

# ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ В ИССЛЕДОВАНИИ КОНДЕНСИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ

## МОДУЛЬ 4. ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОНДЕНСИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ

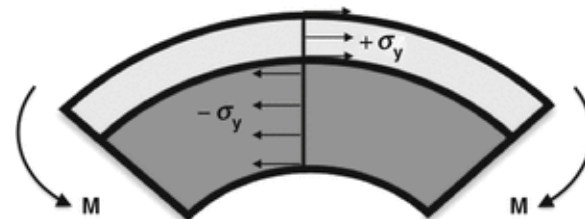
### Лекция 18.

Остаточные напряжения в тонких пленках. Причина возникновения внутренних напряжений. Оптические методы измерения напряжений. Формула Стоуни. Определение толщины тонких пленок. Измерение адгезии пленок и покрытий методом скретч-тестирования

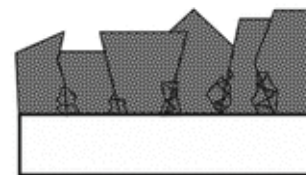
**Остаточные напряжения** [residual stresses] — это напряжения, сохраняющиеся после кристаллизации, различных видов температурно-силового воздействия или фазовых превращений и уравниваемые внутри изделия (полуфабриката).

Различают остаточные напряжения трех родов:

**1 рода** (зональные остаточные напряжения, уравниваемые отдельными зонами сечения и между разными частями детали)



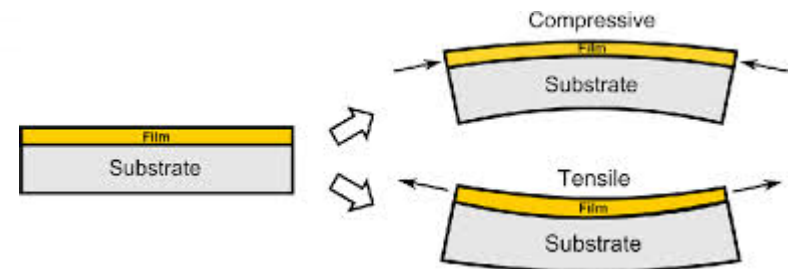
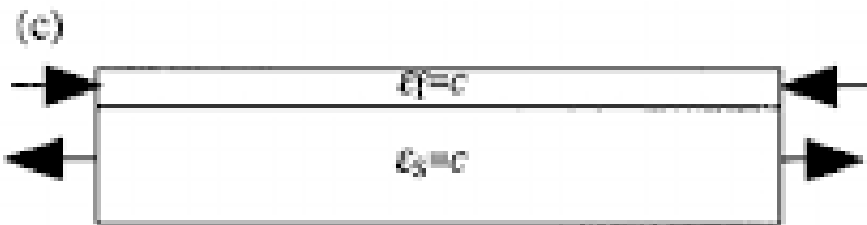
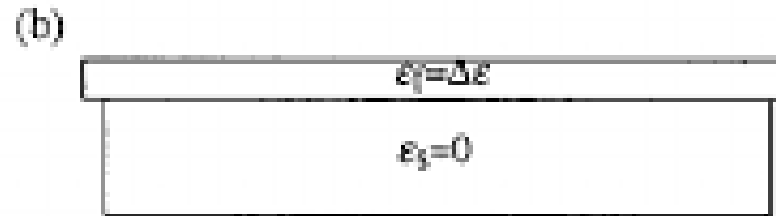
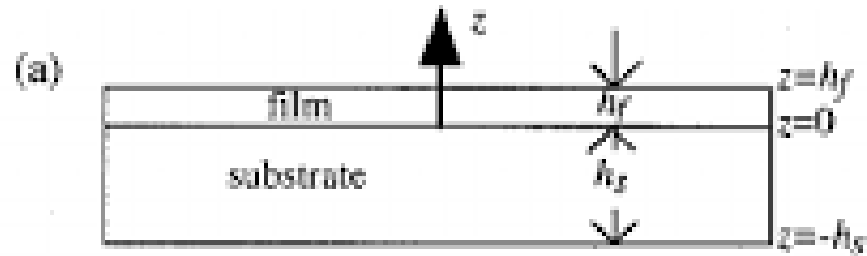
**2 рода** (остаточные напряжения, уравниваемые в объемах, соизмеримых с размерами зерна )



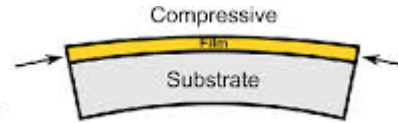
**3 рода** (остаточные напряжения, уравниваемые внутри объема порядка нескольких элементарных ячеек кристаллической решетки).



