

## О распределении величины микротвердости по глубине образца

© А.Б. Герасимов, Г.Д. Чирадзе, Н.Г. Кутивадзе, А.П. Библашвили, З.Г. Бохочадзе

Тбилисский государственный университет,  
380028 Тбилиси, Грузия

(Поступила в окончательном виде 20 декабря 1998 г.)

С целью уточнения механизма микроиндентирования, на основе анализа экспериментальных данных по влиянию спектрального состава и интенсивности света на микротвердость монокристаллического Si и проведенных теоретических расчетов установлено существование около поверхности Si тонкого слоя высокой твердости, который оказывает разное влияние на величину микротвердости в зависимости от глубины внедрения индентора в вещество.

Знание механизма формирования отпечатка под воздействием индентора имеет большое значение не только для оценки величины микротвердости  $H$ , но и понимания тех физических процессов, которые происходят при разрушении кристалла под влиянием индентора. Несмотря на то, что этому вопросу посвящено достаточное количество работ и достигнуты значительные успехи [1–12], к сожалению, он до сих пор не решен до конца [11]. Настоящая работа посвящена дальнейшему исследованию в этом направлении.

Как известно [4], при малых нагрузках микротвердость имеет существенно большие значения, чем при больших нагрузках, когда она приближается к стационарной величине (рис. 1, *a*). Как уже предполагалось ранее [4], это может быть вызвано наличием дефектов в приповерхностном слое. Однако независимо от природы этого явления, представляет интерес распределение величины  $H$  по глубине. Оно может быть двояким: 1)  $H$  уменьшается постепенно до достижения стационарного значения или 2) около поверхности существует тонкий слой высокой твердости, который оказывает влияние на значения микротвердости и при более глубоком внедрении индентора.

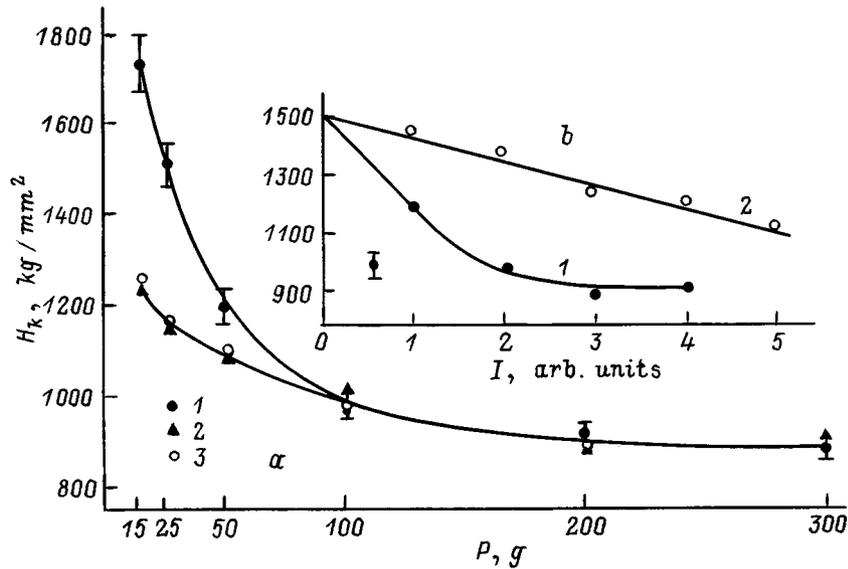
Поскольку  $H$  есть среднее значение контактного давления на площадь отпечатка, то ясно, что стационарное значение  $H$  будет достигнуто в том случае, когда давление, оказываемое на индентор частью кристалла с постоянным значением  $H$  микротвердости, будет значительно превосходить аналогичное давление, которое производят верхние более твердые слои. Менять выборочно твердость этих слоев можно светом, поэтому в определении правильной модели распределения  $H$  по глубине и оценке ее величины большую пользу могут оказать данные по исследованию зависимости фотомеханического эффекта (изменение значения микротвердости под влиянием света) [1] от спектрального состава и интенсивности света.

Эксперименты проводились на бездислокационных, монокристаллических образцах Si  $n$ -типа проводимости, с удельным сопротивлением  $\rho = 200 \text{ }\Omega\text{cm}$ , легированных Sb с концентрацией примеси  $N_d = 2.3 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ . Образцы вырезались по поверхностным плоскостям (100), разориентировка не превышала  $0.3^\circ$ . Измерение микротвердости осуществлялось на установке "Durimet" по ме-

