

E xperimentální A nalýza N apětí 2005

EVALUATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF THIN FILMS AND COATINGS BY THE SYSTEM NANO TEST™ NT600

HODNOCENÍ MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ TENKÝCH VRSTEV A POVLAKŮ SYSTÉMEM NANO TEST™ NT600

Radim Čtvrtlík¹, Martin Stranyánek², Petr Boháč³, Lubomír Jastrabík⁴, Miroslav Hrabovský⁵

Mechanical properties metrology of thin films and coatings is one of the necessary assumptions of optimization of their technology and high-quality production too. Recently the technology of thin films is essential part of many production procedures. It is used with success for instance in electrotechnic industry, electronics, optics, mechanical engineering, energetics and medicine. There are numbers of devices available for the measurement of these properties, either specialized for certain test or universal which are available to carry out entire analysis of mechanical properties of thin films and surfaces. The special rank belongs to the modular measuring system NanoTest™ (Micro Materials Ltd.), whose unique construction employs a special ceramics pendulum, therefore the specimen is loaded by force oriented in horizontal direction.

Keywords

NanoTest™, nanoindentation, scratch test, impact test, impulse test, acoustic emission, pin on disc

NanoTest™, nanoindentace, vrypová zkouška, impact test, impuls test, akustická emise, pin on disc

NanoTest™ NT600

Systém NanoTest™ NT600 je univerzální zařízení určené pro vyšetřování mechanických vlastností tenkých vrstev a povlaků, jenž umožňuje měřit tvrdost, vyhodnocovat elastický modul, adhezi, únavové, lomové, ale také dynamické vlastnosti. Systém NT600™ se vyznačuje vysokou univerzálností a způsobem aplikace zátěžné síly ve směru horizontálním, čímž se odlišuje od všech ostatních zařízení nabízených na trhu.

¹ Mgr. Radim Čtvrtlík: Společná laboratoř optiky UP v Olomouci a FZÚ AV ČR; 17. listopadu 50, 772 07 Olomouc, tel.: +420-2-66052105, e-mail: ctvrtlik@fzu.cz

² Mgr. Martin Stranyánek: Fyzikální ústav Akademie věd; Na Slovance 2, 182 21 Praha, tel.: +420-2-66052105, e-mail: stranyanek@fzu.cz

³ Ing. Petr Boháč, CSc.: Fyzikální ústav Akademie věd; Na Slovance 2, 182 21 Praha, tel.: +420-2-66052959, e-mail: bohac@fzu.cz

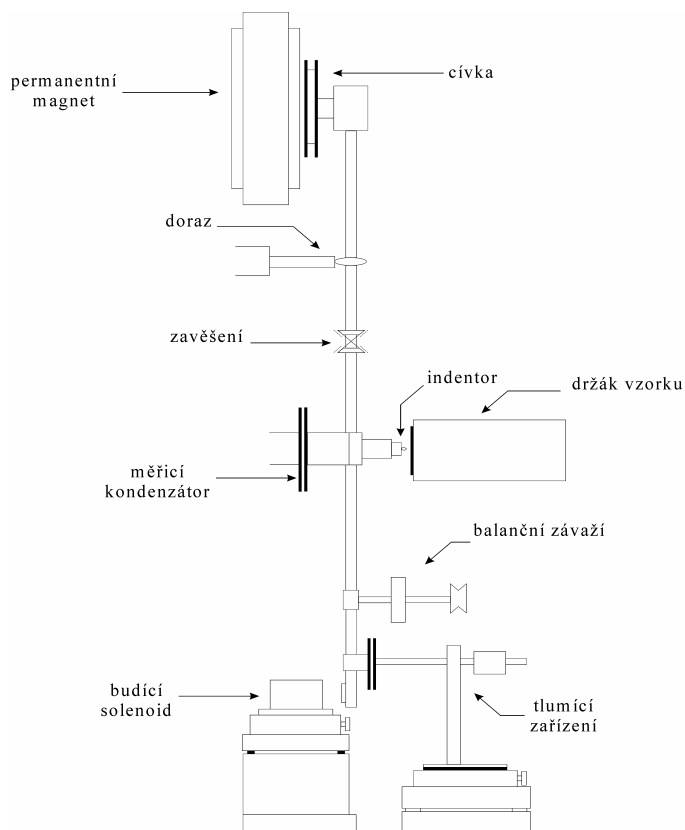
⁴ RNDr. Lubomír Jastrabík, CSc.: Fyzikální ústav Akademie věd; Na Slovance 2, 182 21 Praha, tel.: +420-2-20318437, e-mail: jastrab@fzu.cz

⁵ prof. RNDr. Miroslav Hrabovský, DrSc.: Společná laboratoř optiky UP v Olomouci a FZÚ AV ČR; 17. listopadu 50, 772 07 Olomouc, tel.: +420-5-85631501, e-mail: hrabovsky@optnw.upol.cz

Flexibilita sestavy NanoTest™ NT600 vychází přímo z její modulární koncepce, počet měřících metod a technik lze velmi snadno zvýšit pouhou implementací přídatných modulů (frikční sonda, mikroskop s vysokým rozlišením, AFM, modul pro akustickou emisi, pin on disc tribometr, atd), či prostřednictvím různých úprav a nastavení, jenž umožňují provádět vysokoteplotní indentaci, impulse test či měřit dynamickou tvrdost.

