra). Parányi mérete (0,5 – 10 nm átmérőjű és néhány nm – 1 μ m hosszú) és szerkezetfüggő, fémes vagy félvezető vilamos tulajdonsága alkalmassá teszi a Si-alapú elektronikai elemeknél lényegesen kisebb méretű elemek (diódák, tranzisztorok) készítésére. Ugyanakkor a CNT, a szerkezete (C–C kovalens kötése és varratmentes hexagonális hálós architektúrája) miatt, a leghajlékonyabb és a legerősebb molekuláris anyag is. Hajlításra, például megváltoznak optikai tulajdonságai, így szenzorok készítésére is alkalmas. De kiválóak a mechanikai tulajdonságai is (Yung-modulusa > 1 TPa, szilárdság/tömeg aránya az alumíniuménál 500-szor nagyobb), valamint hővezető képessége axiális irányban 3000 W/mK, radiális irányban pedig igen kicsi; azaz a CNT-ből, erősítőként használva, nagy szilárdságú kompozit, vagy hőcserélők, illetve hőgátak is készíthetők.

* A Dobogókői 2. AGY szemináriumon, 2004. június 10-én elhangzott előadás szerkesztett változata.

** A Magyar Tudományos Akadémia rendes tagja, főtitkára

¹ Az Intel egykori kereskedelmi igazgatója piaci felmérés alapján kimondta: a gyártott áramkörökben a tranzisztorok száma évente megkétszereződik.



2. ábra. A szén nanocsövek előállítási elve. Tulajdonságai a csővé formálás irányától függ

A 21. században forradalmian fejlődő nanotechnológiát megalapozó kutatások célja:

- megvalósítani az egyes atomok vagy molekulák manipulációját és
- kifejleszteni az ehhez szükséges szerelődőeszközöket (assembler), a programozott nanoszkópikus gépeket, illetve az ezek előállításához szükséges gépeket, replikátorokat.

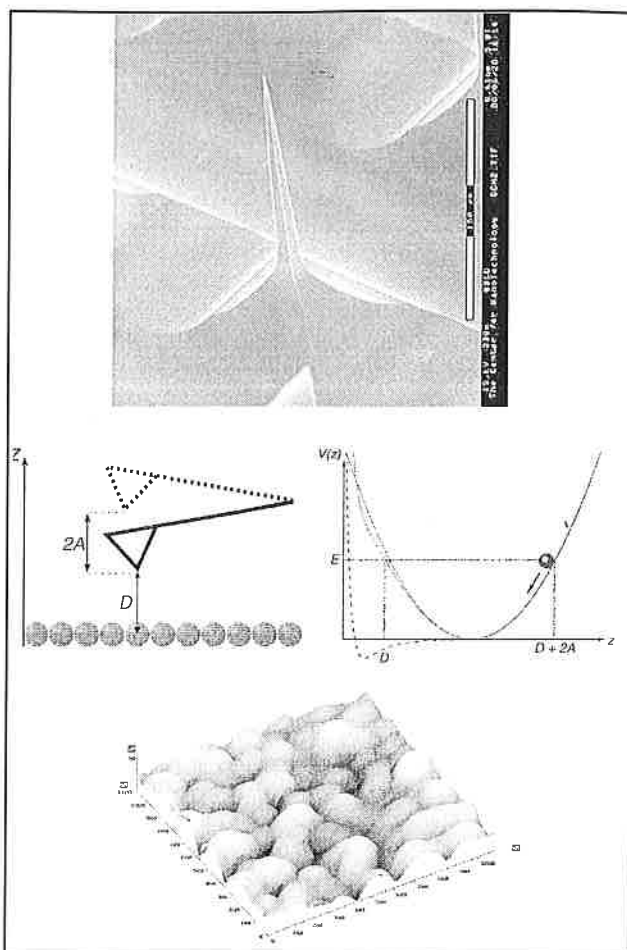
Mindezt annak érdekében, hogy egy-másfél évtizeden belül a nanotechnológia széleskörűen alkalmazható legyen többek között a számítástechnika és adattárolás, az anyagok és megmunkálásuk, az energetika és környezetvédelem, az egészségügy és orvoslás, a nemzetbiztonság, az űrkutatás feladatainak hatékony megoldásához.

