

Procjena sastavnica mjerne nesigurnosti prostornih parametara topografije dobivenih primjenom mikroskopa atomskih sila

Turkalj, Lovro

Master's thesis / Diplomski rad

2021

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:097392>

Rights / Prava: [In copyright](#) / [Zaštićeno autorskim pravom](#).

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-17**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Lovro Turkalj

Zagreb, 2021. godina

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentorica:

prof. dr. sc. Biserka Runje

Student:

Lovro Turkalj

Zagreb, 2021. godina

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem mentorici prof. dr. sc. Biserki Runje na ukazanom povjerenju i stručnim savjetima pri pisanju rada. Također zahvaljujem mag. ing. mech. Andreju Razumiću na stručnim uputama i savjetima koji su mi pomogli u izradi rada te na pomoći tijekom provođenja eksperimentalnog dijela rada.

Zahvaljujem svojoj majci na podršci tijekom cijelog studija.

Lovro Turkalj



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za diplomske radove studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment,
inženjerstvo materijala te mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum:	Prilog:
Klasa: 602-04/21-6/1	
Ur. broj: 15-1703-21	

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **LOVRO TURKALJ** Mat. br.: 0035205449

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Procjena sastavnica mjerne nesigurnosti prostornih parametara topografije dobivenih primjenom mikroskopa atomskih sila**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Evaluation of measurement uncertainty components of areal topography parameters obtained using an atomic force microscope**

Opis zadatka:

Stanje površine na nano razini kvantitativno se opisuje površinskim parametrima topografije, također poznatim kao 3D parametri hrapavosti. Površinski parametri topografije mjere se, između ostaloga, uređajima iz skupine mikroskopa sa skenirajućim ticalom.

U radu je potrebno:

1. Provesti mjerenje amplitudnih površinskih parametara topografije primjenom mikroskopa atomskih sila (AFM) modela Oxford MFP-3D Origin koji se nalazi na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu.
2. Utvrditi utjecajne veličine na rezultat mjerenja.
3. Za odabrane utjecajne veličine procijeniti sastavnice mjerne nesigurnosti.

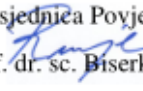
U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:
30. rujna 2021.

Rok predaje rada:
2. prosinca 2021.

Predviđeni datum obrane:
13. prosinca do 17. prosinca 2021.

Zadatak zadao:
prof. dr. sc.  Biserka Runje

Predsjednica Povjerenstva:
prof. dr. sc.  Biserka Runje

SADRŽAJ

1. UVOD.....	1
2. POVIJEST I IZUM MIKROSKOPA ATOMSKIH SILA	2
2.1. Pretražni mikroskop s tuneliranjem (engl. Scanning Tunneling Microscope - STM)	2
2.2. Mikroskop atomskih sila (engl. Atomic Force Microscope - AFM).....	3
3. IZRADA NOSAČA TICALA I TICALA	5
3.1. Materijal	6
3.2. Način izrade.....	7
3.2.1. Postupak izrade nosača i ticala direktnom metodom	8
3.2.2. Postupak izrade nosača i ticala indirektnom metodom	10
4. NAČIN RADA AFM-A	13
4.1. Van der Waalsove sile.....	14
4.1.1. Kontaktni način rada AFM-a.....	15
4.1.2. Beskontaktni način rada AFM-a	16
4.1.3. Isprekidani način rada AFM-a (engl. Tapping method).....	17
4.2. Lennard–Jonesov potencijal.....	18
5. 3D PARAMETRI HRAPAVOSTI.....	20
5.1. Amplitudni parametri	20
6. MJERNA NESIGURNOST	23
6.1. GUM metoda.....	24
6.1.1. Određivanje standardne nesigurnosti prema GUM metodi.....	24
6.1.1.1. Određivanje mjernog modela	24
6.1.1.2. Određivanje standardne nesigurnosti A – vrste.....	26
6.1.1.3. Određivanje standardne nesigurnosti B – vrste.....	27
6.1.2. Određivanje sastavljene standardne nesigurnosti.....	30
6.1.2.1. Nekorelirane (neovisne) ulazne veličine	30
6.1.2.2. Korelirane ulazne veličine.....	31
6.1.3. Određivanje proširene nesigurnosti.....	32
6.2. Metoda Monte Carlo simulacija.....	32

6.2.1. Glavne faze određivanja nesigurnosti	33
6.2.2. Provođenje prijenosa raspodjele.....	33
6.2.3. Iskazivanje rezultata.....	34
6.3. Bayesova metoda.....	34
7. EKSPERIMENTALNI DIO	36
7.1. Procjena sastavnice istrošenosti ticala.....	39
7.2. Procjena sastavnice ponovljivosti i obnovljivosti	43
7.3. Procjena sastavnice brzine skeniranja	46
7.3. Procjena sastavnice veličine skeniranog područja	49
7.4. Procjena sastavnice mjerne nesigurnosti zbog rezolucije skeniranja.....	50
8. ZAKLJUČAK.....	51

POPIS SLIKA

Slika 1. Shematski prikaz rada STM mikroskopa [4]	2
Slika 2. Slika dobivena STM mikroskopom [5].....	3
Slika 3. AFM modela <i>MFP-3D Origin</i> na Fakultetu Strojарstva i Brodogradnje.....	4
Slika 4. Prikaz hrapavosti površine profilometrom [10]	4
Slika 5. Prikaz nosača ticala i ticala na razini mikrometra [13].....	5
Slika 6. Shematski prikaz podloge, nosača ticala, i ticala [14]	5
Slika 7. Silicij (lijevo) i silicijev nitrid (desno) [19][20].....	6
Slika 8. Vrh ticala prevučen diјamantom (lijevo) i kromom (desno) [21].....	7
Slika 9. Prikaz kalupa u kojem se nalazi 400 ticala [22].....	7
Slika 10. Shematski prikaz procesa izrade ticala direktnom metodom [24]	8
Slika 11. Shematski prikaz nosača ticala i ticala s njihovim dimenzijama [24]	9
Slika 12. Shematski prikaz procesa izrade ticala indirektnom metodom [24]	10
Slika 13. Shematski prikaz načina rada AFM-a	13
Slika 14. Povećani prikaz stopala gekona [28]	14
Slika 15. Shematski prikaz rada kontaktne metode AFM-a [8]	15
Slika 16. Shematski prikaz rada beskontaktne metode AFM-a [31].....	16
Slika 17. Shematski prikaz oscilacije unutar djelovanja privlačnih sila [32].....	16
Slika 18. Prikaz utjecaja onečišćenog sloja površine na rad AFM-a [32].....	17
Slika 19. Shematski prikaz isprekidanog načina rada AFM-a [8].....	17
Slika 20. Shematski prikaz intervala rada isprekidane metode AFM-a [32]	18
Slika 21. Grafički prikaz Lennard - Jonesovog potencijala [34].....	19
Slika 22. Prikaz načina rada AFM-a ovisno o Lennard-Jonesovom potencijalu [35].....	19
Slika 23. Opis prikazivanja <i>Ssk</i> parametra [39]	21
Slika 24. 3D Prikaz određivanja <i>Sa</i> parametra [42]	22
Slika 25. Skalarna ovisnost ulaznih veličina i mjerene veličine [44].....	24
Slika 26. Vektorski odnos između ulaznih veličina i mjerene veličine [44].....	25
Slika 27. Prikaz studentova raspodjele.....	28
Slika 28. Prikaz pravokutne raspodjele	29
Slika 29. Prikaz trokutaste raspodjele	30
Slika 30. Prikaz značenja koeficijenta osjetljivosti [45]	31
Slika 31. Shematski prikaz dobivanja izlazne veličine Monte Carlo metodom.....	33
Slika 32. 2D prikaz profila površine <i>Etalona 1</i>	36

Slika 33. 3D prikaz profila površine <i>Etalona 1</i>	37
Slika 34. 2D prikaz profila površine <i>Etalona 2</i>	37
Slika 35. 3D prikaz profila površine <i>Etalona 2</i>	38
Slika 36. 2D prikaz profila površine <i>Etalona 3</i>	38
Slika 37. 3D prikaz profila površine <i>Etalona 3</i>	39
Slika 38. Prikaz pravokutne raspodjele <i>S_a</i> parametra	43
Slika 39. Prikaz pravokutne raspodjele <i>S_z</i> parametra	43
Slika 40. Prikaz pravokutne raspodjele za parametar <i>S_a</i>	48
Slika 41. Prikaz pravokutne raspodjele za parametar <i>S_z</i>	48
Slika 42. Prikaz pravokutne raspodjele za veličinu skeniranog područja 20 μm × 20 μm	49
Slika 43. Prikaz pravokutne raspodjele za veličinu skeniranog područja 100 μm × 100 μm ..	50

POPIS TABLICA

Tablica 1. Vrijednosti faktora pokrivanja za normalnu raspodjelu [44]	29
Tablica 2. 2D i 3D prikazi profila površine <i>Etalona 1</i> mjerenih starim ticalom.....	40
Tablica 3. 2D i 3D prikazi profila površine <i>Etalona 1</i> mjerenih novim ticalom	41
Tablica 4. Parametri topografije S_a i S_z za trideset ponovljenih mjerenja.....	42
Tablica 5. Formule za izračun sastavnica ponovljivosti i obnovljivosti [49].....	44
Tablica 6. 2D i 3D prikazi profila površine <i>Etalona 1</i> mjerenih na 5 različitih mjesta	45
Tablica 7. Parametri topografije S_a i S_z za pet mjernih mjesta.....	46
Tablica 8. Usporedba parametara topografije za različite brzine skeniranja [50].....	47
Tablica 9. Procjena sastavnice nesigurnosti $u(v_{scan})$	48
Tablica 10. Procjena sastavnice nesigurnosti $u(A_{scan})$	49

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
<i>A</i>	mm	Površina
<i>c_i</i>	-	Koeficijent osjetljivosti
<i>F</i>	N	Sila
<i>k</i>	-	Konstanta opruge
<i>k</i>	-	Faktor pokrivanja
<i>n</i>	-	Broj provedenih mjerenja
<i>P</i>	-	Vjerojatnost
<i>q</i>	μm	Ekperimentalna opažanja
<i>S</i>	-	Prefiks prostornog parametra profila
<i>s</i>	μm	Standardno odstupanje
<i>S_a</i>	μm	Aritmetička sredina apsolutnih odstupanja profila
<i>S_{ku}</i>	-	Oštrina hrapavosti profila
<i>S_p</i>	μm	Maksimalna visina vrha profila
<i>S_q</i>	μm	Kvadratna vrijednost odstupanja profila
<i>S_{sk}</i>	-	Asimetričnost profila
<i>S_v</i>	μm	Maksimalna dubina dola profila
<i>S_z</i>	μm	Maksimalna visina neravnina
<i>t</i>	-	Faktor Studentove t-raspodjele
<i>U</i>	μm	Proširena mjerna nesigurnost
<i>u</i>	μm	Sastavljena standardna nesigurnost mjerene veličine
<i>V_L</i>	-	Lennard-Jonesov potencijal
<i>X</i>	-	Ulazna veličina
<i>x</i>	-	Procjena ulazne veličine
<i>Y</i>	-	Mjerena izlazna veličina
<i>y</i>	-	Procjena mjerene izlazne veličine

SAŽETAK

Površinska hrapavost definira se kao mikromeometrijsko stanje površine (sveukupnost mikromeometrijskih nepravilnosti) koja uključuje kratkovalne nepravilnosti površine te je posljedica proizvodnog procesa, odnosno rezultat je postupka obrade. Mjerenje hrapavosti provodi se primjenom 2D i/ili 3D mjernih sustava.

U teorijskom dijelu rada opisani su površinski (3D) parametri topografije koji su propisani normom ISO 25178-2:2012. Površinski parametri topografije rezultat su mjerenja dobivenih primjenom mikroskopa atomskih sila (AFM), koji je opisan u radu. U radu je provedeno mjerenje amplitudnih površinskih parametara topografije te su utvrđene utjecajne veličine na rezultat mjerenja.

Mjerna nesigurnost definirana je kao parametar pridružen rezultatu mjerenja koji opisuje rasipanje vrijednosti koje se pripisuju mjernoj veličini uz određenu vjerojatnost. U radu su navedene metode za procjenu mjerne nesigurnosti, a za odabrane utjecajne veličine procijenjene su sastavnice mjerne nesigurnosti.

Ključne riječi: prostorni parametri topografije, mikroskop atomskih sila (AFM), mjerna nesigurnost

SUMMARY

Surface roughness is defined as the microgeometric condition of the surface (the totality of microgeometric irregularities) which includes shortwave surface irregularities, and is a consequence of the production process, that is a result of the processing procedure. Roughness measurement is performed using 2D and/or 3D measuring systems.

The theoretical part of the thesis describes surface (3D) parameters of topography prescribed by ISO 25178-2:2012. Surface topography parameters are the result of measurements obtained using an atomic force microscope (AFM), which is described in the thesis. Amplitude parameters of surface topography were measured, and the influences on the measurement result were determined.

Measurement uncertainty is defined as a parameter associated with the measurement result that describes the scatter of the values attributed to the measured quantity with a certain probability. The thesis present methods for estimating measurement uncertainty, and the components of measurement uncertainty are estimated for selected influential quantities.

Key words: areal topography parameters, atomic force microscope (AFM), measurement uncertainty

1. UVOD

Kada se površine proučavaju na dovoljno visokoj razlučivosti, moguće je utvrditi da su sve površine neravne [1]. Kako se razlučivost povećava, uočljivija je površinska nepravilnost. U konačnici, površinske nepravilnosti i najravnijih površina nisu glatke gledajući površinu na razini atoma i molekula.

Korištenje mikroskopskih slika visokih razlučivosti široko je rasprostranjeno u inženjerstvu, medicini, prirodnim znanostima i raznim drugim područjima. Ponekad diskontinuiteti na razini nanometra mogu igrati presudnu ulogu u funkcionalnom vijeku trajanja konstrukcija. U mnogim primjenama opisivanja materijala, kao što su to mikrostruktura i razna površinska oštećenja, zahtijevaju prostornu razlučivost na razini nanometara, pa čak i nižu.

U posljednjim desetljećima došlo je naglog razvoja tehnologije koja utječe na pojavu sve strožih zahtjeva za kvalitetom obrade površina i sve češćih ispitivanja svojstava, što rezultira potrebom razvoja mikroskopa koji imaju mogućnosti mjerenja parametara na nanometarskim razinama.

Postoje različite metode mjerenja parametara hrapavosti površine koje se mogu klasificirati u niz različitih skupina i podskupina. Glavna razlika između tih skupina je jesu li one kontaktne ili beskontaktne. Kod kontaktnih metoda dolazi do kontakta između ticala i površine uzorka, dok kod beskontaktnih metoda kontakta nema te se površina opisuje na drugi način.

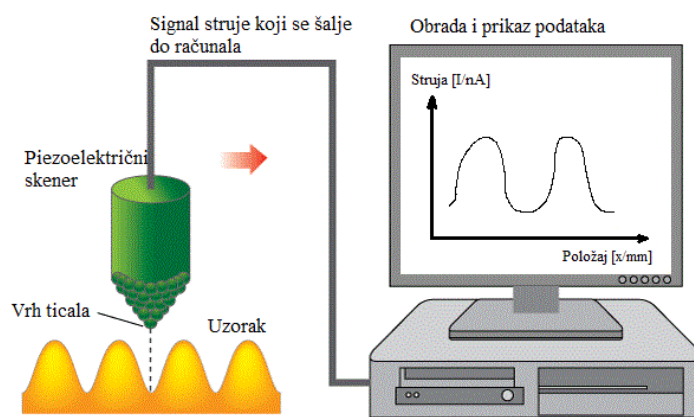
2. POVIJEST I IZUM MIKROSKOPA ATOMSKIH SILA

Kako bi se dobili odgovori na pitanja vezana uz prljanje, lijepljenje, onečišćenje površine, korozije, hrapavosti, topografije, morfološke slike površine, analize raznih kvarova, kemijskih i bioloških značajki i električnih i mehaničkih svojstava na jako tankim materijalima, potrebna je napredna tehnologija koja može dati odgovore na širok spektar pitanja. Rijetko koja analitička metoda može obuhvaćati sve odgovore na pitanja. To je dovelo do razvoja posebne grane mikroskopa koja opisuje sliku površine pomoću ticala - mikroskopija skenirajućim ticalom (engl. *Scanning Probe Microscopy* - SPM) [2].

SPM mikroskopi razvijeni su 1980-ih godina kako bi se riješio problem elektronskih mikroskopa, a to je ograničena razlučivost u okomitom smjeru, to jest pokušaj 3D prikaza [3]. Glavna razlika nad optičkim i elektronskim mikroskopima je ta što se SPM ne sastoji od izvora svjetlosti i leća. SPM koristi ticalo oštrog vrha koje skenira površinu uzorka i tim kontaktom stvara se slika topografije površine i opisuju se određena svojstva promatranog uzorka.

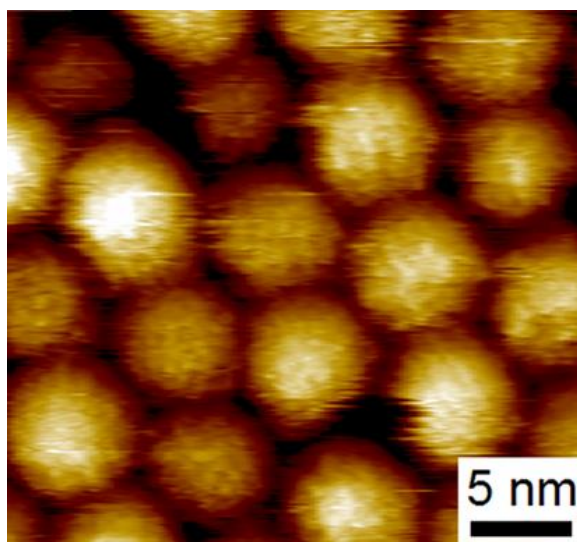
2.1. Pretražni mikroskop s tuneliranjem (engl. *Scanning Tunneling Microscope* - STM)

STM je vrsta mikroskopa koji se koristi za snimanje površina na atomskoj razini. Izumili su ga Gerd Binnig i Heinrich Rohrer 1981. godine te su tim izumom bili nagrađeni Nobelovom nagradom iz fizike 1986. godine [4]. Način rada se temelji na tome da se vrh ticala približi površini koja se ispituje, pušta se prednapon, i taj prednapon između vrha ticala i površine uzorka omogućuje elektronima da prolaze kroz vakuum razdvajajući ih [1]. Informacije se prikupljaju praćenjem struje, i najčešće se prikazuju u obliku slika. Izuzetno je izazovna tehnika jer zahtijeva čistoću površine, oštar vrh ticala, skupu elektroniku i izvrsnu izolaciju od bilo kakvih vibracija. Slika 1. prikazuje pojednostavljeni princip rada STM mikroskopa.



