

Исследование упругой деформации пленок Ti при знакопеременном изгибе

© А.Р. Шугуров, А.В. Панин, М.С. Казаченок

Институт прочности и материаловедения СО РАН,
634021 Томск, Россия
e-mail: shugurov@ispms.tsc.ru

(Поступило в Редакцию 22 марта 2010 г.)

Изучено влияние напряженно-деформированного состояния на границе раздела пленка–подложка на процессы упругой деформации пленок Ti при знакопеременном изгибе. Показано, что податливость подложки Al обуславливает когерентную деформацию системы пленка–подложка, приводя к гофрированию пленки Ti и возникновению волнистой границы раздела пленка–подложка. В процессе усталостных испытаний вдоль границы раздела формируется периодическое распределение нормальных и касательных напряжений, вызывающее периодическое коробление пленок. Коробление пленок Ti на подложке Ti происходит случайным образом на участках локального отслоения пленок и обусловлено накоплением дефектов на границе раздела.

Введение

В последние годы микроэлектромеханические устройства (MEMS) получили широкое применение в вычислительной технике, промышленной автоматике, автомобильной электронике, дисплейных технологиях, телекоммуникациях и сетях передачи данных, химическом анализе, медицине и др. [1]. Эти устройства имеют много подвижных элементов, которые зачастую подвергаются в процессе эксплуатации циклическим растягивающим либо изгибающим нагрузкам, поэтому их надежность и долговечность имеют большое значение [2,3]. Поскольку в качестве материалов для MEMS обычно используются тонкие пленки, изучение усталостного поведения тонкопленочных структур является важной проблемой.

Вследствие высокой неравновесности структуры, малого размера зерен и большого числа внутренних границ раздела механическое поведение тонких пленок существенно отличается от деформации объемных материалов [4,5]. Значительное влияние на характер деформации тонких пленок также оказывает наличие границы раздела пленка–подложка, поскольку из-за жесткой связи друг с другом пленка и подложка должны испытывать при внешних воздействиях одинаковую степень деформации. В условиях, когда механические свойства пленки и подложки различны, это приводит к периодическому распределению растягивающих и сжимающих напряжений вдоль границы раздела пленка–подложка, обуславливая локализованный характер деформации и разрушения тонких пленок [6–8]. Кроме того, жесткая связь пленки с подложкой вызывает развитие в тонких пленках остаточных напряжений, возникающих после их нанесения вследствие различия коэффициентов термического расширения. Указанные факторы существенно влияют на усталостную долговечность пленок и не позволяют экстраполировать для них результаты усталостных испытаний объемных материалов.

Как правило, усталостные испытания тонких пленок проводятся с использованием полимерных подложек, обладающих высокой эластичностью [9,10]. В процессе нагружения подобной системы подложка обычно испытывает только упругую деформацию, в то время как пленка деформируется пластически. Однако при эксплуатации MEMS-устройств их элементы и конструкции нагружаются ниже предела текучести. Поэтому для практических применений представляет интерес исследовать процессы усталостной деформации тонких пленок на подложках в условиях, когда и пленка и подложка деформируются только упруго.

Целью настоящей работы явилось изучение влияния напряженно-деформированного состояния на границе раздела пленка–подложка на характер упругой деформации тонких пленок при знакопеременном изгибе.

1. Методика эксперимента

В работе исследовали тонкие пленки Ti толщиной 400 nm, нанесенные на неподогретые подложки методом магнетронного распыления. Перед осаждением пленок поликристаллические подложки из технического титана ВТ1-0 и технического алюминия АД1Н подвергали механической шлифовке и полировке. Средний размер зерна в пленках Ti на подложках Ti и Al составлял 30 и 130 nm соответственно. Морфологию поверхности пленок до и после нагружения исследовали с помощью оптического микроскопа Carl Zeiss Axiovert 25 CA и атомно-силового микроскопа (АСМ) Solver HV.

Методом наноиндентирования с помощью прибора NanoTest были определены значения модулей упругости пленок и подложек. Испытания проводили с трехгранной пирамидкой Берковича при максимальных нагрузках от 0.5 до 200 mN. Зависимость глубины проникновения от приложенной силы анализировали по методу Оливера–Фарра [11].