Am ahhoz, hogy egyrészt megismerhessük, elleshessük a természet „nanotermék-gyártási” titkait, másrészt ellenőrizni tudjuk nanotechnológiánk termékeit és eljárásait rendelkezniünk kell az erre alkalmas vizsgálóeszközökkel és módszerekkel is. Erre lehetőséget adnak a különféle hullámhosszú és energiájú elektromágneses sugárzások és a különböző részecskeáramok (elektron, ion, neutron, proton stb.) vizsgálatcélú felhasználása.

Vizsgálati módszerek

A nanotartományban alkalmazható vizsgálati módszerek egy része már klasszikusnak módható, mint például: a kristály- és molekulaszerkezet meghatározásának röntgendiffrakciós módszere, vagy a transzmissziós és pásztázó elektronmikroszkópos módszerek. De a módszerek többsége – követve az ún. felülettudomány igényeit – az utóbbi évtizedek és a közelmúlt fejlesztéseként váltak ismertté. Például: a szerkezetkutatásban a kisenergiájú elektrondiffrakció, a téremissziós és a térionizációs mikroszkópia, a neutronok, illetve az ionok szóródásán alapuló módszerek; vagy az atomi rétegek összetételének meghatározását lehetővé tevő Auger-elektron spektroszkópia és annak pásztázó változata, amely az ionbombázás technikával kombinálva a nanométer tartományban réteganalízisre is alkalmas.

A pásztázó atomszondás módszerekről: az alagútmikroszkópiáról (STM) és az atomerő mikroszkópiáról (AFM) kiemelten kell szólni, mivel a laterális felbontásban forradalmi változást hoztak. Ezek a módszerek a képalkotáshoz a vizsgált felület atomjai és a felület felett állandó (nm nagyságrendű) távolságra (piezoelektromos vezérléssel) pásztázó mozgást végző igen hegyes fémtű közt létesülő kölcsönhatás mérhető jellemzőjének a megváltozását használja (3. ábra). Ezen az elven mára egy módszer család fejlődött ki. Ma már egyértelmű, hogy ezek az eljárások nyitották meg az utat a nanotechnológiai kutatásokhoz, mivel nemcsak arra alkalmasak, hogy a felületek szerkezetéről szolgáltatásnak információkat, hanem segítségükkel atomi léptékű manipulációk



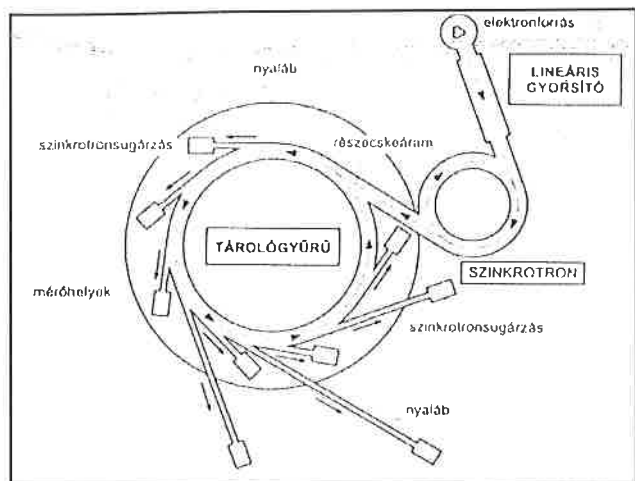
3. ábra. Az atomerő mikroszkópia felületi tulajdonságtérképezési elve

is végezhető, azaz az egyedi atomok és molekulák szándék szerint mozgathatók a felületen (lásd a címdali ábrát).

