

15

Геометрическая форма областей разрушения в ходе скользящей наноиндентации тонких пленок Si–C–N, применяемых для Н/МЭМС

© R. Dash¹, A.S. Bhattacharyya^{1,2}¹ Dept. of Nano Science and Technology, Central University of Jharkhand, Brambe, India² Centre of Excellence in Green and Efficient Energy Technology (CoE GEET),

Central University of Jharkhand, Brambe, India

E-mail: arnab.bhattacharya@cuj.ac.in, 2006asb@gmail.com

Поступило в Редакцию 11 января 2022 г.

В окончательной редакции 11 января 2022 г.

Принято к публикации 3 июня 2022 г.

Области разрушения, возникающие в ходе скользящей наноиндентации такого технологически важного материала, как тонкие пленки SiCN, по геометрической форме напоминают лемнискату и кардиоиду. Оценочное значение прочности адгезии составило 9 GPa. Разрушение могло быть следствием двух различных режимов напряжений: один, касательный (тангенциальный), отвечает за разрушение материала в форме износа, а другой, аксиальный, отвечает за нарушение адгезии между пленкой и подложкой. Измерения по методу энергодисперсионной спектроскопии на участках с нанесенными царапинами показали полное разрушение адгезии.

Ключевые слова: скользящая наноиндентация, тонкие пленки SiCN, прочность адгезии.

DOI: 10.21883/PJTF.2022.15.53122.19132

С помощью скользящей наноиндентации было проведено исследование адгезионных свойств тонких пленок и их подверженности износу. Эта тема весьма актуальна для тонких пленок, используемых при создании устройств на базе нано/микроэлектромеханических систем (Н/МЭМС). Метод заключается в том, что на поверхность пленки под линейной нагрузкой наносятся царапины, и в течение всего времени до полного разрушения проводится запись данных о тракционной реакции. Нагрузка, при которой происходит разрушение пленки, называется критической нагрузкой. В ходе исследования в качестве наиболее важных параметров рассматриваются характеристики интерфейса пленка/подложка (уровень твердости), толщина пленок, частота и скорость

нагружения, а также величина напряжения в тонких пленках [1].

Популярность тонких пленок Si–C–N объясняется их устойчивостью к окислению, химической инертностью, пьезоэлектрическими свойствами и способностью поглощать СВЧ-излучение. Эти пленки все более широко применяются в системах Н/МЭМС, в запоминающих устройствах, при компоновке электронных схем, в оптоэлектронных устройствах и в СВЧ-поглотителях [2–11]. В пленках Si–C–N образуются нанокристаллические фазы SiC, Si₃N₄ и CN_x [12].

Исследование методом скользящей индентации, или склерометрическое испытание, проводилось с помощью индентора Берковича, входящего в состав наноинден-

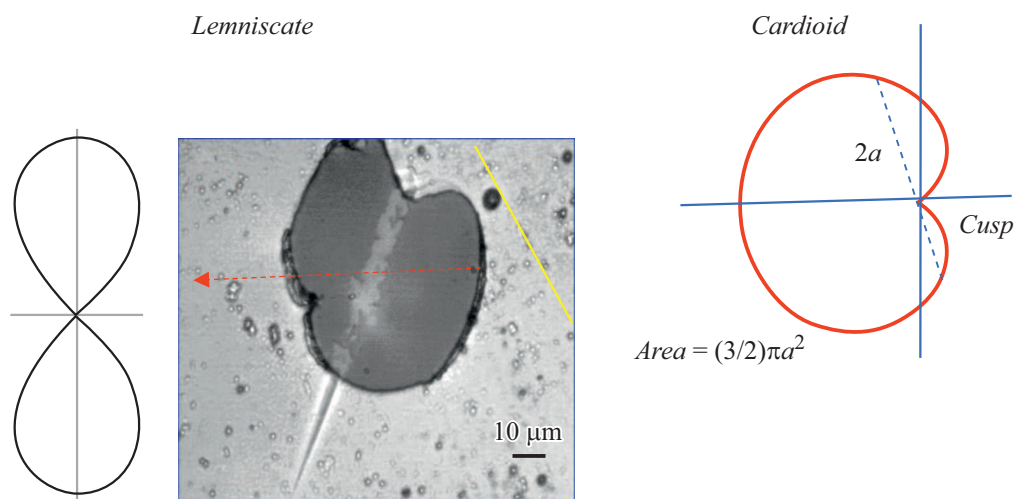


Рис. 1. Области разрушения в форме лемнискаты и кардиоиды, обнаруженные в ходе склерометрического теста.