Испытания на усталость проводили методом знакопеременного изгиба при комнатной температуре. Один конец образца с размерами рабочей части $40 \times 10 \times 1$ мм был жестко закреплен в неподвижном захвате, а другой конец совершал колебания с постоянной частотой $\nu = 12$ Гц и амплитудой $A = \pm 1.5$ мм.

2. Результаты эксперимента

Испытания на знакопеременный изгиб системы Ti–Al показали, что уже после 200 циклов на поверхности пленок Ti формируются поперечные складки (рис. 1, *a*). Коробление пленки происходит в области максимального изгиба (у неподвижного захвата) у боковых граней образца и с увеличением числа циклов испытаний распространяется к центру в виде складок типа „телефонного шнура“ [12]. Складки располагаются на поверхности образца с периодом $50\text{--}60$ мкм, а их высота составляет $1\text{--}1.5$ мкм (рис. 2, *a*).

После удаления пленки Ti было обнаружено, что на поверхности подложки Al в процессе испытаний сформировалась складчатая структура, аналогичная наблюдавшейся на поверхности пленки (рис. 2, *b*). Однако если период складок на поверхности подложки также со-

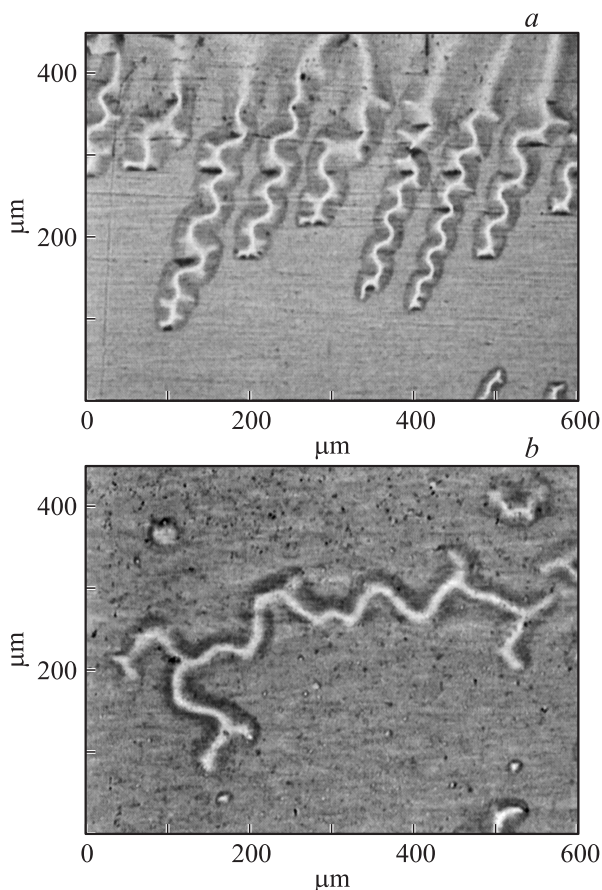


Рис. 1. Оптические изображения пленок Ti на подложках Al (*a*) и Ti (*b*) после 200 (*a*) и 9000 (*b*) циклов знакопеременного изгиба.