A szinkrotronsugárzás vizsgálatcélú felhasználását a felülettudomány alap kutatási céljainak elérését segítő módszerek között mindenképpen meg kell említenünk. A szinkrotronsugárzás a részecskegyorsítóban a töltött részecskék körpályán tartásának (eredetileg a nem kívánt energiavesztés) „melléktermékeként” keletkező, olyan folyamatos színekkel rendelkező elektromágneses sugárzás, amelyek hullámhossz-spektruma – eltérő intenzitással – az infravöröstől a kemény (MeV) röntgensugárzásig terjed, azaz – monokromátoron átvetve – kinyerhető belőle a legtöbb spektroszkópiai és diffrakciós vizsgálattechnika műveléséhez szükséges frekvenciájú sugárzás. Ezzel megnövelhető a már ismert módszerek teljesítő képessége. Például a szinkrotronsugárzással végzett röntgendiffrakciós szerkezetvizsgálat során a sugárzás nagyobb intenzitása miatt a mérési idő annyira lerövidül, hogy sorozatfelvételekkel a kémiai átalakulások is követhetők. Vagy, például súroló beesési szöggel végzett röntgendiffrakcióval az információ nm mélységből érkezik(!), azaz – ionbombázással kombinálva – mélység szelektív szerkezetelemzés végezhető. A nyilvánvaló előnyök miatt ezeket a vizsgálatokat ma már a kizárólag szinkrotronsugárzásra tervezett, kemény röntgensugárzásra optimált szinkrotron mellé telepített berendezésekkel végzik. Egy tipikus harmadik generációs szinkrotron² felépítését szemlélteti a 4. ábra.

A továbbiakban néhány, talán kevésbé ismert, és a hazai tudományos eredményeket is tükröző vizsgálati eljárást ismertetek.

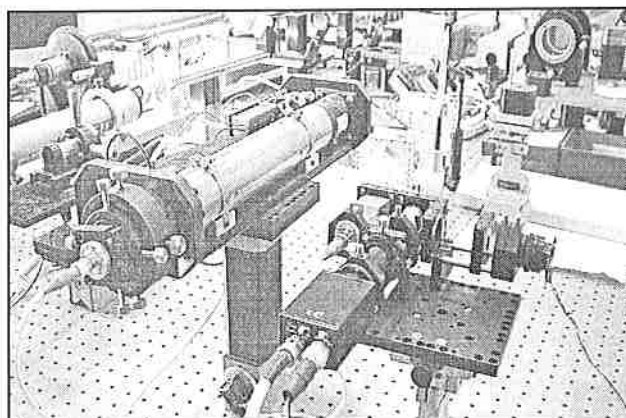
² Jelenleg három ilyen berendezés létezik: Európában a grenoble-i ESRF, Japánban az SPring-8 és Amerikában az APS.



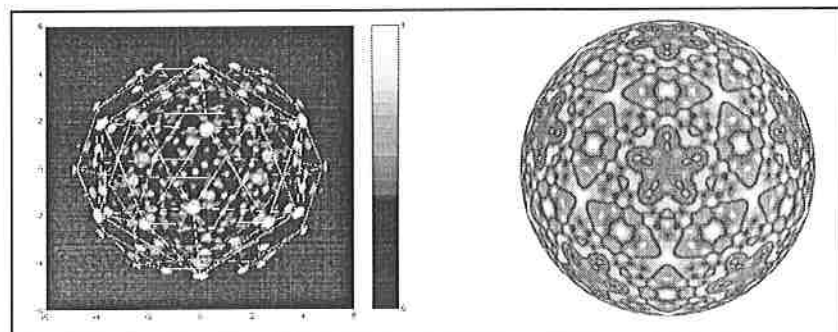
4. ábra. Egy tipikus harmadik generációs szinkrotron felépítése

Röntgen holográfia. A makroszkopikus objektumok holografikus leképezésének Gábor Dénes-i elvét a mikrovilágba Faigel Gyula és Tegze Miklós, az MTA Szilárdtestfizikai és Optikai Kutató Intézet munkatársai ültették át. Az első sikeres atomi felbontású röntgen holografikus kísérletet 1996-ban végezték el. (A megoldásig vezető gondolatokról és az

perc nagyságrendre csökkentése érdekében az atomok gerjesztéséhez szinkrotronsugárzást kell alkalmazni. Ezért a mérőrendszert szinkrotronhoz telepítették. A röntgen holográfia módszerrel különösen jól feltérképezhetők, például a különféle anyagokban, kis koncentrációban jelenlévő szennyező atomok, vagy a félvezetőkben az adalék atomok, vagy a biológiai molekulák aktív helyein ülő fématomok környezete.