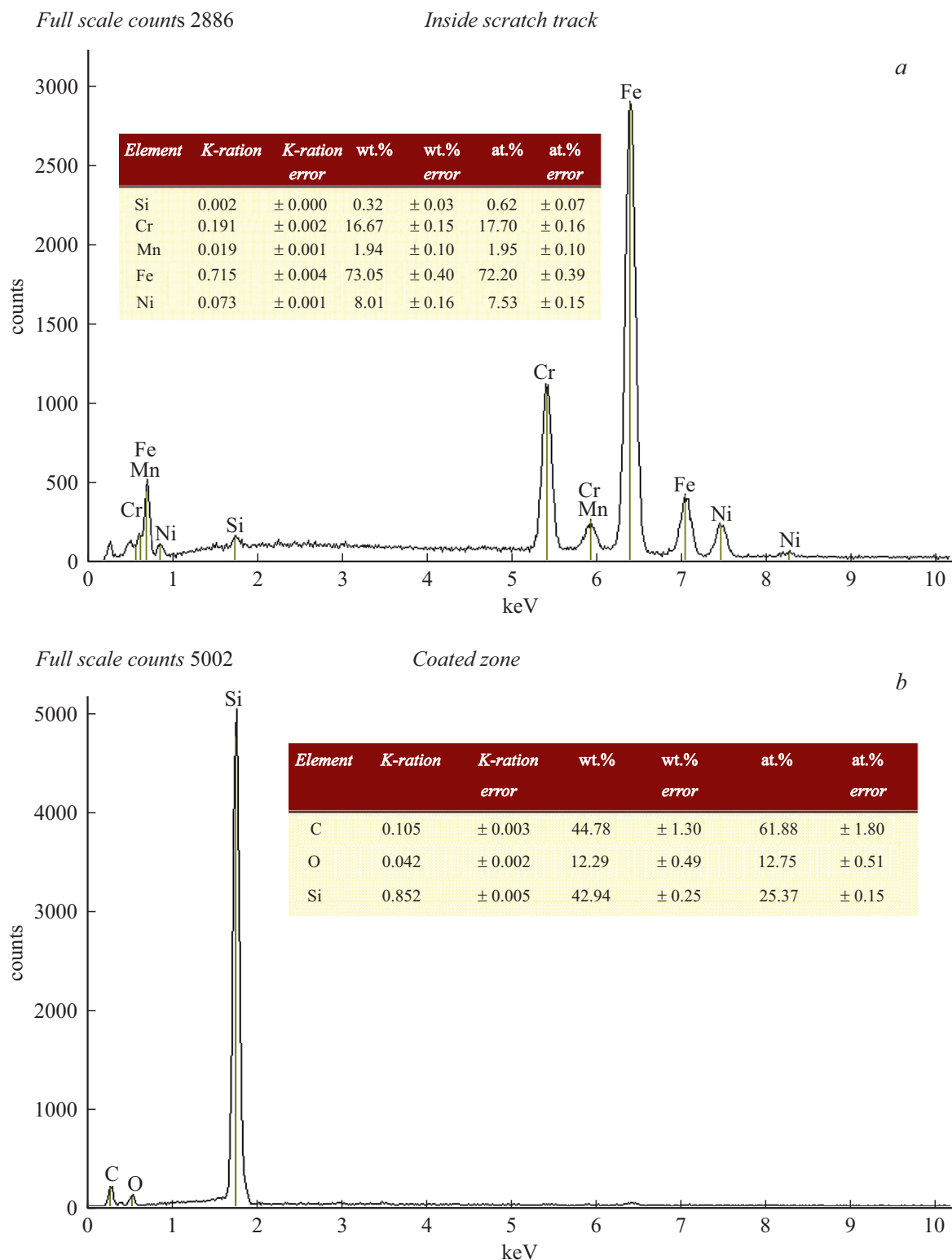


Рис. 2. Энергодисперсионные спектры области царапины (*a*) и области с покрытием (*b*).