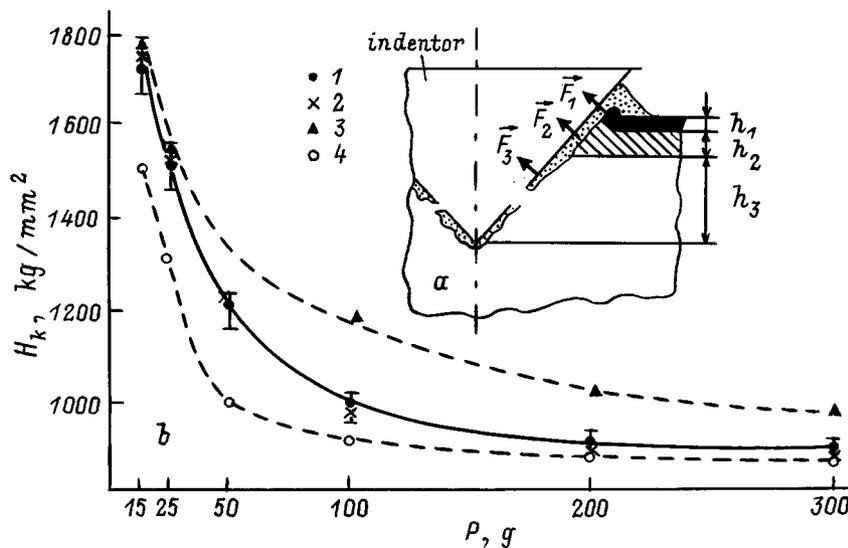
тоду вдавливания с помощью стандартной четырехгранной пирамиды Кнупа. Перед измерением поверхности образцов подвергались химико-механической обработке, с последующим отжигом в вакууме. Для обеспечения постоянства величины упругого восстановления нагрузка снималась через определенное время после формирования отпечатка [3]. Во всех экспериментах большая диагональ пирамиды Кнупа всегда совпадала с направлением (100) исследуемой плоскости (100) для исключения влияния анизотропии на величину отпечатка [8]. В качестве УФ источника света были использованы лампы типа ДРШ-1000, а в качестве источника ИК света — лампы накаливания с вольфрамовой нитью типа К21-150 с кремниевыми ( $\rho \sim 150 \text{ }\Omega\text{cm}$ ) фильтрами с толщиной  $300 \text{ }\mu\text{m}$ . Изменение интенсивности достигалось путем изменения числа ламп и нейтральных фильтров. Для предотвращения термических воздействий система ламп, фильтров и исследуемый кристалл охлаждались потоком воздуха. Толщина пленки  $\text{SiO}_2$  на исследуемой поверхности Si, измеряемая эллипсометрическим микроскопом, не превышала  $30 \text{ \AA}$ . Специальными экспериментами было показано, что слой  $\text{SiO}_2$  до  $60 \text{ \AA}$  не влияет на форму  $H = \varphi(P)$ .

В работе [10] было показано, что свет с энергией квантов  $h\nu > \Delta E_g$  (где  $h\nu$  — энергия квантов, а  $\Delta E_g$  — ширина запрещенной зоны) действует при малых нагрузках, т.е. при малых глубинах проникновения индентора, а свет с энергиями квантов  $h\nu < \Delta E_g$  — во всем исследуемом нами интервале нагрузок, что вызвано разными глубинами проникновения света. Из рис. 1, *b* видно, что с ростом интенсивности ИК-излучения  $H$  падает линейно. Это связано с тем, что из-за малого коэффициента поглощения ИК-излучение проникает во всю нарушенную индентором область кристалла при любых глубинах внедрения индентора. А в случае воздействия УФ-светом линейный спад  $H$  переходит в насыщение из-за поглощения УФ-света в тонком приповерхностном слое кристалла, и с увеличением глубины внедрения индентора уменьшается влияние этого слоя на величину  $H$ .

Как видно из рис. 1, *a* (кривая 2), УФ-свет перестает действовать при нагрузках больше чем  $100 \text{ g}$ . Учитывая, что глубина проникновения УФ-света, исходя из коэффициента поглощения УФ-излучения в Si, меньше чем  $0.1 \text{ }\mu\text{m}$ , можно полагать, что в области нагрузок



**Рис. 1.** *a* — экспериментальные и расчетные кривые зависимости микротвердости Si от нагрузки: 1 — в темноте, 2 и 3 — при воздействии УФ-излучения (экспериментальная и расчетная соответственно). Погрешность измерений, указанная в темноте при данной нагрузке, относится и к освещению; *b* — зависимость микротвердости Si от интенсивности освещения; при воздействии квантами света: 1 —  $h\nu > \Delta E_g$ , 2 —  $h\nu < \Delta E_g$ , (*I* — интенсивность в условных единицах источников света, 0 — соответствует темноте.)



**Рис. 2.** *a* — схематическое изображение внедрения индентора в материал:  $h_1$  и  $h_2$  соответственно толщины приповерхностного и переходного слоев,  $h_3$  — толщина слоя со стационарным значением  $H$ .  $F_i$  — силы, действующие на индентор с соответствующего слоя; *b* — зависимость микротвердости Si от нагрузки в темноте: 1 — экспериментальная, 2 — расчетная, с учетом коэффициента  $\alpha$ , при  $h_1 = 0.03$  и  $h_2 = 0.07 \mu\text{m}$ ,  $H_1 = 2900$ ,  $H_2 = 2600$  и  $H_3 = 900 \text{ kg/mm}^2$ , 3 и 4 — без учета коэффициента  $\alpha$ .

после 100 g величина  $H$  в основном определяется той частью кристалла, которая не подвергается действию света. Таким образом, толщина приповерхностного слоя с повышенной  $H$  должна быть меньше  $0.1 \mu\text{m}$ , а оцененное из кривой  $I$  на рис. 1, *a* по ее экстраполяции к нагрузке 1 g<sup>1</sup> значение  $H \approx 3000 \text{ kg/mm}^2$ .

