

DETERMINATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF THIN FILMS BY NANOCOMPRESSION

I. Kuběna, P. Hutař, L. Náhlík, T. Kruml *

Summary: *Measurements of mechanical properties of objects with micrometric (or even smaller) dimensions is still not a common task. In this paper, the possibility of evaluation basic mechanical properties of a thin film by nanocompression is demonstrated. Cylindrical specimens with the axis normal to the film plane, attached by the bottom to the substrate, are prepared by the focused ion beam technique. Such pillars are deformed by a nanoindenter outfitted by a flat diamond punch. An equivalent of compression curve is obtained. It is possible to measure directly parameters as the yield stress, stress at a chosen strain level or work hardening rate. Finite elements modelling is necessary for the Young modulus evaluation. It is shown that the Young modulus can be evaluated quite precisely, even if the geometry of the pillar is not perfect.*

1. Úvod

K měření mechanických vlastností tenkých vrstev se používá kromě tribologických metod prakticky pouze nanoindentace. Výhodou nanoindentace je snadné a automatizované provedení zkoušky bez nutnosti jakékoli přípravy vzorku. Nevýhodou je komplikovaný stav napětí pod hrotem, který je trojosý a silně nehomogenní. Určení základních materiálových parametrů z takové zkoušky je tedy obtížné; standardně se vyhodnocuje pouze tvrdost a elastický indentační modul (Oliver & Pharr, 1992). V literatuře jsou popsány další metody, které ovšem vyžadují náročnou přípravu vzorků a konstrukci specializované měřící aparatury (bulge test, beam bendig apod., Brotzen, 1994; Nix, 1989). Ideální možností by bylo provést tahovou zkoušku pouze tenké vrstvy; tyto pokusy se v literatuře občas objevují (Cheng et al., 2005; LaVan & Sharpe, 1999; Brotzen, 1988). Je zpravidla nutné provést větší množství experimentů, protože jakákoli vada na povrchu vede k předčasnému roztržení vzorku a některé tenké vrstvy nelze takto testovat vůbec.

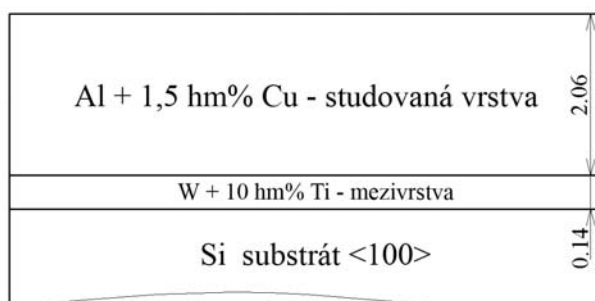
Pokud je hledaným parametrem tenké vrstvy např. mez kluzu v podmínkách homogenního napětí, jedinou alternativou k tahové zkoušce je zkouška v kompresi. V této práci jsme se pokusili o provedení takové zkoušky, s využitím fokusovaných iontových svazků k přípravě kompresního vzorku a nanoindentoru k vlastnímu provedení zkoušky. Kompresní křivky a tvar vzorků po deformaci již byly částečně publikovány (Kuběna et al., 2008; Kruml et al., 2009), tento příspěvek se týká hlavně určení Youngova modulu materiálu z naměřených dat.

* prof. Tomáš Kruml, Ing. Ivo Kuběna, PhD. Pavel Hutař, PhD. Luboš Náhlík, Ústav fyziky materiálů, AV ČR, Žižkova 22, 61662 Brno; tel. 532290379, fax 541218657, kruml@ipm.cz