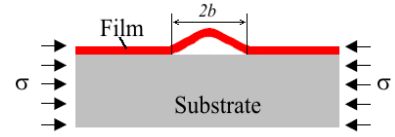
# Механизмы релаксации растягивающих и сжимающих напряжений



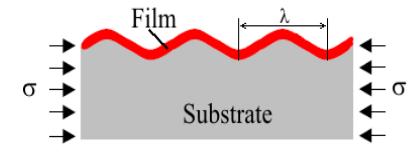
# Механизмы релаксации сжимающих напряжений



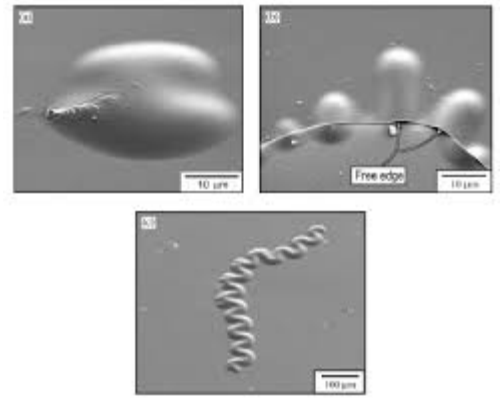
## Изгиб отслоившегося участка



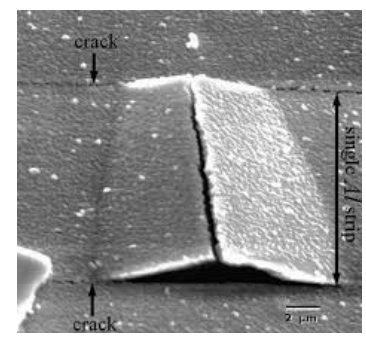
## Когерентная деформация



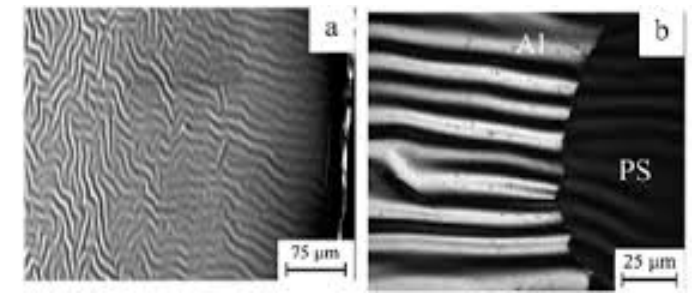
## Металлическая пленка



## Хрупкое покрытие



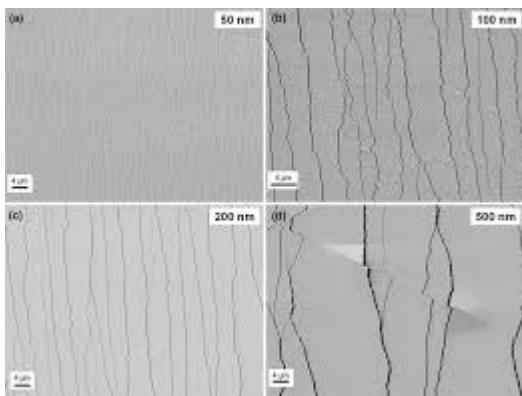
## Податливая подложка



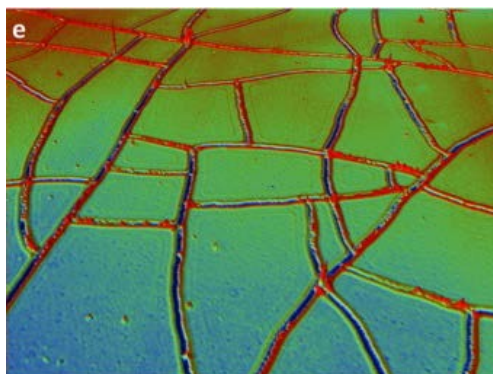
# Механизмы релаксации растягивающих напряжений