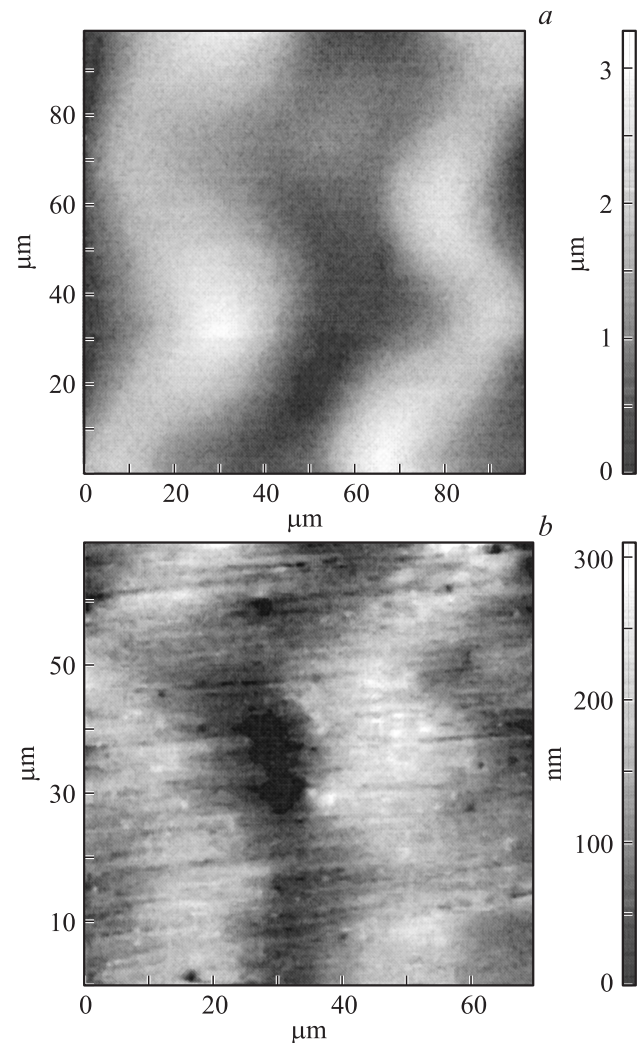


Рис. 2. АСМ-изображения поверхности пленки Ti на подложке Al (*a*) и участка поверхности подложки Al, с которого была удалена пленка Ti (*b*), после 14 000 циклов испытаний на знакопеременный изгиб.

ставляет $50\text{--}60$ мкм, то их высота не превышает 100 нм. Испытания подложки Al, проведенные в аналогичных условиях без нанесенной сверху пленки, не выявили каких-либо изменений рельефа ее поверхности (рис. 3).

В процессе знакопеременного изгиба пленок Ti на подложке Ti коробление пленок начинается спустя 1000 циклов и носит случайный характер. Складки хаотически расположены на поверхности образца и не имеют определенного направления распространения (рис. 1, *b*). После удаления пленки складчатый рельеф на поверхности подложки не наблюдается.

3. Обсуждение результатов

При рассмотрении процессов деформации тонких пленок необходимо учитывать влияние остаточных напряжений, возникающих после осаждения. Согласно данным