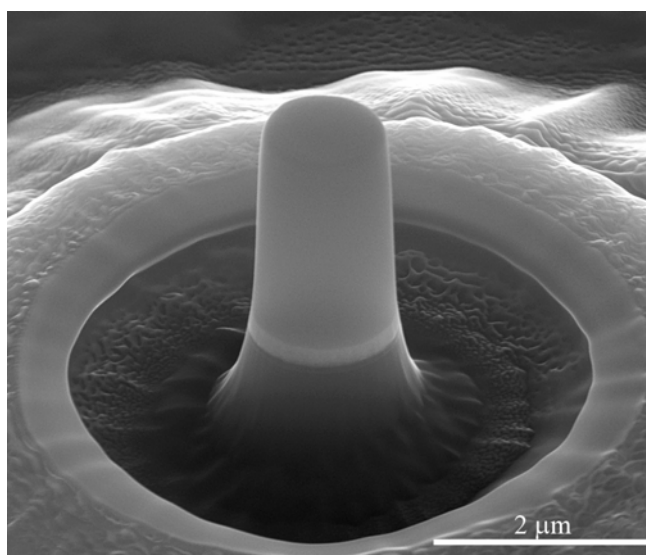
2. Experiment

Studovaným materiálem byla vrstva připravená metodou PVD o chemickém složení Al + 1.5 hm% Cu a tloušťce 2.06 μm . Mezi touto vrstvou a křemíkovým monokrystalickým substrátem o orientaci $\{100\}$ byla ještě napařena mezivrstva W + 10 hm% Ti o tloušťce 140 nm (obr. 1).

Odprašování pomocí fokusovaného iontového svazku bylo odstraněna vrstva, mezivrstva a část substrátu v mezikruží o vnějším průměru 25 μm a vnitřním asi 1.5 μm . Tato část experimentu probíhala na půdě firmy FEI s využitím přístroje Quanta 3D FEG DualBeam™. Po ukončení odprašování byl uprostřed mezikruží připraven válcovitý vzorek (pilířek, pillar v anglické literatuře; obr. 2), určený ke zkoušce v kompresi. Příprava takového vzorku je poměrně náročná, například je obtížné zajistit, aby průřez pilířku byl konstantní a přechod pilířku do substrátu byl plynulý. Detaily přípravy jsou uvedeny v práci Kruml et al. (2009). Pilířky byly připravovány ze středů větších zrn, jedná se tedy o monokrystalické vzorky.