тационного оборудования MTS (США). При нанесении царапин зонд проводился поперек поверхности образца при постоянном контроле прилагаемой силы, частоты нанесения, длины и направления царапин. При использовании более низкой нагрузки и индентора с меньшим

радиусом чувствительность поверхности возрастает, что также обеспечивает высокое контактное давление.

Существует три составляющих напряжения, каждая из которых вносит вклад в процесс отслаивания покрытия: упругопластическое напряжение, касательное

напряжение трения и внутреннее напряжение. Степень разрушения покрытия в ходе склерометрического теста зависит от твердости как покрытия, так и подложки. Величина критической нагрузки зависит от многих факторов, таких как механическая прочность (адгезия, когезия) системы покрытие/подложка, частота нагружения, скорость нанесения царапин, радиус наконечника индентора, материал индентора. Среди свойств, присущих покрытию и подложке и важных с точки зрения схватывания царапин, в первую очередь следует назвать твердость и шероховатость подложки, толщину покрытия, коэффициенты трения между покрытием и индентором, а также внутренние напряжения в покрытии. Тем не менее критическая нагрузка зависит от факторов внутреннего характера (частоты нагружения, скорости нанесения царапин, радиуса наконечника, степени износа наконечника и других характеристик установки), а также от внешних факторов (твердости подложки и покрытия, модуля упругости, шероховатости поверхности, трения) [13,14].

Ранее на таких пленках были проведены эксперименты по статической наноиндентации, при этом был выполнен анализ поврежденных областей в части их геометрической формы [15,16]. Однако представляет интерес тот факт, что под влиянием скользящей индентации, которая не локализована, как в случае статической индентации, форма возникающих областей разрушения может быть соотнесена с известными геометрическими функциями.

Появление двух различных зон разрушения указывает на тот факт, что существует два различных механизма разрушения под воздействием скользящей индентации, один из которых определяется касательным напряжением, которое приводит к образованию области разрушения в форме кардиоиды и относится в большей степени к процессу износа покрытия. Аксиальное же напряжение, возникающее как раз в месте контакта с индентором, связано больше с нарушением адгезии между пленкой и подложкой и приводит к образованию области разрушения в виде лемнискаты (рис. 1).

Образование областей разрушения в форме кардиоиды, подобных тем, о которых сообщалось в случае статической индентации (рис. 1), наблюдалось также в ходе склерометрических испытаний. Это происходило благодаря существованию вблизи кончика трещины пластичной зоны, размер которой увеличивался при повышении нагрузки. Зная геометрическую форму области разрушения, можно вычислить ее площадь ($\frac{3}{2}\pi a^2$). Величина прилагаемой нагрузки составляла 50 мН, что соответствовало прочности адгезии порядка 9 ГПа. С другой стороны, область разрушения адгезии внутри кардиоиды напоминает по форме лемнискату ($r^2 = a^2 \cos 2\theta$). Эта кривая состоит из двух одинаковых петель, каждая из которых симметрична относительно базисной линии, которая делит каждую петлю пополам. Единственное отличие, которое наблюдалось для зоны, поврежденной царапинами, состоит в том, что количество лепестков

в ней не ограничивается двумя, а продолжает увеличиваться. Периодическое замыкание петель указывает на тот факт, что напряжение, отвечающее за разрушение, имеет периодический характер.

Распределение напряжения в зоне под индентором в ходе скользящей индентации имеет намного более сложную форму, чем в случае статической индентации, и нуждается в дальнейшем исследовании с применением динамического моделирования методом конечных элементов, работа над которым ведется.