7. ábra. A felületvizsgáló lézeres interferométer. A stabilizált lézert fényt száloptika vezet a mérőegységhez



5. ábra. AlPdMn kvázikristály Mn atomokon centrált hologramja (jobb oldalon) és az ebből rekonstruált atomi rend 3D-s képe (bal oldalon)

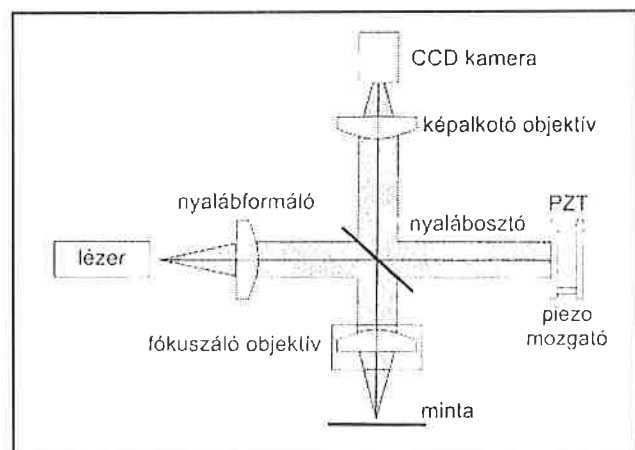
eljárás eredményeiről lapunkban is beszámoltak: 2001/1., pp. 3–5. – a szerkesztő.) Eljárásuk lényege: valamely kristályos anyagban lévő és leképezni kívánt minőségű atomokat gerjesztik és az általuk kibocsátott fluoreszcens röntgensugárzást használják a holografikus leképezéshez. Ez egy összetett ábra, hiszen valamennyi forrással, egyébként azonos hologramjának az összessége, de amelyből a 3D atomi rend rekonstruálható. Az 5. ábra AlPdMn kvázikristály Mn atomokon centrált hologramját és az abból rekonstruált 3D atomi rendet szemlélteti. A mérési idő

Nagy felbontású, lézeres interferométer.

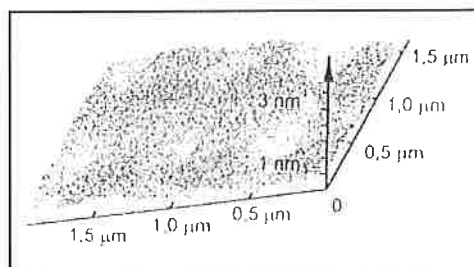
Mint említettük, már napjainkban is igény, például a tárolólemezek, vagy a vékonyrétegek felületi érdességének minőség-ellenőrzése. Ez a feladat jól megoldható a lézeres interferometria módszerrel, amelynek elve, a korszerű Twyman–Green-féle lézeres interferométer sematikus vázlatát felhasználva (6. ábra), a következő: A lézertől jövő fénysugár, megfelelő nyalábformálás után, kettéoszlik: az egyik része a referencia ágba, a másik része a mérő ágba kerül. A referencia ágban a fényhullám fázisát egy piezo-mozgató (PZT) változtatja, a mérő ágban pedig a minta felülete torzítja a ráeső fényhullám fázisfrontját. A sugarak

újraegyesülése után egy speciális CCD kamerával figyelhető meg az interferogram, amiből kiértékelhető a fázisváltozás, ebből pedig a vizsgáló felület profilja.

A nagyságrendileg tízed nanométeres transzverzális felbontást célul kitűzve sikeres fejlesztést végeztek – a nemzeti Nanotechnológia program keretében – az MTA Szilárdtestfizikai és Optikai Kutató Intézetben Czitrovszky Aladár és munkatársai. Tökéletesítve a Twyman–Green-féle felületminősítő, lézeres interferométer jelfeldolgozási módszerét, valamint elemezve a felbontást befolyásoló tényezők (pl.: a lézer hullámhossz-stabilitása, a levegő turbulenciája, a referencia fázistolás hibája, detektorjai) szerepét és hatástalanításuk módjait, olyan berendezést fejlesztettek ki (7. ábra), amellyel – a lézertény-hullám fázisának interferometrikus detektálásával – kb. 0,1 nm transzverzális felbontással végezhető mérés a felületen. A 8. ábrán a fejlesztők által készített lézertűkőr felületének, a kifejlesztett berendezéssel felvett, 3D-s topológiája látható, bizonyítva, hogy a berendezés széleskörűen alkalmazható a különlegesen



6. ábra. A Twyman–Green-féle lézeres interferométer sematikus vázlatja



8. ábra. Lézertűkőr felületének 3D-s topológiája

finom megmunkálású felületek (mikroelektronikai rétegek, memóriaegységek, optikai felületek és szálak stb.) minősítéséhez.