Obr. 1 Schéma studovaného materiálu v kolmém řezu



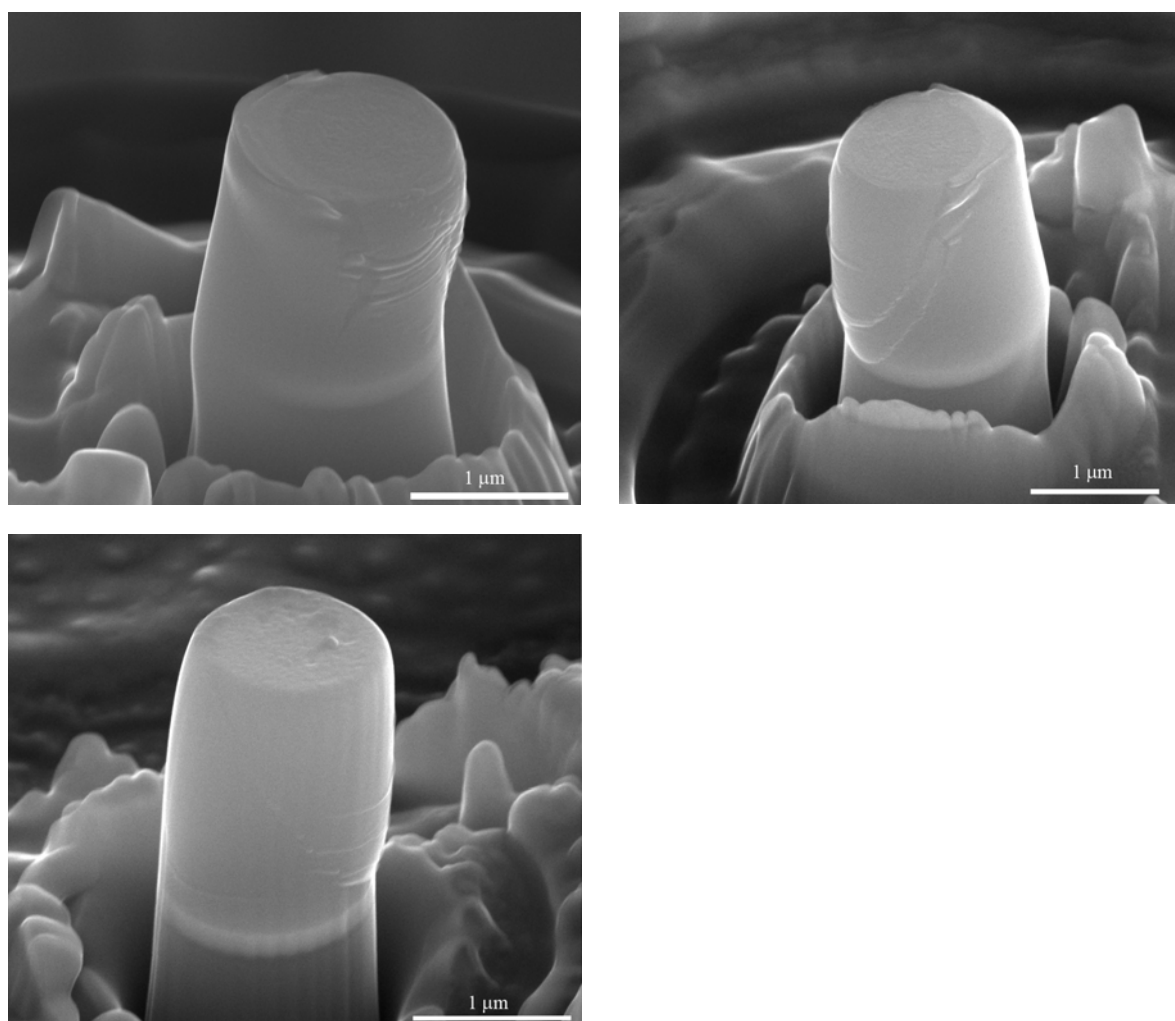
Obr. 2 Vzorek připravený pro zkoušku v kompresi. Výška měrné části je daná původní tloušťkou vrstvy 2.06 μm , průměr vzorku je 1.3 μm . Zřetelně je vidět světlejší W-Ti mezivrstva mezi studovanou Al vrstvou a substrátem.

Zatěžování vzorku v kompresi bylo provedeno pomocí nanoindentačního přístroje NanoTest™ NT600 a komerčně dostupného diamantového razníku kónického tvaru,

s ploškou na vrcholu o průměru 10 μm . NanoTest™ NT600 je vybaven kvalitním světelným mikroskopem, pomocí něž jsou určeny x – y souřadnice vzorku. Diamantový razník je poté přemístěn na zadané souřadnice. Bylo ověřeno, že nepřesnosti přemísťovacího systému nejsou větší než cca 1-2 μm . Zatěžování bylo provedeno v režimu konstantního přírůstku síly $dF/dt = 0.001 \text{ mNs}^{-1}$. Přístroj umožňuje také přejít do režimu konstantní aplikované síly a provést creepový experiment. Protože se ke kompresní zkoušce používá nanoindentor a měřené síly i přemístění jsou stejného řádu jako při nanoindentačních testech, bývá tato zkouška označována jako nanokompresní zkouška.

3. Tvar vzorků po kompresi

Tvar vzorků po zkoušce v kompresi odpovídá předpokládané deformaci fcc monokrystalů. Na povrchu vzorků jsou vidět výrazné skluzové linie podél skluzových rovin typu $\{111\}$ (obr. 3).