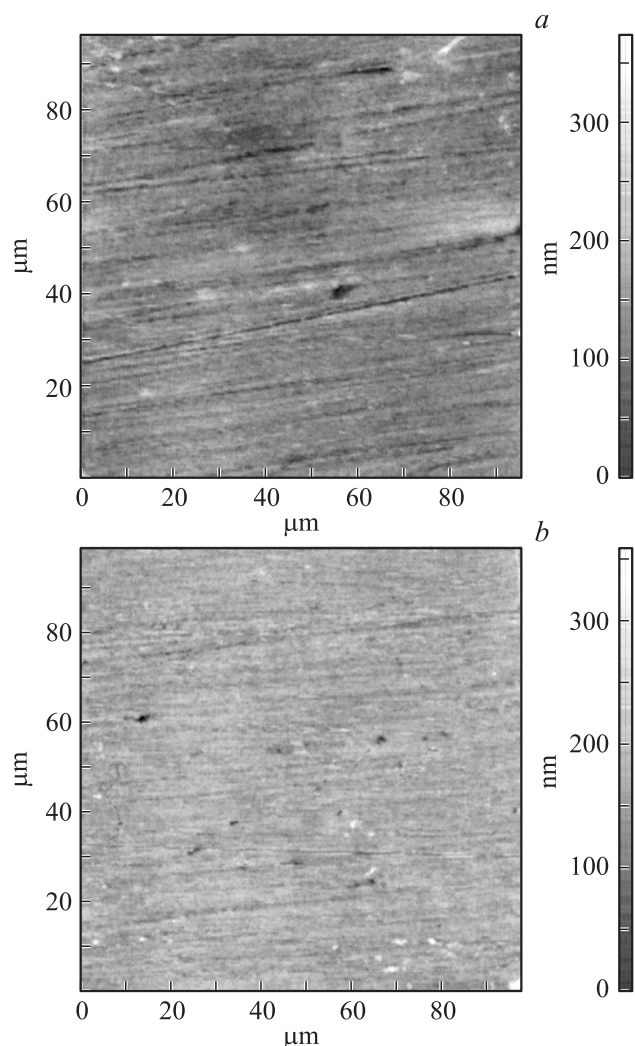


Рис. 3. АСМ-изображения поверхности подложки Al до (а) и после 14 000 циклов испытаний на знакопеременный изгиб (б).

рентгеновской дифракции, в пленках Ti, напыленных на подложку Al, развиваются остаточные сжимающие напряжения ~ 100 МПа. Эти напряжения могут быть обусловлены как неравносностью процесса напыления, так и различием коэффициентов термического расширения Ti и Al, поскольку в процессе напыления даже на неподогретую подложку происходит ее нагрев. В пленках Ti на подложке Ti сжимающие напряжения оказываются на порядок меньше.

Каждый цикл знакопеременного изгиба состоит из двух стадий. На первой стадии тонкая пленка должна испытывать растягивающие напряжения, а на второй стадии — сжимающие. Однако с учетом того что в процессе осаждения в пленках Ti возникли остаточные сжимающие напряжения, на первой стадии сначала должна происходить их релаксация и только затем — переход в растягивающие напряжения. На второй стадии сжимающие напряжения в исследуемых пленках должны усиливаться.

При испытаниях на знакопеременный изгиб системе пленка–подложка можно рассматривать как балку с закрепленным концом, к которой приложена циклическая нагрузка P (рис. 4). Нормальное напряжение в точке поперечного сечения образца, находящейся на расстоянии d от нейтрального слоя (не испытывающего деформацию), записывается как

$$\sigma = \frac{Md}{J_y}, \quad (1)$$

где M — суммарный момент действующих сил, J_y — момент инерции сечения образца относительно оси y . Максимальное нормальное напряжение достигается при $d_{\max} = t/2$ (t — суммарная толщина пленки и подложки):

$$\sigma_{\max} = \frac{Mt}{2J_y} = \frac{3AEt}{2l^2}, \quad (2)$$

где E — модуль упругости пленки, l — расстояние между захватами. Максимальное касательное напряжение можно определить с помощью критерия текучести Мизеса:

$$\tau_y = \frac{\sigma_y}{\sqrt{3}} \quad (3)$$

при $\sigma_y = \sigma_{\max}$.

Поскольку толщина пленки пренебрежимо мала по сравнению с толщиной подложки, то приближенно можно считать, что в области максимального изгиба пленка испытывает максимальные напряжения, определяемые выражением (2). Используя соответствующие параметры эксперимента и модуль упругости пленок $E_{Ti} = 115$ ГПа, получаем из (2), что в процессе изгиба максимальные нормальные напряжения в пленках Ti независимо от материала подложки достигают 162 МПа. Соответственно из (3) максимальные значения касательных напряжений τ_{\max} в исследуемых пленках составляют ~ 94 МПа. Таким образом, с учетом остаточных напряжений, возникших после напыления, максимальные сжимающие напряжения, которые достигаются в пленках Ti на стадии сжатия, не превышают 200 МПа. Поскольку предел текучести нанокристаллических пленок Ti должен быть значительно выше предела текучести объемного титана, который составляет 300 МПа [13], то в процессе испытаний пленки Ti должны деформироваться только в упругой области. В приповерхностных слоях подложки Ti нормальные напряжения достигают 162 МПа, а в подложке Al — 98 МПа. Максимальные

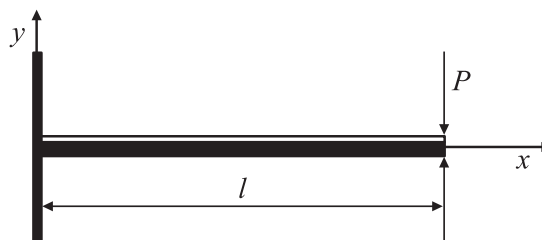


Рис. 4. Схема испытаний на знакопеременный изгиб.