**одноосное растяжение**



**термическое нагружение**



**краевое отслаивание**



**растрескивание грязи**



**засохший бутерброд**

# РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ – наиболее простой способ измерения микро- и макронапряжений

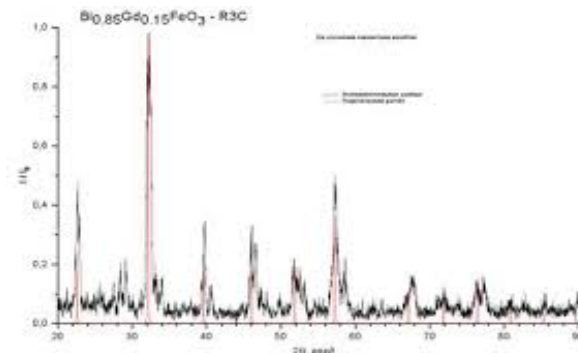
## Расчет макронапряжений

(смещение рентгеновского пика относительно табличного значения)

$$(\sigma_1 + \sigma_2) = -\frac{E}{\mu} \cdot \frac{\Delta d}{d}$$

где E- модуль упругости (модуль Юнга);  
 $\mu$  — коэффициент Пуассона,

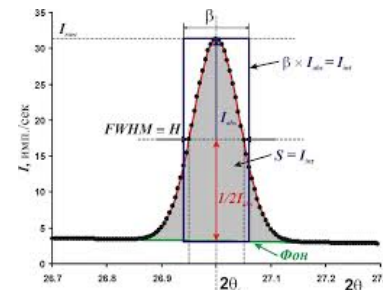
$\frac{\Delta d}{d} = \frac{d_{\perp} - d_0}{d_0}$   $d_0$ - межплоскостное расстояние для ненапряженного материала,  
 $d_{\perp}$ - среднее межплоскостное расстояние для напряженного материала в направлении, перпендикулярном к поверхности образца.



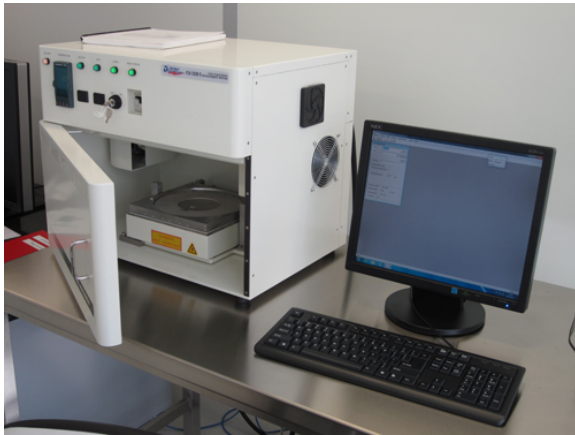
## Расчет макронапряжений

(относительное уширение рентгеновского пика)

$$\Delta d/d = -\text{ctg } \theta \Delta \theta, \quad \langle \Delta d/d \rangle = \beta/4 \text{tg } \theta$$

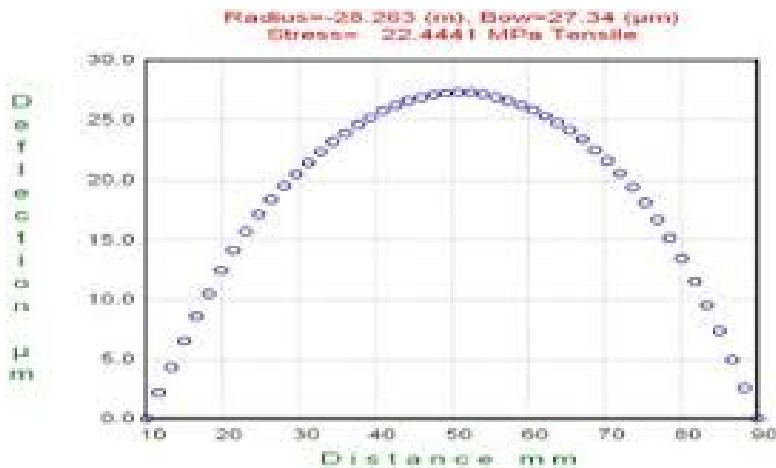
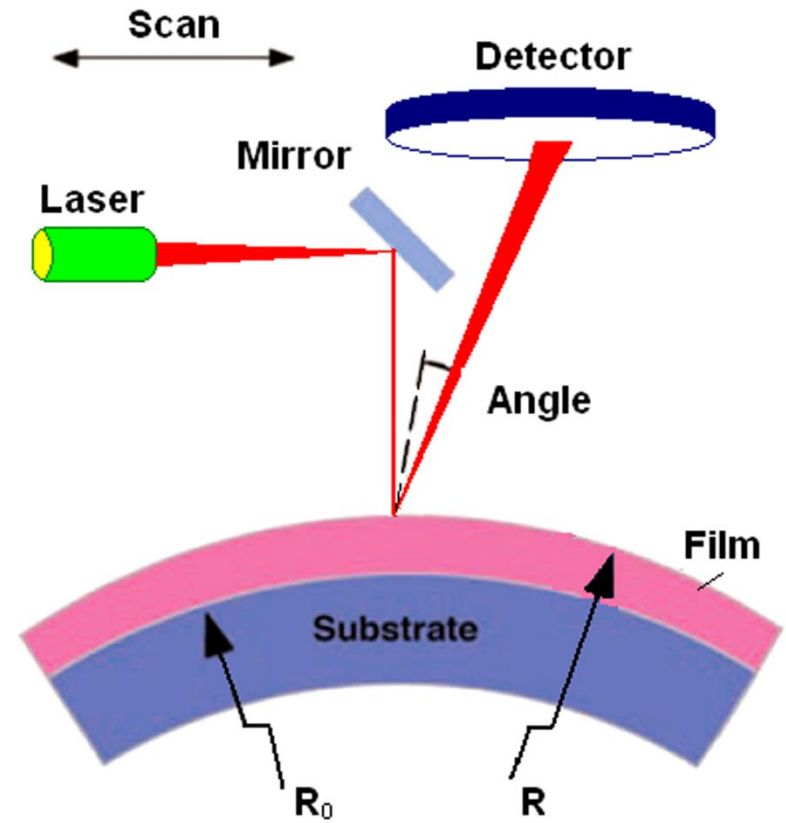