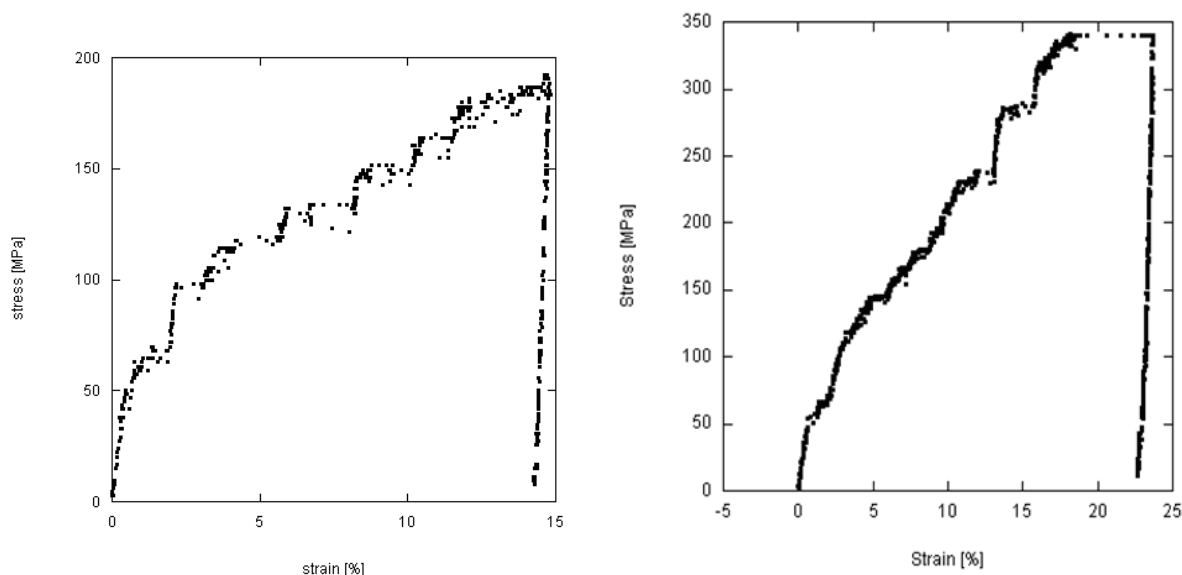


Obr. 3 Výrazné skluzové stopy na povrchu vzorků po deformaci v kompresi

4. Kompresní křivky

Dvě kompresní křivky jsou uvedeny na obr. 4. Jejich tvar se liší od typických kompresních křivek měřených u makroskopických vzorků. Během deformace dochází ke skokovým

nárůstům plastické deformace (plastic strain bursts), které se na křivce projevují horizontálními úseky. V literatuře je tento jev známý u plasticity vzorků o rozměrech v řádu jednotek mikrometrů nebo menších. Přisuzuje se aktivaci dislokačního zdroje, který vyprodukuje několik desítek či stovek dislokačních smyček, a způsobí pokluz vzorku po jedné skluzové rovině. Studované vzorky ukazovaly chování, které je možno označit jako přechodové mezi makroskopickým chováním s plynulým přechodem z elastické do plastické oblasti a nenulovým zpevněním a chováním mikroskopickým, kde k plasticitě dochází jen skokově a mezi jednotlivými plastickými událostmi se vzorek deformuje elasticky. Mez kluzu byla u jednotlivých vzorků určena podle tvaru křivky buď jako první skoková plastická deformace anebo standardně jako napětí při 0.2% plastické deformaci (více Kruml et al., 2009). Uvažujeme-li Burgersův vektor dislokací v Al o velikost 0.286 nm a Schmidův faktor primárního skluzového systému blízký 0.5, odpovídá 0.2% plastická deformace průchodu 40 dislokací vzorkem. Z naměřených křivek tedy lze statisticky vyhodnotit průměrnou mez kluzu nebo napětí při zvolené deformaci a rozptýl těchto parametrů. Sklon elastické závislosti napětí-deformace však neodpovídá Youngovu modulu studované vrstvy E_{Al} , protože měřené přemístění hrotu při nanokompresní zkoušce zahrnuje také deformaci mezivrstvy a substrátu.

