

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СВЕРХТОНКИХ УГЛЕРОДНЫХ АЛМАЗОПОДОБНЫХ ПОКРЫТИЙ

А.Усеинов, К.Гоголинский
useinov@mail.ru

Благодаря физико-механическим и химическим свойствам алмазоподобные углеродные (diamond-like carbon, DLC) покрытия представляют интерес в плане создания на их основе различных устройств, требующих использования широкозонных полупроводников с высокой мобильностью и низким коэффициентом температурного расширения [1, 2], включая высокотемпературную электронику, микроволновые устройства высокой мощности и микроэлектромеханические системы. Благодаря высокому пропусканию в ИК-спектре, DLC-пленки идеальны для создания защитных и противоотражающих покрытий различных оптических элементов [3]. Преимущество DLC-покрытий заключается также в их биосовместимости и коррозионной стойкости [4]. Все это диктует необходимость изучения механических свойств сверхтонких покрытий на их основе.

Наиболее распространенным методом изучения физико-механических свойств материалов на субмикронном уровне является измерительное динамическое индентирование (ИДИ), известное также как метод «кинетической твердости» [5]. По мере накопления полученных этим методом экспериментальных данных о твердости и адгезии DLC-пленок стало очевидно, что полученные результаты часто бывают ошибочными. Причина лежит в ряде влияющих на измерения факторов. Наиболее критичны из них – шероховатость поверхности, остаточные напряжения и «эффект подложки» [6], заключающийся в том, что для системы пленка-подложка регистрируемый при измерении отклик зависит от свойств пленки и подложки, причем влияние последней растет с увеличением глубины внедрения индентора. Измеряемые значения механических свойств сильно зависят также от нагрузки и глубины проникновения, при которой проводятся измерения. При измерении механических свойств пленок принято считать, что влияние подлож-

ки ничтожно мало при глубине индентирования меньше или равной 1/10 толщины пленки. Однако в случае DLC к этому эмпирическому правилу следует относиться с большой осторожностью. Существуют различные полумпирические модели расчета свойств пленки из данных метода ИДИ, но почти все они имеют ограниченную область применения с точки зрения взаимовлияния свойств пленки и подложки [7]. Кроме того, как правило, в таких моделях не учитываются реальная форма наконечника и шероховатость поверхности.

Еще одна проблема – для DLC условия проведения измерений не удовлетворяют общепринятому понятию твердости, определяемому в ИДИ как среднее контактное давление под индентором при достижении устойчивой пластической деформации исследуемого материала [8]. Во многих случаях для DLC это условие не выполняется, поскольку при взаимодействии индентора с материалом преобладает упругая деформация. В результате метод дает существенно завышенные значения твердости. Посколь-

ку существующее определение твердости не соответствует для таких материалов физическому смыслу измеряемой величины, ряд специалистов предлагает альтернативные определения твердости через понятие работы, затраченной на внедрение индентора [9, 10]; обсуждалось также применение «упругой» твердости, выраженной через модуль Юнга и телесный угол индентора.



Рис.1. Сканирующий нанотвердомер «НаноСкан-3D»



При измерении адгезии обычный ИДИ-тест или нанесение парапины позволяют вызвать отслоение пленки от подложки, однако количественное определение адгезии возможно далеко не всегда. Как правило, такие эксперименты позволяют проводить только качественное сравнение адгезионных свойств используемых покрытий. Сложность заключается в том, что результаты теста сильно зависят от формы индентора, а также от упругих и пластических свойств пленки. Ситуация усугубляется, когда при измерении не удается добиться отслоения пленки. Тогда должны применяться более сложные подходы, в частности, моделирование с использованием метода молекулярной динамики [11].

При измерении твердости DLC в наномасштабе метод склерометрии (нанесение и анализ парапин) имеет ряд преимуществ по сравнению с вдавливанием. В частности, один из способов устранения влияния преобладающей упругой деформации при измерении твердости – наблюдение при склерометрии остаточного следа парапины. При этом существует возможность определить нагрузку начала пластической деформации (на поверхности покрытия появляется видимый след).

Сканирующий нанотвердомер «НаноСкан-3D»

Сканирующий нанотвердомер «НаноСкан-3D» (рис.1) ра-

ботает на принципах сканирующей зондовой микроскопии и наноиндентирования [12, 13]. Его главное отличие от классических сканирующих зондовых микроскопов (СЗМ) – применение пьезорезонансного кантилевера камертонной конструкции с высокой изгибной жесткостью консоли (порядка 20 кН/м). Использование режима резонансных колебаний позволяет контролировать контакт острия зонда с поверхностью по двум параметрам: изменению амплитуды и частоте колебаний зонда, резонансный режим работы которого обеспечивает высокую стабильность амплитуды и частоты колебаний, гарантируя во время сканирования достаточно мягкий контакт острия с твердой поверхностью исследуемого материала.