Энергодисперсионные спектры, измеренные на линиях царапин, вместе с данными об атомной и массовой доле различных элементов показали нарушение адгезии покрытия. Значения концентраций элементов, например 72.2 at.% Fe, 17.7 at.% Cr, 1.95 at.% Mn и пр., приведенные на рис. 2, а, показывают наличие исключительно SS304, в то время как спектры участка поверхности с покрытием (рис. 2, б) демонстрируют не что иное, как элементный состав пленки Si–C–N. Таким образом, в результате нанесения царапин на покрытие происходит его полное удаление, и обнажается чистая подложка из нержавеющей стали.

Благодарности

Авторы выражают благодарность Dr. S.K. Mishra (CSiR-National Metallurgical Laboratory) за предоставление измерительного оборудования.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] A.S. Bhattacharyya, Surf. Topogr.: Metrol. Prop., **9**, 035052 (2021). DOI: 10.1088/2051-672X/ac28aa
- [2] J. Minming, X. Ke, L. Ningbo, Z. Beirong, Ceram. Int., **48**, 2112 (2022). DOI: 10.1016/j.ceramint.2021.09.299
- [3] I. Tanaka, S. Matuoka, Y. Harada, Diamond Relat. Mater., **121**, 108732 (2022). DOI: 10.1016/j.diamond.2021.108732
- [4] C. Jung, S. Song, H. Park, Y. Kim, E.J. Lee, S.G. Lee, H. Jeon, J. Vac. Sci. Technol. A, **39**, 042404 (2021). DOI: 10.1116/6.0000887
- [5] N. Singh, K. Singh, D. Kaur, Ceram. Int., **43**, 8970 (2017). DOI: 10.1016/j.ceramint.2017.04.037
- [6] N. Singh, D. Kaur, Appl. Phys. Lett., **113**, 162103 (2018). DOI: 10.1063/1.5045723
- [7] Y.-J. Choi, J.-H. Lee, J.-S. Choi, S.-J. An, Y.-M. Hwang, J.-S. Roh, K.-S. Im, Crystals, **11**, 489 (2021). DOI: 10.3390/cryst11050489
- [8] J.-H. Lee, K.-S. Im, J.-H. Lee, IEEE J. Electron Dev. Soc., **9**, 728 (2021). DOI: 10.1109/JEDS.2021.3100760
- [9] Q. Li, C. Chen, M. Wang, Y. Lv, Y. Mao, M. Xu, Y. Wang, X. Wang, Z. Zhang, S. Wang, W. Zhao, J. Stiens, J. Mater. Res. Technol., **15**, 460 (2021). DOI: 10.1016/j.jmrt.2021.08.043

- [10] Q. Li, C. Chen, M. Xu, Y. Wang, X. Wang, Z. Zhang, W. Zhao, J. Stiens, *Appl. Surf. Sci.*, **546**, 149121 (2021). DOI: 10.1016/j.apsusc.2021.149121
- [11] S. Wang, H. Gong, Y. Zhang, M.Z. Ashfaq, *Ceram. Int.*, **47**, 1302 (2021). DOI: 10.1016/j.ceramint.2020.08.250
- [12] R. Riedal, H.-J. Kleebe, H. Schönfelder, F. Aldinger, *Nature*, **374**, 526 (1995). DOI: 10.1038/374526a0
- [13] S.J. Bull, E.G. Berasetegui, *Tribol. Int.*, **39**, 99 (2006). DOI: 10.1016/j.triboint.2005.04.013
- [14] S.K. Mishra, A.S. Bhattacharyya, *Mater. Lett.*, **62**, 398 (2008). DOI: 10.1016/j.matlet.2007.05.043
- [15] A.S. Bhattacharyya, R.P. Kumar, S. Priyadarshi, Sonu, S. Shivam, S. Anshu, *J. Mater. Eng. Perform.*, **27**, 2719 (2018). DOI: 10.1007/s11665-018-3289-7
- [16] A.S. Bhattacharyya, R.P. Kumar, G. Acharya, V. Ranjan, *Current Smart Mater.*, **2**, 39 (2017). DOI: 10.2174/2405465801666161130154515