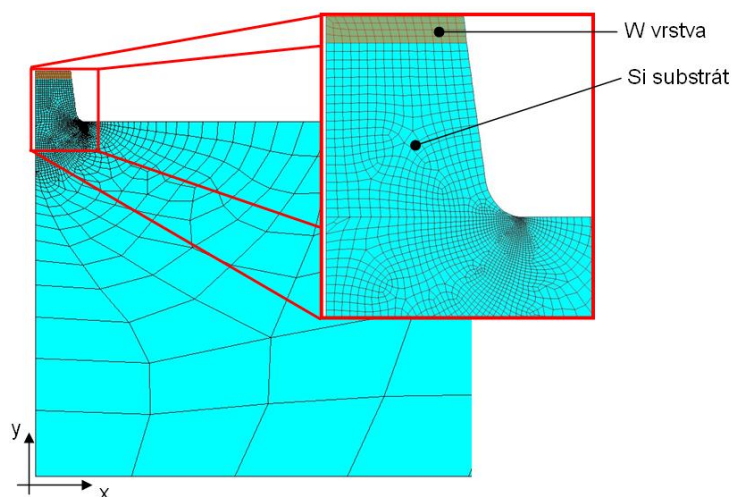


Obr. 4 Příklady kompresních křivek

5. Určení modulu pružnosti s pomocí MKP

Možností jak stanovit E_{Al} s větší přesností než v předchozím případě je použití metody konečných prvků (MKP) k výpočtu celkové deformace W vrstvy a Si substrátu. Odečteme-li tyto parazitní deformace z křivek na obr. 4, je možné určit E_{Al} z dat změřených během nanokompresní zkoušky. Určení E_{Al} přímo ze sklonu elastické části křivek (např. při odtížení) předpokládá, že W -vrstva a Si-substrát jsou dokonale tuhé materiály, což může vést k významnému zkreslení výsledných materiálových charakteristik povlaku.

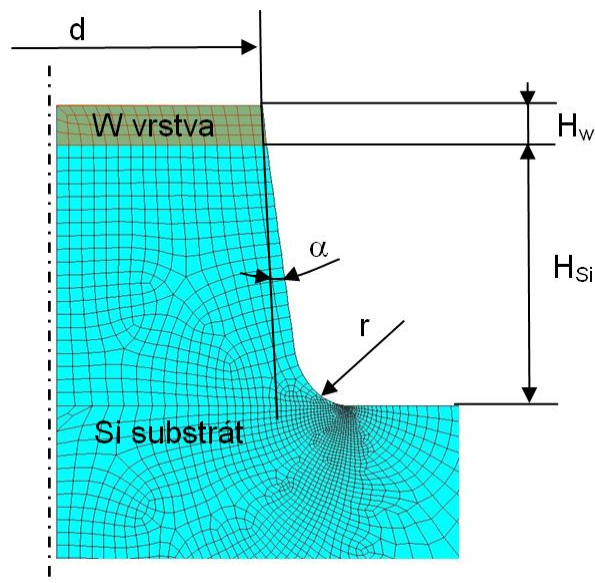
Proto byl vytvořen model MKP, který popisuje věrně geometricky použitý nanokompresní vzorek. Protože lze předpokládat axisymetrii celého modelu podle osy y , lze celou úlohu modelovat jako dvojdimenzionální. Takto vytvořený model substrátu pomocí MKP je vidět na obr. 5.



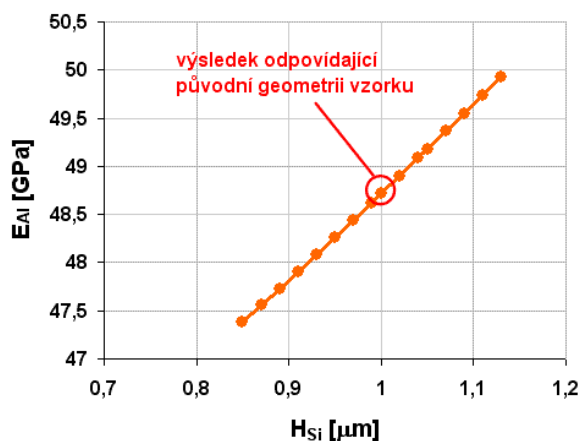
Obr. 5 Model vytvořený pomocí metody konečných prvků

Na základě numerické analýzy byla stanovena odezva substrátu a mezivrstvy na aplikované zatížení od diamantového razníku. Pomocí této analýzy a sklonu elastické části nanokompresních křivek, který byl změřen jako 39.4 GPa, byl E_{Al} vypočten jako 49 GPa. Tato hodnota se lépe shoduje s hodnotami uváděnými v literatuře (Chinmulgund et al., 1995) pro hliníkové vrstvy připravené pomocí PVD – uváděné hodnoty leží mezi 47 a 74 GPa. Jak se ukázalo z těchto výsledků, je zřejmé, že geometrické charakteristiky substrátu mohou významně ovlivnit odhady modulu pružnosti povlaku a proto je třeba odhadnout parametry na které je odhad modulu pružnosti nejcitlivější.

