

# Analýza tribomechanických vlastností tenkých vrstev

Radim Čtvrtlík, Jan Tomáščík, Lukáš Václavek



Joint Laboratory of Optics

Palacky university and Institute of Physics

Academy of Sciences of the Czech Republic



EVROPSKÁ UNIE  
Evropské strukturální a investiční fondy  
Operační program Výzkum, vývoj a vzdělávání



Seminář je realizovaný v rámci projektu OP VVV „Partnerská síť v oblasti výzkumu a vývoje zobrazovací a osvětlovací techniky a optoelektroniky pro optický a automobilový průmysl“, registrační číslo: CZ.02.1.01/0.0/0.0/17\_049/0008422.

- Lokální mechanické vlastnosti
  - Základní testy
    - Indentace
    - Scratch test
    - Wear test
    - Dynamický impakt test
    - Akustická emise
    - Laserem indukované povrchové vlny- bezkontaktní
  - Aplikace
- 

# Lokální mechanické vlastnosti

**většina interakcí probíhá přes povrch**

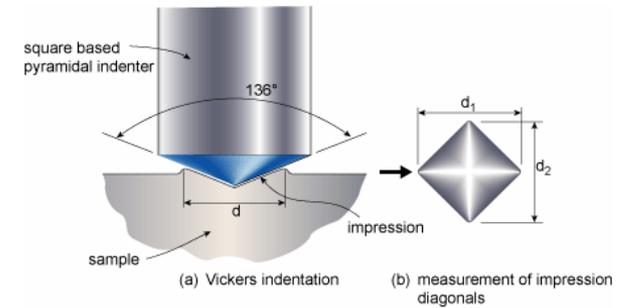
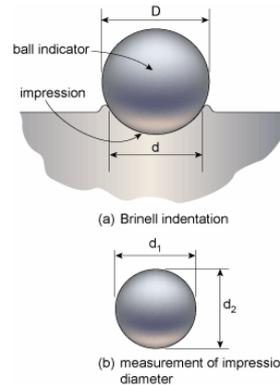
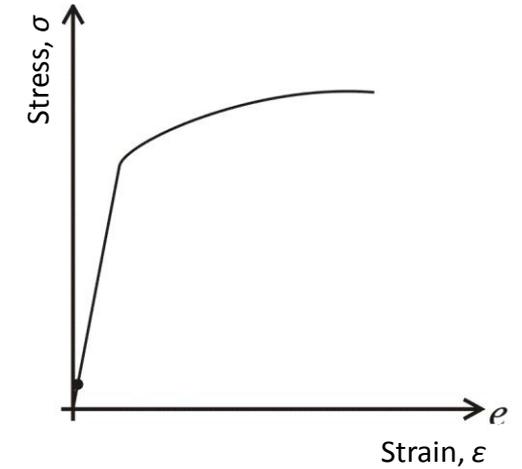
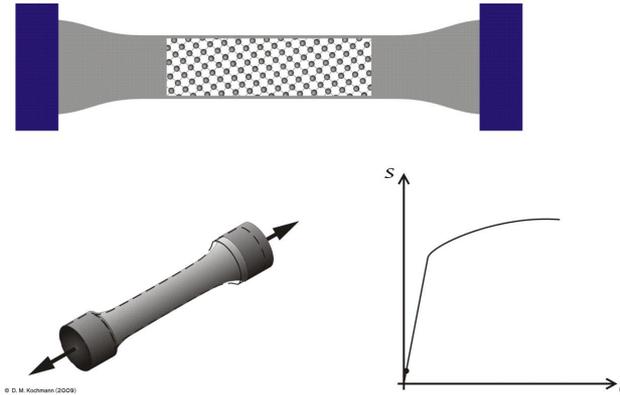
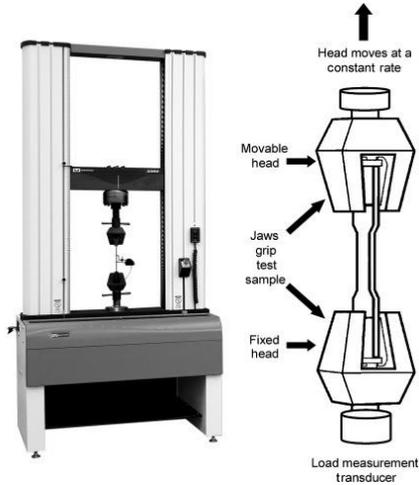


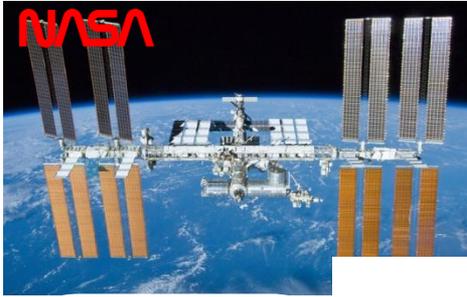
**povrchová odolnost a vnitřní integrita jsou kritické**

- pochopení odezvy materiálu/povrchu na vnější mechanické působení (namáhání) zásadní pro každý povrch/materiál bez ohledu na jeho primární použití/funkci
  - R&D nových materiálů závisí na spolehlivém testování
  - povrchy mechanicky namáhány nejen při použití, ale i ve výrobě
  - zásadní pro zvýšení životnosti

**lokální vlastnosti ... testované oblasti na pomezí nano-mikro oblasti**

# Klasické metody - macro/micro





# Tenké vrstvy a povlaky

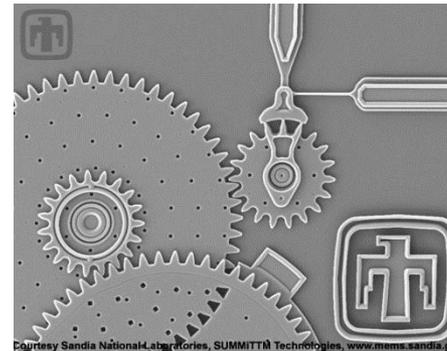


**meopta**

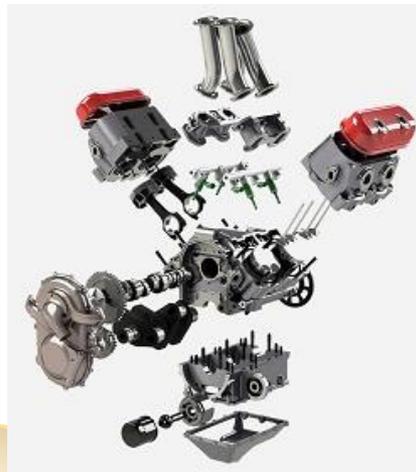
www.meopta.com



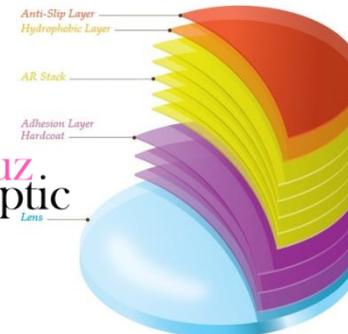
**AZO  
NANO**



Courtesy Sandia National Laboratories, SUMMITT<sup>TM</sup> Technologies, www.memc.sandia.gov



**Faouz  
Optic  
Lens**



**BIGAAN**

povlak AlCrN



detail povlaku

**VANADIN**

povlak CrVN



detail povlaku

**TRIPLECOATING**

povlak TiN + ATiN + TiSi



detail povlaku

**TRIPLECOATING Cr**

povlak TiN + ATiN + CrAlSiN



detail povlaku

**MARWIN Si**

povlak TiAlSiN



detail povlaku

**MARWIN G**

povlak TiAlN - ATiN



detail povlaku

**Klasické metody - nepoužitelné**

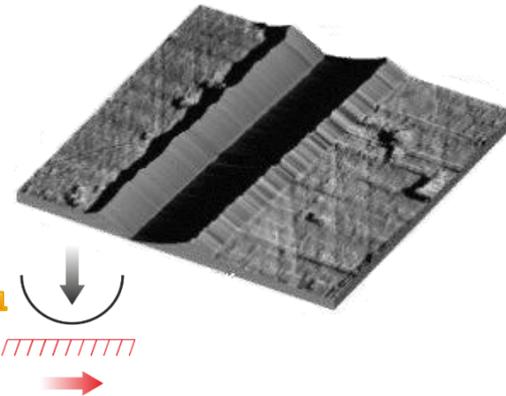
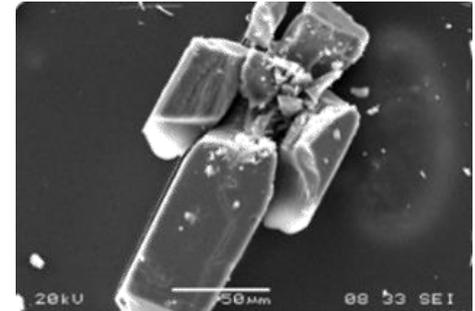
# Lokální mechanické vlastnosti

## ➤ Mechanický kontakt

- sonda v kontaktu s povrchem vzorku

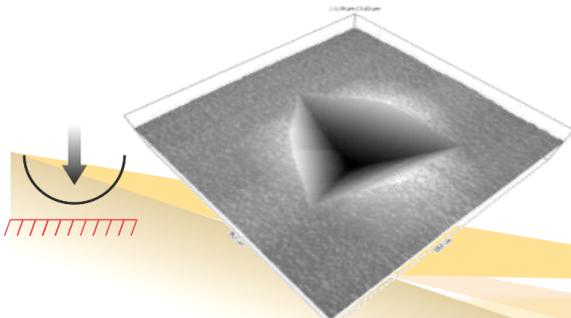
## ➤ Nano-mechanické a nano-tribologické testy

- nanoindentace (depth sensing indentation)
  - do 500 °C (700 °C v Ar, 1000 °C ve vakuu)
  - kvazistatický test (rychlost deformace  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  -  $1 \text{ s}^{-1}$ )
- nano/Mikro-kompresní zkouška
- vrypová zkouška
  - Nano-wear test, Fretting test, PID
- dynamický impakt test
  - **typická rychlost deformace  $\approx 1000 \text{ s}^{-1}$**



## ➤ Materiálové charakteristiky

- tvrdost
- modul pružnosti
- creep
- tuhost
- závislost napětí-deformace
- adheze
- odolnost pro nárazu
- opotřebení
- únava



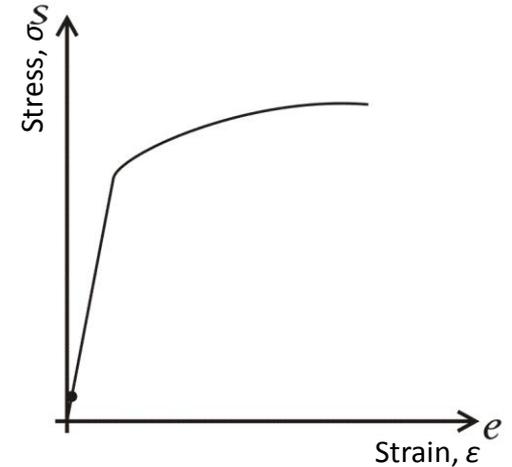
**Destruktivní x Nedestruktivní test**



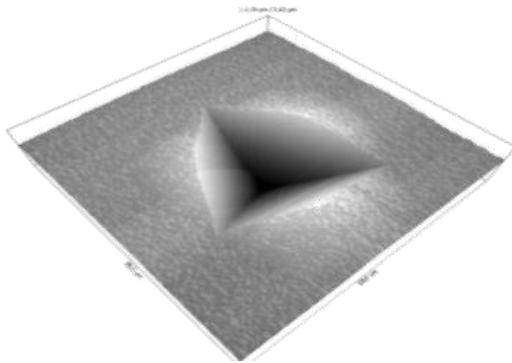
**Experimental setup**

# Nanoindentace

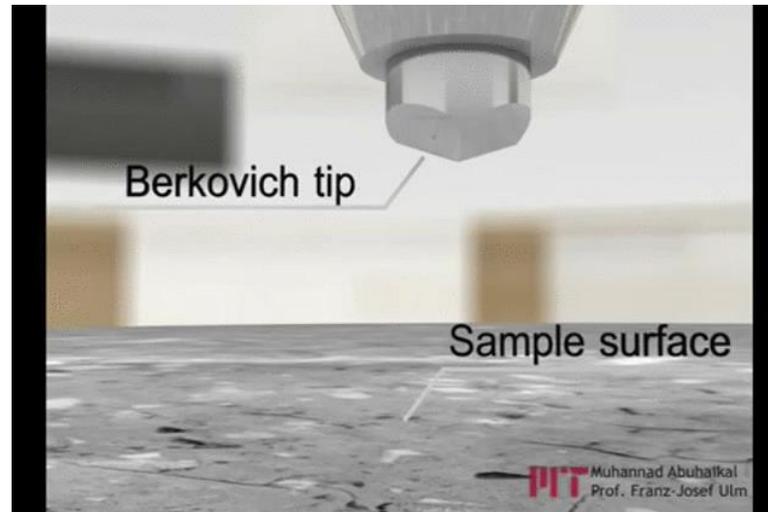
- **Standard pro tvrdost a modul pružnosti**
- hrot vtiskáván do povrchu
- záznam penetrační hloubky a síly ... **indentační křivka**
- není nutné vyšetřovat zbytkový vtisk (Vickers)
  - síla, rychlost zatěžování, směr, tvar hrotu
  - teplota, vlhkost