Zatěžování vzorků silou ve směru horizontálním je umožněno unikátní konstrukcí využívající keramického kyvadla, které rotuje kolem speciálního zavěšení tvořeného čtyřmi zkříženými planžetami. Tato konstrukce zajišťuje jen minimální tření. Zátěžná síla je řízena magnetickým polem cívky, umístěné v horní části kyvadla, které je úměrné proudu procházejícímu vinutím. Tímto způsobem je přenášena síla na indentor vnikající do vzorku. Posuv indentoru je měřen pomocí velice přesného kapacitního mostu.

V podstatě lze říci, že sestava se skládá ze čtyř nezávislých modulů určených pro indentaci, skenovací testy a dynamické impact a impulse testy. Všechny tyto moduly lze použít ve spojení jak s nízkozátěžovou měřící hlavou (0,1 – 500 mN), pro vrstvy v rozmezí 20 nm – 5 μm, tak i s vysokozátěžovou měřící hlavou (0,1– 20 N) pro vrstvy do 50 μm. Celý měřící systém (obr. 1). je umístěn na antivibračním stole situovaném ve speciálním boxu vybaveném systémem regulace teploty a vlhkosti, což umožňuje provádět experimenty za přesně definovaných vnějších podmínek. Veškeré ovládání a sběr dat jsou kompletně zajištěny osobním počítačem prostřednictvím speciálního softwaru, komunikace probíhá přes sběrnici IEEE. [1]



Obr. 1 Koncepce systému NanoTest™ NT600.

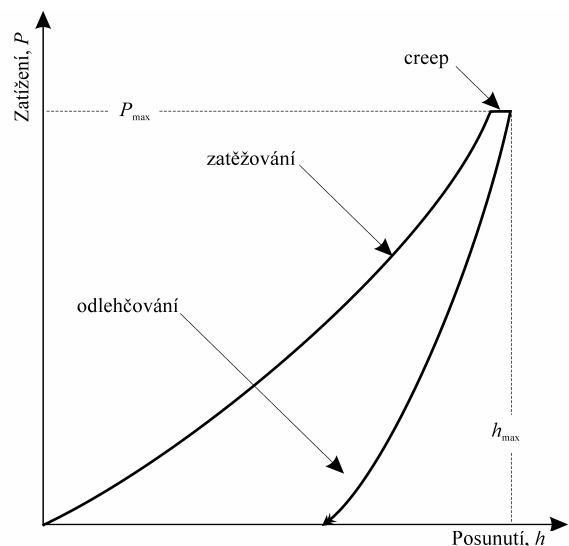
Nanoindentace

Nanoindentace je jednou ze základních zkoušek používaných v metrologii tenkých vrstev pro vyšetřování elastických a plastických vlastností. Zkouška spočívá ve vnikání diamantového hrotu přesně definovaných rozměrů a geometrie do zkoumaného vzorku v důsledku působení zátěžné síly.

Systém NanoTest™ NT600 používá metodu DSI (Depth Sensing Indentation), která spočívá v kontinuálním záznamu zátěžné síly a okamžité polohy indentoru během celého indentačního cyklu. První fází klasického indentačního cyklu je řízené zatěžování, během kterého je na hrot definovanou rychlostí aplikována zvolená zátěžná síla. Druhá fáze cyklu se označuje jako odlehčování a spočívá v postupném snižování zátěže až na nulovou hodnotu. Často se mezi zatěžování a odlehčování vkládá perioda, během které je vzorek vystaven maximální zátěži, což umožňuje zkoumat creep. Grafické vyjádření naměřených

dat se označuje jako indentační křivka, její charakteristický tvar je uveden na obr. 2. Tvrdost a elastický modul pružnosti je z naměřených LD dat určován pomocí metody Oliver-Pharr [2].

Nanoindentace se obvykle provádí s tzv. indentorem typu Berkovich, což je trojboký jehlan jehož poměr průřezu k indentační hloubce je stejný jako v případě Vickersova indentoru [3]. Pomocí nanoindentace lze získat základní informace o hloubkovém profilu tvrdosti a modulu po tloušťce, konzistenci vrstvy, jejím praskání nebo creepu.