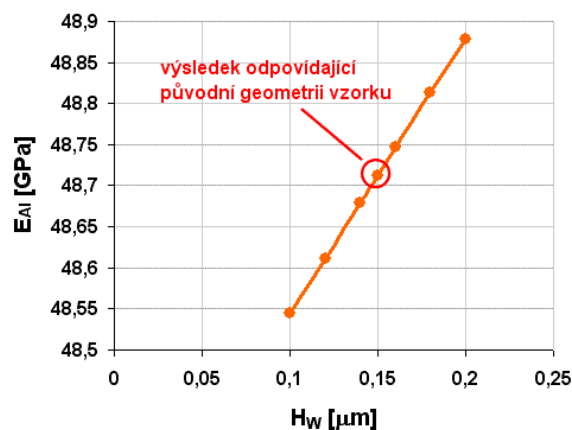
Byl tedy vytvořen model geometrie nanokompresního vzorku, který je definován na obr. 6. Na základě zkušeností z výroby nanokompresních vzorků pomocí odprašování, byly zjištěny geometrické parametry substrátu, které se mohou nejvíce měnit a byl odhadnut jejich vliv na výslednou hodnotu Youngova modulu (obr. 7).



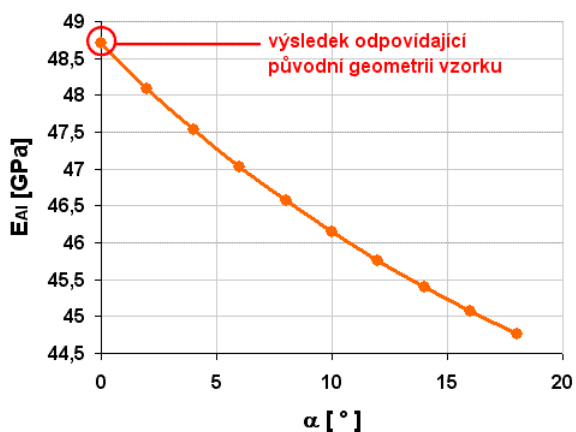
Obr. 6 Model geometrie nanokompresního vzorku s uvažovanými geometrickými charakteristikami



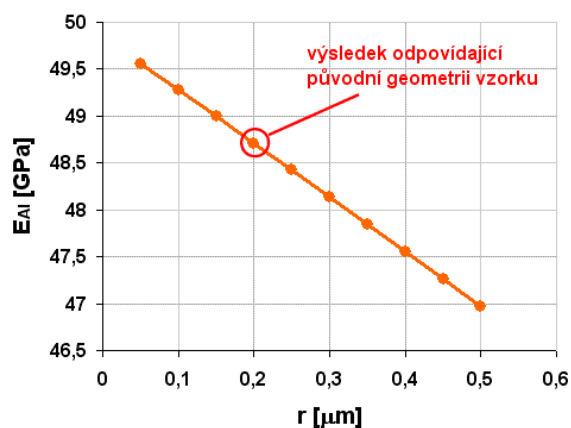
Obr. 7a Vliv změny výšky Si-vrstvy (H_{Si}) na výsledný modul pružnosti Al-vrstvy