Közeli tér mikroszkóp. Mint ismeretes, az IC-k első generációjának minőség-ellenőrzéséhez még elegendő volt a legfeljebb 200 nm felbontóképességű fénymikroszkópok használata. Ám az elektronikai elemek méretcsökkenése gyorsan meghaladta ezt az értéket, és ma már minőség-ellenőrzésükhöz olyan mikroszkópra van szükségünk, amelynek felbontóképessége a nm tartományba van. Ehhez két út vezet:

- a képkalkotáshoz nm hullámhosszú sugárzást használni (pl.: elektromikroszkóp), vagy
- a látható fény ún. közeli terének tulajdonságát kihasználni. Ez a közeli tér mikroszkóp.

Ha a finom szerkezetű felületet látható fényvel vizsgáljuk és a felülete egyenletlenségeinek mérete a fény hullámhosszánál kisebb, akkor a jelenség a Maxwell-egyenletekkel leírható, miszerint a felületen fellépő elektromágneses térnek két komponense van: egy térben terjedő, és egy a felülethez kötött, attól távolodva exponenciálisan csökkenő térerősségű rész. Emiatt ez utóbbit evaneszcens térnek nevezzük.

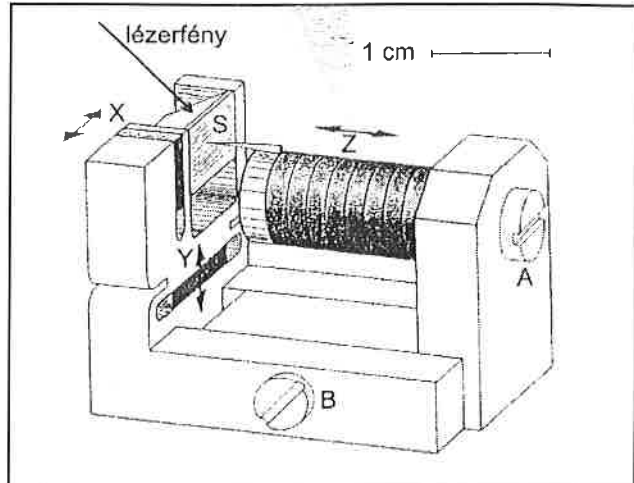
A klasszikus mikroszkópok az első komponenst használják ki. A térben terjedő (szórt) fényt a vizsgált tárgytól távol, a „távoli térben” gyűjtik össze, és így alkotnak képet. E módszer felbontóképességének szab határt a fény hullámhossza.

Az evaneszcens tér jelenléte a közeli tér mikroszkópia alapja. Ha ebbe a vizsgált felülethez közeli térbe az alkalmazott fény hullámhosszánál kisebb méretű szondát (pl.: fémtűt, kihelyezett fényvezető szálát) helyezzünk, akkor a közeli tér ezen szóródik, amit viszont már a távoli térben is detektálhatunk, mivel ez a szórt fény megőrzi az evaneszcens tér felületi szerkezetét, amely finomabb a fény hullámhosszánál. Vagy is a hullámhossz már nem korlátozza a mikroszkóp felbontóképességének. Ha ugyanis a szondát a felület mentén mozgatjuk, letapogathatjuk annak szerkezetét, és képet alkothatunk.

Fémfelületek vizsgálata esetén az evaneszcens tér létrehozásának egyik tipikus módja az ún. felületi plazmonok gerjesztése lézerfényvel. A plazmonok a fém felületén lévő vezetési elektronok kollektív mozgásához kapcsolódó elektromágneses hullámok, amelyeknek energiája megegyezik a gerjesztő fény fotonjainak az energiájával, és impulzusuk is megegyezhet a fény fotonok impulzusának a felülettel párhuzamos komponensével akkor, ha a gerjesztő fényt, megfelelő szög alatt és egynél nagyobb törésmutatójú közegen (pl. üvegen) keresztül csatoljuk a vékony fémrétegbe. Ilyenkor rezonanciaszerű erős csatolás, vagy is nagy hatásfokú felületi plazmon-gerjesztés jön létre.