Slika 1. Shematski prikaz rada STM mikroskopa [5]

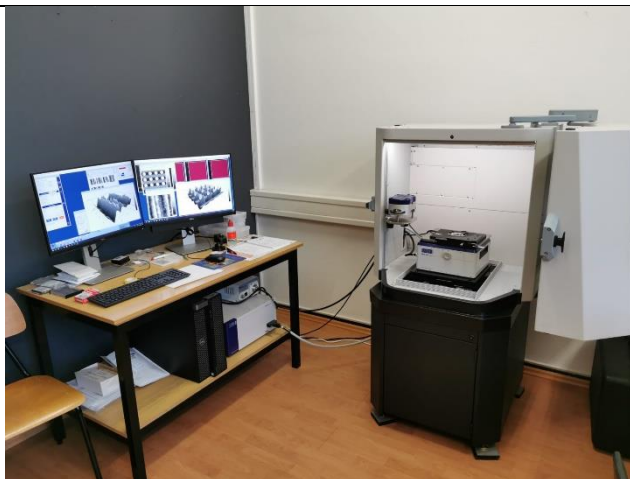
Iako STM daje sliku topografije površine promatranog uzorka na razlučivosti pojedinih atoma, u samim počecima rada ove vrste mikroskopa bilo je jasno da uzorci moraju imati dobru i stabilnu provodnost struje kako bi se njihove površine mogle snimati [1]. Kako bi se ovaj problem riješio, znanstvenici su našli drugi pristup kako dobiti sliku topografije površine i ostala tražena svojstva. Slika 2. prikazuje sliku čestica fenil oktana na nanometarskoj razini koja se dobila pomoću STM-a.



Slika 2. Slika dobivena STM mikroskopom [6]

2.2. Mikroskop atomskih sila (engl. Atomic Force Microscope - AFM)

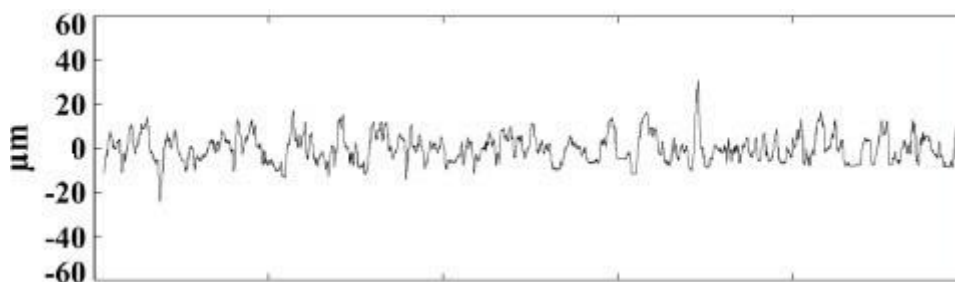
Znanstvenici Calvin Quate, Gerd Binnig i Christoph Gerber 1986. godine po prvi puta predstavljaju AFM (engl. *Atomic Force Microscope*) [7]. Njegov način rada zasniva na malim površinskim silama koje djeluju između vrha ticala i promatrane površine uzorka [8]. Te sitne površinske sile prisutne su svugdje, samo zbog njihovih malog iznosa čovjek ih ne može osjetiti. Zbog drugačijeg pristupa koji ne ovisi o električnoj provodnosti promatranog uzorka, moguće je promatrati površine bilo kakvih uzoraka, od najtvrdih poput keramike i čelika, do najmekših poput živih stanica, što mu uvelike proširuje spektar područja rada i u to vrijeme dovodi do velikog otkrića. AFM je tehnika koja se koristi za snimanje lokalnih površinskih karakteristika s velikom razlučivošću i preciznošću [9]. To je nerazorna analitička metoda koja se može koristiti u zraku, tekućini ili vakuumu [10]. Najčešće se koristi za dobivanje 3D informacija oblika površine, no moguće je dobiti i razna druga svojstva površina. Slika 3. prikazuje AFM koji se nalazi na Fakultetu Strojарstva i Brodogradnje pomoću kojega su provedena mjerenja.



Slika 3. AFM modela MFP-3D Origin na Fakultetu Strojарstva i Brodogradnje

Na slici modela AFM-a mogu se vidjeti svi dijelovi koji se koriste za prikaz topografske slike površine. S desne strane nalazi se kućište AFM-a koje se sastoji od komore u kojoj se provode mjerenja, skenera koji provodi mjerenja, podloge na kojoj se provodi mjerenje i na kojem se nalazi promatrani uzorak i vibracijske izolacije kako ne bi došlo do vanjskih utjecajnih grešaka. S lijeve strane moguće je vidjeti računalo na koje dolaze dobivene informacije o topografiji površine i pomoću softverskih programa dolazi do stvaranja 2D i 3D prikaza topografije površine, kao i određenih 3D površinskih parametara hrapavosti.

Potrebno je napomenuti da AFM nije prvi instrument koji je funkcionirao na način opisivanja površine ticalom. Prethodnik mu je bio profilometar koji opisuje topografiju površine kontaktom između vrha ticala i promatrane površine uzorka i povlačenjem uzduž površine. Slika 4. prikazuje u kojem se obliku dobiva informacija hrapavosti površine.

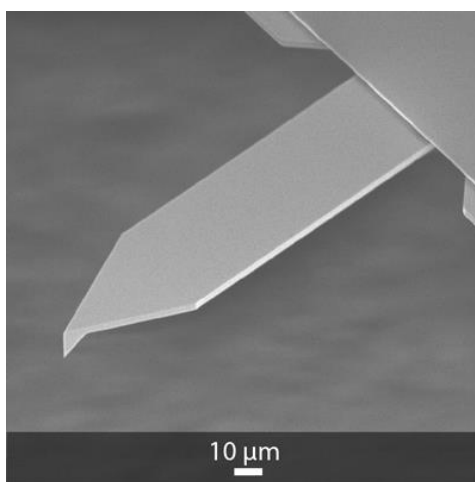


Slika 4. Prikaz hrapavosti površine profilometrom [11]

Glavni nedostatak ove metode je moguće savijanje ticala koje je rezultat prevelikih horizontalnih sila koje ticalo ne može podnijeti. Time se istovremeno dovodi u opasnost ticalo i promatrana površina.

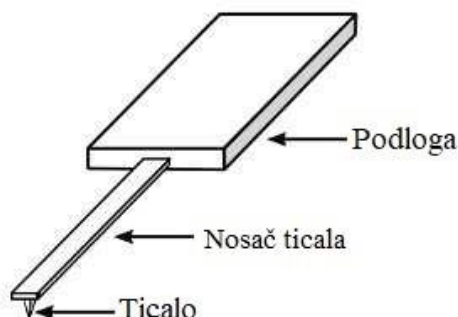
3. IZRADA NOSAČA TICALA I TICALA

Da bi se dobila slika pojedinih atoma, potrebne su komponente iznimno malih veličina. U to se ubraja i nosač ticala koji na svom vrhu ima ticalo koje prati putanju površine uzorka i opisuje ju. Ove komponente se izrađuju pomoću mikro-elektro-mehaničkih sustava (engl. *Micro-electro-mechanical systems*). To su komponente veličine između 1 i 100 mikrometara [12]. U teoriji bi ticalo trebalo biti vrlo dugotrajno, no u praksi često dolazi do trošenja vrha ticala zbog kontakta s površinom. S druge strane, zamjena ticala nije dugotrajna, ali se treba uzeti u obzir i cijena ticala koja iznosi od par stotina do par tisuća eura [13].



Slika 5. Prikaz nosača ticala i ticala na razini mikrometra [14]

Dio na koji se nosač ticala nastavlja naziva se podloga. Sva komercijalno dostupna, normom propisana ticala imaju podlogu istih dimenzija kako bi se lakše koristili i drugi nastavci različitih proizvođača bez komplikacija. Slika 5. i Slika 6. prikazuju nosač ticala i ticalo, samo zbog pojednostavljenja Slika 6. prikazuje shematski prikaz kako bi se lakše podijelile komponente cijelog ticala



Slika 6. Shematski prikaz podloge, nosača ticala, i ticala [15]

Postoji širok spektar različitih ticala na tržištu, od skupljih do jeftinijih, ovisno o obliku, vrsti materijala promatranog uzorka i o načinu rada AFM-a.

Geometrijski oblik ticala presudan je za krajnju kvalitetu slike. Sve slike i informacije dobivene mikroskopom atomskih sila ovisne su u geometriji i veličini ticala jer ticalo je dio koji se giba u odnosu na površinu i opisuje ju.

3.1. Materijal

U početku rada AFM-a otkriveno je da bi najbolji materijali za izradu nosača i vrha ticala bili silicij i silicijev nitrid (Si_3N_4) [16]. Nosač ticala i samo ticalo ne moraju nužno biti izrađeni od istog materijala. Korištenjem AFM-a s ovim materijalima osigurava se da se na vrhu ticala ne skuplja elektrostatički naboj koji rezultira lošom kvalitetom i deformiranjem slike [17].

Silicij je drugi najzastupljeniji element na svijetu koji se koristi za izradu računalnih čipova i ostalih mikrokomponentata. Glavni je sastojak visokotehnološkog svijeta gdje se najčešće koristi u obliku poluvodiča [18].

Silicijev nitrid (Si_3N_4) kemijski je spoj silicija i dušika te je termodinamički najstabilniji od ostalih silicijevih nitrida [19]. Materijal je skup zbog svoje kompleksnosti dobivanja, ali zbog toga ima odlična svojstva u specijalnim primjenama, poput izrade ticala. Najčešće se koristi u automobilskoj industriji za dijelove motora i ležajeva. Slika 7. prikazuje rudu silicijevog nitrida i krajnje komponente koje se mogu dobiti iz nje.

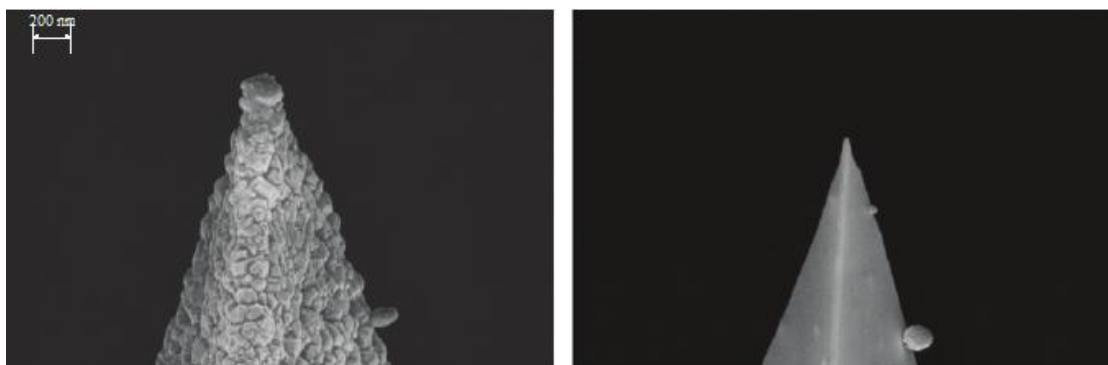


Slika 7. Silicij (lijevo) i silicijev nitrid (desno) [20][21]

Nosači ticala i ticala koji su izrađeni od silicijevog nitrida imaju veća zaostala naprezanja od silicija zbog načina izrade. Zbog toga komponente izrađene od silicija imaju manju sklonost savijanju. Ticala izrađena od silicijevog nitrida mogu biti tanja, no nemaju dobru mogućnost obrade vrhova te se može zaključiti da silicijev nitrid ima bolju savitljivost,

dok je silicij puno precizniji i oštrij [17]. No, ovisno o načinu rada i materijalu promatrane površine, korištenjem oba materijala postižu se najbolje izvođenje rada AFM-a.

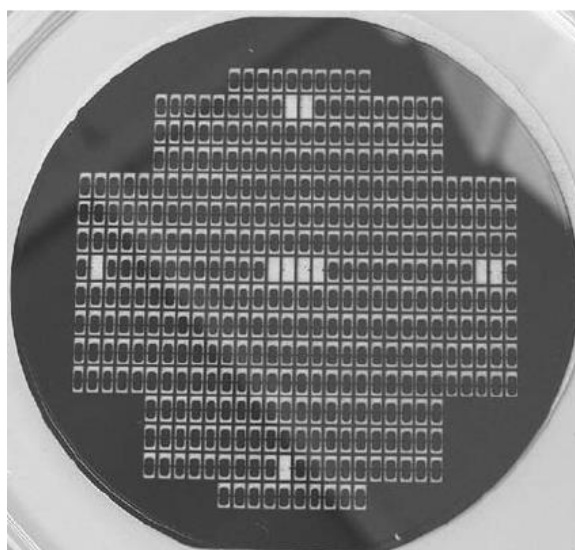
Ponekad, u rijetkim slučajevima koriste se nosači ticala i ticala izrađeni od volframa i nikla [17]. Bitno je spomenuti da se vrh ticala može prevlačiti, ovisno o zahtjevima i informacijama koje su potrebne. Moguće ga je prevlačiti metalima poput kobalta i platine kako bi se mogla mjeriti električna i magnetna svojstva, ili zlatom kako bi se dobila određena kemijska i biološka svojstva promatrane površine uzorka [16]. Slika 8. prikazuje vrh ticala koje je prevučeno različitim prevlakama.



Slika 8. Vrh ticala prevučen dijamantom (lijevo) i kromom (desno) [22]

3.2. Način izrade

S ciljem dobivanja funkcionalnog ticala potrebno je izabrati dobar materijal i dobiti što oštrij vrh ticala. Proizvodnja je masovna, što znači da se odjednom proizvede par stotina ticala. To se radi u kalupima određenih dimenzija, iz kojih se dobiva velik broj ticala. Slika 9. prikazuje kalup u kojem se izrađuje veliki broj ticala.

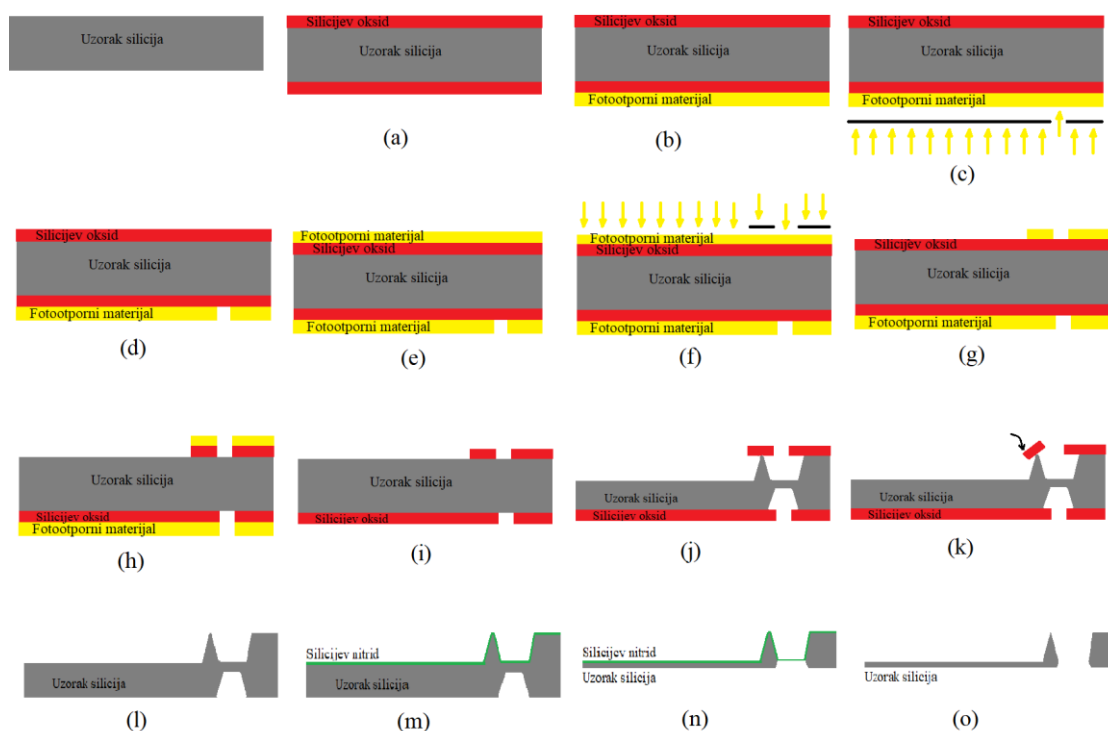


Slika 9. Prikaz kalupa u kojem se nalazi 400 ticala [23]

Kroz povijest korištenja AFM-a koristile su se dvije metode izrada ticala, a to su indirektna i direktna [24]. Indirektna metoda prva je metoda koja se koristila za izradu ticala, no ona se koristi kada su potrebni drugi materijali za ticala, za neke specifične i rijetke primjene. Usporedbom ticala dobivenog indirektnom i direktnom metodom zaključeno je da je vrh ticala izrađen direktnom metodom znatno oštrije što je jedno od najbitnijih svojstava, samim time se direktna metoda i češće koristi. Kako se u prijašnjem poglavlju odredio najbolji materijal za izradu ticala, nije potrebna svestranost materijala koja opisuje glavnu značajku indirektna metode.

3.2.1. Postupak izrade nosača i ticala direktnom metodom

Slika 10. prikazuje cijeli postupak izrade ticala direktnom metodom koji se provodi na materijalu ticala.

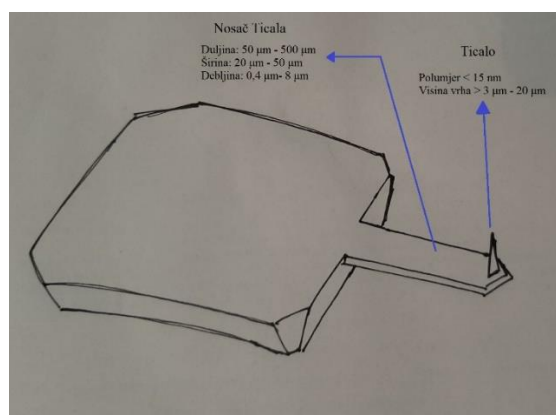


Slika 10. Shematski prikaz procesa izrade ticala direktnom metodom [25]

- (a) Prvi korak izrade ticala je oksidacija površine materijala. Time se na površini dobije sloj silicijevog dioksida.
- (b) Prevlčenje silicijevog dioksida fotootpornim materijalom s donje strane. To je vrsta materijala koja je osjetljiva na svjetlost i na nanesej površini stvara sloj prevlake [26].
- (c) Dolazi do procesa fotolitografije. To je postupak koji se koristi u izradi i oblikovanju jako sitnih dijelova s tankim prevlakama [27]. Ovim procesom se opisuje oblik stražnjeg dijela nosača ticala.

- (d) Razvijanje fotootpornog materijala na mjestu gdje je proces fotolitografije djelovao.
- (e) Prevlačenje silicijevog dioksida fotootpornim materijalom s gornje strane.
- (f) Dolazi do procesa fotolitografije na određenim mjestima fotootpornog materijala.
- (g) Razvijanje fotootpornog materijala na mjestu gdje je proces fotolitografije djelovao.
- (h) Mokro izotropno nagrizanje silicijevog dioksida.
- (i) Otapanje fotootpornog materijala.
- (j) Mokro anizotropno nagrizanje silicija kalijevim hidroksidom koje se u literaturi još nalazi pod skraćenicom KOH. KOH je nagrizajuće sredstvo koje se koristi za nagrizanje silicija [28].
- (k) Mokro anizotropno nagrizanje silicija KOH-om. Vrh ticala se formira kada nestane oksidni sloj s njega.
- (l) Mokro izotropno nagrizanje silicijevog dioksida.
- (m) Postavljanje sloja silicijevog nitrida (Si_3N_4) na stranu nosača ticala gdje se ticalo nalazi zbog zaštite.
- (n) Mokro anizotropno nagrizanje silicija KOH-om. Ovaj korak služi smanjenju debljine nosača ticala
- (o) Mokro izotropno nagrizanje silicijevog nitrida.