Высокая изгибная жесткость консоли позволяет острию зонда проникать сквозь вязкий слой покрытия до контакта с упругой поверхностью, а также модифицировать ее, проводить индентирование и нанесение парапин. Конструкция зонда допускает использование алмазных наконечников различных типов и размеров.

Изгиб пьезорезонансного зонда контролируется с помощью высокоточного датчика перемещений, позволяющего измерять при наноиндентировании силу нагружения. Перечисленные функциональные возможности существенно отличают «НаноСкан-3D» от других приборов. В частнос-

ти, он способен контролируемо воздействовать на исследуемые структуры с силой от нескольких микроньютонов до сотен миллиньютонов, что в сотни раз превышает возможности других СЗМ. Не уступая классическим наноинденторам по возможности измерения твердости и значения модуля упругости, «НаноСкан-3D» существенно превосходит их по качеству получаемых при сканировании изображений поверхности исследуемого материала.

Основное преимущество нанотвердомера «НаноСкан-3D» – многопрофильность доступных в рамках одного прибора измерений. В частности, он позволяет поддерживать методике измерения твердости и модуля Юнга с помощью метода динамического наноиндентирования (ISO 14577), что дает возможность получать высококачественные изображения исходной и модифицированной поверхности с нанометровым разрешением.

В приборе реализована методика измерения твердости методом склерометрии с последующим сканированием поверхности в области индентирования и царапания.

Методом фильтрованного пульсирующего дугового разряда (filtered pulsed arc discharge, FPAD) [14, 15] были подготовлены два DLC-покрытия разной толщины и одно гибридное покрытие DLC-PDMS (с полидиметилсилоксаном), отличающееся высокой гидрофобностью.

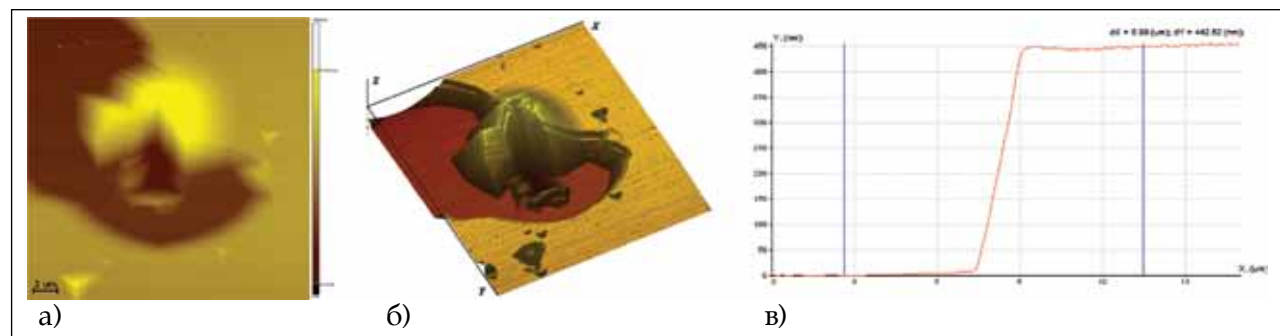


Рис.2. Изображения: (а) рельефа поверхности, (б) ее соответствующего трехмерного представления; (в) профиля сечения в области отслоения пленки при испытании царапанием с нормальной нагрузкой 50 мН

Механические свойства DLC-покрытий

Образец	HNI, ГПа	HScr, ГПа	ENI, ГПа	R, %	tc, нм
DLC-1	20	23	175	85	180
DLC-2	28	25	190	75	430
DLC-PDMS	11	8	120	60	180

Нормальная нагрузка 5 мН. HNI, ENI и R – твердость, модуль упругости и коэффициент упругого восстановления, измеренные методом ИДИ, HScr – твердость, измеренная методом склерометрии, tc – толщина пленки, определенная по изображениям области ее отслоения.

Шероховатость поверхности, толщина покрытия и адгезия к подложке исследовались с помощью «НаноСкан-3D». Твердость, модуль упругости и коэффициент упругого восстановления измерялись методом ИДИ в соответствии с международным стандартом ISO 14577.