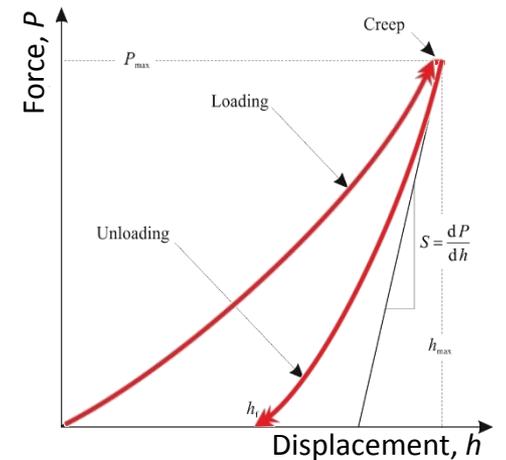
Tahová zkouška



Reziduální vtisk



vs.

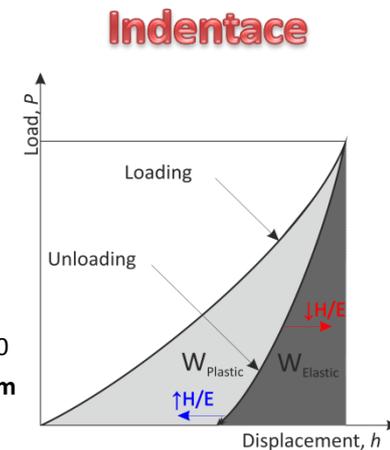
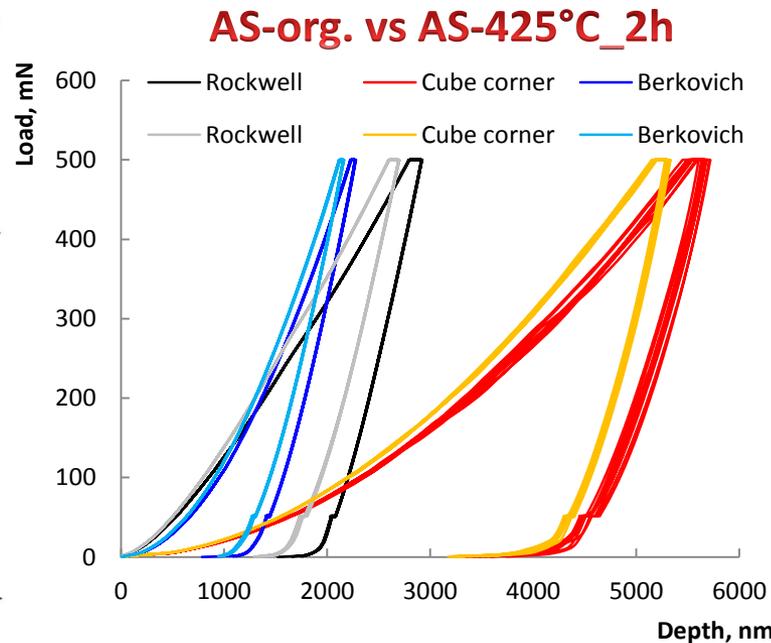
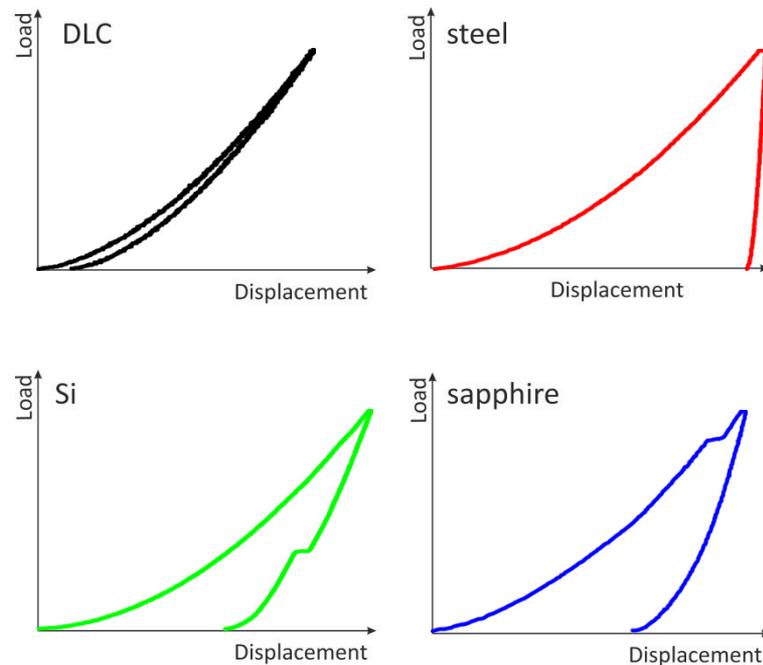


Indentace

Indentační křivka

# Nanoindentační křivka

- bohatý zdroj informací o deformační odezvě materiálu
- analýza indentační křivky  $\Rightarrow$  tvrdost, el. modul, creep ...
- “material fingerprint”



$W_{Total}$  ... Celková indentační práce

$W_{Elastic}$  ... Elastická energie (elasticky uložená energie)

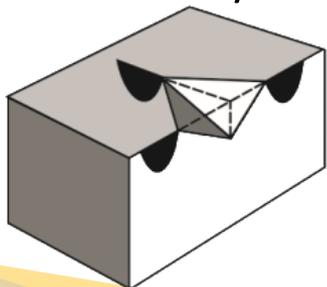
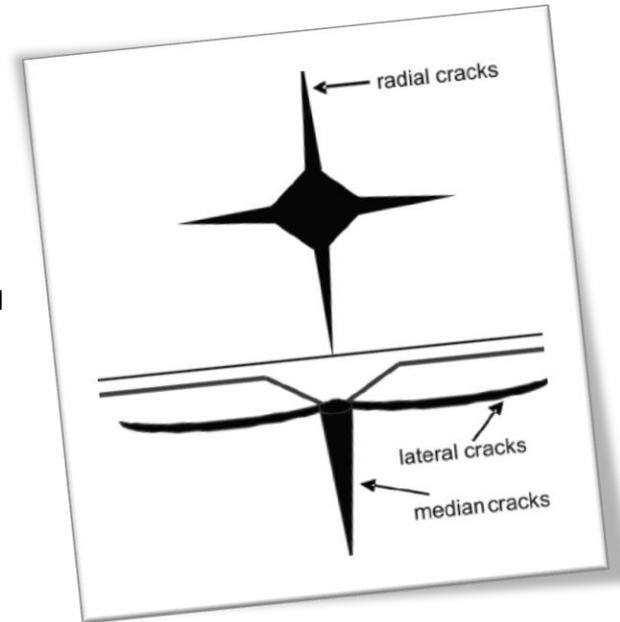
$W_{Plastic}$  ... Spotřebovaná plastická energie (nevratná)  $\Rightarrow$  na vytvoření plastického vtisku

**Index plasticity** ...  $W_{Plastic}/W_{total}$  (souvisí s opotřebením a houževnatostí)

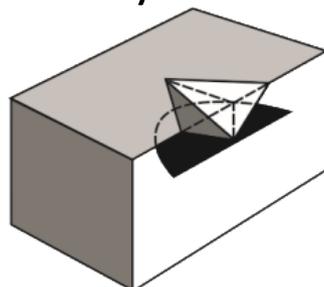
$$W_{Total} = W_{Plastic} + W_{Elastic}$$

# Indentační praskání

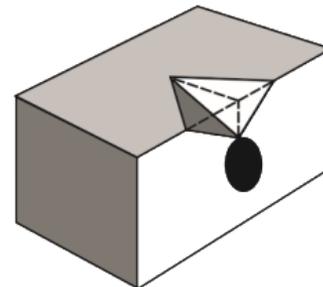
- **Cíl: Odolnost proti vzniku a šíření trhlin**
- Radiální praskliny
  - vertikální half-penny typ
  - vznikají na povrchu mimo plastickou zónu, šíří se z vrcholů vtisku
  - vliv na pevnost
- Laterální praskliny
  - horizontální (kolmo na směr síly)
  - vedou ke ztrátě materiálu
- Median cracks
- Mediální/radiální praskliny



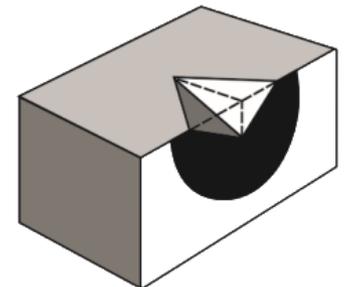
radiální



laterální trhliny



mediální

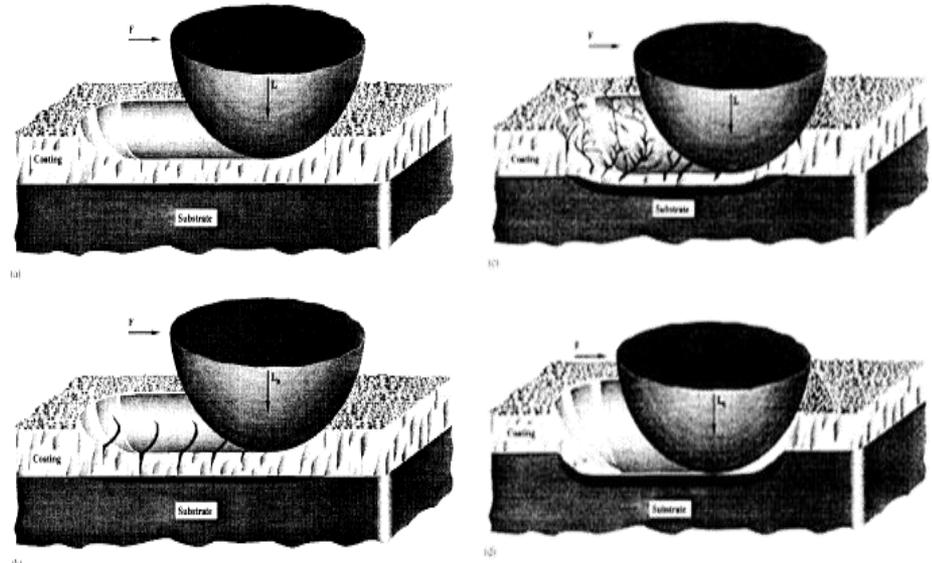
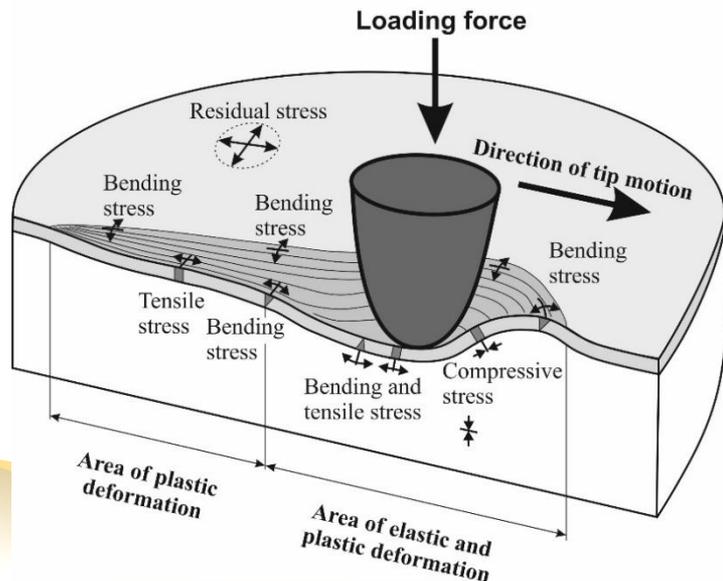