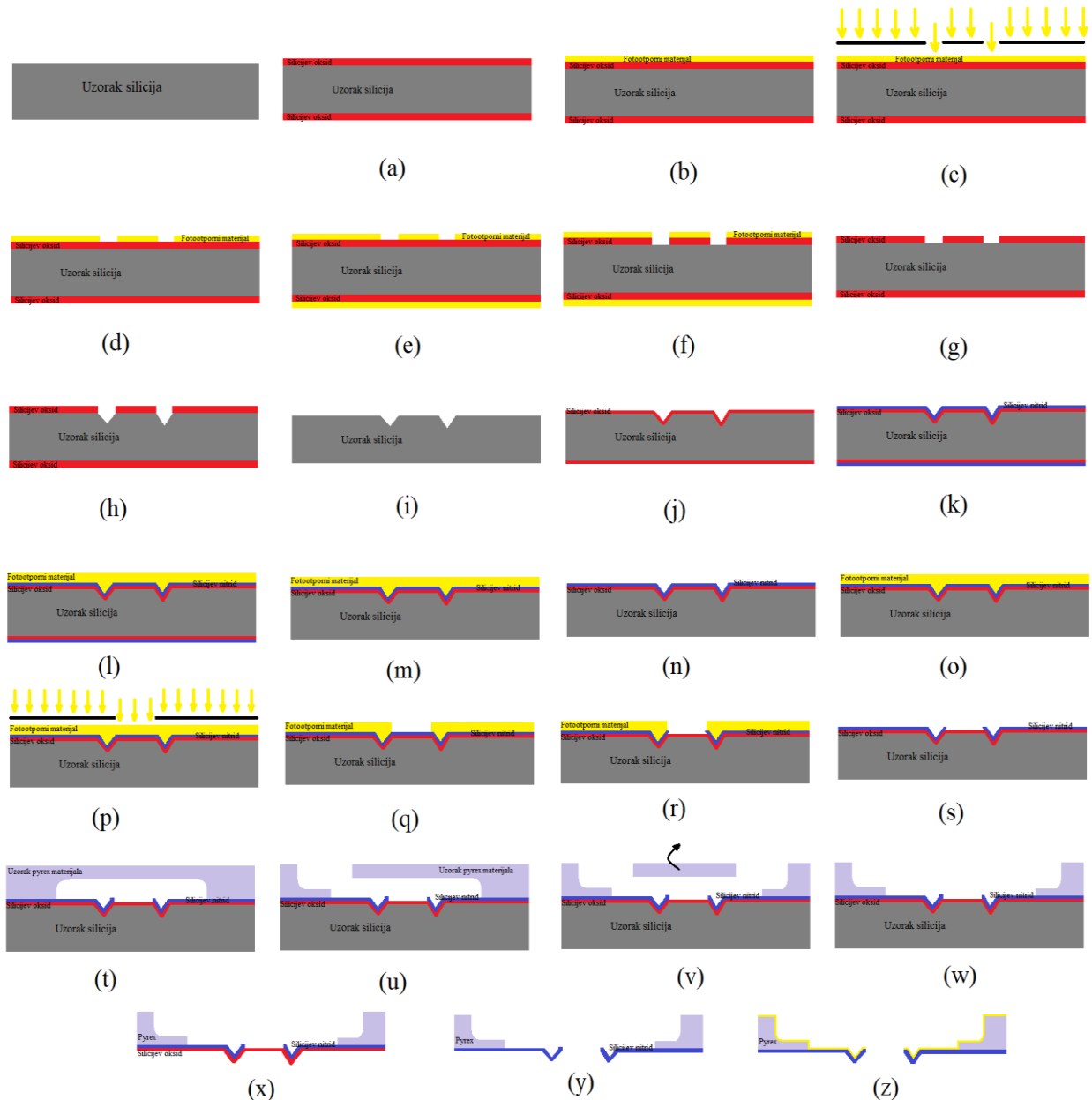
Bitna prednost direktne metode izrade ticala je njena jednostavnost u odnosu na indirektnu metodu, niska cijena i oštrina vrha ticala. Što je vrh oštiji, dobiva se bolja razlučivost i točnost slike. Ticala koja se proizvedu direktnom metodom mogu se koristiti u sva tri načina rada AFM-a. Potrebno je napomenuti da se ova metoda provodi samo za silicij, zbog kemikalija koje se koriste za njegovo nagrizanje. Problem ove metode je otežano kontroliranje mokrog nagrizanja. Slika 11. prikazuje dimenzije nosača ticala i ticala dobivene direktnom metodom.



Slika 11. Shematski prikaz nosača ticala i ticala s njihovim dimenzijama [25]

3.2.2. Postupak izrade nosača i ticala indirektnom metodom

Ova metoda u literaturi može se još pronaći pod nazivom neizravne metoda. Ovaj postupak izrade prvi je put predstavljen 1990. godine. Postupak izrade ticala od nitrida i pyrex materijala, od kojih se najčešće proizvode ticala indirektnom metodom. Crvena boja označava silicijev dioksid, žuta boja označava fotootporni materijal, plava boja označava silicijev nitrid te blago ljubičasta označava pyrex materijal. Slika 12. prikazuje cijeli postupak izrade ticala indirektnom metodom. *Slika 12*



Slika 12. Shematski prikaz procesa izrade ticala indirektnom metodom [25]

- (a) Oksidacija površine materijala s obje strane kako bi se dobio silicijev dioksid.
- (b) Prevlačenje silicijevog dioksida fotootpornim materijalom s gornje strane.
- (c) Odvijanje procesa fotolitografije s gornje strane na fotootporni materijal.
- (d) Razvijanje fotootpornog materijala na mjestu gdje je proces fotolitografije djelovao.
- (e) Prevlačenje silicijevog dioksida fotootpornim materijalom s donje strane.
- (f) Nagrizanje oksida mješavinom amonijevog fluorida i fluorovodične kiseline koja se još naziva BHF. BHF se koristi za uklanjanje tankih slojeva silicijevog dioksida i nitrída.
- (g) Uklanjanje fotootpornog materijala acetonom ili izopropanolom.
- (h) Narezivanje uzorka silicija KOH-om na mjestima procesa fotolitografije.
- (i) Potpuno uklanjanje oksida s površine uzorka silicija BHF-om.
- (j) Ponovna oksidacija gornje i donje strane uzorka silicija.
- (k) Taloženje silicijevog nitrída na oksidni sloj.
- (l) Prevlačenje silicijevog nitrída fotootpornim materijalom na gornjoj strani. On služi kako bi se zadržao sloj oksida i nitrída na gornjoj površini uzorka silicija.
- (m) Uklanjanje silicijevog nitrída i oksida s donje strane.
- (n) Uklanjanje fotootpornog materijala acetonom ili izopropanolom.
- (o) Ponovno prevlačenje silicijevog dioksida fotootpornim materijalom s gornje strane.
- (p) Odvijanje procesa fotolitografije s gornje strane na fotootporni materijal.
- (q) Razvijanje fotootpornog materijala na mjestu gdje je proces fotolitografije djelovao.
- (r) Na mjestu gdje je proces fotolitografije djelovao dolazi do suhog nitrídnog nagrivanja.
- (s) Uklanjanje fotootpornog materijala acetonom ili izopropanolom.
- (t) Dodavanje pyrex materijala na gornju površinu uzorka u predviđenom obliku.
- (u) Stvaranje anodne veze između silicija i pyrex materijala i na taj način dolazi do međusobnog povezivanja.
- (v) Rezanje pyrex materijala u određeni oblik .
- (w) Uklanjanje srednjeg dijela pyrex materijala, tim korakom pyrex ostaje samo na krajevima.
- (x) Potpuno nagrivanje uzorka silicija s donje strane KOH-om.
- (y) Nagrivanje oksida BHF-om.
- (z) Mogućnost nanošenja tankog premaza zlatom u svrhu laserskog odbljeska.

Zadnji korak nije nužno potreban te se može reći da predzadnji korak prikazuje konačan nosač s ticalom. Ako bi usporedili postupke direktne i indirektno metode, može se vidjeti da indirektna metoda ima znatno veći broj koraka kako bi se došlo do izrade ticala te je samim time i kompleksnija.

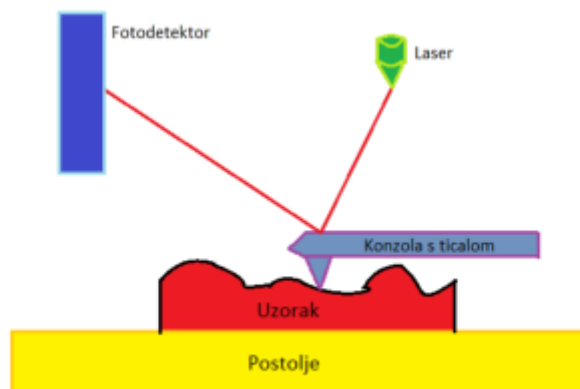
Glavna prednost ove metode je fleksibilnost odabira materijala za izradu nosača ticala i samog ticala. Najčešće se proizvode ticala od nitrida zbog svoje robusnosti i čvrstoće kako bi se mogle opisivati površine čvrstih uzoraka kontaktnom metodom. Kao prednost ove metode može se uzeti zaštita vrha ticala tijekom izrade, jer se nalazi u zaštićenom kalupu sve do zadnjeg koraka i time se smanjuje rizik od puknuća ili loma vrha ticala. Također se mogu ticala mogu izrađivati od materijala koji imaju dobru električnu vodljivost, i time se mogu koristiti i kod AFM-a i STM-a.

4. NAČIN RADA AFM-A

Iako AFM, kao i svi ostali svjetlosni mikroskopi, daje povećanu sliku uzorka, razlikuje se od njih zbog toga što ne zahtijeva svjetlost. Umjesto svjetlosti koristi se nosač na kojem se nalazi ticalo s kojim se stvara slika površine uzorka. AFM može raditi na više načina koji ovise o odnosu između vrha ticala i površine uzorka. Najčešći načini rada AFM-a su [1]:

- Kontaktna metoda
- Beskontaktna metoda
- Isprekidani način rada (engl. *Tapping method*)

Kod sva tri načina rada dolazi do otklona nosača ticala, koja ovisi o silama između ticala i promatrane površine uzorka. Kako se nosač ticala pomiče, laserski snop udara u vrh nosača i odbija se na fotodetektor koji bilježi pomak nosača ticala, i na taj način dobiva informacije o trodimenzionalnom obliku površine [1]. Slika 13. prikazuje pojednostavljeni način rada AFM-a.



Slika 13. Shematski prikaz načina rada AFM-a

Kada se vrh ticala približi uzorku na određenu udaljenost, dolazi do pojave djelovanja velikog broja malih sila između ticala i površine uzorka. Neke sile su jače i bitnije, dok su druge slabije i ne utječu na kvalitetu slike AFM-a. Tu pojavu i promjenu sila vrh ticala osjeti i počinje reagirati u ovisnosti s njima i na taj način dolazi do otklona nosača ticala preko koje se očitava površina promatranog uzorka.

4.1. Van der Waalsove sile

Van der Waalsove sile su sile koje ovise o udaljenosti između atoma i molekula. Nastaju na jako bliskim udaljenostima i nestaju na većim udaljenostima. Iako su slabije od kemijskih veza, na nanometarskim razinama imaju izuzetno bitan utjecaj. Osim što imaju važnu ulogu u procesima adhezije, kohezije i trenja, ujedno su i najutjecajnije sile između površine uzorka i ticala kod rada AFM-a.

Slika 14. prikazuje najpoznatiji primjer koji opisuje primjenu van der Waalsovih sila, a to je hodanje gekona po zidovima, koji su ujedno najveća porodica guštera.. Zbog male težine gekona i njihovog oblika stopala koja izgledaju poput sitnih resica omogućuju penjanje po vertikalnim površinama.



Slika 14. Povećani prikaz stopala gekona [29]

Pojava ovih sila rezultat je prijelaznog pomaka gustoće elektrona. Gustoća elektrona može se pomaknuti na određenu stranu jezgre, i time stvara prijelazni naboj. Prijelazni naboj utječe na susjedni atom, i može djelovati na njega privlačno ili odbojno. Postoje određeni intervali udaljenosti u kojima van der Waalsova sila djeluje privlačno i odbojno. Ako je udaljenost između dva atoma veća od 0,6 nm, sila nije toliko jaka i teško se uočava. No, ako je udaljenost između atoma manja od 0,4 nm, sila postaje odbojna [30].

4.1.1. Kontaktni način rada AFM-a

Kontaktni način prvi je način rada AFM-a, koji je ujedno i najjednostavniji za koristiti. Kontaktni način rada bio je osnova za razvoj ostalih metoda što znači da je u potpunosti bilo potrebno razumijevanje procesa. Ovom metodom moguće je dobiti slike topografije površine visoke razlučivosti te je ujedno i najbrža metoda rada AFM-a. Kao što i sam naziv govori, dolazi do kontakta između vrha ticala i promatrane površine uzorka.

Kada se vrh ticala približava površini uzorka, na ticalo počinju djelovati privlačne van der Waalove sile. Ticalo postaje nestabilno i dolazi do progiba samog nosača te se zbog privlačnih sila stvara kontakt ticala i površine. Kako se ticalo giba po površini uzorka, režim van der Waalovih sila se mijenja. Ticalo određenom silom potiskuje površinu uzorka, i zbog toga dolazi do stvaranja odbojnih van der Waalovih sila u suprotnom smjeru. Zbog pojave odbojnog režima djelovanja van der Waalovih sila, moguće je oštećenje vrha ticala i same površine promatranog uzorka. Također, može doći do pojava bočnih sila zbog gibanja ticala po površini.

Detektor nadgleda otklon nosača i ticala, i ako je taj podatak poznat, jakost sile izračunava se pomoću Hookeovog zakona čija formula glasi [31]:

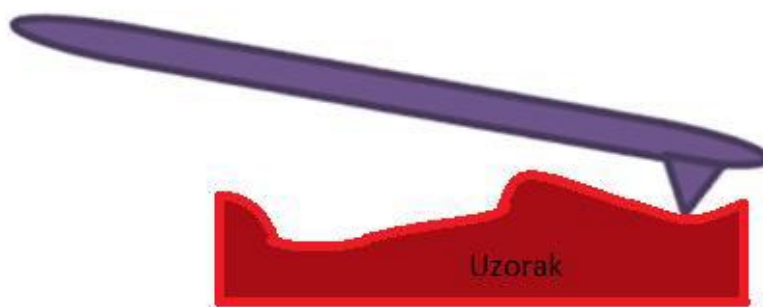
$$F = -k \cdot x \quad (1)$$

F – sila između površine uzorka i ticala

k – konstanta opruge

x – otklon (progib) nosača ticala

Slika 15. prikazuje pojednostavljeni shematski prikaz rada kontaktne metode AFM-a.



Slika 15. Shematski prikaz rada kontaktne metode AFM-a [9]

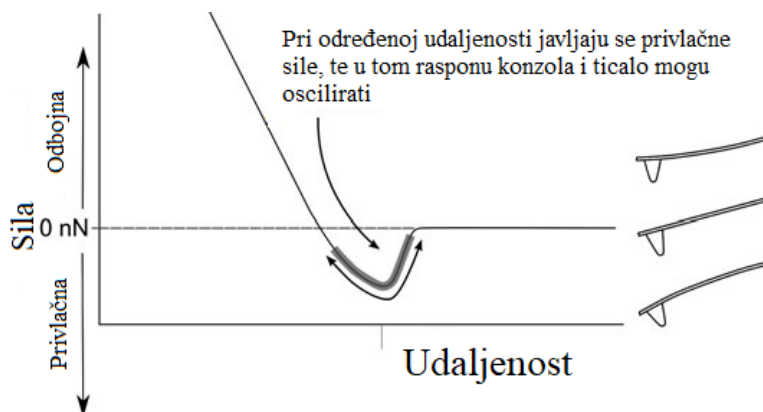
4.1.2. Beskontaktni način rada AFM-a

Beskontaktnim načinom rada AFM-a ne dolazi do kontakta ticala i površine uzorka. U ovom načinu rada nosač s ticalom zajedno oscilira s određenom amplitudom. Oscilacija je malo iznad rezonantne frekvencije. Pri rezonantnoj frekvenciji amplituda sustava doseže svoj maksimum ili minimum. Amplituda titranja ticala kod beskontaktna metode iznosi oko 10 nm [9]. Slika 16. prikazuje kojom putanjom bi se ticalo kretalo beskontaktnom metodom.



Slika 16. Shematski prikaz rada beskontaktna metode AFM-a [32]

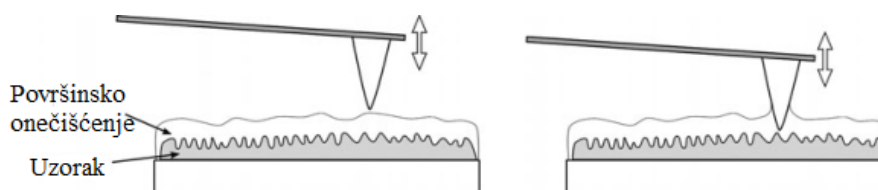
Kada se oscilirajući vrh ticala približi površini uzorka, dolazi do pojave privlačnih van der Waalsovih sila koje prigušuju oscilaciju i samu amplitudu osciliranja nosača i ticala. Da bi došlo do pojave privlačnih van der Waalsovih sila, udaljenost između vrha ticala i promatranog uzorka je od 0,1 nm do 10 nm [9]. Nosač s ticalom se održava na istoj udaljenosti, i praćenjem promjene amplitude se dobiva površinska slika uzorka. Slika 17. prikazuje ovisnost udaljenosti ticala od promatranog uzorka o djelovanju privlačnih i odbojnih sila.



Slika 17. Shematski prikaz oscilacije unutar djelovanja privlačnih sila [33]

Beskontaktnom metoda najbolje radi u vakuumu, zbog toga što njen rad ovisi u van der Waalsovima silama i površina uzorka mora biti pripremljena kako bi se maknuo površinski sloj

onečišćenja, jer taj sloj u prirodi je inače puno deblji od raspona djelovanja privlačnih van der Waalsovih sila [Slika 18].



Slika 18. Prikaz utjecaja onečišćenog sloja površine na rad AFM-a [33]

Takvi slojevi postoje na velikoj većini uzoraka u zraku i atmosferi. No, ovaj način rada široko je primjenjiv od najtvrdih do najmekših materijala.