# Оптические методы измерения напряжений



Установка для измерения напряжений в тонких пленках «FLX-2320-S Film Stress Measurement System»

В процессе сканирования луча угол отражения непрерывно изменяется!





Величину механических **напряжений** в структуре пленка-подложка оценивают по формуле **Стоуни**:

$$\sigma_f = \frac{1}{6 \cdot R} \cdot \frac{E_s \cdot d_s^2}{(1 - \nu_s) \cdot d_f}$$

где  $\sigma_f$  – величина механических напряжений;

$E_s$  – модуль Юнга материала подложки;

$d_s$  – толщина подложки;

$R$  – радиус изгиба подложки;

$\nu_s$  – коэффициент Пуассона материала подложки;

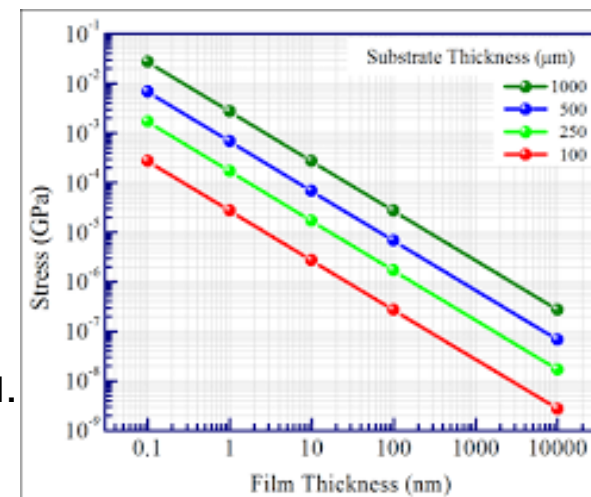
$d_f$  – толщина пленки.

**Радиус** изгиба, входящий в формулу Стоуни, рассчитывается следующим образом:

$$R = \left( \frac{R_1 \cdot R_2}{R_1 - R_2} \right)$$

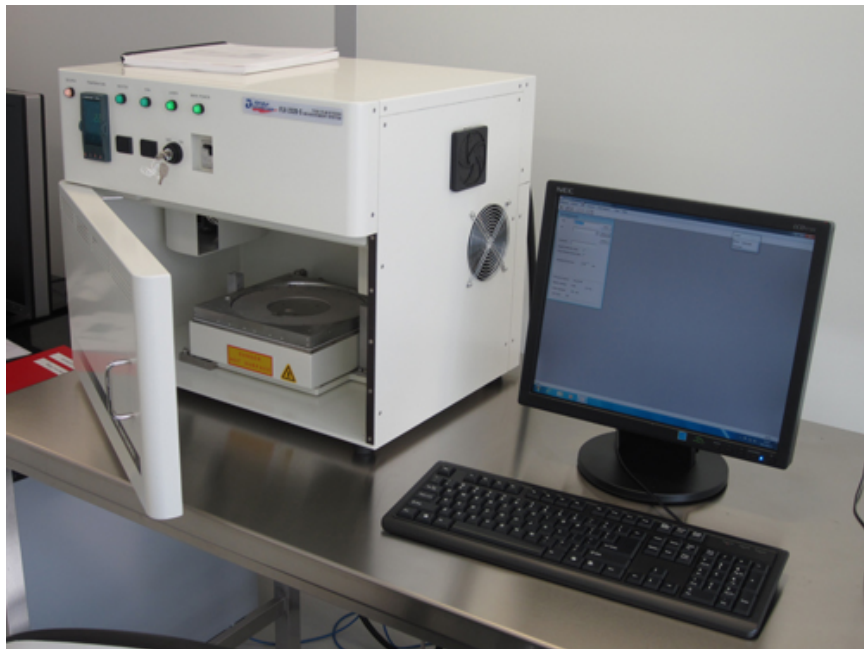
где  $R_1$  – радиус изгиба исходной пластины до нанесения на нее пленки,