касательные напряжения, развивающиеся в процессе нагружения в подложках Ti (94 МПа) и Al (57 МПа), также меньше пределов текучести титана ВТ1-0 и алюминия АД1Н (300 и 100 МПа соответственно) [13].

Обычно предполагается, что упругое коробление (buckling) тонких пленок происходит под действием сжимающих напряжений на участках границы раздела, где уже произошло отслоение пленки от подложки [12]. По своей природе коробление пленок аналогично классическому случаю эйлеровской упругой неустойчивости стержня, находящегося под воздействием продольных сжимающих сил [14]. Изгиб минимизирует энергию упругой деформации и может приводить к дальнейшему отслаиванию пленки. Произойдет ли коробление отслоившегося участка пленки, зависит от соотношения между энергией упругого сжатия пленки и энергией ее изгиба. Пленка изгибается, если величина сжимающих напряжений в ней превышает критическое значение, которое определяется аналогично напряжению изгиба незакрепленного плоского листа [12].

$$\sigma_{\text{buckl}} = \frac{\pi^2}{12} \left(\frac{h}{b} \right) \bar{E}_f, \quad (4)$$

где h — толщина пленки, b — полуширина изгиба,

$$\bar{E}_f = \frac{E_f}{(1 - \nu_f^2)}$$

— модуль плоских деформаций пленки.

С учетом параметров пленок Ti и $b = 25 \mu\text{m}$ для системы Ti–Al и $20 \mu\text{m}$ для Ti–Ti получаем из (4), что критическое напряжение для их коробления составляет ~ 27 и ~ 42 МПа в случае подложек Al и Ti соответственно. Эти значения меньше приведенных ранее оценок максимальных значений сжимающих напряжений, развивающихся в пленках Ti в процессе испытаний. Таким образом, если бы отслоение пленки от подложки имело место еще до начала испытаний, то коробление должно было бы наблюдаться уже после 1-го цикла. Однако оно начинается только спустя 200 и 1000 циклов, что свидетельствует о том, что отслоение пленок происходит в процессе циклического нагружения образцов и является его результатом. С наибольшей вероятностью отслоение пленки происходит в областях локального ослабления адгезии, где в процессе испытаний накапливаются дефекты. В работах [15,16] показано, что как при циклическом растяжении, так и при изгибе тонких пленок Cu и Ag их повреждение начинается с формирования полостей на границе раздела пленка–подложка. В случае, когда контакт на границе раздела пленка–подложка нарушается, релаксация сжимающих напряжений приводит к изгибу отслоившегося участка пленки без деформации подложки (рис. 5, а). Такой механизм реализуется в системе Ti–Ti и обуславливает хаотическое расположение областей коробления.

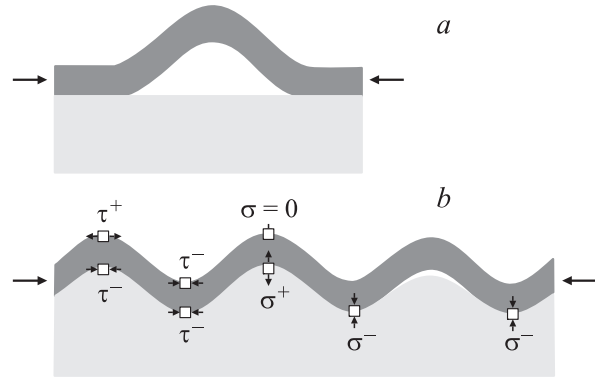


Рис. 5. Различные механизмы коробления тонких пленок на подложках.