4.1.3. Isprekidani način rada AFM-a (engl. Tapping method)

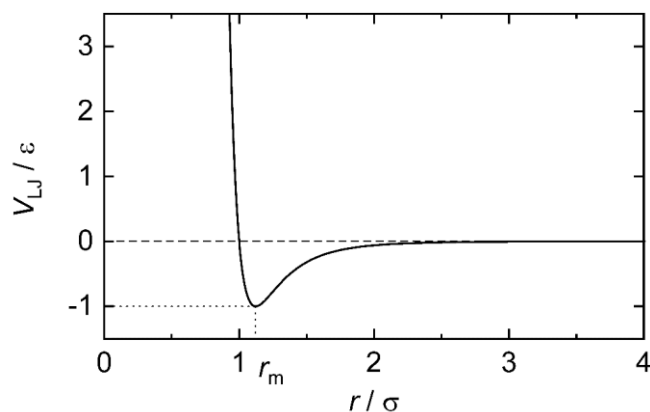
Ovaj način rada nastao je kako bi se prevladala ograničenja koja se javljaju kod kontaktne i beskontaktne metode. Ustanovilo se da se dobivaju znatne prednosti ako dolazi do isprekidanog kontakta ticala s površinom. Nosač s ticalom također oscilira određenom amplitudom, samo što u jednom dijelu perioda vala dolazi do kontakta s površinom uzorka. Oscilacija je malo ispod rezonantne frekvencije [9]. Slika 19. daje shematski prikaz kretanja ticala u isprekidanom načinu rada.



Slika 19. Shematski prikaz isprekidanog načina rada AFM-a [9]

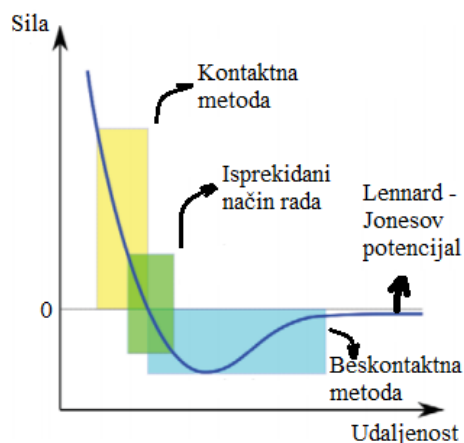
Amplituda titranja kreće se od 20 nm do 100 nm [34]. Oscilacija nosača i ticala prigušuje se kad vrh dolazi bliže površini stvara kontakt s njom. Pomoću promjene amplitude moguće je pratiti udaljenost između vrha ticala u površine uzorka. Nadzire se visina nosača i ticala kako

Lennard–Jonesov potencijal prikazuje i opisuje interakcije između atoma i molekula. Dvije čestice se međusobno mogu odbijati i privlačiti na vrlo malim udaljenostima, no ako se čestice međusobno udalje na određenu daljinu, ne djeluju jedna na drugu. Bitno je naglasiti da je to parni potencijal, što znači da ne djeluje između tri ili više tijela, nego samo dva. Slika 21. prikazuje ovisnost potencijala o udaljenosti između dvije interakcijske čestice.



Slika 21. Grafički prikaz Lennard - Jonesovog potencijala [35]

Iz grafa moguće je vidjeti da potencijal poprima pozitivnu i negativnu vrijednost koja ovisi o udaljenosti između dvije interakcijske čestice. Ako je udaljenost između čestica velika, potencijala nema. Kako se čestice približavaju jedna drugoj, javlja se potencijal pozitivnog iznosa, sve do određene udaljenosti kada se potencijal naglo smanjuje i prelazi u negativnu vrijednost gdje čestice počinju djelovati odbojno jedna na drugu. Lennard–Jonesovim potencijalom moguće je jako precizno i točno opisati van der Waalove sile, stoga je ovaj potencijal jedan od osnovnih parametara koji je potreban za razumijevanje sva tri opisana načina rada AFM-a. Slika 22. prikazuje vrijednost Lennard-Jonesovog potencijala ovisno u načinu rada AFM-a.



Slika 22. Prikaz načina rada AFM-a ovisno o Lennard-Jonesovom potencijalu [36]

5. 3D PARAMETRI HRAPAVOSTI

Kako je oblik svake površine jedinstven, nemoguće ga je opisati jednim parametrom, stoga je uveden niz parametara koji opisuju stanje promatrane površine. Norma ISO 25178-2:2012, naziva Geometrijske specifikacije proizvoda- Tekstura površine: Područje- Dio 2.: Pojmovi, definicije i parametri teksture površine, sadrži pojmove, definicije i parametre za određivanje 3D oblika teksture površine [37]. U parametrima koji će biti navedeni, svaki izraz slijedi svoj parametar, a zatim simbol. Svi parametri teksture površine započinju s velikim tiskanim slovom S ili V, popraćeni sa sufiksom od jednog ili dva slova. 3D parametri površinske hrapavosti mogu se podijeliti na amplitudne, prostorne, hibridne, funkcijske i raznovrsne parametre [1].

U nastavku su opisani amplitudni parametri hrapavosti [1] te će se u eksperimentalnom dijelu rada provoditi mjerenja opisanih parametara.

5.1. Amplitudni parametri

Svi amplitudni parametri definirani su preko teksture promatrane površine. Većina ih ima matematičke izraze koji se mogu lako prenijeti na oblik ravnine površine. Jednadžbe takvih parametara koriste dvostruke integrale jer se izračunavaju po ravnini površini.

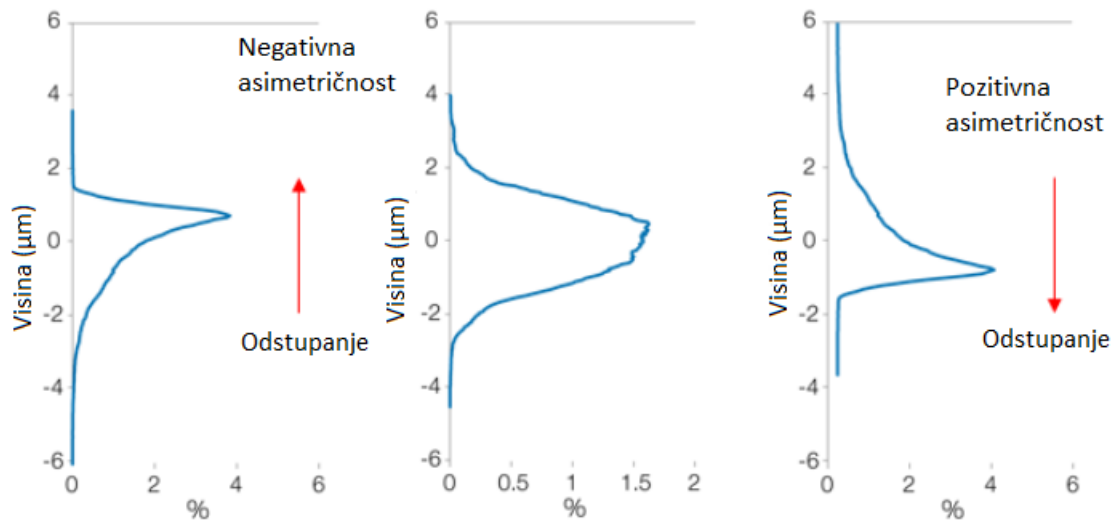
Amplitudni 3D parametri su:

Sq – predstavlja srednju kvadratnu vrijednost odstupanja profila na promatranom području površine. Postoji 2D parametar Rq , koji predstavlja korijen srednjeg odstupanja profila [38]. Usporedbom ta dva parametra, vidljivo je da je parametar Sq proširenje na ravninu (3D) jednadžbe parametra Rq , koji je definiran za liniju (2D). Sq parametar matematički je prikazan formulom:

$$Sq = \sqrt{\frac{1}{A} \iint_A z^2(x, y) dx dy} \quad (3)$$

Ssk – asimetričnost (engl. *skewness*) raspodjele visine ravnine na promatranu površinu, vrijednost ovog parametra predstavlja odstupanje od oblika hrapavosti. Ako je ovaj parametar jednak nuli, znači da se razlika u visini raspoređuje ravnomjerno, negativna vrijednost pokazuje odstupanje na gornju stranu, a pozitivna pokazuje odstupanje na donju stranu [39] [Slika 23]. Matematički izraz Ssk parametra je:

$$Ssk = \frac{1}{Sq^3} \left[\frac{1}{A} \iint_A z^3(x, y) dx dy \right] \quad (4)$$



Slika 23. Opis prikazivanja Ssk parametra [40]

Sku – parametar koji prikazuje mjeru oštine promatranog profila hrapavosti površine.

Matematički zapis ovog parametra prikazan je formulom:

$$Sku = \frac{1}{Sq^4} \left[\frac{1}{A} \iint_A z^4(x, y) dx dy \right] \quad (5)$$

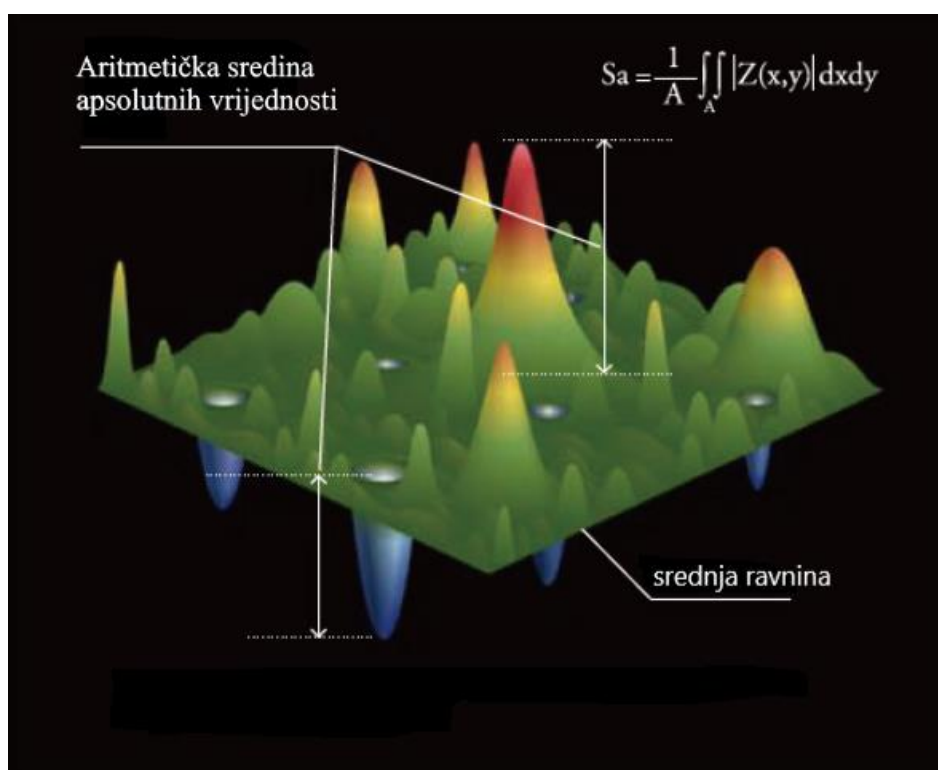
Sp – parametar koji definira najveću vrijednost visine vrha unutar promatranog područja. Ovaj parametar možemo usporediti s 2D parametrom Rp koji isto opisuje maksimalnu visinu vrha profila [41]. Jedina razlika ovih dvaju parametara je treća dimenzija.

Sv – parametar koji definira maksimalnu dubinu dola promatranog područja. Ovaj parametar možemo usporediti s 2D parametrom Rv koji definira maksimalnu dubinu dola u liniji [42]. Razlika ovih dvaju parametara je u trećoj dimenziji.

Sz – parametar koji definira maksimalnu visinu između neravnina na promatranom području. Čini ga suma najvišeg vrha i najdubljeg dola na promatranj površini. Može se usporediti s 2D parametrom Rz koji opisuje istu sumu samo na referentnoj duljini.

$$S_z = S_p + S_v \quad (6)$$

S_a – parametar koji predstavlja aritmetičku sredinu apsolutnih odstupanja profila hrapavosti na promatranoj površini. Ovaj parametar je proširenje s referentne duljine na površinu parametra R_a [43]. Prikazuje razliku u visini svake točke u odnosu na aritmetičku sredinu površine [Slika 24].



Slika 24. 3D Prikaz određivanja S_a parametra [43]

Matematički se definira prema formuli:

$$S_a = \sqrt{\frac{1}{A} \iint_A |z(x,y)| dx dy} \quad (7)$$

6. MJERNA NESIGURNOST

Sve stvari imaju mjeru i veličinu koja im se pripisuje. Pri svakom mjerenju iz kojeg se utvrđuju neke vrijednosti uzorka pojavit će se greške. Pojava grešaka u mjerenju je neizbježna, te se raznim teorijama i načinima nastoje odrediti i korigirati mjerene vrijednosti, kako bi se dobila što točnija stvarna vrijednost. U realnosti svako mjerenje ima određenu mjernu nesigurnost i smatra se kao sastavni dio mjerenja. Potrebno je razlikovati pojam greške i nesigurnosti. Greška je razlika između izmjerene i stvarne vrijednosti, dok je nesigurnost sumnja u rezultat mjerenja.

Pojam nesigurnosti relativno je nov u povijesti mjerenja, i kroz povijest se tek pojavio krajem 20-og stoljeća. Značenje nesigurnosti još se može opisati kao sumnja, što znači da bi pojam mjerne nesigurnosti bio sumnja prema valjanosti rezultata koji se mjerio. Definicija mjerne nesigurnosti je parametar koji je pridružen rezultatu mjerenja, i opisuje rasipanje vrijednosti koje bi se razumno moglo pripisati mjerenoj veličini [44].

Pojam mjerne nesigurnosti nije strogo povezan za područje strojarstva. U različitim područjima, ovisno o okolnostima i traženim zahtjevima, koriste se specifični proračuni i matematički modeli kako bi se izradila i opisala mjerna nesigurnost na traženi način. Najčešće korištene metode procjene mjerne nesigurnosti su GUM metoda (engl. *Guide to the expression of uncertainty in measurement*), Monte Carlo metoda. (engl. *Monte Carlo simulation- MCS*), i Bayesova metoda, koje će u nastavku biti objašnjene.

6.1. GUM metoda

Najpoznatija i najraširenija metoda procjene mjerne nesigurnosti u strojarstvu je GUM metoda. Pomoću norme JGCM 100:2008 naziva Vrednovanje mjernih podataka- Upute za iskazivanje mjerne nesigurnosti, prikazuju se opća pravila kako se određuju, prikazuju i izražavaju mjerne nesigurnosti čija je svrha da budu primjenjive na širok spektar mjerenja . Preporuka norme ističe da se nesigurnost mjernog rezultata sastoji općenito od nekoliko sastavnica koje se prema načinu na koji se procjenjuje njihova brojčana vrijednost mogu razvrstati u dva razreda :

- A sastavnice koje se izračunavaju statističkim metodama
- B sastavnice koje se izračunavaju na drugi način.

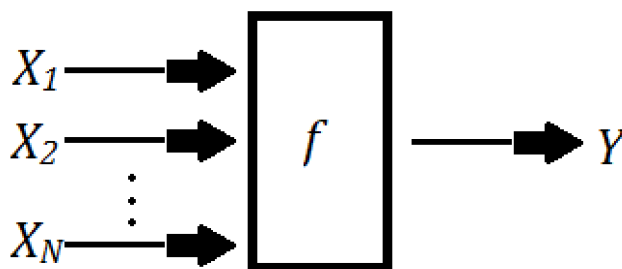
Ne postoji uvijek jednostavno podudaranje između razvrstavanja u razred A ili razred B. Svaki veći izvještaj o nesigurnosti bi trebao sadržavati potpun popis tih sastavnica, navodeći za svaku sastavnicu metodu upotrijebljenu za dobivanje njene brojčane vrijednosti [44]. Osnovni koraci određivanja standardne nesigurnosti prema GUM metodi mogu se podijeliti na određivanje mjernog modela, na određivanje standardnih nesigurnosti procjena ulaznih veličina, na određivanje sastavljene standardne nesigurnosti i na određivanje proširene nesigurnosti.

6.1.1. Određivanje standardne nesigurnosti prema GUM metodi

6.1.1.1 Određivanje mjernog modela

Mjerna veličina Y najčešće se ne mjeri izravno, već se određuje iz više drugih veličina X . Prikaz ovog odnosa može se vidjeti u slijedećem zapisu.

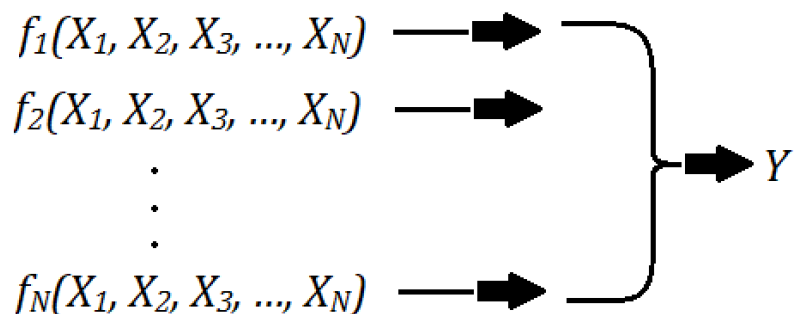
$$Y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_N) \quad (8)$$



Slika 25. Skalarna ovisnost ulaznih veličina i mjerene veličine [45]

Slika 25. daje shematski prikaz u vidu gore navedene formule (8).

Ulazne veličine X o kojima ovisi izlazna veličina Y mogu se promatrati zasebno kao mjerne veličine i one ujedno mogu same ovisiti o drugim veličinama, što utječe na pojavu složenijeg funkcijskog odnosa f . Slika 26. daje shematski prikaz kada ulazne veličine međusobno ovise jedne o drugima.



Slika 26. Vektorski odnos između ulaznih veličina i mjerene veličine [45]

Skup ulaznih veličina X može se razvrstati u dva razreda [44]:

- razred veličina čije se vrijednosti i nesigurnosti izravno određuju u stvarnom mjerenju i kao takve se mogu dobiti opažanja ili procjena temeljenih na iskustvu.
- razred veličina čije se vrijednosti i nesigurnosti uvode u mjerenje iz vanjskog izvora, kao što su veličine uz mjerne etalone koje su potvrđene referentnim podacima iz raznih priručnika.

Procjena mjerene veličine Y , koja se označuje s y , dobiva se iz jednadžbe (8) korištenjem procjena ulaznih veličina x_1, x_2, \dots, x_N za vrijednosti tih N veličina X_1, X_2, \dots, X_N [44]. Prema tome se procjena izlazne veličine y mjernog rezultata može prikazati slijedećim izrazom:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N) \quad (9)$$

U nekim se slučajevima procjena y može dobiti iz izraza:

$$y = \bar{Y} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n Y_k = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n f(X_{1,k}, X_{2,k}, \dots, X_{N,k}) \quad (10)$$

Kao procjena y uzima se aritmetička sredina n neovisnih određivanja Y_k veličine Y , od kojih svaki ima istu nesigurnost i temelji se na potpunom skupu opaženih vrijednosti N

neovisnih veličina X_i dobivenih u isto vrijeme [44]. Do prednosti ovog slučaja dolazi kada funkcija f nije linearna ovisno o ulaznim veličinama X .