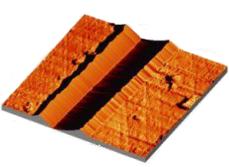
„half-penny“

+ kombinace

# Vrypová zkouška - Scratch test

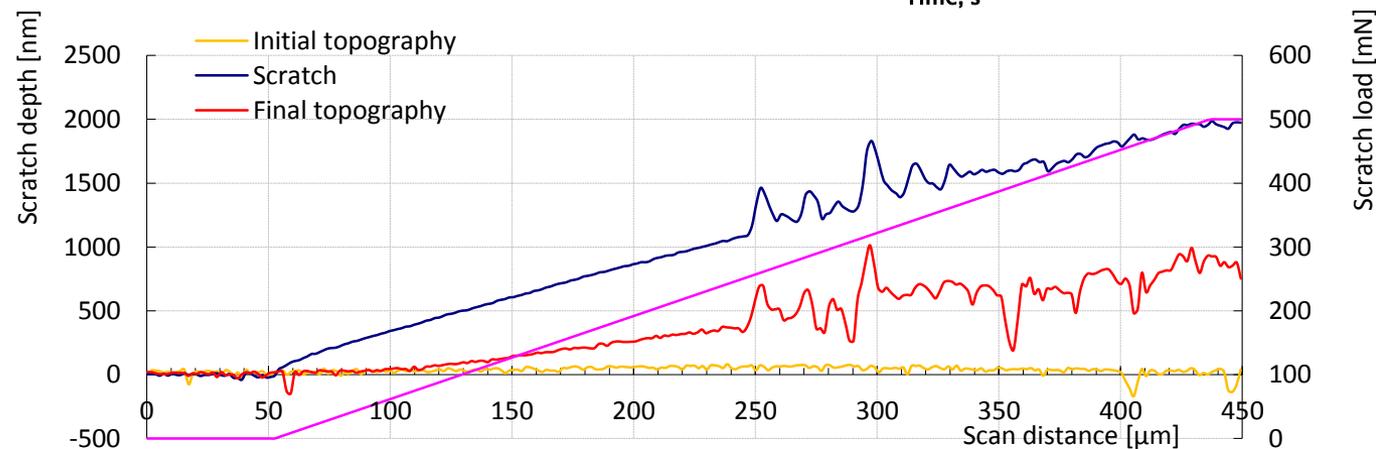
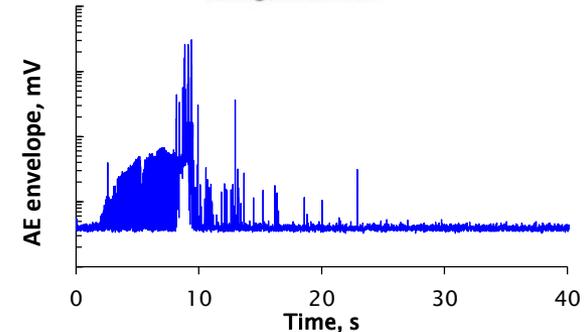
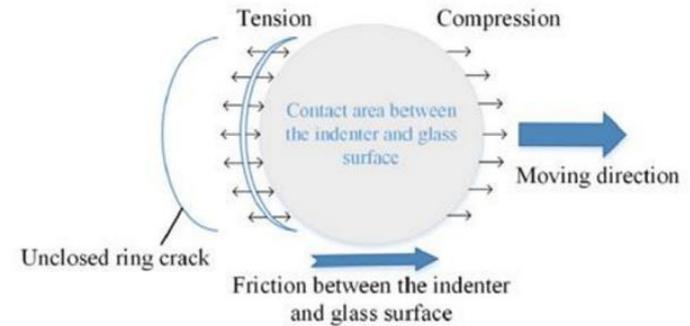
- komplexní metoda pro hodnocení **adhezních a kohezních vlastností** tenkých vrstev optických, ochranných či funkčních
- diamantový indentor je tažen po povrchu vzorku při zvyšující se normálové síle (nebo konstantní) => **generuje komplikované napětové pole**
- **cílem je stanovit kritické zátěže definující počátky charakter. poškození ... kvantifikace**
- Rockwell, ve speciálních případech i Berkovič nebo cube corner (hrana krychle)





# Scratch test - vyhodnocení

- ❑ velmi komplikované napěťové pole
- ❑ akustická emise, frikční sonda
- ❑ kritickou zátěž lze určit několika způsoby
  - ❑ prudká změna penetrační hloubky sondy
  - ❑ náhlá změna frikční síly mezi hrotem a povrchem
  - ❑ detekce píků signálu z akustické emise
  - ❑ mikroskopické pozorování



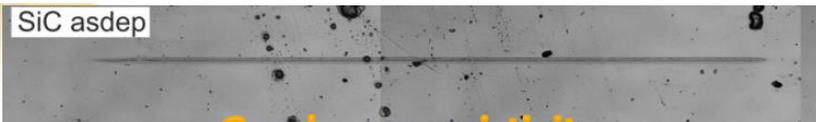
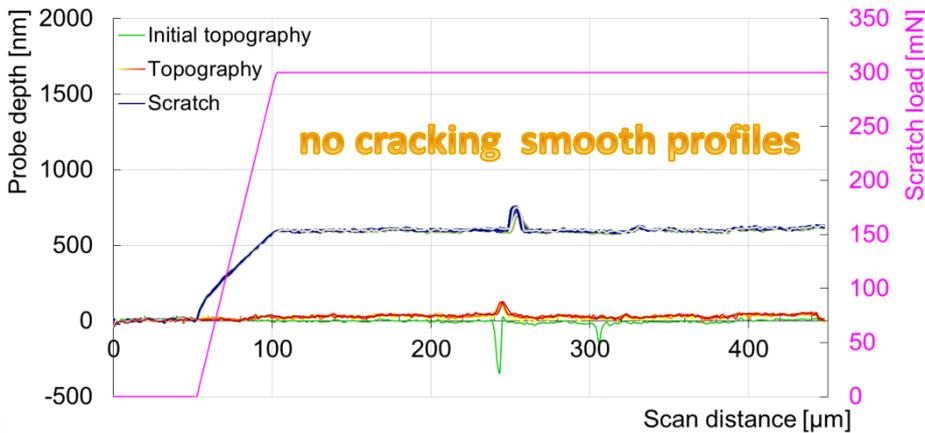
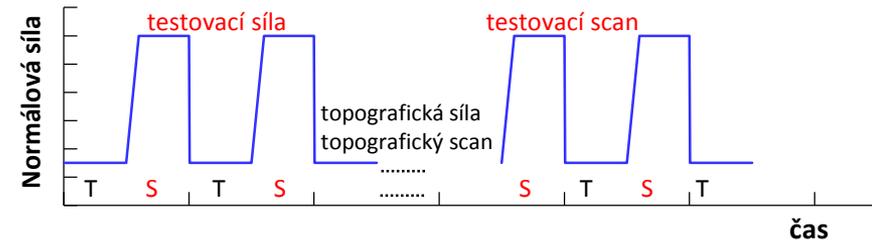
$$f = \frac{\text{Tangential force}}{\text{Normal force}}$$



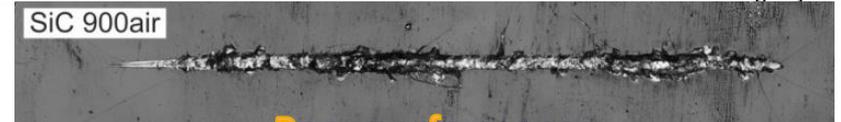
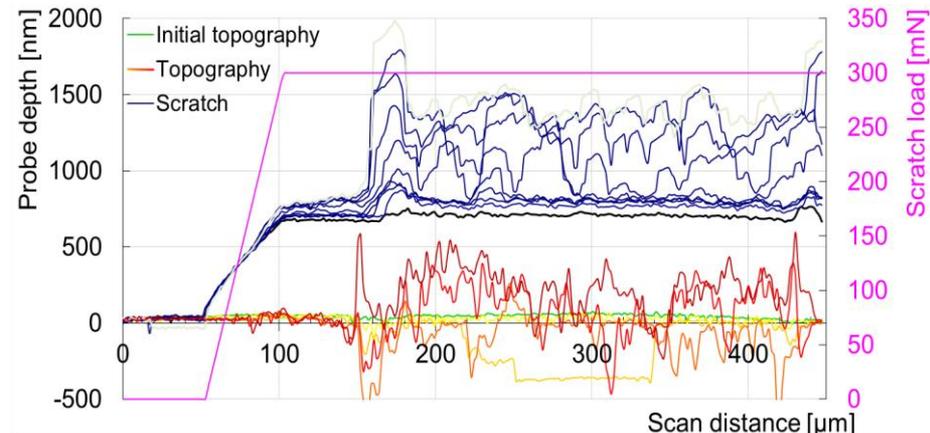
# Test opotřebení

## ➤ Cíl: simulování abrazivního opotřebení

- ❑ aplikována konstantní síla podkritické velikosti
- ❑ hrot opakovaně tažen po stejné dráze
- ❑ vzájemné střídání
  - ❑ topografických (T)
  - ❑ zátěžových přejezdů (S)



**Good wear resistivity**

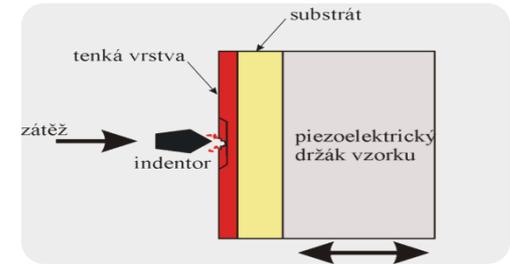
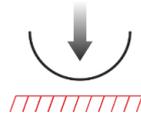


**Poor performance**

# Dynamický impakt test

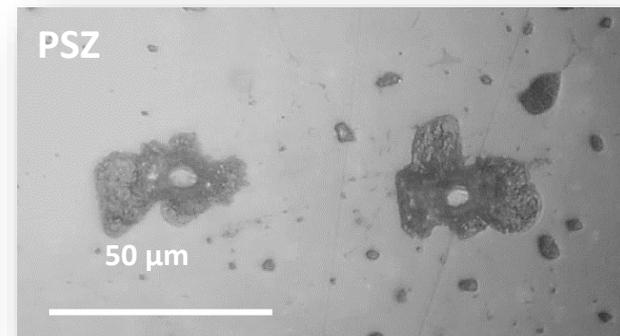
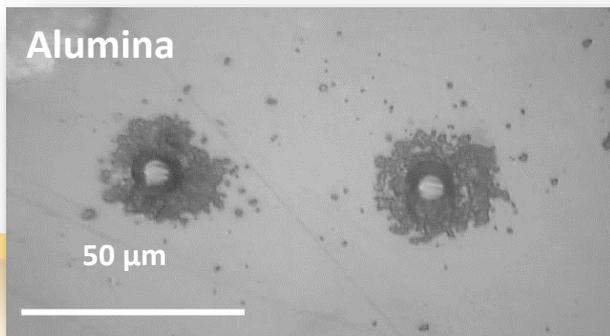
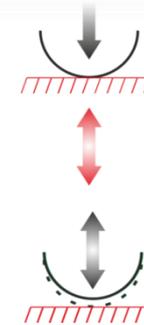
## Nanoindentace