$R_2$  – радиус изгиба пластины после нанесения пленки.

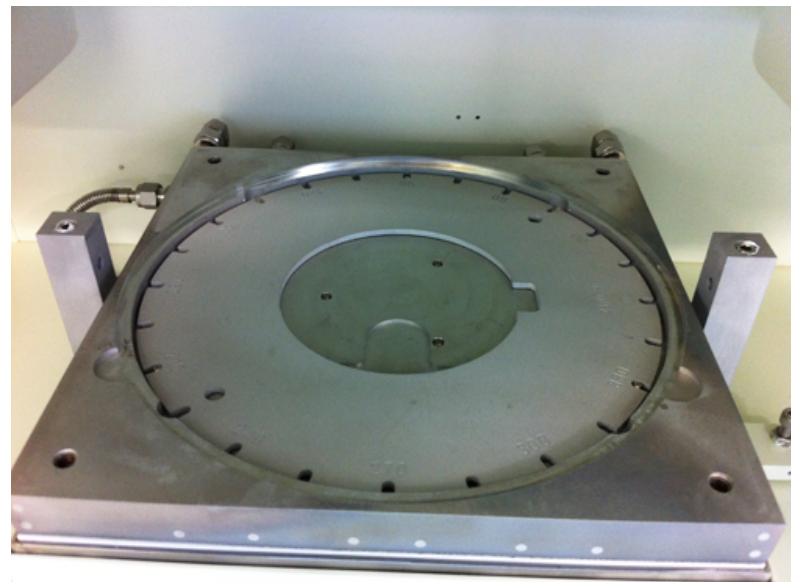
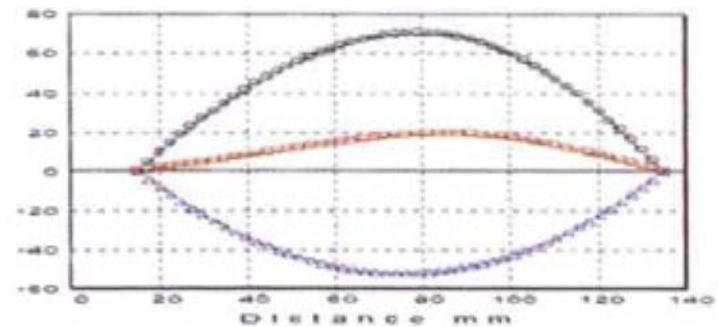




## Исследование термической стабильности пленок



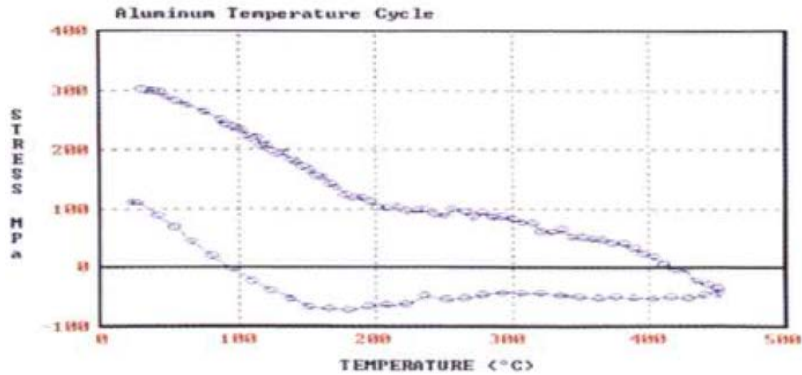
Установка для измерения напряжений в тонких пленках «FLX-2320-S Film Stress Measurement System»