Sastavljena standardna nesigurnost $u_c(y)$ opisuje procijenjeno standardno odstupanje pridruženo procjeni izlazne veličine, to jest mjernog rezultata y koji se određuje iz procijenjenog standardnog odstupanja pridruženog procjeni ulazne veličine x_i , koje se naziva standardnom nesigurnošću i označuje se kao $u(x_i)$. Svaka procjena ulazne veličine x_i i njena pridružena standardna nesigurnost $u(x_i)$ se dobivaju iz razdiobe mogućih vrijednosti ulazne veličine X_i [44].

6.1.1.2. Određivanje standardne nesigurnosti A – vrste

Kako bi se odredila standardna nesigurnost A - vrste, potrebno je primijeniti veći broj ponovljenih mjerenja na promatrani uzorak uz primjenu normalne ili studentove razdiobe. Ona se zasniva na bilo kojoj vrijedećoj statističkoj metodi, kao što su računanje standardnog odstupanja srednje vrijednosti mjernog niza, primjena metode najmanjih kvadrata odstupanja, i ANOVA (analiza varijance) [45].

Najčešće je najbolja procjena očekivane vrijednosti μ_q veličine q koja se mijenja na slučajan način, kao varijabla koja može poprimiti bilo koju vrijednost iz određenog skupa vrijednosti i za koju je u identičnim mjernim uvjetima dobiveno n neovisnih opažanja q_k , aritmetička sredina \bar{q} od n opažanja [44].

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k \quad (11)$$

Prema tome, da bi se mogao odrediti mjerni rezultat y u jednadžbi (9) za ulaznu veličinu X_i procijenjenu i dobivenu iz n neovisnih ponavljajućih opažanja $X_{i,k}$ kao procjena x_i ulazne veličine, upotrebljava se aritmetička sredina \bar{X}_i koja je dobivena iz jednadžbe (11), što znači da je procjena ulazne veličine jednaka aritmetičkoj sredini. Procjene ulaznih veličina koje se ne izračunavaju na način ponovljenih opažanja se moraju dobiti drugim metodama [44].

Pojedinačna opažanja q_k razlikuju se po vrijednosti zbog dolaska do slučajnih promjena veličina koje utječu na njih. Eksperimentalna varijanca takvih opažanja koja daje procjenu varijance σ^2 razdiobe vjerojatnosti veličine q prikazana je u slijedećem izrazu:

$$s^2(q_K) = \frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2 \quad (12)$$

Ta procjena varijance i njen pozitivan drugi korijen naziva se eksperimentalno standardno odstupanje, i ono opisuje rasipanje opaženih vrijednosti q_k oko srednje vrijednosti q . Najbolja procjena varijance srednje vrijednosti $\sigma^2(\bar{q})$ je prikazan izrazom:

$$u^2(x_i) = s^2(\bar{q}) = \frac{s^2(q_k)}{n} \quad (13)$$

Eksperimentalna varijanca srednje vrijednosti $s^2(\bar{q})$ i eksperimentalno standardno odstupanje srednje vrijednosti $s(\bar{q})$ količinski određuju mjeru koliko dobro \bar{q} procjenjuje očekivanje μ_q veličine q , te se oboje može koristiti kao mjera nesigurnosti srednje vrijednosti \bar{q} . Vrijedi obratiti pozornost da je varijanca $s^2(\bar{q})$ temeljna veličina, i da je standardno odstupanje $s(\bar{q})$ prikladnije za promjenu jer imaju istu dimenziju kao i veličina q , a i samim time je lakše shvatljiva vrijednost nego varijanca.

Kada postoji dobro opisano mjerenje pod statističkim nadzorom, na raspolaganju stoji skupna procjena varijance s_p^2 koja opisuje mjerenje. U slučajevima kada se vrijednost mjerne veličine q određuje iz niza neovisnih opažanja, eksperimentalna varijanca aritmetičke sredine \bar{q} tih opažanja se može procijeniti pomoću izraza s_p^2 / n , dok je standardna nesigurnost jednaka sljedećem izrazu:

$$u = \frac{s_p}{\sqrt{n}} \quad (14)$$

Kada se dokumentiraju određivanja vrijednosti sastavnica nesigurnosti A- vrste, trebalo bi uvijek priložiti broj stupnjeva slobode ν_i nesigurnosti $u(x_i)$ koji je jednak $n - 1$ za jednostavne slučajeve gdje se $x_i = \bar{X}_i$ i $u(x_i) = s(x_i)$ izračunavaju iz n broja neovisnih opažanja.

6.1.1.3. Određivanje standardne nesigurnosti B – vrste

Za procjenu x_i ulazne veličine X_i koja nije dobivena iz ponavljajućih mjerenja, pridružena procjena varijance $u^2(x_i)$ ili standardna nesigurnost $u(x_i)$ izračunava se znanstvenom procjenom koja se temelji na svim raspoloživim podacima u mogućoj promjenljivosti X_i i takav skup podataka može uključivati:

- prethodne mjerne podatke
- tehničke specifikacije proizvođača

- iskustvo i poznavanje svojstava tvari i instrumenata
- podatke koji su dane u potvrdama o umjeravanju
- nesigurnosti koje su pridodane referentnim podacima uzetim iz priručnika.

Vidljivo je da nije moguće utvrditi mjernu nesigurnost na samome temelju statističke analize ponavljanja mjerenja, već se trebaju primijeniti neke druge metode. Bitno je napomenuti da ponovljena mjerenja nisu striktno vezana za proračun nesigurnosti A – vrste. Uostalom, ponovljena mjerenja mogu služiti kao pomoć pri utvrđivanju utjecajnih parametara tijekom postupka proračuna nesigurnosti ove vrste.

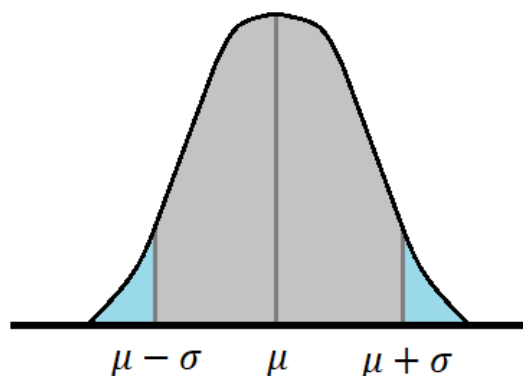
Točno i ispravno korištenje raspoloživih podataka koji se koriste za određivanje standardne nesigurnosti B – vrste zahtijeva sposobnost opažanja koja se temelji isključivo na iskustvu i znanju, što se vremenom dobiva kroz praksu. Određivanje standardne nesigurnosti B – vrste može biti jednako pouzdano i točno kao i određivanje A – vrste, pogotovo ako se određivanje mjerne nesigurnosti A – vrste zasniva na manjem broju statistički neovisnih opažanja [44].

Procjena se temelji na apriornim razdiobama vjerojatnosti, a to su:

- normalna ili Gaussova
- pravokutna ili jednolika
- trokutasta
- bilo koja druga raspodjela koja dobro opisuje ulaznu veličinu

1) Normalna ili Gaussova raspodjela

Ako se procjena x_i ulazne veličine X_i temelji na nizu ponovljenih mjerenja n , standardna nesigurnost $u(x_i)$ dobiva se iz Studentove raspodjele, uz faktor Studentove razdiobe $t_p(v)$ koja ovisi o broju stupnjeva slobode v i vjerojatnosti P koja se traži [46]. Slika 27. prikazuje studentovu raspodjelu.



Slika 27. Prikaz studentova raspodjele

U slučaju kada broj stupnjeva slobode teži u beskonačno, Studentova razdioba približava se normalnoj razdiobi, a faktor Studentova razdiobe poprima slijedeći oblik:

$$t_p(v) \approx \sqrt{\left(1 + \frac{2}{v}\right) \cdot k} \quad (15)$$

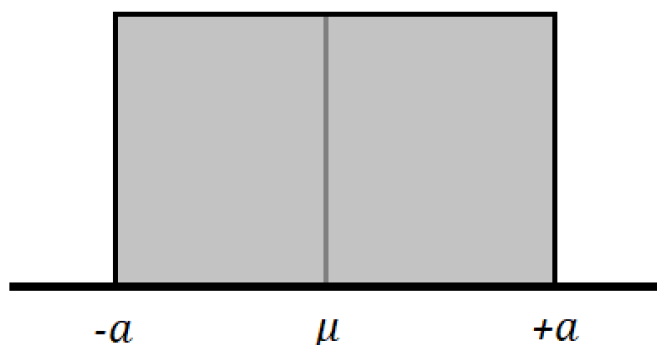
U tom zapisu faktor k opisuje faktor pokrivanja za normalnu raspodjelu uz vjerojatnost P .

Tablica 1. Vrijednosti faktora pokrivanja za normalnu raspodjelu [45]

Faktor pokrivanja k	Razina povjerenja, %
1	68,27 (~68)
1,96	95,00 (~95)
2	95,45 (~95)
3	99,73

2) Pravokutna ili jednolika raspodjela

Ova vrsta raspodjele karakteristična je po tome što unutar granica intervala pojavljivanja (područje od $-a$ do $+a$) predstavlja stopostotnu vjerojatnost. To znači da područje koje se ne nalazi u granicama navedenog intervala, tj. ne nalazi u pravokutniku ima nula posto vjerojatnosti [Slika 28].



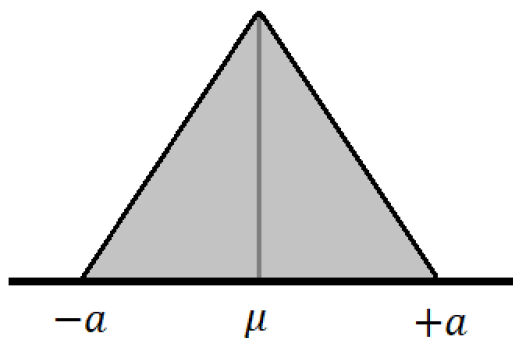
Slika 28. Prikaz pravokutne raspodjele

Time se može zaključiti da je ista vjerojatnost ako se podatak nalazi unutar granice intervala. Ako ulaznu veličinu možemo opisati pravokutnom raspodjelom, standardna nesigurnost će iznositi:

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (16)$$

3) Trokutasta raspodjela

Trokutasta raspodjela koristi se u slučajevima kada se pretpostavlja procjena ulazne veličine određene vrijednosti, dok je vjerojatnost ponavljanja u zadanim granicama intervala nepoznata. Slika 29. daje prikaz trokutaste raspodjele.



Slika 29. Prikaz trokutaste raspodjele

Standardna nesigurnost kod trokutaste raspodjele računa se na sljedeći način:

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad (17)$$

6.1.2. Određivanje sastavljene standardne nesigurnosti

Određivanje sastavljene standardne nesigurnosti moguće je podijeliti na dva načina, koja ovise o ulaznim veličinama koje mogu biti neovisne ili nekorelirane i međuovisne ili korelirane. Sastavljena standardna nesigurnost označuje se kao $u_c(y)$ i određuje se odgovarajućim sastavljanjem standardnih nesigurnosti procjena ulaznih x veličina [45].

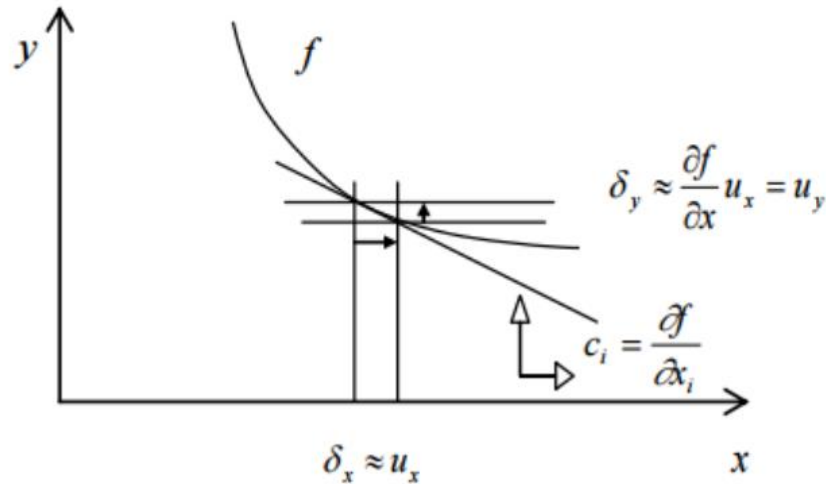
6.1.2.1. Nekorelirane (neovisne) ulazne veličine

Ako postoji slučaj da su sve ulazne veličine međusobno neovisne, standardna nesigurnost jednaka je drugom korijenu sastavljene varijance $u_c^2(y)$ slijedećim izrazom [46]:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) \quad ; \quad c_i^2 = \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \quad (18)$$

Ako je slučaj da postoji značajna nelinearnost funkcije f , potrebno je u izraz za sastavljenu varijancu uključiti i članove višeg reda njenog razvoja u Taylor-ov red [46]. Ti članovi koji dani kao parcijalne derivacije ulaznog matematičkog modela po ulaznim

veličinama nazivaju se koeficijenti osjetljivosti, i opisuju na koji način se procjena vrijednosti izlazne veličine y mijenja s promjenama vrijednosti procjena ulaznih veličina x . Slika 30. prikazuje ovisnost koeficijenta osjetljivosti i funkcije.



Slika 30. Prikaz značenja koeficijenta osjetljivosti [46]

6.1.2.2. Korelirane ulazne veličine

Kada se kaže da su ulazne veličine korelirane, znači da njihove promjene ovise jedne o drugima. Ako su ulazne veličine takve, sastavljena varijanca $u_c^2(y)$ izražava se sljedećim izrazom [46]:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1, j=1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot \frac{\partial f}{\partial x_j} \cdot u(x_i, x_j) \quad (19)$$

Pomoću korelacijskih koeficijenata i koeficijenata osjetljivosti sastavljena varijanca poprima idući oblik:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 \cdot u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N c_i c_j u(x_i) u(x_j) r(x_i, x_j) \quad (20)$$

Bitno je napomenuti da se povezanosti ulaznih veličina ne smiju zanemariti, pogotovo ako značajno ovise jedne o drugima.

6.1.3. Određivanje proširene nesigurnosti

Proširena nesigurnost je veličina koja definira interval oko mjernog rezultata za koji je moguće očekivati da objedinjuje velik dio raspodjele vrijednosti koji bi se mogle pripisati mjernoj veličini. Formula za dobivanje proširene nesigurnosti glasi:

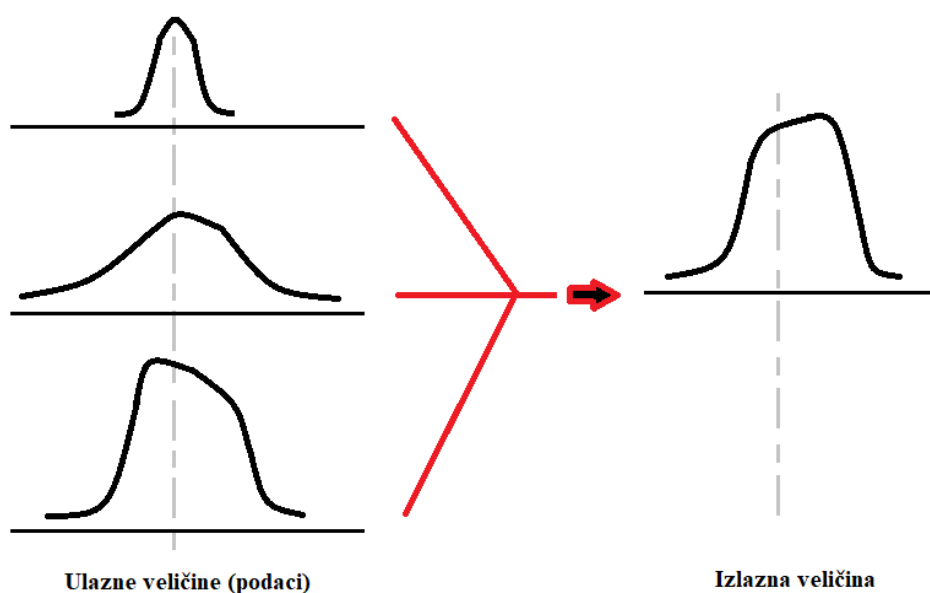
$$U = k \cdot u_c(y) \quad (21)$$

gdje je k faktor proširenja, dok je $u_c(y)$ složena standardna nesigurnost. Faktor proširenja se odabire ovisno o traženim zahtjevima razine povjerenja za interval od $y - U$ do $y + U$. Najčešće se kod određivanja proširene nesigurnosti vrijednost faktora proširenja nalazi između 2 i 3, jer daje postotak povjerenja od $\sim 95\%$ do $\sim 99\%$.

6.2. Metoda Monte Carlo simulacija

Monte Carlo metoda simulacija jedna je od najčešće korištenih metoda u inženjerstvu uz GUM metodu. Može služiti i kao zamjena za GUM metodu. Široko je rasprostranjena metoda i u ostalim područjima te se opisuje normom JGCM 101:2008. Opće zasnivanje Monte Carlo metode je na simulacijama, to jest na računalnim algoritmima koji se temelje na većem broju ponovljenih slučajnih uzoraka mjerenja kako bi se dobili konačni ishodi i rezultati. Često se Monte Carlo metoda koristi u granama fizike i matematike, i njihovo korištenje je najznačajnije kada se drugi pristupi ne mogu koristiti zbog kompleksnosti traženih rezultata. Također, ova metoda nudi niz različitih mogućnosti vjerojatnosti i ishoda, što osobi koja provodi ispitivanje može uvelike pomoći na shvaćanju konačnog rezultata i problema koji se može pojaviti te prikazuje ekstremne mogućnosti i ishode na koje se treba paziti. Ime ove tehnike prvi puta je upotrijebljeno kada su znanstvenici za vrijeme drugog svjetskog rada radili na razvijanju atomskih bombi te su joj dali ime Monte Carlo jer je to poznati dio Monaka koji je poznat po kockarnicama, koje se i same zasnivaju na raznim matematičkim modelima koji osiguravanju profit [47].

Monte Carlo metoda izgrađuje model na temelju provođenja analiza rizika, računa moguće rezultate, i te rezultati prikazuje kao vjerojatnosti pojave određenih slučajeva. Nakon toga, ispočetka računa nove rezultate, ali svakim novim izračunom koristi različit skup ulaznih vrijednosti iz funkcija vjerojatnosti. Zbog toga, ova metoda može uključivati i desetke tisuća ponovljenih izračuna prije davanja konačnih rezultata [Slika 31].