- kvazistatická zkouška
- typická rychlost deformace ...  $10^{-3} \text{ s}^{-1} - 1 \text{ s}^{-1}$
- tvrdost, modul pružnosti, creep



## Nano-impakt test

- rozšíření testů do vysokých rychlostí deformace
- typická rychlost deformace  $\approx 1000 \text{ s}^{-1}$
- opakovaný impakt
  - únavové charakteristiky, odolnost proti nárazu, odolnost proti vzniku a šíření trhlin

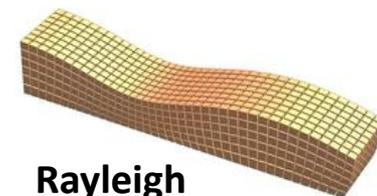
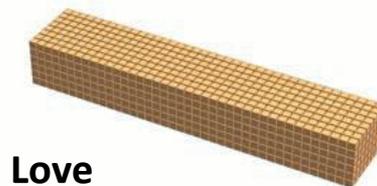
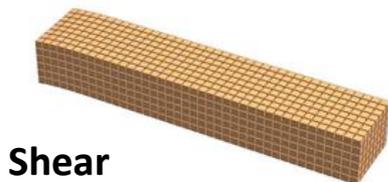
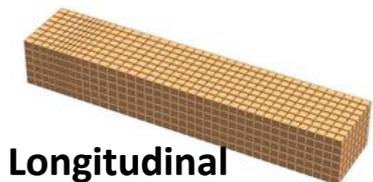


impakt crátery – 50 mN,  $R = 5 \mu\text{m}$

- mikroskopické pozorování
- záznam penetrační hloubky

+

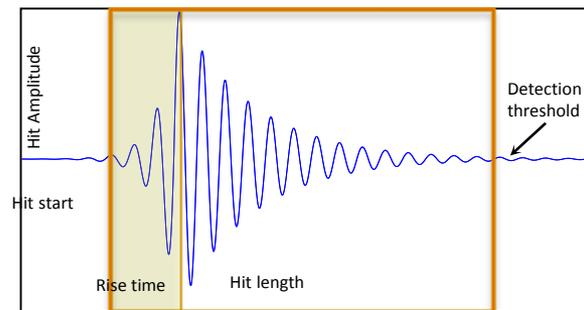
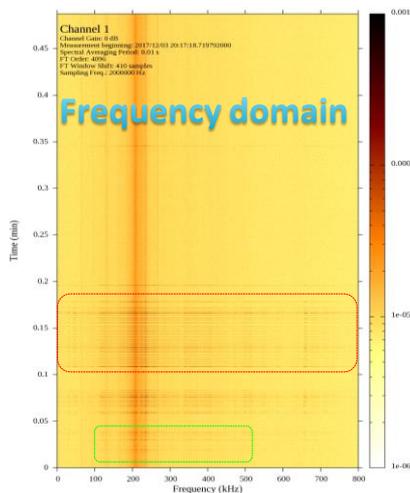
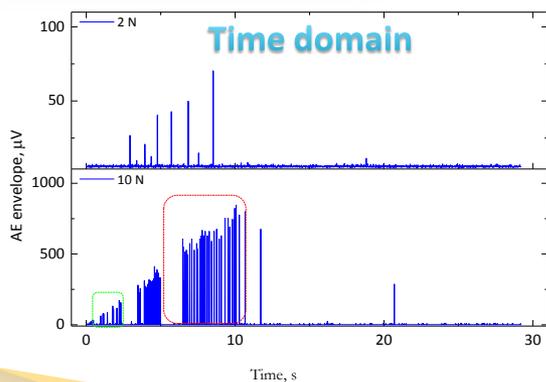
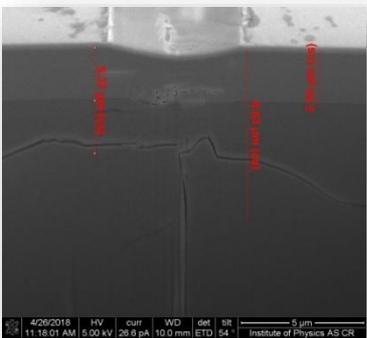
# Akustická emise



Mechanické namáhání ⇒ strukturní změny ⇒ elastické napěťové vlny  
 ⇒ malá povrchová posunutí



je-li uvolněno vyšší množství naakumulované energie,  
 zejména náhle



**AE obálka**

Komprimovaný signál

**Spectrogram**

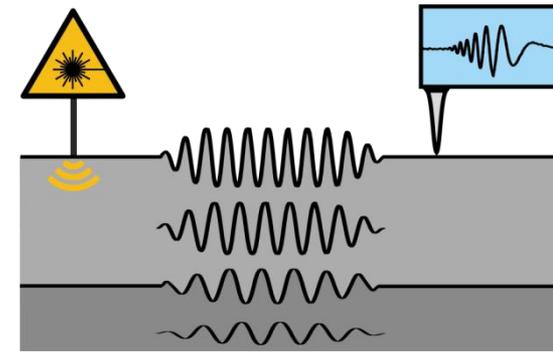
Vizualizace frekvenčního spektra v čase

**AE hit**

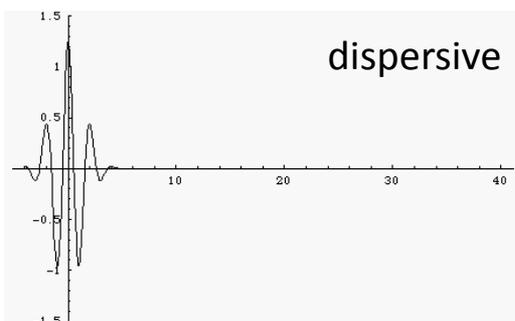
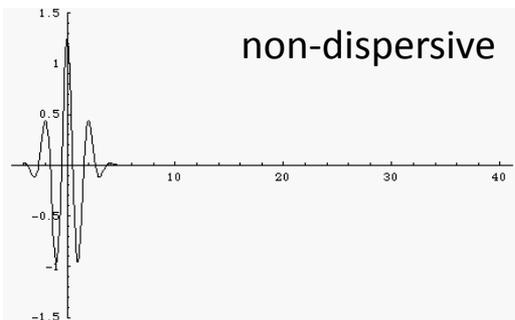
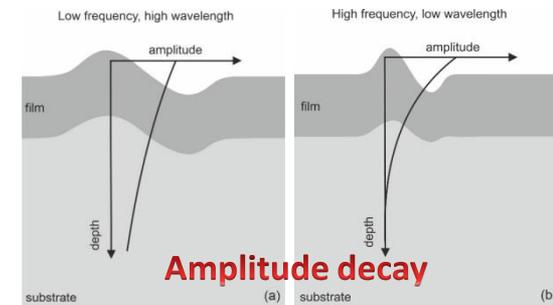
sub µs-rozlišení

# LAW - Laserem indukované povrchové vlny

- Modul pružnosti, hustota
- Povrchová vlna
  - excitace ... N<sub>2</sub> pulsní laser (304 nm)
  - penetrační hloubka SAW odpovídá vlnové délce ( $\lambda=c/f$ )
  - rychlost vlny závislá na frekvenci  $f$ ,  $c=c(f)$



**čím vyšší frekvence, tím menší penetrační hloubka**



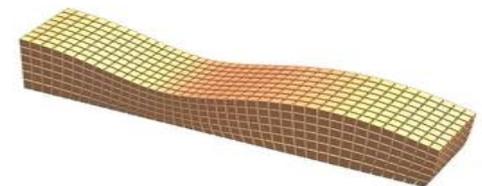
**DISPERZE**

$c=c(f)$



**disperzní křivka**

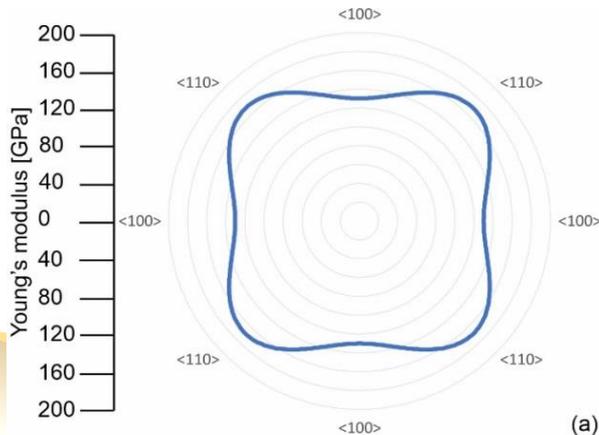
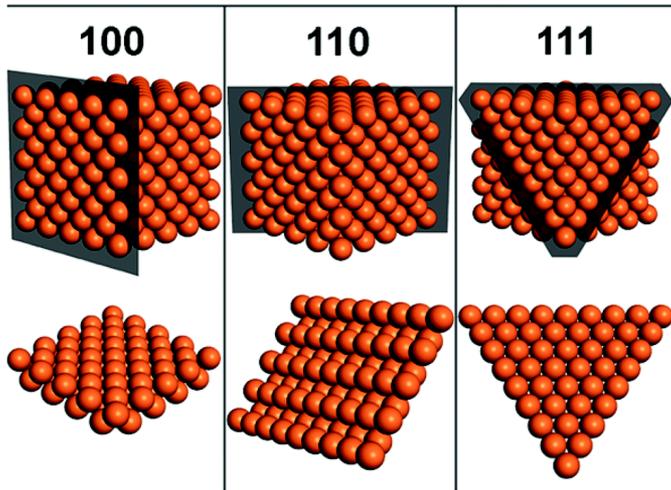
**Rayleigh surface wave**