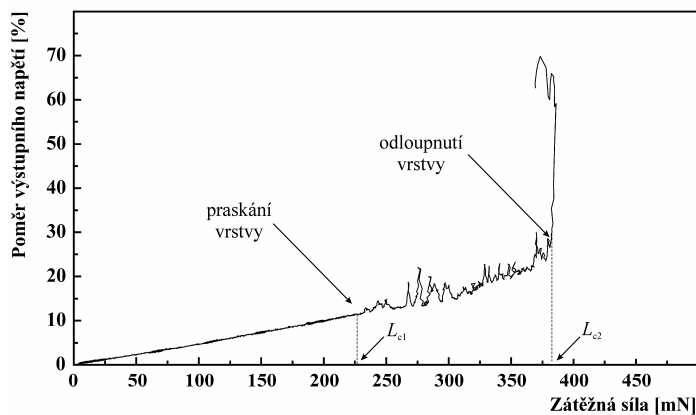
Obr. 2 Indentační křivka.

Scratch test

Scratch test, nebo-li vrypová zkouška se používá

k vyšetřování kohezních a adhezních vlastností tenkých vrstev a povlaků. Principem zkoušky je pohyb zatěžovaného hrotu po zkoumaném povrchu, přičemž jsou po celou dobu experimentu spojitě monitorovány působící síla spolu s okamžitou polohou hrotu, případně frikční síla. Útvar vzniklý na povrchu se označuje jako vryp. Pro tento druh testu se nejčastěji používá Rockwellův kónický indentor, pro přesnější měření pak tzv. Cube-corner indentor, přičemž zátěž je buď konstantní nebo lineárně se zvyšující. Během zkoušky lze pozorovat projevy hned několika po sobě následujících druhů poruch soustavy

vrstva-substrát, počínaje vznikem mikrotrhlinek přes poruchy koheze až po úplnou delaminaci. Smyslem scratch testu je nalezení mezních zátěží odpovídajících vznikům právě těchto poruch. Systém NanoTest™ NT600 umožňuje nalézt tyto zátěže hned několika způsoby: na základě prudké změny penetrační hloubky indentoru, změnou frikční síly mezi vyšetřovaným povrchem a frikční sondou, mikroskopickým pozorováním nebo prostřednictvím snímače akustické emise. Výhodou NT600 je možnost tyto způsoby



Obr. 3 Charakteristický výsledek scratch testu se zřetelnými mezními zátěžemi L_{c1} a L_{c2} . [5]

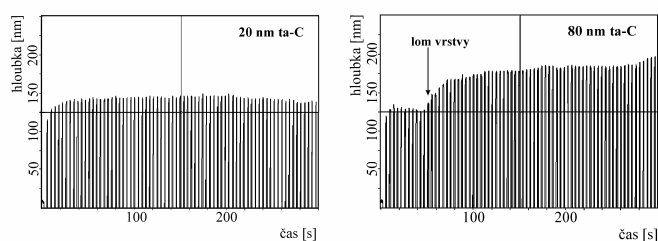
vyšetřování kombinovat. Obecně platí, že k porušení systému vrstva-substrát při scratch testu dochází v důsledku kombinace elasticko-plastického indentačního napětí, tření a vnitřního pnutí [4]. Charakteristický výsledek scratch testu se zřetelnými mezními zátěžemi je uveden na obr. 3.

Vyšetřování dynamických vlastností

Charakterizace mechanických vlastností tenkých vrstev a povlaků při statických zátěžích je v současnosti oblast relativně známá. Využití těchto výsledků je však v praxi značně problematické, ukazuje se, že k poruchám v materiálu dochází dříve, než předpovídají testy

statické. To znamená, že charakterizace na základě nanoindentace a scratch testu je v praxi, kdy jsou vrstvy namáhány dynamicky, nedostatečná.

NT600 pro vyšetřování dynamických vlastností tenkých vrstev používá tzv. Nano-Impact Test™, jenž byl vyvinut speciálně pro vyšetřování únavového opotřebení povrchů. Jedná se v podstatě o jakýsi únavový test opotřebení, při kterém je vzorek připevněn na vibrujícím pizo-držáku. Tímto způsobem jsou tedy simulovány kvazi-operační podmínky, čehož lze například využít při odhadu životnosti vrstvy. Srovnání dynamických vlastností 20 nm a 80 nm tlustých vrstev ta-C je uvedeno na obr.4.