Slika 31. Shematski prikaz dobivanja izlazne veličine Monte Carlo metodom

6.2.1. Glavne faze određivanja nesigurnosti

Glavne faze koje se primjenjuju u Monte Carlo metodi za određivanje nesigurnosti su [48]:

- faza formuliranja- u toj fazi se određuje izlazna veličina koja se namjerava mjeriti, određuju se ulazne veličine u kojima će ovisiti izračun izlazne veličine, razvija se model koji ih povezuje, i na temelju informacija i znanja se ulaznim veličinama dodjeljuju gustoće vjerojatnosti, ako je to moguće
- faza prijenosa- u ovoj fazi se provodi prijenos funkcija gustoće vjerojatnosti slučajnih veličina kroz model koji se dobio u fazi formuliranja kako bi se dobila sama funkcija gustoće vjerojatnosti slučajne izlazne veličine, što znači da će se različitim unosima vrijednosti ulaznih veličina dobivati različite vrijednosti izlazne veličine.
- faza prikazivanja u sažetom obliku- u ovoj fazi iz funkcije gustoće vjerojatnosti izlazne veličine dobivaju se različita očekivanja i ishodi izlazne veličine, standardna nesigurnost izlazne veličine, i interval vjerojatnosti pokrivanja izlazne veličine.

6.2.2. Provođenje prijenosa raspodjele

Prijenos raspodjele moguće je provesti na više načina, a to su [48]:

- metodama koje daju matematičku sliku funkcije gustoće vjerojatnosti izlazne veličine, još poznati kao analitičke metode
- prijenosom nesigurnosti koji se zasniva na zamjeni modela aproksimacijom članovima prvog reda razvoja u Taylorov red
- kao i prethodni, samo što su u aproksimaciju uključeni i članovi višeg reda
- numeričkim metodama koje se koriste za prijenos raspodjela, posebnim korištenjem Monte Carlo metode.

Bitno je napomenuti da su analitičke metode idealne, što znači da ne unose nikakve aproksimacije te su zbog toga primjenjive samo u jednostavnim slučajevima. Za fazu prijenosa treba koristiti odgovarajuću metodu. Takav pristup se može koristiti ako se može dokazati da uvjeti koji su potrebni za okvir nesigurnosti GUM-a daju valjane rezultate. Ako postoje neke naznake da okvir nesigurnosti GUM-a vjerojatno nije valjan, treba primjenjivati drugi pristup. Ako se teško za procijeniti je li okvir nesigurnosti GUM-a valjan. Zbog toga je Monte Carlo metoda idealna alternativna metoda koja može služiti i kao provjera same GUM metode i na taj način ocijeniti i testirati točnost kakvoće dobivenih rezultata. Ponekad se i Monte Carlo metoda može lakše koristiti i provoditi ako postoje poteškoće u izračunu koeficijenata osjetljivosti.

6.2.3. Iskazivanje rezultata

Pri iskazivanju rezultata trebali bi se pokriti slijedeći elementi [48]:

- procjena y izlazne veličine Y
- standardna nesigurnost $u(y)$ pridružena procjeni y
- dogovorena vjerojatnost pokrivanja od $100p$ %
- točke koje su se odabrale kao krajnje točke u pokrivenom intervalu s razinom pokrivanja od $100p$ % za izlaznu veličinu Y
- svi ostali podaci koji su još bitni za navesti

Procjena y , nesigurnost $u(y)$ i krajnje točke intervala pokrivanja s razinom od $100 p$ % izlazne veličine Y bi se trebali prikazati s tolikim brojem znamenaka da najmanja znamenka bude na istome mjestu u odnosu na zarez. Ako bi se vrijednosti zaokruživala na znamenku decimale, potrebno je uvijek zaokružiti na brojčanu vrijednost veće razine od dobivene.

6.3. Bayesova metoda

Kao što i samo ime govori, Bayesova metoda dobila je ime po statističaru Thomasu Bayesu te se u literaturi još može naći pod nazivima kao Bayesovo pravilo ili teorem. Ova

metoda opisuje vjerojatnost pojave događaja na temelju novih informacija koje mogu biti povezane sa tim događajem, to jest izlaznom veličinom, i često se primjenjuje u medicinskim dijagnostikama. Vjerojatnost u Bayesovoj metodi može se gledati kao stupanj uvjerenja, i ona se nadograđuje dobivanjem novih informacija, pa se može zaključiti da su sami temelj ove metode nove informacije, koje dodatno opskrbljuju postojeća znanja. Matematički zapis Bayesovog teorema izražen je na slijedeći način:

$$P(A|B) = \frac{P(B|A) \cdot P(A)}{P(B)} \quad (22)$$

Takva vjerojatnost se još može označiti kao $P_B(A)$ i često se naziva kao uvjetna vjerojatnost od A uz uvjet B. $P_A(B)$ također je uvjetna vjerojatnost te govori o vjerojatnosti da se dogodi događaj B s obzirom na A. $P(A)$ i $P(B)$ označuju vjerojatnosti A i B bez ikakvih zadanih uvjeta ovisnosti, i poznate su kao granična ili prethodna vjerojatnost [49]. Formula se ujedno može i koristiti da se vidi kako će na vjerojatnost izlazne veličine utjecati nove informacije, pod pretpostavkom da će nove informacije utjecati na izlaznu veličinu. Bayesova metoda može se još pronaći vjerojatnost prijašnjeg događaja sa uvjetom da je nastupio kasniji događaj.

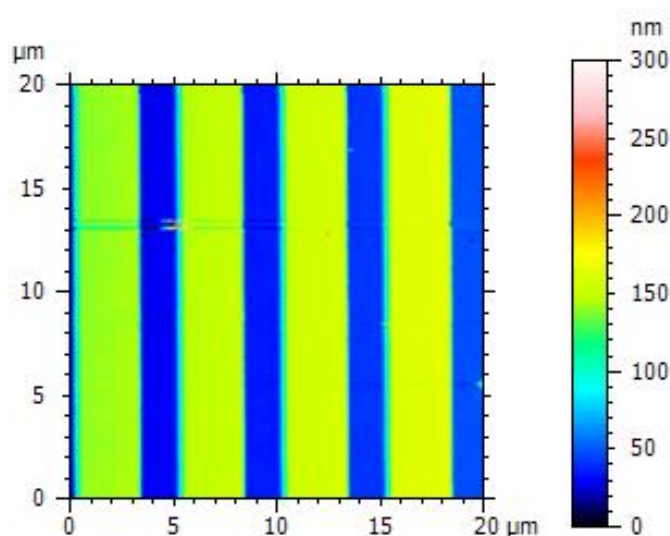
Kako bi se lakše shvatila Bayesova metoda, može se ukratko opisati i sam pojam Bayesianizma kroz život svakog čovjeka. Tokom biranja usmjerenja škole, studija ili posla, uvijek se kreće od nekih početnih vjerojatnosti te se ta početna vjerojatnost u mislima mijenja na dokaze i informacije koje dolaze. Ako bi osoba htjela upisati određeni fakultet, i ako ima dostupne informacije na internetu koje idu u prilog u donošenju te odluke, vjerojatnost, to jest želja za upisom na taj fakultet na temelju novih informacija će se povećati. No, ako je osoba dobila informacije koje ne idu u prilog donošenju te odluke, vjerojatnost se automatski mijenja i želja za upisom, to jest vjerojatnost se smanjuje. Time se može reći da je po Bayesianskom pristupu cijeli život niz odluka koje osoba donosi na temelju poznatih informacija koje kroje vjerojatnosti po kojima će osoba postupiti.

7. EKSPERIMENTALNI DIO

Kako bi se procijenile sastavnice mjerne nesigurnost utjecajnih veličina na površinske parametre topografije, na Fakultetu strojarstva i brodogradnje, na Katedri za mjerenje i kontrolu provedeno je mjerenje topografije odabranih etalona i uzoraka. Koristio se AFM proizvođača Oxford Instruments modela MFP 3D Origin, kojim su mjereni amplitudni parametri topografije površine etalona dobivenog uza sami uređaj. Prije svega, potrebno je odrediti koje su to utjecajne veličine na rezultat mjerenja dobiven primjenom mikroskopa atomskih sila. U ovome radu analiziran je utjecaj istrošenosti ticala, ponovljivosti i obnovljivosti rezultata mjerenja, brzine skeniranja, veličine skeniranog područja i rezolucije skeniranja.

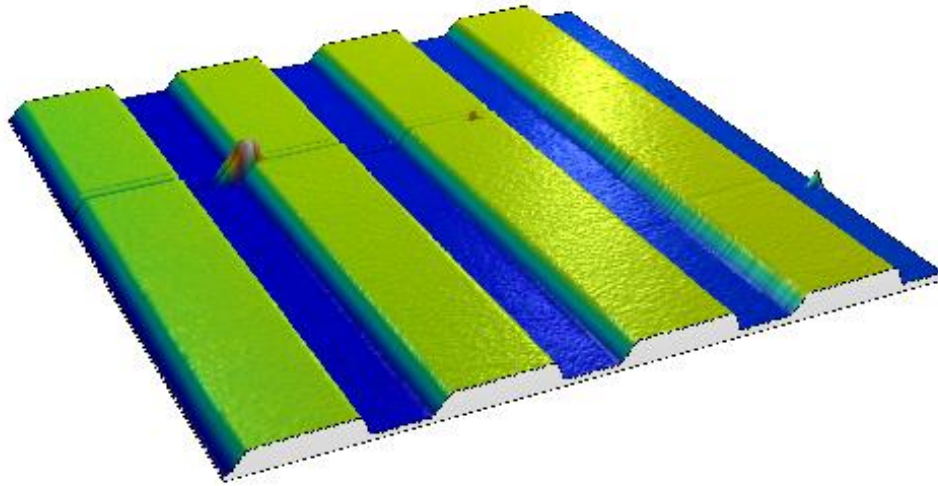
Topografski prikazi profila površina mjerenih etalona mogu se vidjeti u nastavku.

- *Etalon 1* – mjerio se korištenim ticalom na 5 nasumičnih mjesta po 5 uzastopnih ponavljanja te se nakon toga uzelo još jedno nasumično mjesto na kojem se provelo 30 uzastopnih mjerenja. Nakon obavljenog mjerenja korišteno ticalo zamijenilo se s novim ticalom, odabrano je novo nasumično mjesto na etalonu i provedeno je još 30 uzastopnih mjerenja. Slika 32. i Slika 33. daju 2D i 3D prikaze područja mjerene površine.



Slika 32. 2D prikaz profila površine *Etalona 1*

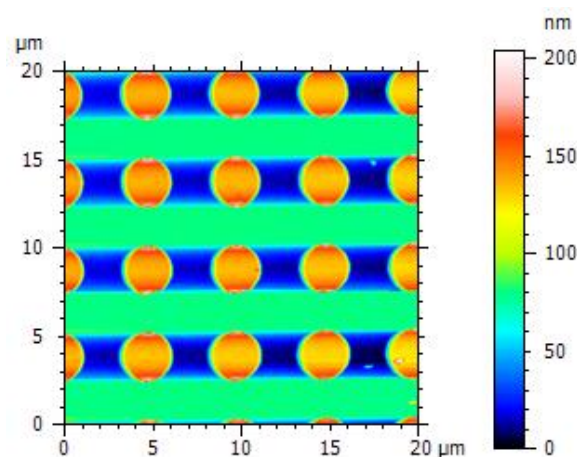
Iz 2D prikaza površine može se vidjeti da mjereni etalon ima ponavljajući uzorak pravokutnih oblika koji se kreće uzdužno. Iz slike se još može zaključiti razlika visina, gdje su pravokutnici svijetlo zelenih linija što znači da su uzdignuti od plavih linija gledajući po mjerilu visine pored.



Slika 33. 3D prikaz profila površine *Etalona 1*

3D prikaz potvrđuje da su svijetlo zeleni pravokutnici izbočeni od dna, kao što se moglo vidjeti već iz 2D slike. Vidljiva je mala izbočina koja se nalazi na drugom svijetlo zelenom pravokutniku, no ona zanemarivo utječe na konačan rezultat mjerenih površinskih parametara.

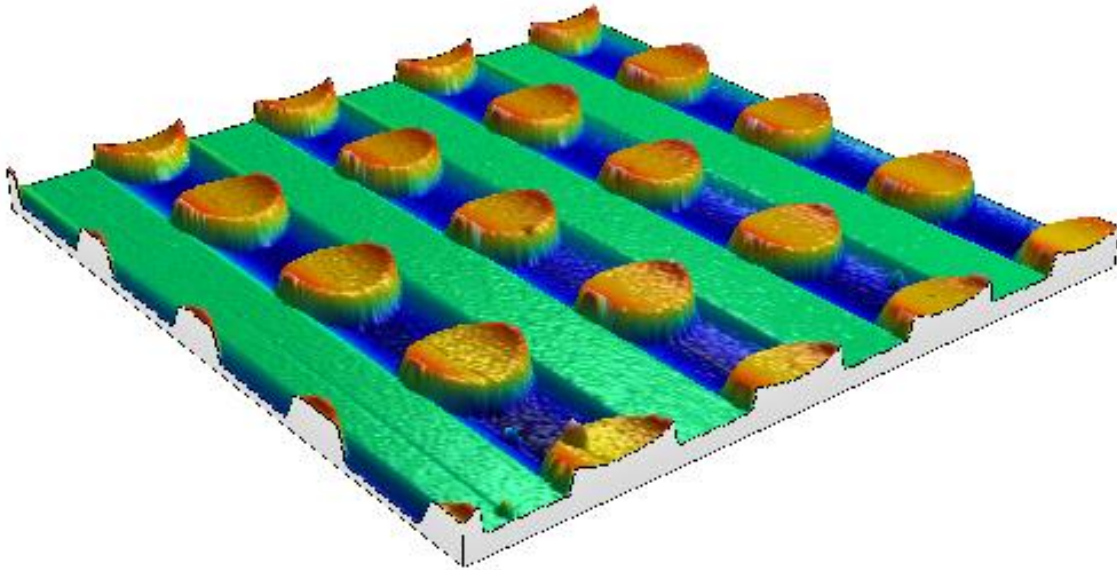
- *Etalon 2* – mjerio se već korištenim ticalom na jednom nasumično odabranom mjestu gdje je provedeno 30 uzastopnih mjerenja. Kao i kod prijašnjeg etalona, nakon mjerenja korišteno ticalo zamijenilo se s novim, odabrano je isto mjesto mjerenja na kojem je ponovo provedeno 30 uzastopnih mjerenja. Slika 34. i Slika 35. daju 2D i 3D prikaze područja mjerene površine.



Slika 34. 2D prikaz profila površine *Etalona 2*

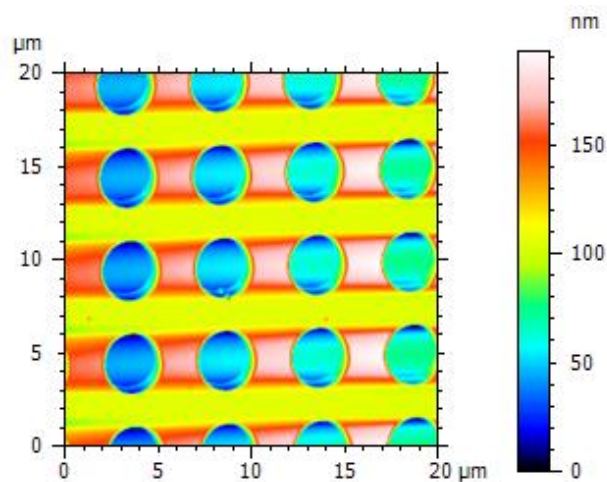
Iz 2D prikaza površine vidljivi su ponavljajući uzorci kružnih oblika po cijeloj mjerenoj površini. Iz razlike boja može se zaključiti da su kružni oblici izbočeni. Još se može

vidjeti razlika u nijansi “dna“, koja ima ponavljajuće pravokutne oblike koji se prostiru horizontalno te se može vidjeti da je “dno“ na kojem se nalaze kružni oblici niže.



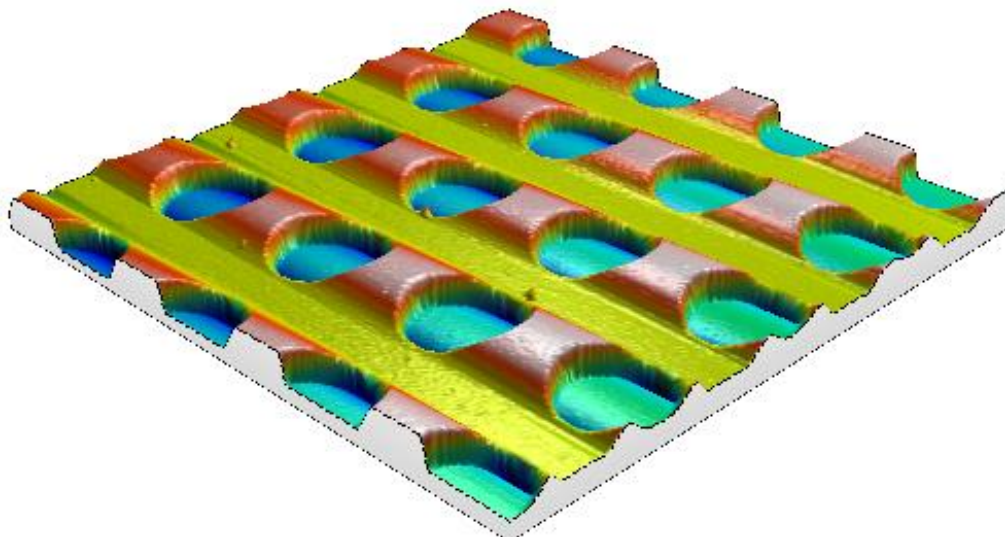
Slika 35. 3D prikaz profila površine *Etalona 2*

- *Etalon 3* – mjerio se samo korištenim ticalom na jednom mjestu. Mjerenje je provedeno 5 uzastopnih puta. Slika 36. i Slika 37. daju 2D i 3D prikaze područja mjerene površine.



Slika 36. 2D prikaz profila površine *Etalona 3*

Iz 2D prikaza površine vidljivi su ponavljajući uzorci kružnih oblika po cijeloj mjerenoj površini kao i kod *Etalona 2*, ali se iz razlike boja može zaključiti da su u ovom slučaju kružni oblici uvučeni. Ponovo se može vidjeti razlika “dna“, koja ima ponavljajuće pravokutne oblike koji se prostiru horizontalno te se može vidjeti da je “dno“ na kojem se nalaze kružni oblici u ovom slučaju više.