$$c(f) = \frac{(x_2 - x_1)2\pi f}{\Phi_2(f) - \Phi_1(f)}$$

# LAW - aplikace

## Si(100) anisotropy

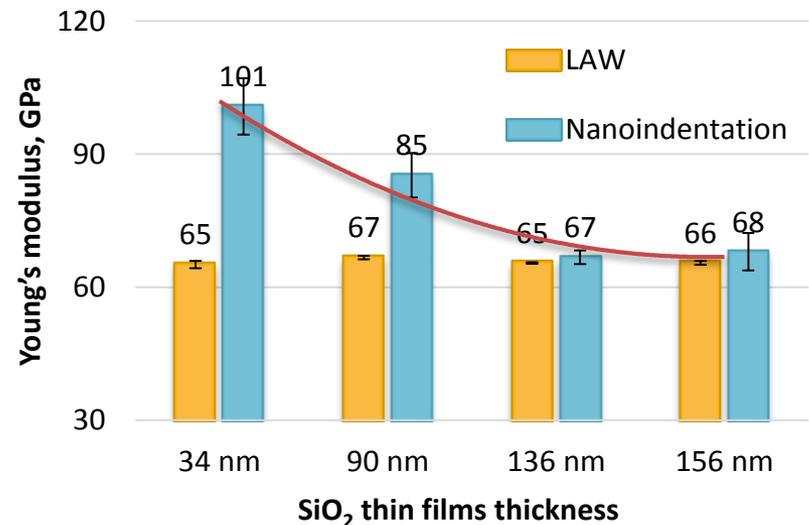


## SiO<sub>2</sub> film na Si substrátu

➤ měřena nativní SiO<sub>2</sub> vrstva (3.2 ± 0.5)nm

**LAW ...  $E_{\text{film}} = \text{konst.}$**

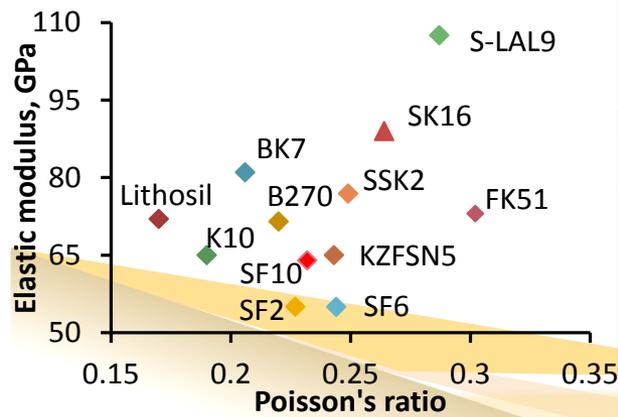
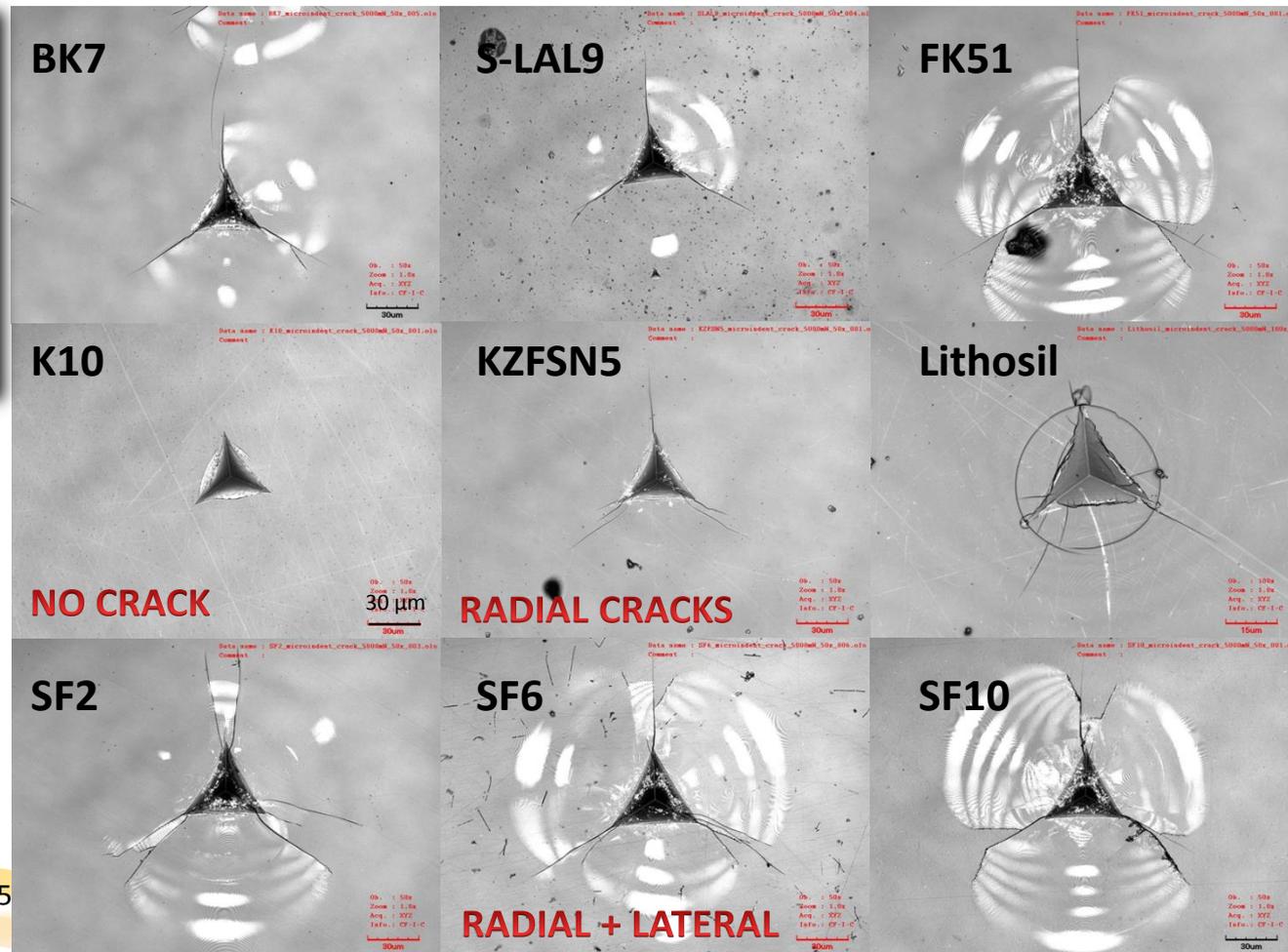
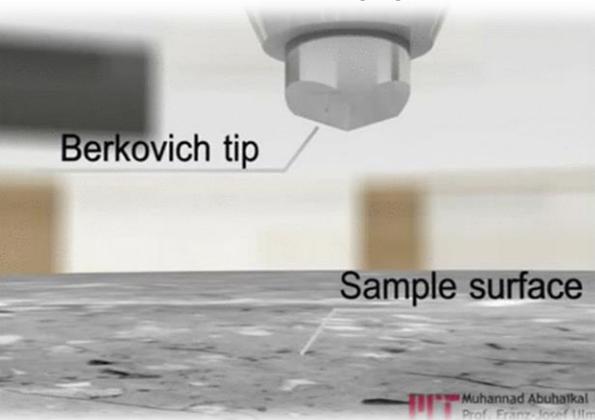
**Indentace ...  $E_{\text{films}} \rightarrow E_{\text{subst.}}$  ... vliv substrátu**



# Praskání skla

## Bodový kontakt ... simulovaný ostrým hrotem

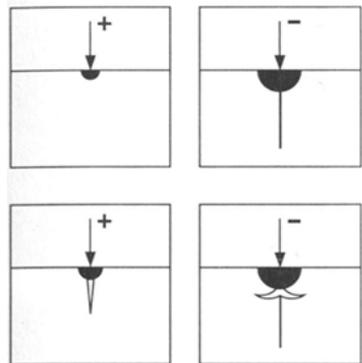
- Berkovich pyramidální hrot, 9 skel ( $E$ ,  $\nu$ , hustota)



# Praskání skla

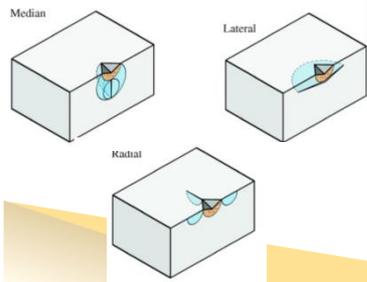
## zatěžování vs. odlehčování ⇒ dynamika poškození/porušení

Loading Unloading

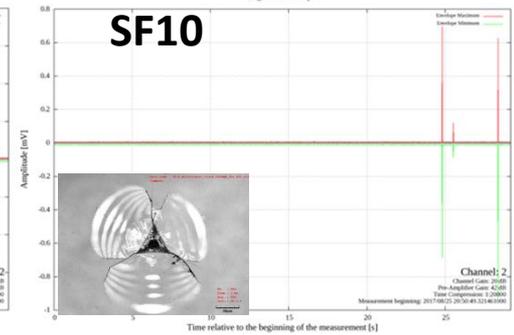
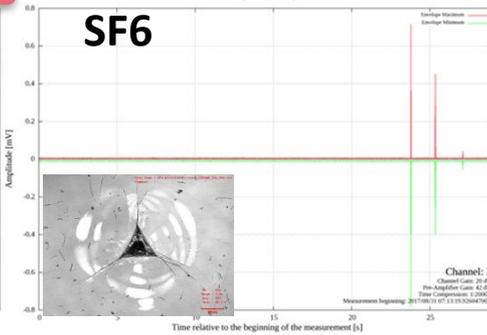
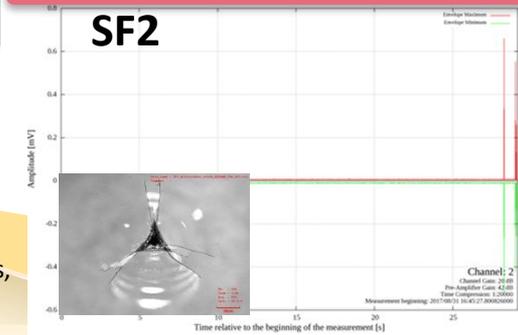
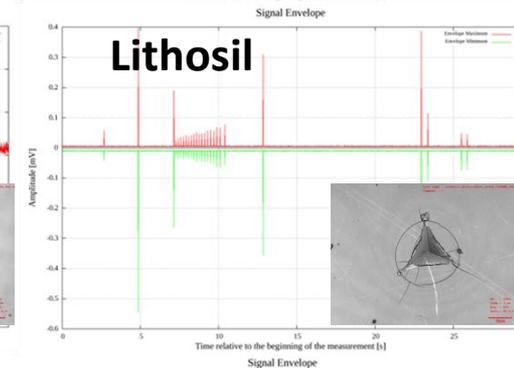
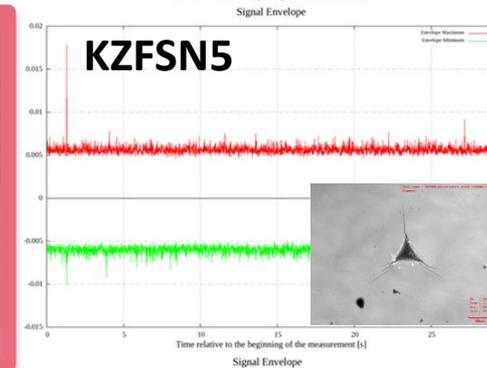
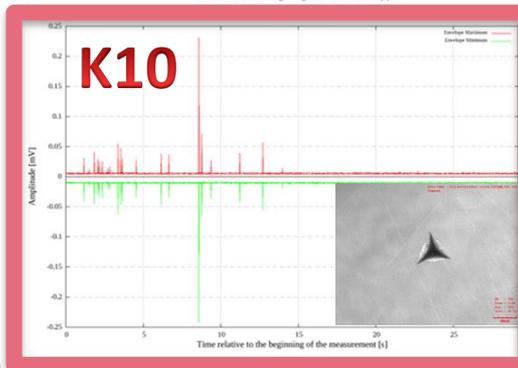
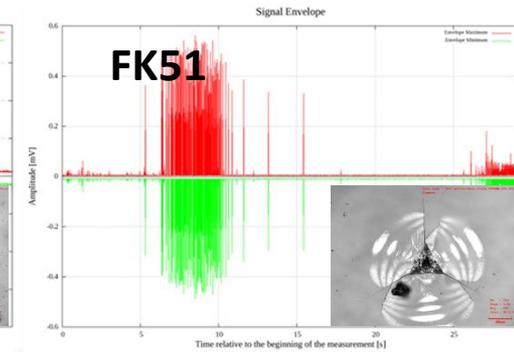
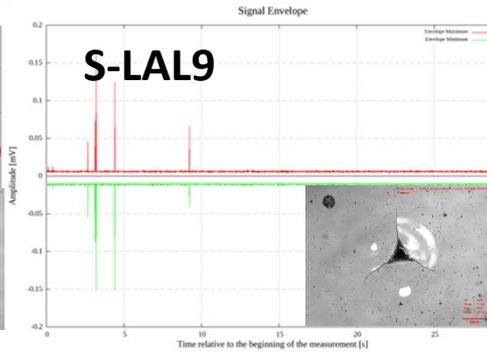
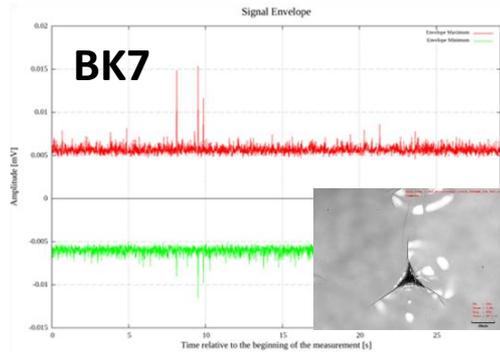