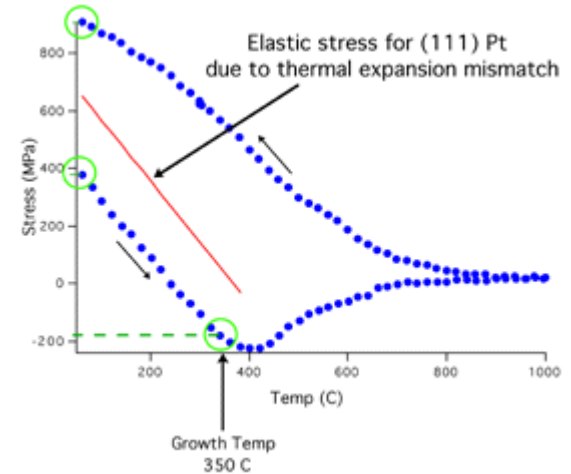
Возможность нагрева и охлаждения от  $-65$  до  $500$  °C с контролируемой скоростью

## Области применения

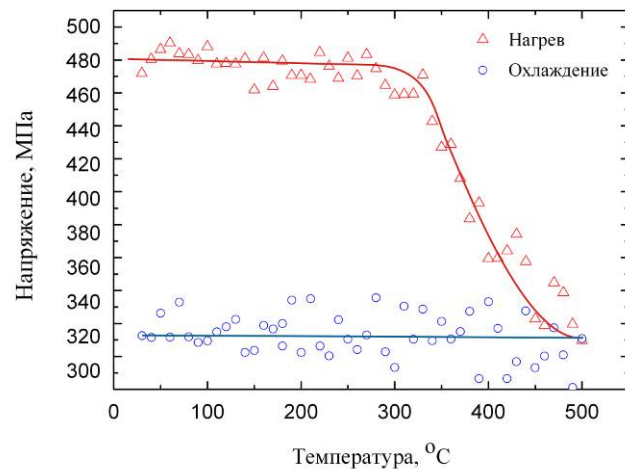
Исследование термической стабильности пленок



Определение упругих характеристик пленок



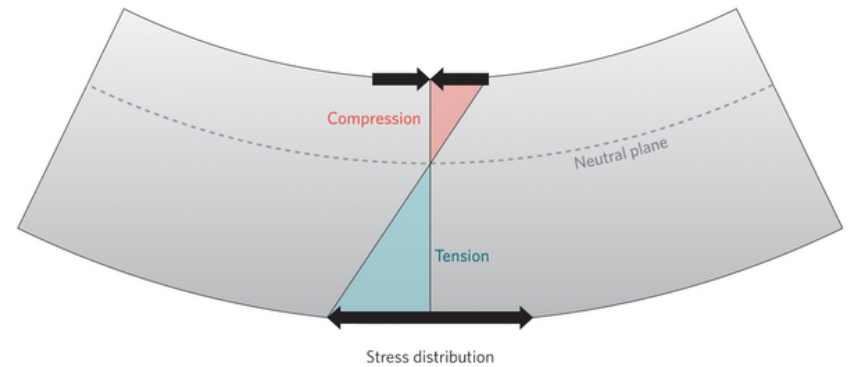
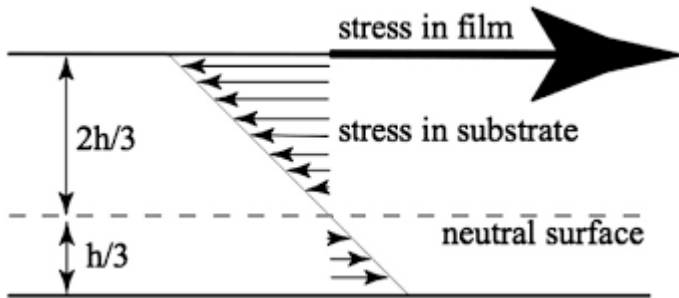
Определение температуры фазовых переходов