В системе Ti–Al наличие остаточного волнистого рельефа на поверхности подложки Al, наблюдавшегося после удаления пленки, свидетельствует о том, что релаксация сжимающих напряжений происходит посредством гофрирования пленок, сопровождающегося когерентной деформацией подложки (wrinkling). На начальном этапе деформация подложки могла быть упругой, вязкоупругой либо вязкопластической. Однако упругая и вязкоупругая деформация имеет место только при превышении критического значения сжимающих напряжений [17]:

$$\sigma_{\text{wrinkl}} = \frac{\bar{E}_f}{4} \left(\frac{3\bar{E}_s}{\bar{E}_f} \right)^{2/3}, \quad (5)$$

где

$$\bar{E}_s = \frac{E_s}{(1 - \nu_s^2)}$$

— модуль продольной упругости подложки. Подставив в (5) значения модулей упругости пленки Ti и подложки Al, получаем, что для упругого гофрирования данной системы необходимо, чтобы напряжение составляло ~ 49 ГПа, это на три порядка превышает максимальные значения напряжения в процессе испытаний. В случае вязкопластической деформации подложки длина волны гофра на поверхности пленки (расстояние между соседними складками) определяется как [18]:

$$\lambda = \pi h \sqrt{\frac{\bar{E}_f}{\sigma}}. \quad (6)$$

Подставив в (6) соответствующие значения, получим, что длина волны гофра на поверхности пленки Ti должна составлять $\sim 50 \mu\text{m}$, что хорошо согласуется с результатами измерений. Таким образом, формирование складок на поверхности пленок Ti может происходить только посредством вязкопластической деформации подложки Al.

Отсутствие следов пластической деформации на подложке Al, подвергнутой усталостным испытаниям без нанесенной сверху пленки, подтверждает, что ее нагружение происходило ниже предела текучести. Поэтому

вязкопластическая деформация подложки может быть обусловлена только наличием пленки Ti. Поскольку после напыления в пленках Ti развиваются сжимающие напряжения, то вследствие жесткой связи на границе раздела пленка–подложка поверхностные слои подложки Al должны испытывать напряжения противоположного знака. В процессе испытаний данные напряжения усиливаются и могут превышать циклический предел текучести подложки, что обуславливает пластическую деформацию ее поверхностных слоев. Таким образом, податливость подложки обеспечивает гофрирование пленки без отслаивания, что приводит к возникновению волнистой границы раздела пленка–подложка.

На последующих стадиях сжатия вдоль волнистой границы раздела формируется периодическое распределение нормальных и касательных напряжений (рис. 5, b). В вершине гофра действуют нормальные растягивающие напряжения, величина которых изменяется от нуля на поверхности пленки до максимального значения вблизи границы раздела. Аналогичным образом изменяются по направлению к границе раздела пленка–подложка и нормальные сжимающие напряжения, развивающиеся в области впадин [6]. Касательные напряжения в вершинах гофра также являются неоднородными [19]. При превышении адгезионной прочности пленок в вершинах складок может происходить их отслаивание и образование изолированных полостей на границе раздела (рис. 5, b), обусловленное действием нормальных растягивающих напряжений, а также неоднородной деформацией подложки [7].

Независимо от механизма отслаивания напряженно-деформированное состояние пленок в окрестности отслоившегося участка является сильно неоднородным. В области коробления сжимающие напряжения в пленке релаксируют. Однако по границе данной области пленка остается связанной с подложкой, в результате чего при переходе из релаксированного в нерелаксированное состояние вокруг нее возникают сильные градиенты напряжений. Они обуславливают дальнейшее отслаивание пленки и изменение формы области коробления. Сочетание изгиба и отслаивания приводит к формированию на поверхности пленки структур типа „телефонного шнура“.

В случае пленок Ti на подложке Ti отслаивание может распространяться в любом направлении, о чем свидетельствует случайная ориентация складок. Напротив, отслаивание пленок Ti на подложке Al, происходящее в области максимумов гофра, может распространяться только поперек образца, поскольку вдоль него области с растягивающими нормальными напряжениями чередуются с областями, где сжимающие нормальные напряжения удерживают пленку на подложке. Поэтому размер отслоившихся участков в системе Ti–Al определяется размером областей, где действуют растягивающие нормальные напряжения, т.е. составляет примерно половину длины волны гофра.