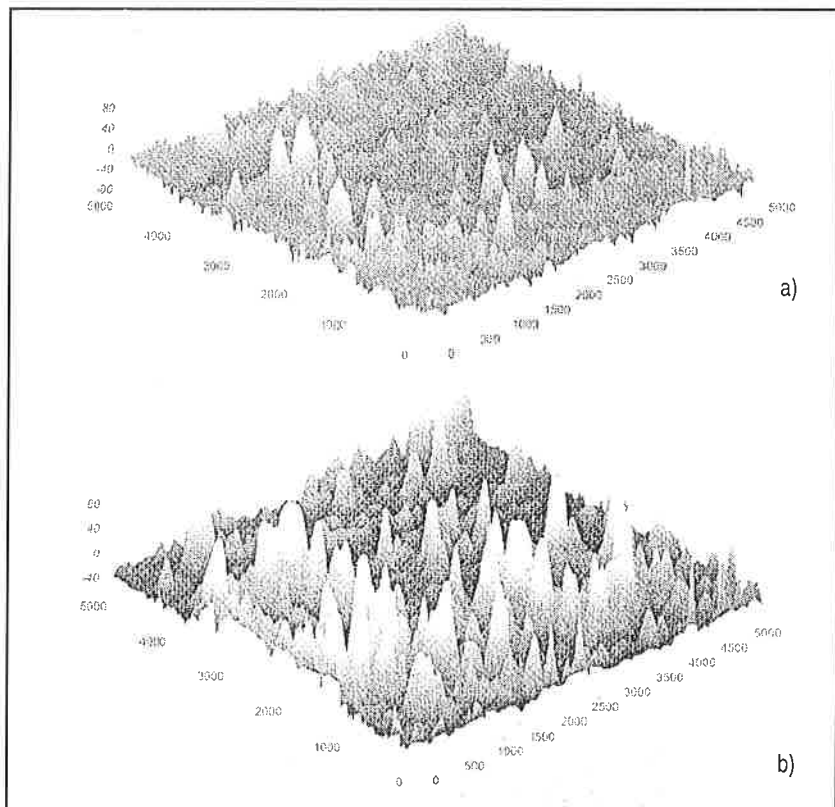
Ha a felületi plazmonok evaneszcens terét letapogató fémtű szonda egyúttal egy pásztázó alagútmikroszkóp fémtűje, amely úgy pásztázza végig a felületet, hogy a tű-felület távolság állandó marad, amit úgy érünk el, hogy a tűt tartó piezokerámia rúdra kapcsolt feszültséget úgy változtatjuk, hogy az alagútáram állandó maradjon, akkor a feszültségváltozás arányos a felület domborzatával. A pásztázó tű kirajzolja ezt a felületet, de egyúttal a közeli tér erősségnek a képét is, ami a felület fizikai állapotára jellemző kép; de a felület hőterképe is meghatározható, lényegében csak a tű hegyének geometriája által korlátozott felbontással. Ez optimális esetben akár 1 nm is lehet.

A közeli tér pásztázó alagútmikroszkóp elvi vázlatát a 9. ábra szemlélteti. Ennek az elrendezésnek, egyszerűségén túl, az a nagy előnye,



9. ábra. Közeli tér pásztázó alagútmikroszkóp elrendezési vázlat. A lézerfény az S felületen gerjeszt felületi plazmonokat, amelyeknek közeli terét x, y irányú pásztázó mozgással tapogatja le – állandó alagútáramra vezérelve – a z irányban mozgó tű.

hogy a lézerfényvel létrehozott evaneszcens tér alagútáramot gerjeszt, amelyet a mikroszkóp felerősít, azaz erősítőként is működik. Továbbá, a tű anyagának változtatásával a minta különböző felületi tulajdonságai – amelyek a felület (lokális) kilépési munkájához, termoelektromos tulajdonságaihoz stb. kötődnek – szelektíven jeleníthetők meg. Erre mutat példát a 10. ábra.



10. ábra. Egy vékony aranyrétegen létrehozott (tükör) felületi plazmonok evaneszcens terében közeli tér mikroszkóppal felvett kép (a), illetve az ezzel egyidejűleg felvett „hőmérési” térkép (b)

A közeli tér mikroszkópnak a leírton kívül több változata is létezik, amelyek a nanotechnológia alapvető fontosságú mérő- vagy minőség-ellenőrző eszközeivé, speciális esetekben pedig a technológiák fontos részeivé válhatnak. Ehhez azonban még egy sor technikai problémát kell megoldanunk.