Slika 37. 3D prikaz profila površine *Etalona 3*

7.1. Procjena sastavnice istrošenosti ticala

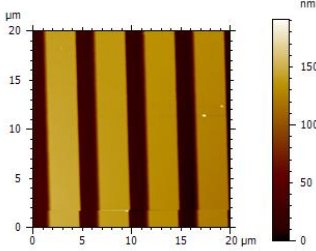
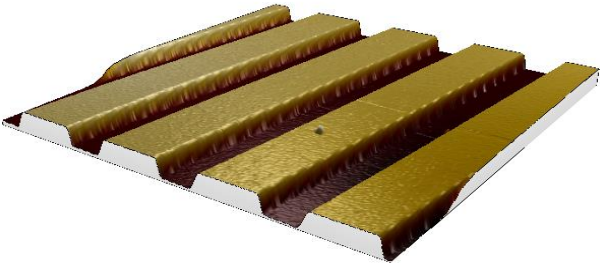
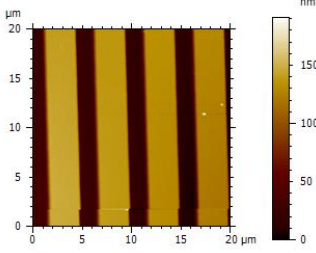
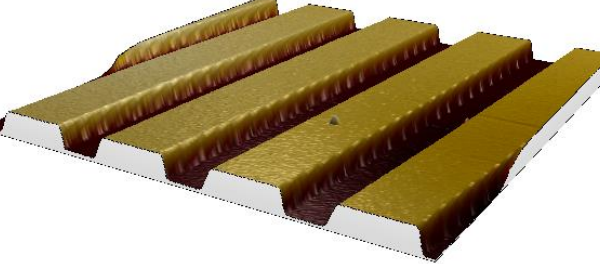
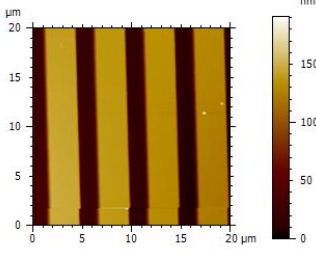
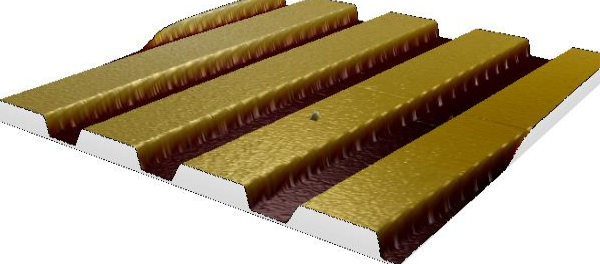
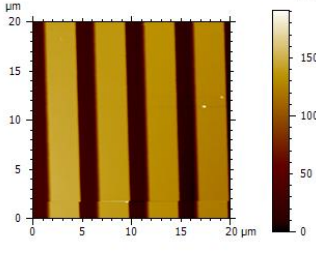
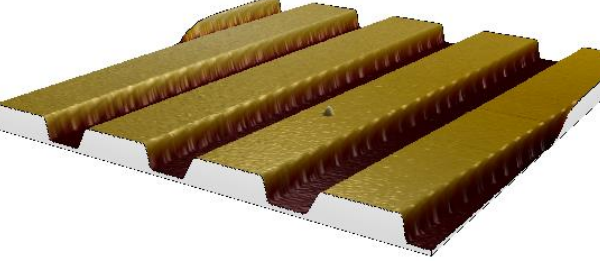
Prvi cilj eksperimentalnog dijela rada je procijeniti sastavnicu mjerne nesigurnosti istrošenosti ticala. S tim ciljem mjereni su amplitudni parametri topografije s već korištenim ticalom i novim, nikad prije korištenim ticalom. Provedeno je 30 ponovljenih mjerenja na istom etalonu na istom mjestu sa starim ticalom, a potom i s novim ticalom. Prije početka samog mjerenja odabrani su ulazni parametri, koji su bili konstantnog iznosa za sva provedena mjerenja. Odabrani su sljedeći ulazni parametri skeniranja:

- Veličina skeniranog područja: $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$
- Rezolucija skeniranja: 256
- Brzina skeniranja: 1 Hz.

Inače svako mjerenje AFM-om daje podatke o visini mjerene površine i daje 2D prikaz na kojoj se koristi skala boja kako bi se prikazali podaci visine. No, ako nije riječ o etalonima, teško je percipirati sliku u 3D prikaz. Za to služe softverski programi koji mogu dati 3D prikaz i tražene parametre što jednostavnije. Zbog toga se koristio softverski program *Mountains SPIP (trial version)* koji jednostavno i lako 2D prikaz iz znanih visina mjerene površine pretvara u 3D prikaz te daje, u ovome slučaju, amplitudne parametre površine u samo par klikova.

Tablica 2. prikazuje izgled površine izmjenog etalona u 2D i 3D formatu za prvo, deseto, dvadeseto i trideseto mjerenje. Iz 2D prikaza površine može se vidjeti da mjereni etalon ima ponavljajući uzorak pravokutnih oblika koji se kreće uzdužno. Vidi se da su 2D i 3D prikazi profila površine Etalonu 1 isti te nije vidljivo nikakvo međusobno odstupanje.

Tablica 2. 2D i 3D prikazi profila površine *Etalona 1* mjerenih starim ticalom

Mjerenje	2D prikaz	3D prikaz
Prvo mjerjenje		
Deseto mjerjenje		
Dvadeseto mjerjenje		
Trideseto mjerjenje		

Tablica 3. također prikazuje izgled površine izmjenenog etalona u 2D i 3D formatu za prvo, deseto, dvadeseto i trideseto mjerenje.

Tablica 3. 2D i 3D prikazi profila površine *Etalona 1* mjerenih novim ticalom

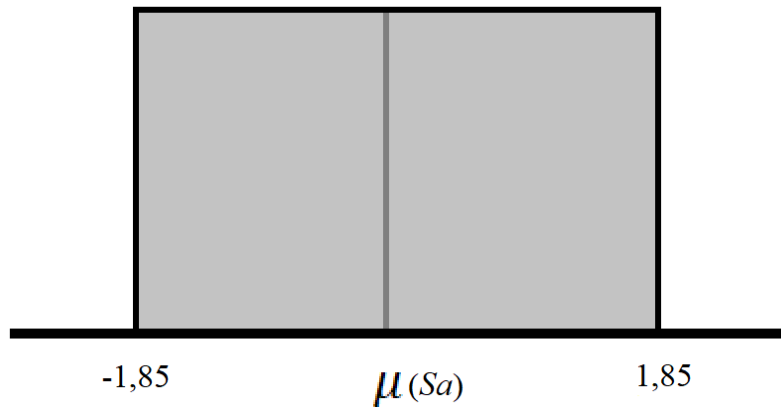
Mjerenje	2D prikaz	3D prikaz
Prvo mjerenje		
Deseto mjerenje		
Dvadeseto mjerenje		
Trideseto mjerenje		

Tablica 4. prikazuje površinske parametre topografije Sa i Sz , kao rezultat mjerenja provedenih mikroskopom atomskih sila. Prikazani su parametri za trideset ponovljenih mjerenja na istom etalonu, sa starim i s novim ticalom.

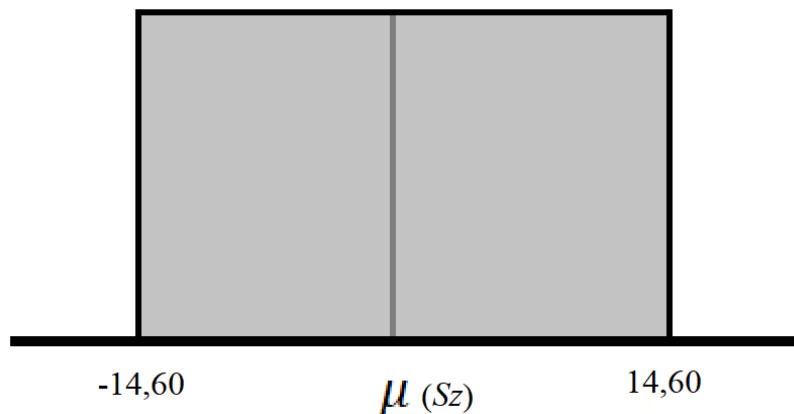
Tablica 4. Parametri topografije Sa i Sz za trideset ponovljenih mjerenja

Parametar topografije	Sa / nm		Sz / nm		
	Ticalo	Staro	Novo	Staro	Novo
1		50,92	50,32	172,26	300,05
2		51,03	49,73	173,73	170,79
3		51,02	49,66	174,59	200,06
4		51,01	49,63	175,35	247,91
5		50,96	49,40	174,50	271,95
6		50,96	49,28	172,68	224,60
7		50,92	48,87	171,92	293,75
8		50,91	48,44	174,38	169,69
9		50,84	48,50	175,59	187,66
10		50,82	48,10	175,89	195,46
11		50,77	47,58	175,73	339,54
12		50,74	48,22	173,85	288,85
13		50,66	48,14	175,06	293,17
14		50,62	48,05	176,38	381,15
15		50,55	47,73	175,91	380,82
16		50,52	47,19	175,00	169,26
17		50,45	47,30	175,31	363,57
18		50,42	46,68	176,51	329,05
19		50,35	44,87	176,37	164,42
20		50,32	44,59	175,24	164,04
21		50,25	44,52	174,76	163,20
22		50,22	44,43	175,93	162,75
23		50,13	44,40	175,34	163,71
24		50,11	44,25	174,24	165,16
25		50,04	44,22	173,92	164,08
26		50,01	44,12	175,82	163,99
27		49,95	44,11	176,87	163,96
28		49,91	44,04	175,28	164,32
29		49,86	43,98	177,71	163,54
30		49,82	43,96	180,41	163,07
\bar{x}		50,50	46,81	175,22	225,79
s		0,40	2,24	1,63	76,67
$ \Delta\bar{x} $		3,69		50,57	
a		1,85		25,28	
$u(\text{ticalo})$		1,07		14,60	

Također, u tablici su izračunate aritmetičke sredine i standardne devijacije prikazanih nizova. Za procjenu sastavnice mjerne nesigurnosti korištena je sastavnica B-vrste. Pretpostavljena je pravokutna raspodjela u granicama $\pm a$, a procijenjena sastavnica izračunata je prema formuli (16). Iznosi procjene sastavnice mjerne nesigurnosti za parametar S_a iznosi $u(\text{ticalo}, S_a) = 1,07$ nm, a za parametar S_z $u(\text{ticalo}, S_z) = 14,60$ nm. Slika 38. i Slika 39. prikazuju dobivene pravokutne raspodjele.



Slika 38. Prikaz pravokutne raspodjele S_a parametra



Slika 39. Prikaz pravokutne raspodjele S_z parametra

7.2. Procjena sastavnice ponovljivosti i obnovljivosti

Prema normi ISO 5725-2:2019 naziva Točnost mjernih rezultata – Dio 2: Osnovna metoda za određivanje ponovljivosti i obnovljivosti standardne mjerne nesigurnosti [50], ponovljivost se definira kao usko slaganje između rezultata uzastopnih mjerenja iste mjerene veličine izvedenih u istim mjernim uvjetima koji uključuju: isti mjerni postupak, istog mjeritelja, isto mjerilo upotrebljavano u istim uvjetima, isto mjerno mjesto te ponavljanje u

kratkom vremenu. Obnovljivost je rasipanje rezultata dobivenog od većeg broja mjeritelja kod ponovljenih mjerenja iste karakteristike na istim ili sličnim predmetima uz korištenje istih ili različitih mjernih instrumenata i mjernih postupaka.

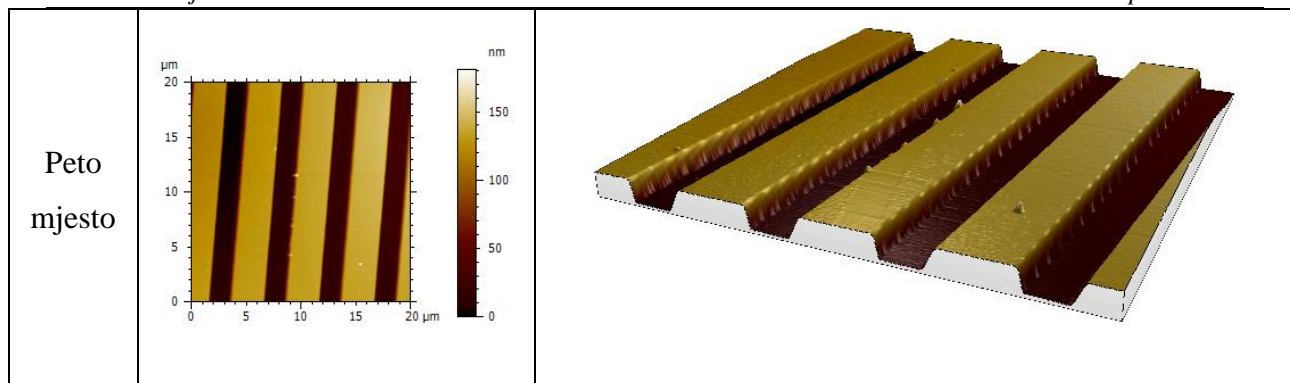
Tablica 5. Formule za izračun sastavnica ponovljivosti i obnovljivosti [50]

Naziv	Izraz
aritmetička sredina i-tog mjernog niza (n_i rezultata mjerenja)	$\bar{x}_i = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij}$
aritmetička sredina od N rezultata mjerenja	$\bar{\bar{x}} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij}$
eksperimentalno (procijenjeno) standardno odstupanje pojedinačnih opažanja (mjerenja) unutar i-tog mjernog niza	$s_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2}{n_i - 1}}$
skupno eksperimentalno (procijenjeno) standardno odstupanje pojedinačnih opažanja (mjerenja) unutar mjernih nizova	$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (n_i - 1) s_i^2}{\sum_{i=1}^m n_i - 1}}$
eksperimentalno (procijenjeno) standardno odstupanje pojedinačnih opažanja (mjerenja)	$s = s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m s_i^2}{m}}$
međulaboratorijsko eksperimentalno (procijenjeno) standardno odstupanje	$s_L = \sqrt{\frac{s_d^2 - s_r^2}{\bar{n}}}$
rasipanje aritmetičkih sredina mjernih nizova oko aritmetičke sredine svih opažanja (mjerenja)	$s_d = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m n_i (x_i - \bar{\bar{x}})^2}{m - 1}}$
međulaboratorijsko eksperimentalno (procijenjeno) standardno odstupanje	$s_R = \sqrt{s_r^2 + s_L^2}$
mjerna vrijednost ponovljivosti vrijednost	$r = t\sqrt{2} s_r$
mjerna vrijednost obnovljivosti	$R = t\sqrt{2} s_R$

S ciljem procjene sastavnica ponovljivosti i obnovljivosti provedena su tri ponovljena mjerenja na pet različitih mjesta na etalonu.

Tablica 6. 2D i 3D prikazi profila površine *Etalona 1* mjerenih na 5 različitim mjestima

Mjesto	2D prikaz	3D prikaz
Prvo mjesto		
Drugo mjesto		
Treće mjesto		
Četvrto mjesto		



3D prikazi potvrđuju da su svijetli pravokutnici izbočeni od dna, kao što se moglo vidjeti već iz 2D prikaza. Na 3D prikazima prvog, drugog i petog mjesta mjerenja vidljive su male izbočine. To su čestice prašine koje su se našle na mjestima uzorka ili je došlo do pojave artefakta. Kod 3D prikaza trećeg i četvrtog mjesta nisu vidljive nikakve neravnina i izbočine, što znači da je etalon na tim mjestima potpuno čist.

Tablica 7. Parametri topografije S_a i S_z za pet mjernih mjesta

Parametar topografije	S_a / nm					S_z /nm				
	Mjerno mjesto	1	2	3	4	5	1	2	3	4
1	51,22	51,5	52,32	51,46	50,92	198,15	160,83	140,33	180,91	172,26
2	51,24	51,63	52,4	51,52	51,03	197,45	159,35	140,11	189,18	173,73
3	51,27	51,64	52,43	51,5	51,02	199,43	159,64	139,83	190,15	174,59
\bar{x}	51,24	51,59	52,38	51,50	50,99	198,34	159,94	140,09	186,74	173,15
s_i	0,03	0,08	0,06	0,03	0,06	1,00	0,79	0,25	5,08	1,17
$\bar{\bar{x}}$	51,54					171,73				
s_r	0,053					2,402				
s_d	0,526					22,787				
s_L	0,525					22,745				
s_R	0,528					22,871				
r	0,148					6,639				
R	1,46					63,207				

7.3. Procjena sastavnice brzine skeniranja

Kako bi se procijenila sastavnica brzine skeniranja, provedeno je mjerenje površinskih parametara topografije na istom uzorku, istom mjernom mjestu, istim ulaznim parametrima (veličina skeniranog područja: $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$, rezolucija: 256), samo različitom brzinom

skeniranja. Odabrano je šest različitih brzina skeniranja – od 0,5 Hz do 1,8 Hz. Dobivene vrijednosti prikazuje Tablica 8.

Tablica 8. Usporedba parametara topografije za različite brzine skeniranja [51]

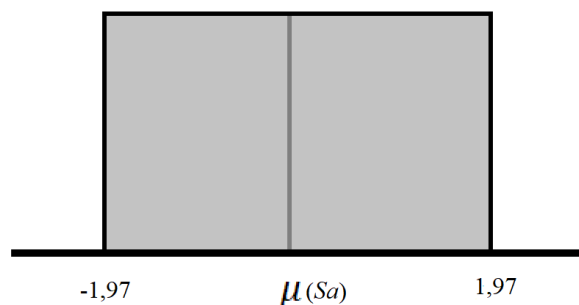
Brzina skeniranja	Parametar topografije	Sq	Ssk	Sku	Sp	Sv	Sz	Sa
Hz	Mjerna jedinica	nm	–	–	nm	nm	nm	nm
0,50	Mjerenje br. 1	76,98	-0,834	4,837	247,45	305,51	552,96	57,65
	Mjerenje br. 2	77,45	-0,844	4,806	251,25	305,43	556,68	57,99
	Mjerenje br. 3	77,72	-0,849	4,792	252,62	305,77	558,39	58,15
	\bar{x}	77,381	-0,843	4,812	250,441	305,569	556,010	57,931
	s	0,373	0,008	0,023	2,681	0,175	2,775	0,256
0,80	Mjerenje br. 1	76,81	-0,810	4,845	249,80	306,80	556,60	57,59
	Mjerenje br. 2	78,35	-0,842	4,779	254,31	309,97	564,27	58,55
	Mjerenje br. 3	78,54	-0,842	4,764	253,92	310,39	564,31	58,66
	\bar{x}	77,899	-0,831	4,796	252,675	309,055	561,730	58,266
	s	0,950	0,018	0,043	2,496	1,961	4,438	0,590
1,20	Mjerenje br. 1	76,26	-0,786	4,834	251,79	301,66	553,44	57,33
	Mjerenje br. 2	78,14	-0,813	4,711	259,30	305,94	565,24	58,47
	Mjerenje br. 3	78,30	-0,814	4,682	256,35	307,49	563,84	58,63
	\bar{x}	77,569	-0,804	4,742	255,812	305,029	560,841	58,142
	s	1,135	0,016	0,081	3,787	3,022	6,447	0,709
1,40	Mjerenje br. 1	77,85	-0,797	4,741	254,36	307,48	561,84	58,12
	Mjerenje br. 2	77,21	-0,796	4,813	249,97	306,07	556,04	57,42
	Mjerenje br. 3	76,77	-0,802	4,845	247,06	305,41	552,47	56,97
	\bar{x}	77,277	-0,798	4,800	250,463	306,319	556,782	57,502
	s	0,546	0,003	0,053	3,673	1,058	4,728	0,583
1,60	Mjerenje br. 1	75,52	-0,778	4,844	243,28	303,44	546,72	56,03
	Mjerenje br. 2	74,12	-0,790	4,872	236,58	298,52	535,10	54,92
	Mjerenje br. 3	74,02	-0,791	4,876	236,63	298,42	535,05	54,82
	\bar{x}	74,555	-0,786	4,864	238,830	300,129	538,959	55,257
	s	0,841	0,007	0,018	3,853	2,872	6,725	0,672
1,80	Mjerenje br. 1	72,83	-0,747	4,788	233,50	295,04	528,54	54,12
	Mjerenje br. 2	72,53	-0,742	4,779	233,73	293,15	526,88	53,89
	Mjerenje br. 3	72,65	-0,735	4,765	234,02	293,52	527,53	53,98
	\bar{x}	72,669	-0,742	4,777	233,751	293,900	527,651	53,994
	s	0,148	0,006	0,011	0,258	1,004	0,839	0,116

Tablica 9. prikazuje rezultate mjerenja parametara Sa i Sz za najmanju i najveću brzinu skeniranja i iznos pripadne sastavnice mjerne nesigurnosti.