**MEDIAN**  
**CRACKS**

**LATERAL**



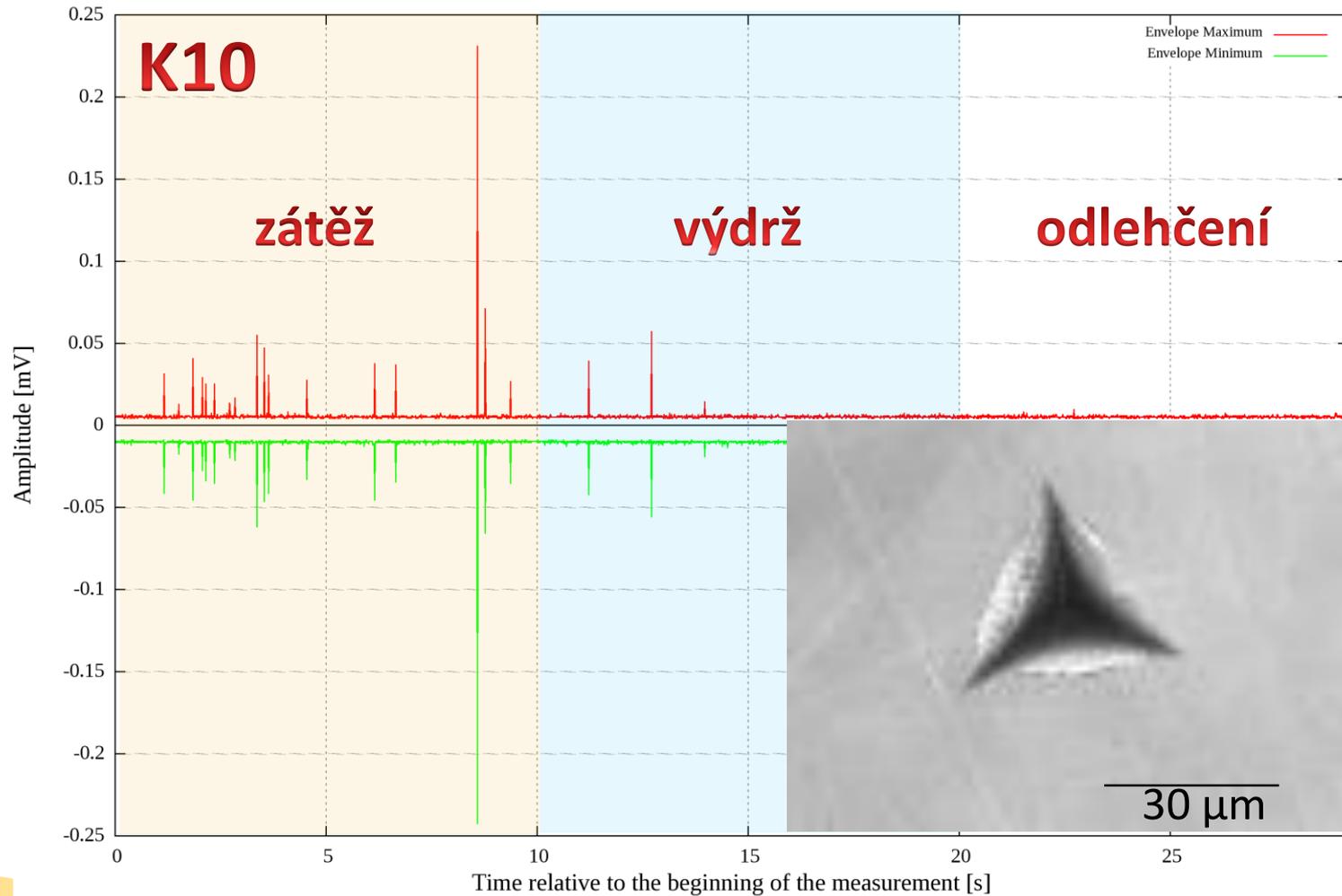
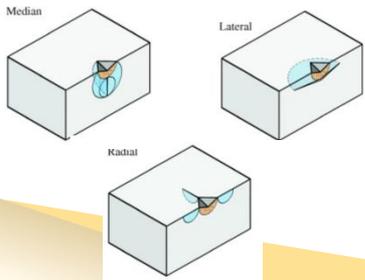
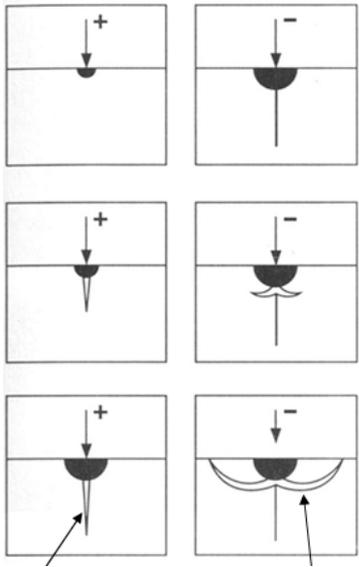
B. Lawn, Fracture of Brittle Solids, Cambridge Univ. Press, 1993.



# Praskání skla

zatěžování vs. odlehčování ⇒ dynamika poškození/porušení

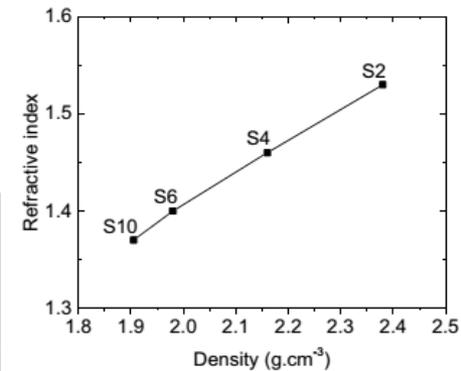
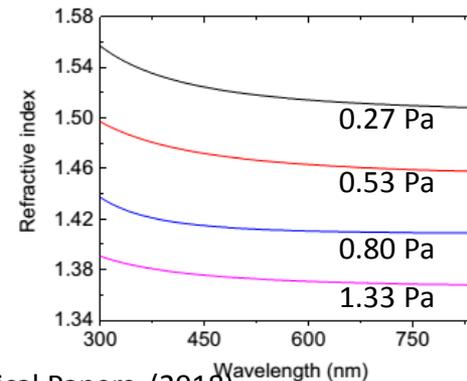
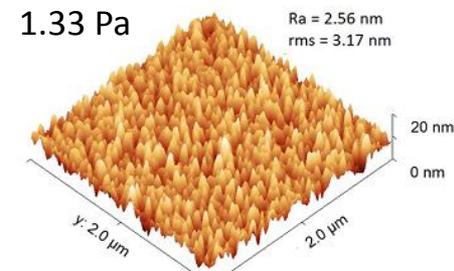
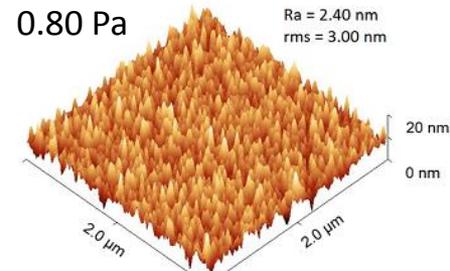
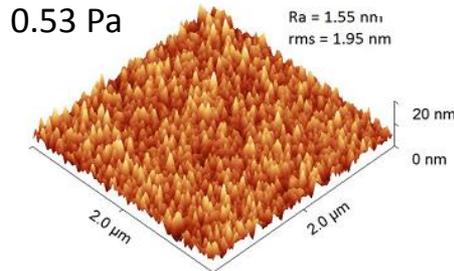
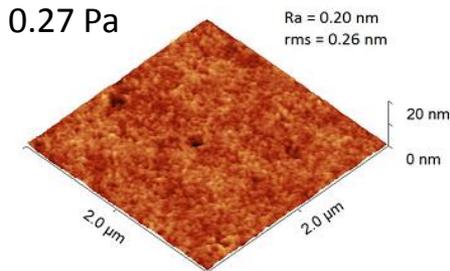
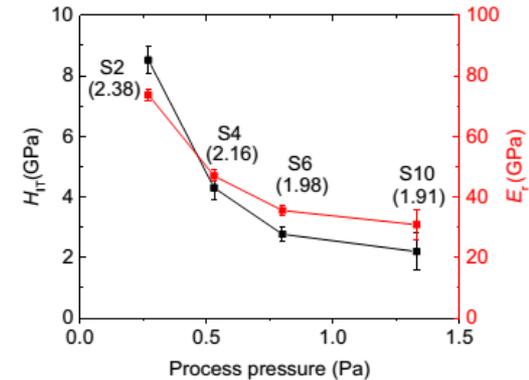
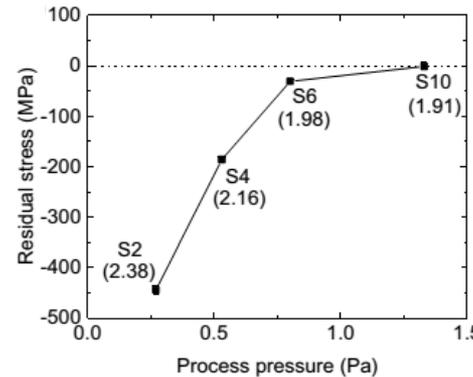
Loading Unloading



# SiO<sub>2</sub> a SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> tenké vrstvy

## Cíl: Mechanické a optické vlastnosti SiO<sub>2</sub> tenkých vrstev na skle

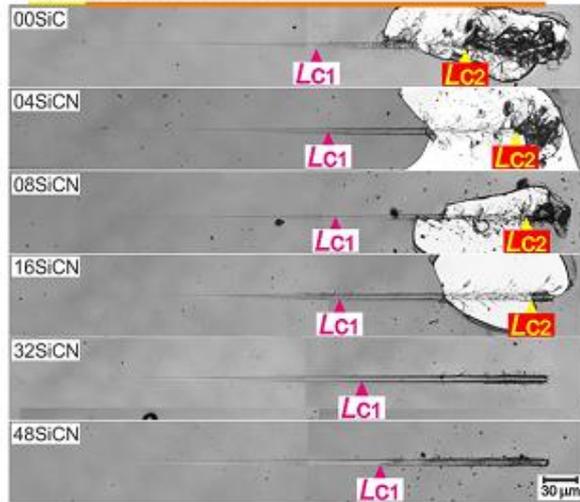
- vliv procesního tlaku
- nárůst tlaku způsobuje
  - zvýšení drsnosti
  - pokles kompresivního napětí
  - pokles tvrdosti a modulu pružnosti
  - pokles indexu lomu



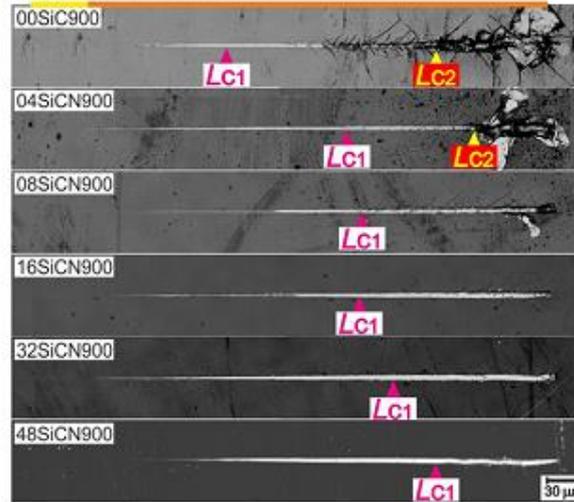
Index lomu (632.8 nm) jako funkce hustoty