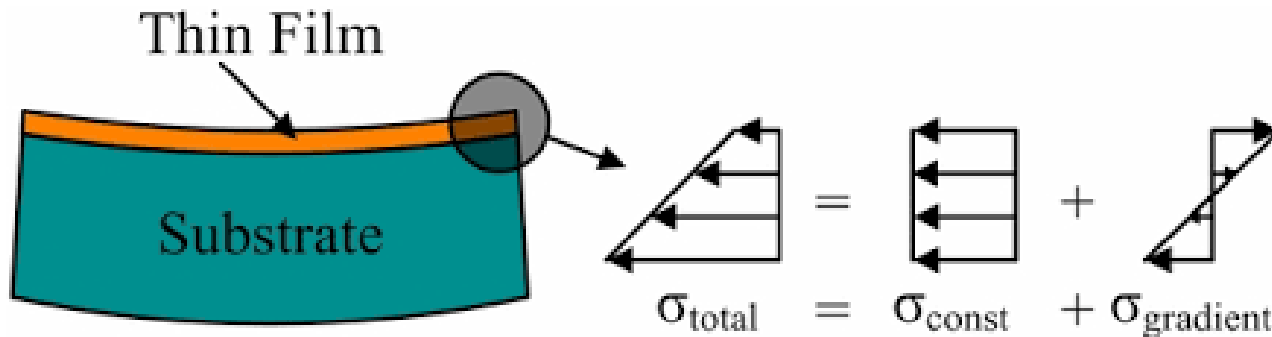
*Изменение напряжений в  $\text{SiN}_x\text{:H}$  пленке, синтезированной при  $150^\circ\text{C}$ , в процессе нагрева и последующего охлаждения в атмосфере Ar*

# Недостатки формулы Стоуни

Модель Стоуни разработана для тонкой пленки, в которой напряжения однородны!



Неоднородное распределение напряжений внутри пленки



## Определение толщины тонких пленок

**Толщиномер** — измерительный прибор, позволяющий с высокой точностью измерить толщину материала или слоя покрытия материала

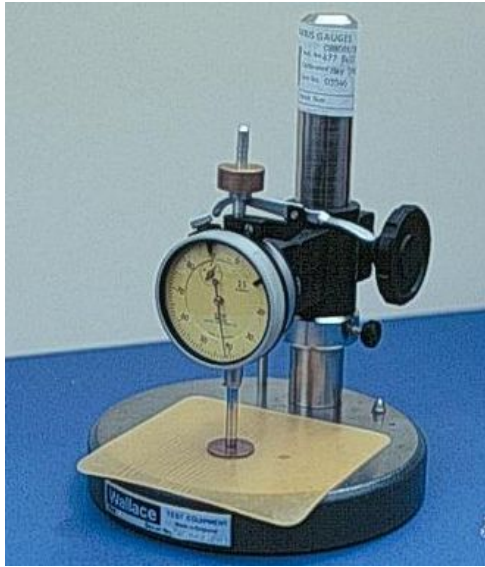
Толщиномеры делятся по принципу их работы, сфере применения, а также способу производства измерений на:

- Механические
- Электромагнитные
- Ультразвуковые
- Магнитные
- Вихретоковые
- Электромагнитновихретоковые



диапазон измеряемых толщин - до 10 мм

## Механические толщиномеры



Механический стрелочный  
толщиномер



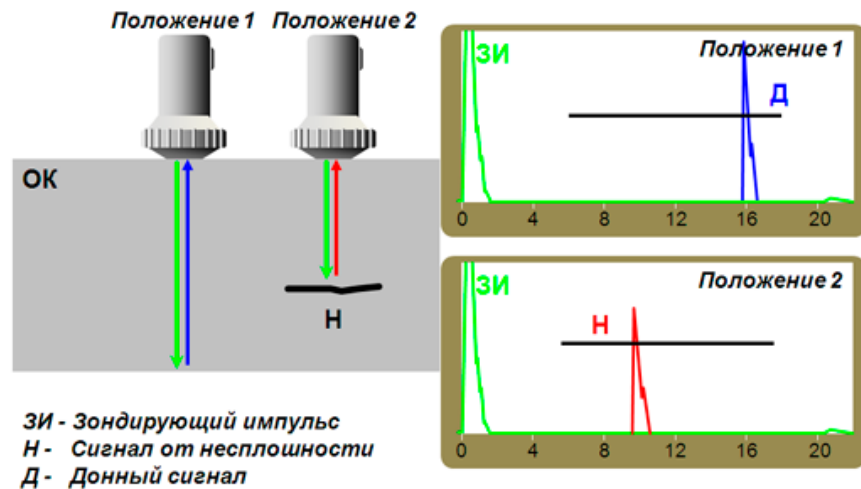
механический  
толщиномер



микрометр

В зонде **ультразвуковых** толщиномеров располагается датчик, генерирующий волны высокой частоты и посылающий их через анализируемый объект (деталь, покрытие, и т.д.).

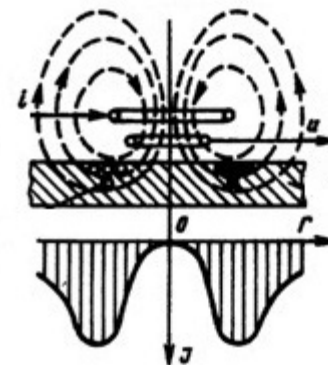
Ультразвуковая волна отражается от контролируемой поверхности, «эхо» преобразуется в электрический сигнал высокой частоты, регистрируется и анализируется – именно по его значению определяется толщина исследуемого изделия.