Tablica 9. Procjena sastavnice nesigurnosti $u(v_{scan})$

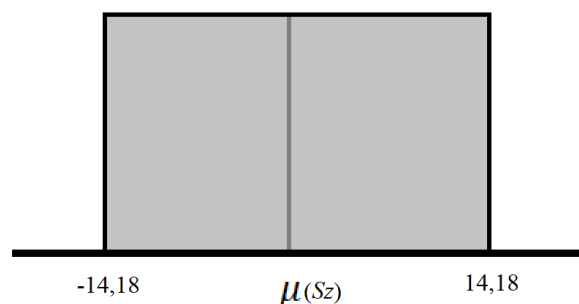
Parametar topografije	Sa / nm		Sz / nm	
	0,5	1,8	0,5	1,8
1	57,65	54,12	552,96	528,54
2	57,99	53,89	556,68	526,88
3	58,15	53,98	558,39	527,53
\bar{x}	57,931	53,994	556,01	527,651
s	0,256	0,116	2,775	0,839
$ \Delta\bar{x} $	3,94		28,36	
a	1,97		14,18	
$u(v_{scan})$	1,14		8,19	

Iz Tablice 8. uzete su dobivene vrijednosti parametara Sa za najveću i najmanju brzinu skeniranja te je dobiven interval pojavljivanja a koji opisuje područje unutar granica intervala kao stopostotnu vjerojatnost rasipanja rezultata. Standardna nesigurnost za parametar Sa iznosi 1,14 nm. Slika 40. prikazuje izgled pravokutne raspodjele za parametar Sa .



Slika 40. Prikaz pravokutne raspodjele za parametar Sa

Isti postupak ponovio se za parametar Sz . Standardna nesigurnost za parametar Sz iznosi 8,19 nm. Slika 41. prikazuje izgled pravokutne raspodjele za parametar Sz .



Slika 41. Prikaz pravokutne raspodjele za parametar Sz

7.3. Procjena sastavnice veličine skeniranog područja

Kod procjene sastavnice veličine skeniranog područja mijenjala se ulazna veličina skeniranog područja. Prvo se skeniralo područje veličine $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$. Nakon toga područje se povećalo na dimenzije $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$. Veličine skeniranih područja dovoljno su velikih razlika da bi se prikazale promjene u rezultatima površinskih parametara ako postoje.

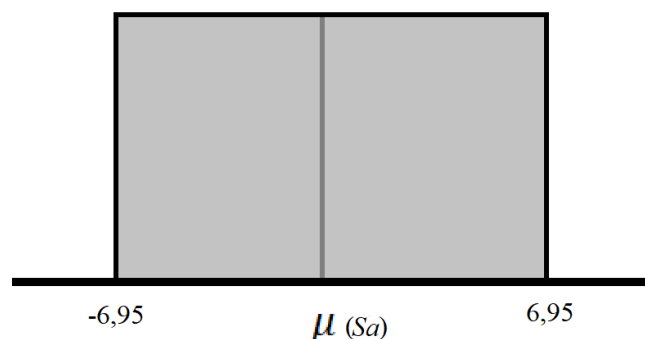
Tablica 10. prikazuje rezultate mjerenja parametara S_a i S_z za različite veličine skeniranih područja te iznos pripadne sastavnice mjerne nesigurnosti.

Tablica 10. Procjena sastavnice nesigurnosti $u(A_{\text{scan}})$

Parametar topografije	S_a / nm		S_z / nm	
	20×20	100×100	20×20	100×100
Veličina skeniranog područja, $\mu\text{m} \times \mu\text{m}$				
1	50,92	43,73	172,26	1118,44
2	51,03	44,34	173,73	1092,61
3	51,02	44,03	174,59	1113,37
\bar{x}	57,931	44,03	556,01	1108,14
s	0,256	0,31	2,78	13,69
$ \Delta\bar{x} $	13,90		552,13	
a	6,95		276,07	
$u(A_{\text{scan}})$	4,01		159,39	

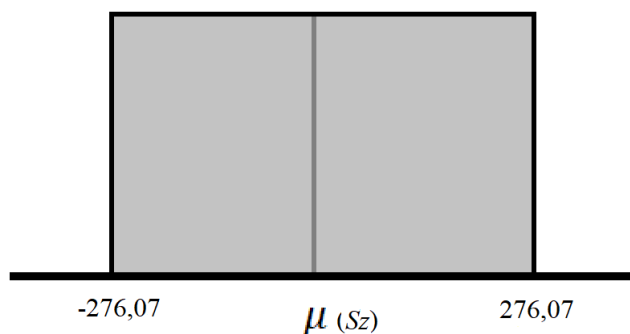
Iz Tablice 10. može se vidjeti da za parametar S_a sastavnica mjerne nesigurnosti iznosi 4,01 nm, dok interval pojavljivanja iznosi 6,95 nm. Za parametar S_z mjerna nesigurnost iznosi 159,39 nm, a interval ponavljanja iznosi 276,07 nm.

Slika 42. prikazuje pravokutnu raspodjelu s dobivenim intervalom ponavljanja za veličinu uzorka $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$.



Slika 42. Prikaz pravokutne raspodjele za veličinu skeniranog područja $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$

Slika 43. prikazuje pravokutnu raspodjelu s dobivenim intervalom ponavljanja za veličinu uzorka $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$.



Slika 43. Prikaz pravokutne raspodjele za veličinu skeniranog područja $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$

7.4. Procjena sastavnice mjerne nesigurnosti zbog rezolucije skeniranja

Kako bi se mjerenje moglo provesti, potrebno je definirati ulazne parametre. Pod ulazne parametre spadaju brzina skeniranja, veličina područja koje se želi skenirati i rezolucija skeniranja. U radovima [51] i [52] prikazano je da promjena brzine skeniranja i promjena veličine područja skeniranja statistički značajno utječu na rezultat mjerenja.

Provedenim planom pokusa pokazano je da promjena rezolucije skeniranja statistički značajno ne utječe na površinske parametre topografije, koji uključuju i promatrane amplitudne parametre [52]. Zbog toga, sastavnica nesigurnosti rezolucije skeniranja smatra se zanemarivom te u radu nije proveden izračun iste.

8. ZAKLJUČAK

Sve stroži zahtjevi koje se postavljaju na kvalitetu površine dovode do razvoja novih mjerenih metoda i instrumenata. Mikroskop atomskih sila je mjerni instrument koji ima mogućnost karakterizacije površine u raznim medijima i svojom jednostavnošću korištenja i visokoj rezoluciji se probija na tržište kao jedan od najpouzdanijih mikroskopa za analizu i mjerenje topografije površine. Potkrepljuju ga razni softverski programi koji dobivene informacije mogu pretvoriti u slike, parametre i razne druge oblike. U ovom diplomskom radu opisana su načini rada i primjena mikroskopa atomskih sila te je utvrđen utjecaj istrošenosti ticala i utjecaj ponovljivosti rezultata mjerenja na mjernu nesigurnost amplitudnih parametara promatranih površina.

Mjerenja su provedena na tri etalona koja sadrže karakteristične ponavljajuće uzorke duž površine i time se međusobno razlikuju. Etaloni su namijenjeni za podešavanje mikroskopa atomskih sila. Ukupno je provedeno 150 mjerenja triju različitih etalona pri kojima su se mijenjala ticala i ulazni parametri kako bi se ustanovio utjecaj navedenih parametara na mjernu nesigurnost rezultata mjerenja. Za prikaz slika i dobivanje podataka o vrijednostima amplitudnih parametara koristio se softverski program *Mountains SPIP (trial version)*.

Sastavnice mjerne nesigurnosti procijenjene su GUM metodom sukladno normi JCGM 100:2008 naziva Vrednovanje mjernih podataka- Upute za iskazivanje mjerne nesigurnosti.

LITERATURA

- [1] Turkalj Lovo, "Mjerenje 3D parametara hrapavosti mikroskopom atomskih sila," *University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje*, p. 58.
- [2] "Salapaka, Srinivasa; Salapaka, Murti (2008). 'Scanning Probe Microscopy', IEEE Control Systems Magazine. 28 (2): 65–83,"
- [3] "Scanning Probe Microscopes: History | KEYENCE biological fluorescence microscopes." <https://www.keyence.com/ss/products/microscope/bz-x/study/history/scanningprobe.jsp> (preuzeto 26. svibnja 2021.).
- [4] "The Nobel Prize in Physics 1986," *NobelPrize.org*. <https://www.nobelprize.org/prizes/physics/1986/rohrer/lecture/> (preuzeto 26. svibnja 2021.).
- [5] "Atomic World - Scanning Tunneling Microscope(STM) - Principle of STM." http://www.hk-phy.org/atomic_world/stm/stm03_e.html (preuzeto 26. svibnja 2021.).
- [6] "Fig 2. (a) STM image of a sample of nanoparticles imaged in phenyl...", *ResearchGate*. https://www.researchgate.net/figure/a-STM-image-of-a-sample-of-nanoparticles-imaged-in-phenyl-octane-This-image-is-taken_fig7_283685313 (preuzeto 30. svibnja 2021.).
- [7] "Ohnesorge, Frank (1 January 1993). 'True atomic resolution by atomic force microscopy through repulsive and attractive forces'. *Science*. 260 (5113): 1451–6.,"
- [8] "Reifenberger R.: Fundamentals of Atomic Force Microscopy, Part I Foundations, Chapter 1, Introduction to Scanning Probe Microscopy."
- [9] "Khan M.K., Wang,Q.Y., Fitzpatrick M.E.: Atomic force microscopy (AFM) for materials characterization, 2016."
- [10] "Johnson D. Oatley-Radcliffe D.L., Hilal N.: Atomic Force Microscopy (AFM), Chapter 7, Swansea University, 2017."
- [11] "Nondestructive, fast, and cost-effective image processing method for roughness measurement of randomly rough metallic surfaces." <https://www.osapublishing.org/josaa/abstract.cfm?uri=josaa-35-6-998> (preuzeto 1. lipnja 2021.).
- [12] *Gabriel K, Jarvis J, Trimmer W (1988). Small Machines, Large Opportunities: A Report on the Emerging Field of Microdynamics: Report of the Workshop on Microelectromechanical Systems Research.*

- [13] "PPP-CONTR AFM Probe - NanoAndMore." <https://www.nanoandmore.com/AFM-Probe-PPP-CONTR> (preuzeto 1. lipnja 2021.).
- [14] "160AC-FG AFM Probe - NanoAndMore." <https://www.nanoandmore.com/AFM-Tip-160AC-FG> (preuzeto 1. lipnja 2021.).
- [15] "Where to Buy: AFM Probes." https://afmhelp.com/index.php?option=com_content&view=article&id=63:where-to-buy-afm-probes&Itemid=63 (preuzeto 1. lipnja 2021.).
- [16] "The importance of the probe in AFM part 1: The tip," *Wiley Analytical Science*. <https://analyticalscience.wiley.com/do/10.1002/micro.2100> (preuzeto 1. lipnja 2021.).
- [17] "Library - Probes and Cantilevers." <https://www.spmtips.com/www.spmtips.com/library-probes-and-cantilevers.lib> (preuzeto 1. lipnja 2021.).
- [18] "Facts About Silicon | Live Science." <https://www.livescience.com/28893-silicon.html> (preuzeto 1. lipnja 2021.).
- [19] Mellor, Joseph William (1947). *A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry*.
- [20] "Silicon," *Wikipedia*.. Preuzeto: 1. lipnja 2021. [Online]. Available: <https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Silicon&oldid=1055970640>
- [21] "China Ceramic Bearings Manufacturer & Supplier | Lily Bearing." <https://www.lily-bearing.com/ceramic-bearing/> (preuzeto 1. lipnja 2021.).
- [22] "AFM probe tips with 100 nm conductive diamond coating (left) and 20 nm... | Download Scientific Diagram." https://www.researchgate.net/figure/AFM-probe-tips-with-100-nm-conductive-diamond-coating-left-and-20-nm-chromium-coating_fig1_230955169 (preuzeto 1. lipnja 2021.).
- [23] "Fig. 2.25. Wafer processing of AFM probes. This 4-in. Si wafer consists..." *ResearchGate*. https://www.researchgate.net/figure/Wafer-processing-of-AFM-probes-This-4-in-Si-wafer-consists-of-close-to-400-AFM_fig19_251149130 (preuzeto 2. lipnja 2021.).
- [24] "Nanofabrication of direct positioning atomic force microscope (AFM) probes and a novel method to attain controllable lift-off." <https://uwspace.uwaterloo.ca/handle/10012/11251> (preuzeto 2. lipnja 2021.).
- [25] "AFM Probe ManufacturingNanoworld_tip_technologyPRussell07.pdf." Preuzeto: 2. lipnja 2021 [Online]. Available:

- https://www.agilent.com/cs/library/slidepresentation/Public/AFM%20Probe%20ManufacturingNanoworld_tip_technologyPRussell07.pdf
- [26] Eric, Anslyn; Dougherty, Dennis. *Modern physical organic chemistry*. University Science Books.
- [27] Willson, C. G., Dammel, R. R., and Reiser, A (1997). Tarascon-Auriol, Regine G (ed.). "Photoresist materials: a historical perspective."
- [28] "sop-wet-anisotropic-si-etch-using-koh.pdf." Preuzeto: 1. lipnja 2021 [Online]. Available: <https://www.inrf.uci.edu/wordpress/wp-content/uploads/sop-wet-anisotropic-si-etch-using-koh.pdf>
- [29] "Gecko," *Wikipedia*. 4. lipanj 2021. Preuzeto: 4. lipnja 2021 [Online]. Available: <https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Gecko&oldid=1055905843>
- [30] "A.A. Abrikosov; L.P. Gorkov; I.E. Dzyaloshinsky (1963–1975). Methods of Quantum Field Theory in Statistical Physics, Chapter 6 Electromagnetic Radiation in an Absorbing Medium,"
- [31] "Stress, Strain and Hooke's Law - Lesson," *TeachEngineering.org*. https://www.teachengineering.org/lessons/view/van_cancer_lesson2 (preuzeto 5. lipnja 2021).
- [32] "404 Not Found." [http://www.ewingdigital.com/text_content/3%20\(unit2\)15871093155e995dc34d9aa.pdf](http://www.ewingdigital.com/text_content/3%20(unit2)15871093155e995dc34d9aa.pdf) (preuzeto 5. lipnja 2021).
- [33] "Eaton P., West P. : Atomic Force Microscopy, Oxford University Press, 2010."
- [34] "Modes of Operation." https://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/afm/modes_operation.php (preuzeto 5. lipnja 2021).
- [35] X. Wang, S. Ramírez-Hinestrosa, J. Dobnikar, and D. Frenkel, "The Lennard-Jones potential: when (not) to use it," *Phys. Chem. Chem. Phys.*, vol. 22, no. 19, pp. 10624–10633, May 2020, doi: 10.1039/C9CP05445F.
- [36] "sven_master.pdf." Preuzeto: 6. lipnja 2021. [Online]. Available: https://www.softmatter.uni-freiburg.de/intern/theses/sr/sven_master
- [37] "Geometrical product specifications (GPS) - Surface texture: Areal - Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters (ISO 25178-2:2012)."
- [38] "Runje B.: Mjerenje hrapavosti tehničkih površina, Laboratorijske vježbe iz kolegija Teorija i tehnika mjerenja, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2014."

- [39] “Surface Roughness Measurement—Evaluating Parameters | Olympus.”
<https://www.olympus-ims.com/ru/metrology/surface-roughness-measurement-portal/evaluating-parameters/> (preuzeto 19. studenog 2021.).
- [40] “Analysis Functions > Areal Parameters > Ssk - Skewness.”
<https://help.profilmonline.com/ssk---skewness.html> (preuzeto 19. studenog 2021.).
- [41] “Maximum Profile Peak Height (Rp, Pp, Wp) | Surface Roughness Parameters | Introduction To Roughness | KEYENCE America.”
<https://www.keyence.com/ss/products/microscope/roughness/line/maximum-profile-peak-height.jsp> (preuzeto 19. studenog 2021.).
- [42] “Sv (Maximum Pit Height) | Area Roughness Parameters | Introduction To Roughness | KEYENCE America.”
<https://www.keyence.com/ss/products/microscope/roughness/surface/sv-maximum-pit-height.jsp> (preuzeto 19. studenog 2021.).
- [43] “Sa (arithmetical mean height) | Area Roughness Parameters | What is area roughness? | Solving the questions about profile and surface roughness measurements! Introduction to ‘Roughness’ | KEYENCE International Belgium.”
<https://www.keyence.eu/ss/products/microscope/roughness/surface/parameters.jsp> (preuzeto 19. studenog 2021.).
- [44] “JCGM 100:2008 Vrednovanje mjernih podataka – Upute za iskazivanje mjerne nesigurnosti.” DRZAVNI ZAVOD ZA MJERITELJSTVO.
- [45] “TeoTehMj: Predavanje_Mjerna nesigurnost.” <https://e-ucenje.fsb.hr/mod/resource/view.php?id=8876> (preuzeto 20. studenog 2021.).
- [46] K. Za, “TEORIJA I TEHNIKA MJERENJA,” p. 73.
- [47] “Monte Carlo Simulation: What Is It and How Does It Work? - Palisade.”
https://www.palisade.com/risk/monte_carlo_simulation.asp (preuzeto 21. studenog 2021.).
- [48] “JCGM 101:2008 Vrednovanje mjernih podataka – Dopuna 1. Uputama za iskazivanje mjerne nesigurnosti – Prijenos razdioba uporabom metode monte karlo.”
- [49] *Stuart, A.; Ord, K. (1994), Kendall’s Advanced Theory of Statistics: Volume I—Distribution Theory.*
- [50] 14:00-17:00, “ISO 5725-2:2019,” ISO.
<https://www.iso.org/cms/render/live/en/sites/isoorg/contents/data/standard/06/94/69419.html> (preuzeto 1. prosinca 2021.).

-
- [51] “M. Carević, ‘Analiza utjecajnih veličina na mjerenje parametara topografije površine kod primjene mikroskopa atomskih sila,’ info:eu-repo/semantics/masterThesis, University of Zagreb. Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, 2020. Preuzeto: 1. prosinca 2021. [Online]. Available: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:017499>.”
- [52] Razumić, A., Horvatić Novak, A., Štrbac, B., Runje B., “INFLUENCE OF SCAN PARAMETERS ON SURFACE TOPOGRAPHY OBTAINED VIA AFM”.