# Vrstvy pro vysokoteplotní aplikace

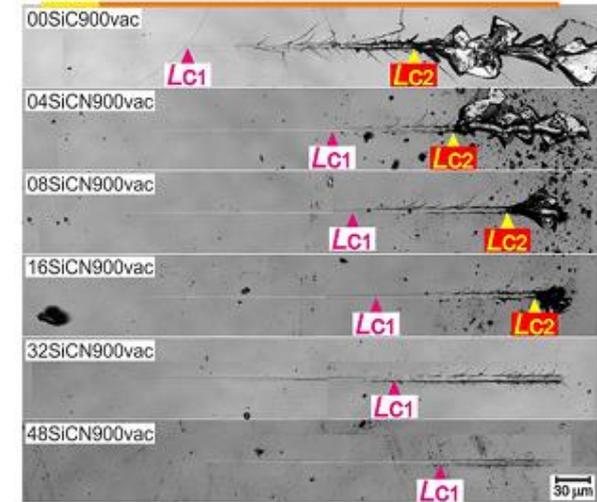
(a) as deposited



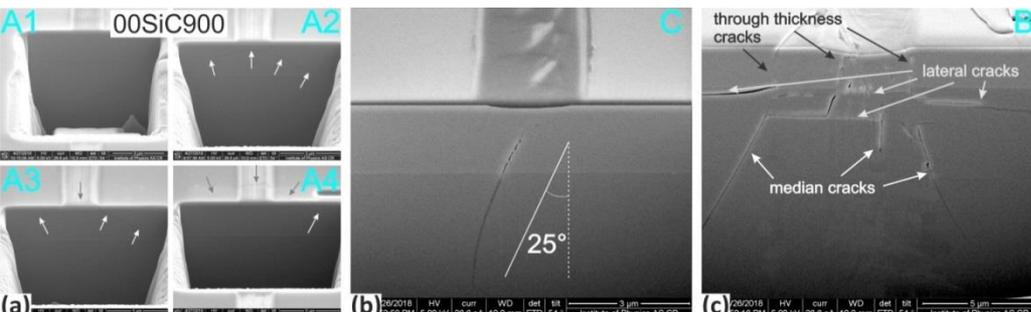
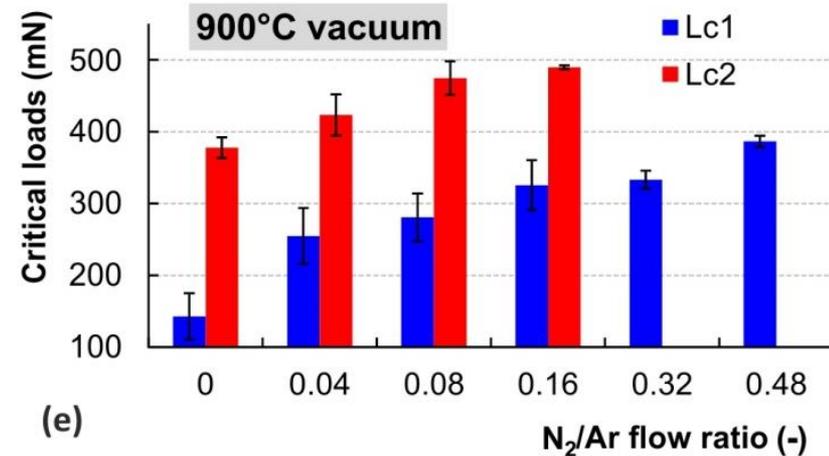
(b) 900 °C air



(c) 900 °C vacuum

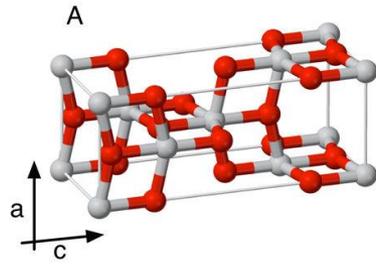


- N zlepšuje strukturní integritu
- a-SiCN nepraská (nedelaminuje)
- lepší odolnost proti opotřebení vrstev s N
- N potlačuje krystalizaci SiC

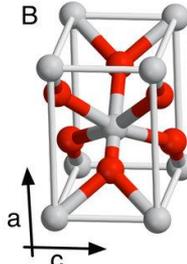


Formování trojných vazeb C≡N

anatase



rutile



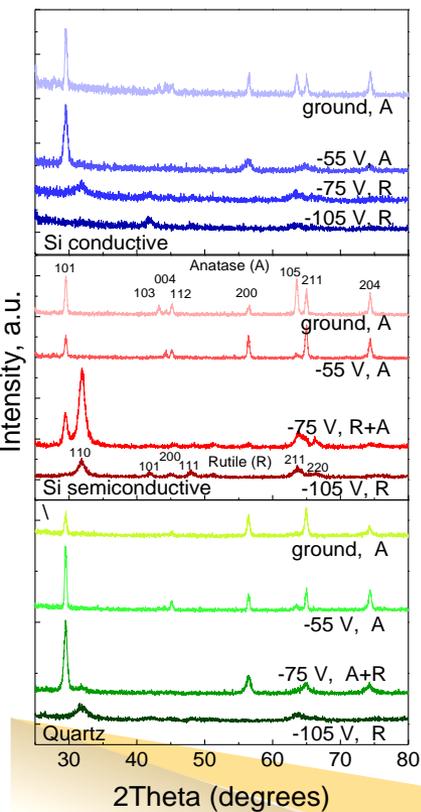
● Oxygen

● Titanium

# TiO<sub>2</sub> tenké vrstvy

**Cíl: Vrstvy s definovaným fázovým složením – vliv el. vodivosti substrátu**

- reaktivní DC magnetronové naprašování z Ti terče, 0.5 Pa
- 3 různé substráty s rozdílnou el. vodivostí ⇒ různý self bias



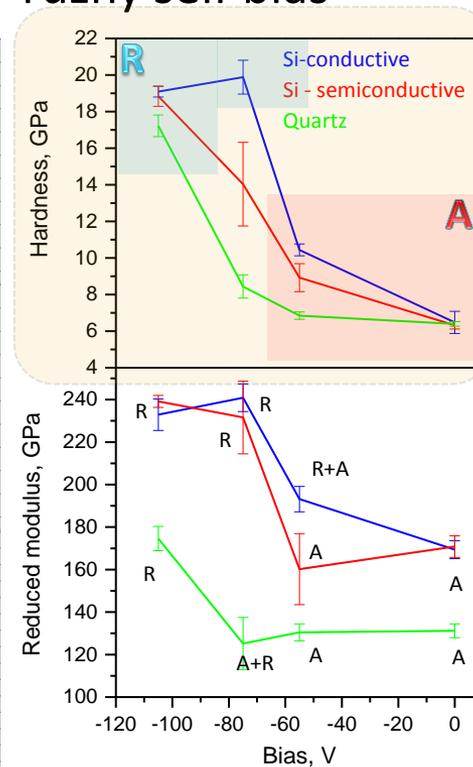
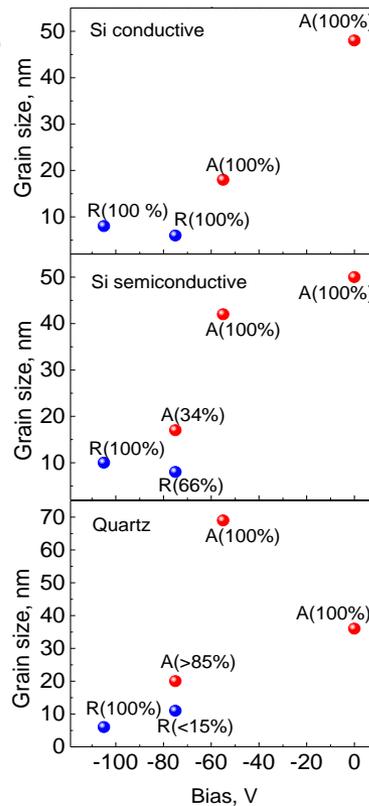
Si conductive

A-anatase

R-rutile

Si-semicond.

Quartz



➤ DC sputtering

➤ 3 substrates

➤ ↑ cond. ⇒ ↑ bias

➤ ⇒ ↑ Rutile content

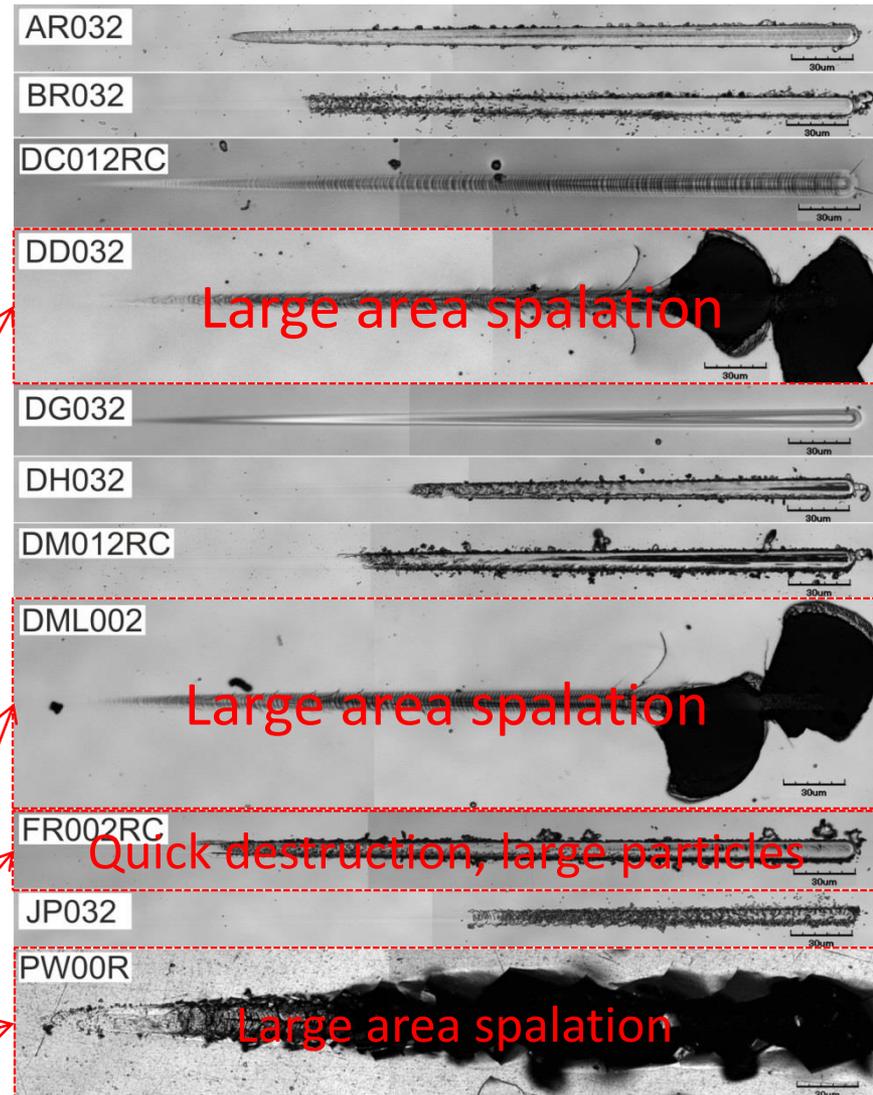
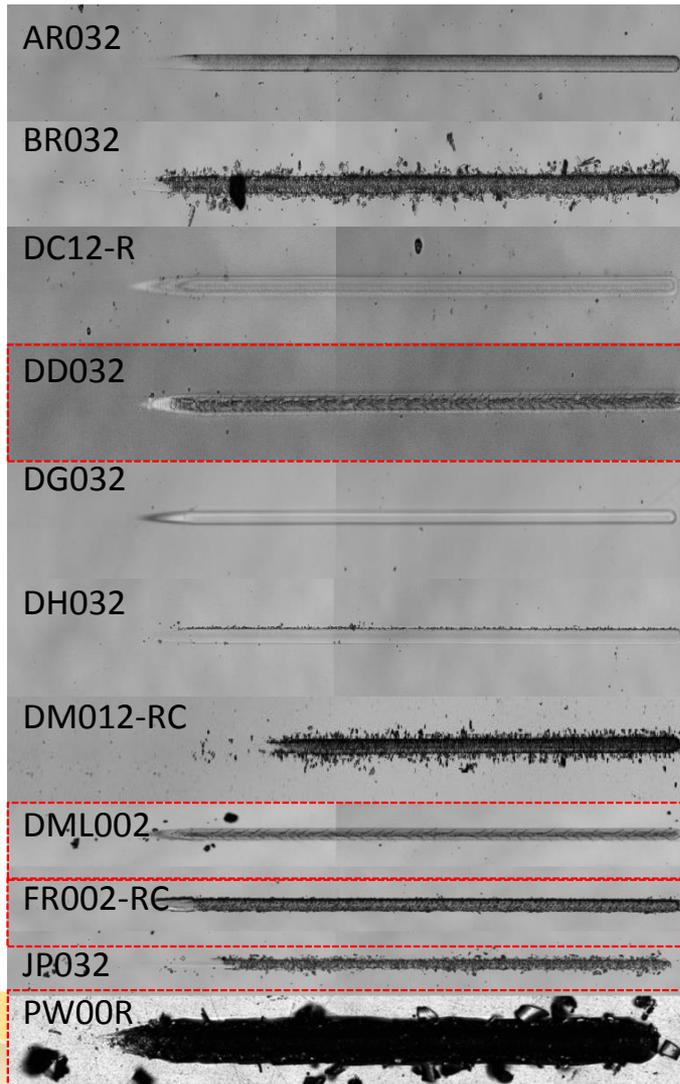
➤ H<sub>rutile</sub> >> H<sub>anatase</sub>