Заключение

Проведенные исследования вскрыли роль периодического распределения напряжений и деформаций на границе раздела пленка–подложка в процессах упругой деформации тонких пленок Ti при знакопеременном изгибе. В системе Ti–Al релаксация напряжений происходит посредством гофрирования пленки, которое сопровождается когерентной вязкопластической деформацией подложки. Податливость подложки Al обуславливает возникновение волнистой границы раздела между ними в процессе усталостных испытаний при комнатной температуре. При сжатии системы Ti–Al с волнистой границей раздела пленка–подложка развивается периодическое распределение нормальных и касательных напряжений. Релаксация нормальных растягивающих напряжений в вершинах гофра приводит к периодическому отслаиванию и короблению пленок Ti. Нормальные сжимающие напряжения, действующие в минимумах гофра, препятствуют распространению отслаивания вдоль образца. В результате на поверхности пленок Ti на подложке Al формируется система периодических поперечных складок.

При нагружении системы Ti–Ti отслоение пленок в процессе усталостных испытаний носит локальный характер, обусловленный накоплением дефектов на границе раздела, и начинается существенно позднее. Градиенты напряжений вокруг областей коробления пленки обуславливают ее дальнейшее отслаивание в направлениях с более слабой адгезией. Это приводит к хаотичному расположению и случайной ориентации складок на поверхности пленок Ti на подложках Ti.

Работа выполнена при поддержке СО РАН (проект III.20.1.1 и Интеграционный проект № 1) и РФФИ (грант № 08-01-92013-ННС_a).

Список литературы

- [1] Boca Raton: CRC Taylor&Francis / Ed. by M. Gad-el-Hak. MEMS: Applications. 2006. 568 p.
- [2] Boca Raton: CRC Taylor&Francis / Ed. by M. Gad-el-Hak. MEMS: Introduction and Fundamentals. 2006. 448 p.
- [3] *Merlijn van Spengen W.* // Microelectron. Rel. 2003. Vol. 43. P. 1049.
- [4] *Nix W.D.* // Met. Trans. A. 1989. Vol. 20A. P. 2217.
- [5] *Ohring M.* The materials science of thin films. San Diego: Academic press, 1992. 724 p.
- [6] *Gong X.-Y., Clarke D.R.* // Oxid. Met. 1998. Vol. 50. P. 355.
- [7] *Tolpygo V.K., Clarke D.R.* // Acta Mater. 1988. Vol. 46. P. 5167.
- [8] *Шугуров А.Р., Панин А.В.* // Физическая мезомеханика. 2009. Т. 12. С. 21.
- [9] *Schwaiger R., Kraft O.* // Acta Mater. 2003. Vol. 51. P. 195.
- [10] *Zhang G.P., Volkert C.A., Schwaiger R., Mönig R., Kraft O.* // Microelectron. Rel. 2007. Vol. 47. P. 2007.
- [11] *Oliver W., Pharr G.* // J. Mater. Res. 1992. Vol. 7. P. 1564.

- [12] *Freund L.B., Suresh S.* Thin Film Materials: Stress, Defect Formation and Surface Evolution. Cambridge: Cambridge University Press, 2003. 820 p.
- [13] *Бабичев А.П., Бабушкина Н.А., Братковский А.М., Бродов М.Е. и др.* Физические величины: Справочник / Под ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. М.: Энергоатомиздат, 1991. 1232 с.
- [14] *Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М.* Теоретическая физика. Т. 7. Теория упругости. М.: Наука, 1987. 248 с.
- [15] *Schwaiger R., Kraft O.* // Scripta mater. 1999. Vol. 41. P. 823.
- [16] *Kraft O., Schwaiger R., Welner P.* // Mater. Sci. Eng. A. 2001. Vol. 319–321. P. 919.
- [17] *Allen H.G.* Analysis and design of structural sandwich panels. NY: Pergamon, 1969. 283 p.
- [18] *Im S.H., Huang R.* // J. Appl. Mech. 2005. Vol. 72. P. 955.
- [19] *He M.Y., Evans A.G., Hutchinson J.W.* // Acta Mater. 2000. Vol. 48. P. 2593.