Obr. 4 Výsledky Nano-Impact testu. [6]

Další dynamický test, který NT600 umožňuje provádět je tzv. impulse test. Jedná se v podstatě o jistou modifikaci impact testu, v tomto případě je však vzorek v klidu a kmitá kyvadlo. Kmity kyvadla jsou generovány pomocí speciálního solenoidu umístěného ve spodní části kyvadla, viz. obr. 1. Další odlišností těchto dvou metod je velikost maximální aplikovatelné síly, která je v důsledku odlišného konstrukčního principu v případě impulse testu mnohem nižší. Výhodou těchto testů je možnost identifikovat jak nedokonalosti soudržnosti vrstvy (signalizovány sérií skoků penetrační hloubky), tak i poruchy adheze (reprezentovány náhlým skokem penetrační hloubky vlivem odstranění vrstvy) při dynamickém namáhání. Na základě těchto zkoušek lze zkoumané vrstvy hodnotit podle třech základních kritérií: typ poruchy, energie poruchy, doba vzniku poruchy.

Kromě již zmíněných impact a impulse testů umožňuje Systém NanoTest™ NT600 vyhodnocovat také dynamickou tvrdost, a to prostřednictvím jakéhosi speciálního impulse módu, při kterém je na kyvadlo pomocí solenoidu elektromagneticky aplikována síla a aktuální poloha hrotu snímána pomocí kapacitního snímače. Hodnota tvrdosti pak může být určena buď na základě objemové hustoty energie potřebné k vytvoření vtisku, nebo pomocí koeficientu tlumení kmitů kyvadla. Hlavní rozdíl mezi těmito dvěma metodami je, že první zahrnuje vliv viskózního toku, který je zřetelný zejména u měkkých kovů.

Akustická emise

Je známo, že v oblastech materiálu ve kterých dochází k prudkým změnám napětí či tlaku mohou být generovány rázové akustické vlny (obvykle v rozsahu 150 – 300 kHz). Tento fenomén je známý jako akustická emise AE a je obvykle detekován prostřednictvím zvukového snímače připojeného na materiál. Vznik a růst mikrotrhlin, porušování vazeb na rozhraní a delaminace tenkých vrstev jsou typickými příklady jevů při nichž dochází k akustické emisi. Použití snímače akustických vln umožňuje získat zajímavé informace týkající se různých procesů, ke kterým dochází při indentaci či vrypové zkoušce. Pro snímání AE systém NanoTest™ používá piezoelektrického snímače, jehož rezonanční frekvence je vyšší než 200 kHz.

Pin on disc

Pin on disc je metoda obvykle používaná při vyšetřování otěruvzdornosti a kluzných vlastností povrchů. Principem zkoušky je kontakt hrotu se vzorkem umístěným na rotujícím disku. Pin on disc experiment je založen na spojitém monitorování koeficientu tření (frikční sonda) při současném opotřebovávání zkoumaného povrchu. Hlavními proměnnými, které ovlivňují tření a opotřebení, při tomto tribologickém testu jsou rychlost otáčení a aplikovaná zátěž. NanoTest™ NT600 umožňuje zatěžovat vzorek silou kontinuálně se měnící v rozsahu 0,1 mN až 20 N při rychlosti až 120 ot./min. Kromě širokého rozsahu rychlosti a zátěže jsou dalšími výhodami systému zejména vertikální umístění vzorku a možnost nastavení mezní třecí síly, hloubky či zátěže při nichž je experiment ukončen.

Závěr

Modulární měřicí systém NanoTest™ NT600 je špičkové zařízení umožňující vyšetřovat širokou paletu mechanických vlastností jak statických, tak dynamických. Systém umožňuje provádět indentaci (jak při pokojové tak i při vysokých teplotách, až do 500 °C), vrypové zkoušky, testy topografické a testy opotřebení, dynamické techniky jako jsou impact a impulse test spolu s měřením dynamické tvrdosti, akustickou emisí, pin on disc metodu a další. Kromě velké univerzálnosti je systém specifický také svou koncepcí, která umožňuje zatěžovat zkoumaný vzorek silou orientovanou ve směru horizontálním.

Literatura

- [1] Beake, B. D., et al.: *Micro Materials NanoTest User Manual* - Wrexham: Micro Materials Ltd., 2004.
- [2] Oliver, W. C., Pharr, G. M.: An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and sensing indentation experiments - *Journal of Materials Research*, vol. 7, pp. 1564-1583, 1992.
- [3] Fischer-Cripps, A.C.: A review of analysis methods for sub-micron indentation testing - *Vacuum*, vol. 58, pp. 569-585, 2000.
- [4] Randall, N. X., Favaro, G., Frankel, C. H.: The effect of intrinsic parameters on the critical load as measured with the scratch test method - *Surface and coatings technology*, vol. 137, pp. 146-151, 2001.
- [5] Zhang, S., et al.: Toughness measurement of thin films: a critical review - *Surface and coatings technology*, 2004, in press.
- [6] Beake, B. D., Lau, S. P., Smith J. F.: Evaluating the fracture properties and fatigue wear of tetrahedral amorphous carbon films on silicon by nano-impact testing - *Surface and Coatings Technology*, vol. 177-178, pp. 611-615, 2004.