➤ 19 GPa vs 7 GPa

➤ GS<sub>rutile</sub> < GS<sub>anatase</sub>

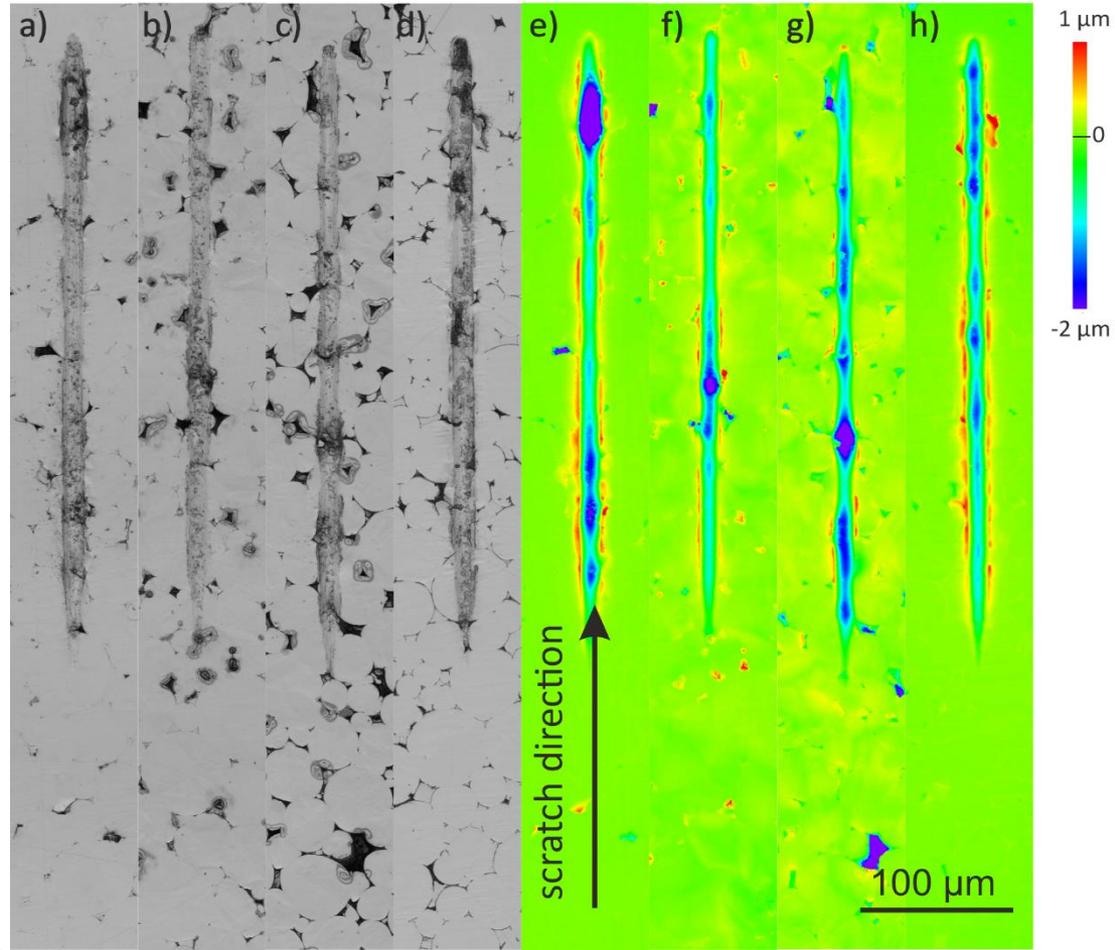
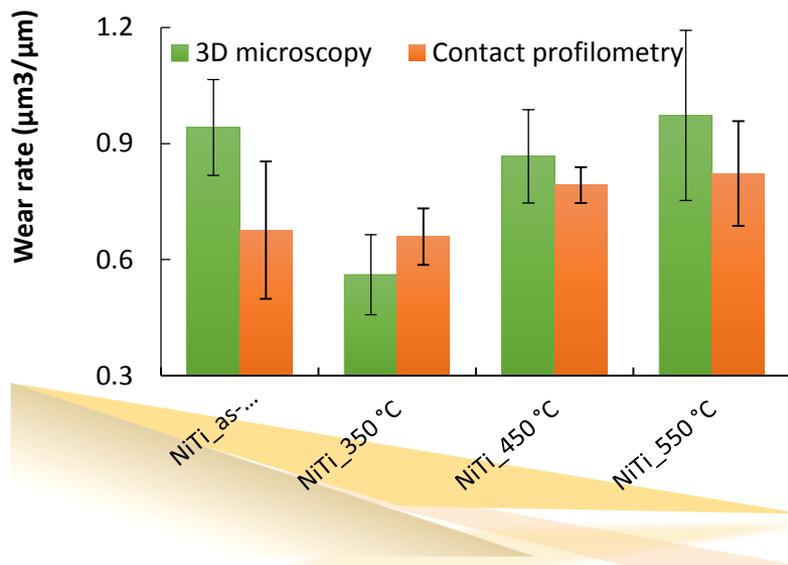
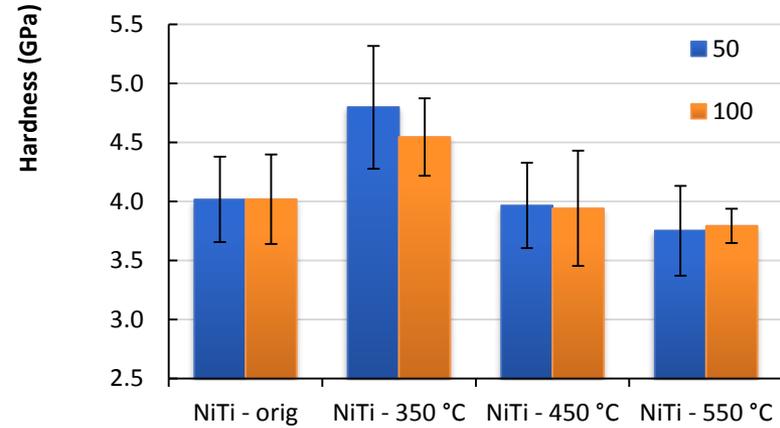
- po vytvoření zárodků roste rutil i po vypnutí RF zdroje generujícího záporné předpětí

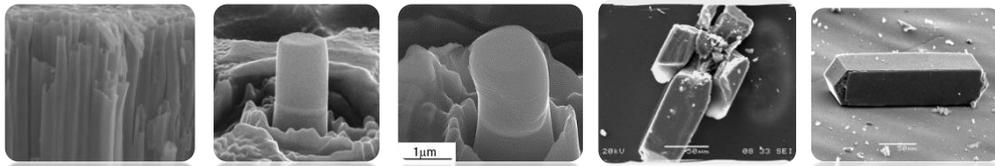
# Odolnost optických tenkých vrstev - benchmark



# NiTi slitiny

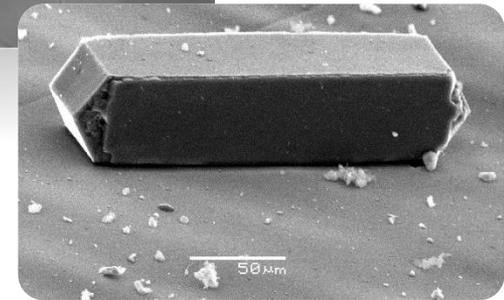
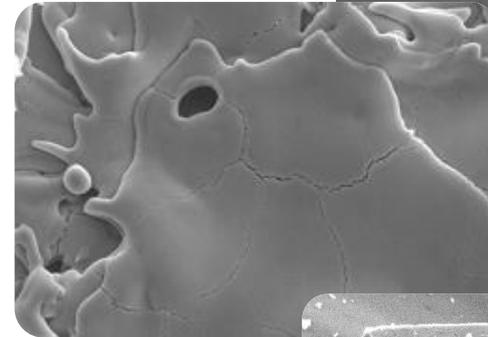
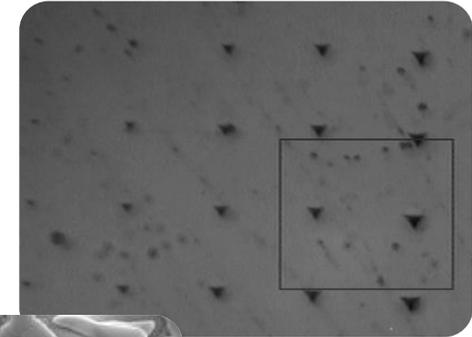
- tvarová paměť
- superelastické vlastnosti





# Shrnutí

- povrchová odolnost extrémně důležitá
- výzkum a vývoj nových materiálů
- kontrola jakosti
- specifické metody testování – lokálnost
- indentace, scratch test, wear test, impakt test
- mikroskopická analýza residuálních vtisků, stop, kráterů



# Doposud testované materiály

- tenké vrstvy
    - Al, Cu, Si, Ti, Fe, SiC, SiCN, TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>, SiON, HfO<sub>2</sub>, ZnO, ZrN, CrN, ZrO<sub>2</sub>, MgF<sub>2</sub>, ta-C, DLC, B<sub>4</sub>C, TiAlN, TiAlCN, AlCN, nanodiamanty, kompozity
  - povlaky
    - plazmové nástřiky Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>
  - monokrystaly
    - BaTiO<sub>3</sub>, Si, Fe-3 wt.% Si,
  - objemové materiály
    - skla, oceli, NiTi, plasty
  - biomateriály
- 

# Děkuji za pozornost



EVROPSKÁ UNIE  
Evropské strukturální a investiční fondy  
Operační program Výzkum, vývoj a vzdělávání



MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,  
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY

Seminář je realizovaný v rámci projektu OP VVV „Partnerská síť v oblasti výzkumu a vývoje zobrazovací a osvětlovací techniky a optoelektroniky pro optický a automobilový průmysl“, registrační číslo: CZ.02.1.01/0.0/0.0/17\_049/0008422.