Obr. 7b Vliv změny tloušťky W-vrstvy (H_w) na výsledný modul pružnosti Al-vrstvy



Obr. 7c Vliv odchylky od kolmosti (α) na výsledný modul pružnosti Al-vrstvy



Obr. 7d Vliv změny rádiusu (r) na výsledný modul pružnosti Al-vrstvy

Obecně lze říci, že změny některých parametrů nemají velký vliv na výsledný odhad modulu pružnosti povlaku. Změna tloušťky W vrstvy v intervalu 0.1-0.2 μm se na výsledném odhadu modulu pružnosti projeví odchylkou menší než 0.5% (obr. 7b) což je z experimentálního hlediska zanedbatelná hodnota. Stejně tak změna rádiusu r u paty mikrokompresního vzorku je uvažována poměrně významná, 0.05-0.5 μm a přesto vliv na odhadovaný modul pružnosti Al vrstvy je menší než 3%. Ze studovaných veličin má nejvýznamnější vliv změna úhlu α , kde při jeho hodnotě 18° vyvolá chybu v odhadu modulu pružnosti povlaku kolem 9%. Samozřejmě i významná změna výšky Si vrstvy může hrát nezanedbatelnou roli. Lze ale říci, že při odhadu skutečných materiálových charakteristik mikrokompresních vzorků lze některé drobné změny geometrie způsobené nedokonalostí jejich výroby zanedbat a z hlediska numerického modelování problému lze uvažovat určitý idealizovaný tvar. Také přenositelnost mezi jednotlivými vzorky je poměrně dobrá. Pokud považujeme přesnost odhadu modulu pružnosti povlaku z hlediska numerického modelování kolem 5%, lze zanedbat i výraznější geometrické odchylky.

6. Závěr

Nanokompresní zkouška představuje novou možnost, jak měřit elastické a plastické charakteristiky tenkých vrstev. Z naměřených nanokompresních křivek lze určit průměrnou hodnotu meze kluzu nebo napětí při zvolené deformaci; k těmto veličinám je třeba přistupovat statisticky kvůli pravděpodobnostnímu charakteru výskytu skoků v plastické deformaci. Je také možné určit poměrně přesně Youngův modul vrstvy. Sklon elastické části experimentální křivky je však třeba nejprve očistit od parazitních elastických deformací substrátu s využitím výpočtu metodou konečných prvků.

7. Poděkování

Autoři děkují firmám FEI Company Czech Republic a ON Semiconductor Czech Republic za spolupráci při vývoji popsané metody a kolegům z Fyzikálního ústavu AV ČR Boháčovi, Čtvrtlíkovi a Stranyánkovi za provedení nanokompresních experimentů.

8. Literatura

- F.R. Brotzen (1994) Mechanical testing of thin films. *Int. Mater. Rev.* 39, 24.
- F.R. Brotzen, C.T. Rosenmayer & R.J. Gale (1988) Mechanical behavior of aluminum and Al-Cu(2%) thin films. *Thin Solid Films* 166, 291.
- Y.W. Cheng, D.T. Read, J.D. McColskey & J.E. Wright (2005) A tensile-testing technique for micrometer-sized free-standing thin films. *Thin Solid Films* 484, 426.
- M. Chinmulgund, R.B. Inturi & J.A. Barnard (1995) Effect of Ar gas pressure on growth, structure, and mechanical properties of sputtered Ti, Al, TiAl, and Ti₃Al films. *Thin Solid Films* 270, 260.
- T. Kruml, M. Stranyanek, R. Ctvrtlik, P. Bohac, T. Vystavel & P. Panek (2009) A new method for mechanical testing of thin films: application to Aluminum, *Journal of Materials Research*, April issue, in print.
- I. Kubena, T. Kruml, P. Hutar, P. Bohac, M. Stranyanek, R. Ctvrtlik, P. Panek & T. Vystavel (2008) Measurement of mechanical properties of thin films by nanocompression, in: *Vrstvy a Povlaky 2008*, Liss, Roznov p R., 103.
- D.A. LaVan & W.N. Sharpe (1999) Tensile testing of microsamples. *Experimental Mechanics* 39, 210.
- W.D. Nix (1989) Mechanical properties of thin films. *Metallurgical Transactions A* 20 A, 2217.
- W.C. Oliver & G.M. Pharr (1992) An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.* 7, 1564.