<sup>1</sup> Необходимо отметить, что при нагрузках меньше 5 g получение достоверных экспериментальных значений  $H$  на Si очень затруднено.

Исходя из этих предпосылок, если представить, что  $H$  меняется послойно с определенными значениями толщины слоя  $h_j$  и  $H_j$  (рис. 2, *a*), можно рассчитать среднее значение  $H$  для данной нагрузки (и тем самым определить зависимость  $H$  от нагрузки  $P$ ) по следующей методике: для этого надо вычислить силу при соответствующей нагрузке, с которой действует каждый слой на индентор, затем суммировать все силы и разделить на площадь соприкосновения внедренной части индентора с

материалом  $H = \sum F_j/S$ ,  $F_j = H_j/S_j$  сила, действующая со стороны  $j$ -го слоя,  $S_j$  — площадь  $j$ -го слоя, а  $H_j$  — микротвердость  $j$ -го слоя. При этом надо иметь в виду, что с ростом нагрузки наблюдается увеличение трещин и разрушений вокруг отпечатка [7]. Это происходит из-за того, что когда сила нижнего слоя ( $F_3$ ) со стационарным значением  $H$  больше, чем силы верхних тонких слоев ( $F_1 + F_2$ ) с высокими по сравнению со стационарным значениями  $H$ , вещество, выдавливаемое из нижнего слоя, будет нарушать, "взламывать", верхние слои и тем самым уменьшать влияние верхних слоев, рис. 2, а. Чем больше отличие этих сил, тем больше будет нарушение верхних слоев и меньше их вклад в значение средней микротвердости. Количественно это можно учесть, если силу верхних слоев уменьшить во столько раз, во сколько сила нижнего слоя больше, чем сумма сил верхних слоев, т. е. введя коэффициент

$$\alpha = F_3/(F_1 + F_2).$$

Следует отметить, что в данном конкретном случае  $\alpha > 1$  при нагрузках 50 г и выше. Рассчитанная по этой методике зависимость  $H = \varphi(P)$  приведена на рис. 2, b (кривая 2), где видно, что в пределах погрешности эксперимента она полностью совпадает с кривой 1, полученной опытным путем. Следует отметить, что без учета "взламывания" верхних твердых слоев невозможно получить такое совпадение при любом варьировании параметров  $h_j$  и  $H_j$  (кривые 3, 4 на рис. 2, b). В пользу вышеизложенных соображений о глубине и величине слоев с повышенной  $H$  свидетельствуют эксперименты по зависимости фотомеханического эффекта от интенсивности и энергии квантов света, рис. 1. Действительно, если учесть коэффициент поглощения УФ и глубину первого слоя  $h_j$ , то его влияние на  $H$ , при освещении УФ-светом, должно быть пренебрежимо мало. Таким путем рассчитанная кривая  $H = f(P)$  хорошо совпадает с экспериментальной рис. 1, a (кривые 3, 2).

О наличии тонкого слоя со значительно большей  $H$ , по сравнению со стационарным значением, свидетельствуют и данные работы [11].

Таким образом, можно сделать вывод, что около поверхности Si существует тонкий слой высокой твердости, который по разному влияет на величину  $H$  в зависимости от глубины внедрения индентора в вещество.

## Список литературы

- [1] G.C. Kuczynsky, R.H. Hochman, Phys. Rev. **108**, 946 (1957).
- [2] П.П. Кузьменко, Н.Н. Новиков, Н.Р. Горидько, Л.И. Федоренко. ФТТ **8**, 6, 1732 (1966).
- [3] В.М. Глазов, В.Н. Вигдорович. Микротвердость металлов и полупроводников. Металлургия, М. (1969) 248 с.
- [4] В.К. Григорович. В кн.: Методы испытания на микротвердость. Наука, М. (1965). С. 35.
- [5] В.И. Круглов. Уч. зап. ЛГУ 386, 119 (1976).
- [6] В.П. Алехин. Физические закономерности микропластической деформации разрушения поверхностных слоев твердого тела. Автореф. дис. Киев (1978).

- [7] Ю.С. Боярская, М.И. Вальковская. Микротвердость. Штиинца, Кишинев (1981). С. 67.
- [8] П.Д. Уорен, С.Г. Робертс, П.Б. Хирш. Изв. АН СССР. Сер. физ. **51**, 4, 812 (1987).
- [9] А.Б. Герасимов, З.В. Джибути, Г.Д. Чирадзе. Сообщения АН Грузии **142**, 1, 53 (1991).
- [10] А.Б. Герасимов, Г.Д. Чирадзе. Сообщения АН Грузии **142**, 1, 61 (1991).
- [11] Ю.И. Головин, А.И. Тюрин. ФТТ **37**, 5, 1562 (1995).
- [12] А.Б. Герасимов, Г.Д. Чирадзе, Н.Г. Кутивадзе, А.П. Бибиллашвили, З.Г. Бохоладзе. ФТТ **40**, 3, 503 (1998).