Испытание царапанием применялось для измерения твердости, а также определения условий отслоения пленок, толщина которых определялась по СЗМ-изображению области отслаивания. Получаемые в результате испытаний изображения приведены на рис.2, а значения механических свойств представлены в таблице.

Анализ степени отслоения пленок показал, что адгезия к подложке более тонких пленок DLC-1 и DLC-PDMS лучше по сравнению с более толстой пленкой DLC-2.

Царапание поверхности пленок проводилось с линейным увеличением нормальной нагрузки от нуля до заданного значения (рис.3). По полученным изображениям определялись участки царапины и значения нагрузки, соответствующие разным этапам деформации и разрушения пленки.

По результатам исследований можно сделать следующие выводы:

- проведенные измерения твердости и адгезии DLC-покрытий методом ИДИ и склерометрии с помощью сканирующего нанотвердомера «НаноСкан-3D» показали, что метод склерометрии в совокупности с возможностью визуализации области деформации – чрезвычайно информативен с точки зрения исследования физико-механических свойств покрытий;
- исследования пленок методом склерометрии с пе-

ременной нагрузкой можно использовать для определения условий, соответствующих разным этапам их деформации и разрушения, и определения таких характеристик, как твердость и толщина пленки, усилие по ее отслоению и отрыву.

Литература

1. Willander M., Friesel M., Wahab Q. et al. – Journal of Materials Science: Materials in Electronics 17, 1-25 (2006).
2. Robertson J. – Physica Status Solidi A 205, 2233-2244 (2008).
3. Harris D. C. – SPIE Optical Engineering Press, Bellingham, Wash., 1999.
4. Sharma R., Barhai P.K., Kumari N. – Thin Solid Films 516, 5397-5403 (2008).
5. Булычев С.И., Алехин В.П. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора: – М.: Машиностроение, 1990. – 224 с.
6. Oliver W.C. and Pharr G.M. // Journal of Materials Research 19, 3-20 (2004).
7. Nagao S., Fujikane M., Tymiak N. et al. – Journal of Applied Physics 105, 106104-106103 (2009).
8. Fischer-Cripps A.C. Nanoindentation (Springer, New York, 2002).
9. Sakai M. – Acta Metallurgica et Materialia 41, 1751-1758 (1993).
10. Nowak R., Sakai M. – Journal of Materials Research 8, 1068-1078 (1993).
11. Bhushan B. – Microelectronic Engineering 84, 387-412 (2007).
12. Усеинов А.С. – Приборы и техника эксперимента, 2004, № 1, с. 134–138
13. Useinov A., Gogolinskiy K., Reshetov V. – International Journal of Materials Research 100, 968-972 (2009).
14. Antilla A., Lappalainen R., Heinonen H. et al. // New Diamond Frontier and Carbon Technol. 9, 283-288 (1999).
15. Antilla A., Tiainen V. M., Kiuru M. et al. – Surface Engineering 19, 425–428 (2003).

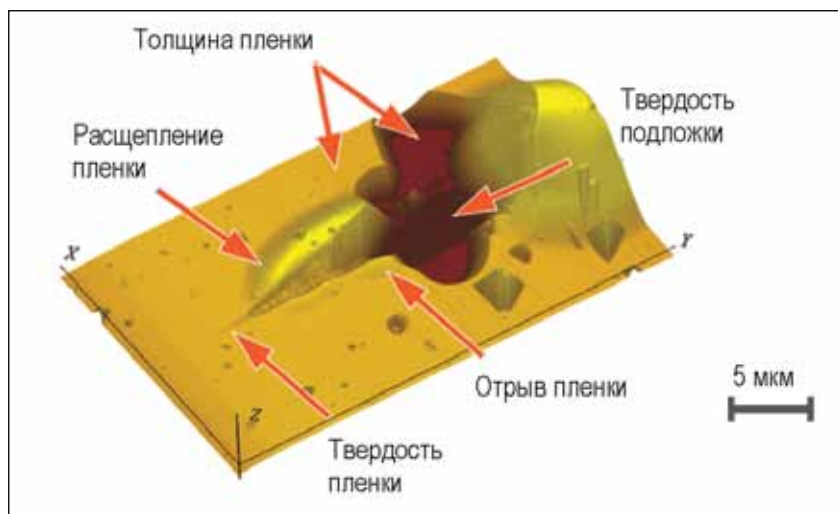


Рис.3. Остаточный след царапины с переменной нагрузкой на поверхности DLC-пленки