Находящаяся в зонде **вихретокового толщиномера** катушка, по которой протекает то высокой частоты, генерирует магнитное поле переменного типа.

Оно, приближаясь к исследуемой поверхности, возбуждает в ней токи Фуко – вихревые токи, которые улавливаются и измеряются той же либо второстепенной катушкой.

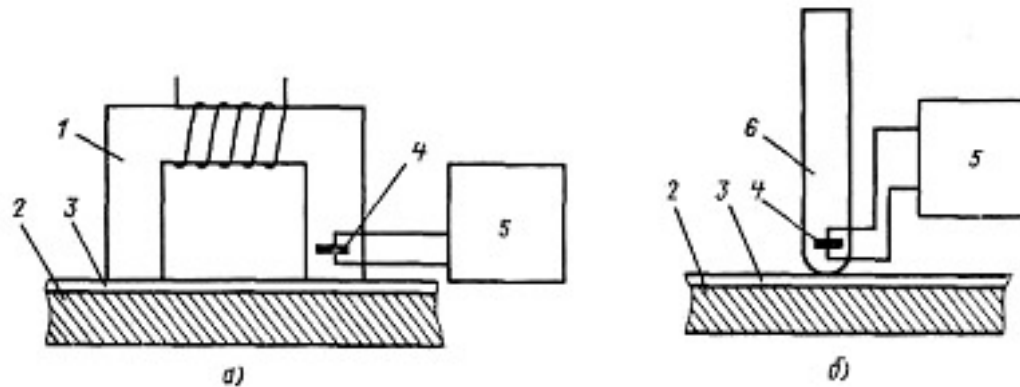
На основании результатов измерений делается вывод о толщине изделия.





## Электромагнитные толщиномеры

Для измерений используются как [магнитная индукция](#), так и [эффект Холла](#),

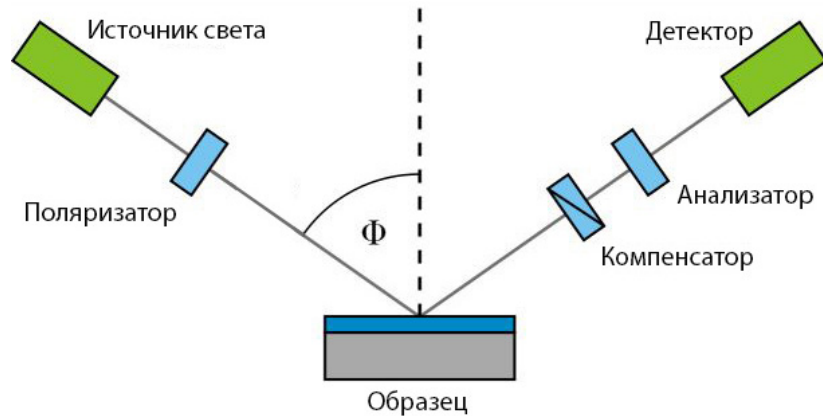


а — прибор с П-образным электромагнитом; б — прибор со стержневым постоянным магнитом; 1 — электромагнит; 2 — ферромагнитное изделие; 3 — немагнитное покрытие; 4 — преобразователь Холла; 5 — измерительный прибор; 6 — постоянный магнит

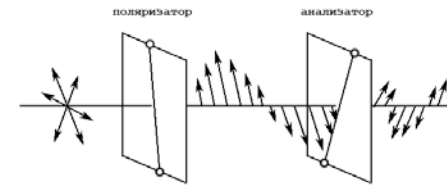
При подаче напряжения на электромагнит возникает магнитное поле, на величину которого влияет подложка. Чем толще покрытие, тем меньше ее влияние. При этом внутри проводника с током, находящимся внутри датчика, возникает э.д.с., зависящее от электромагнитного поля.



Метод **эллипсометрии** основан на том, что свет после отражения от исследуемого образца изменяет свою форму поляризации.



Падающий на образец линейно-поляризованная световая пучок после отражения становится эллиптически-поляризованным.



Вращая анализатор можно полностью погасить лазерный луч

**Комплексный** коэффициент отражения пленки, равный отношению коэффициентов отражения  $p$  и  $s$  –поляризованных волн, также можно параметризовать через амплитуду и фазовый сдвиг (различие):

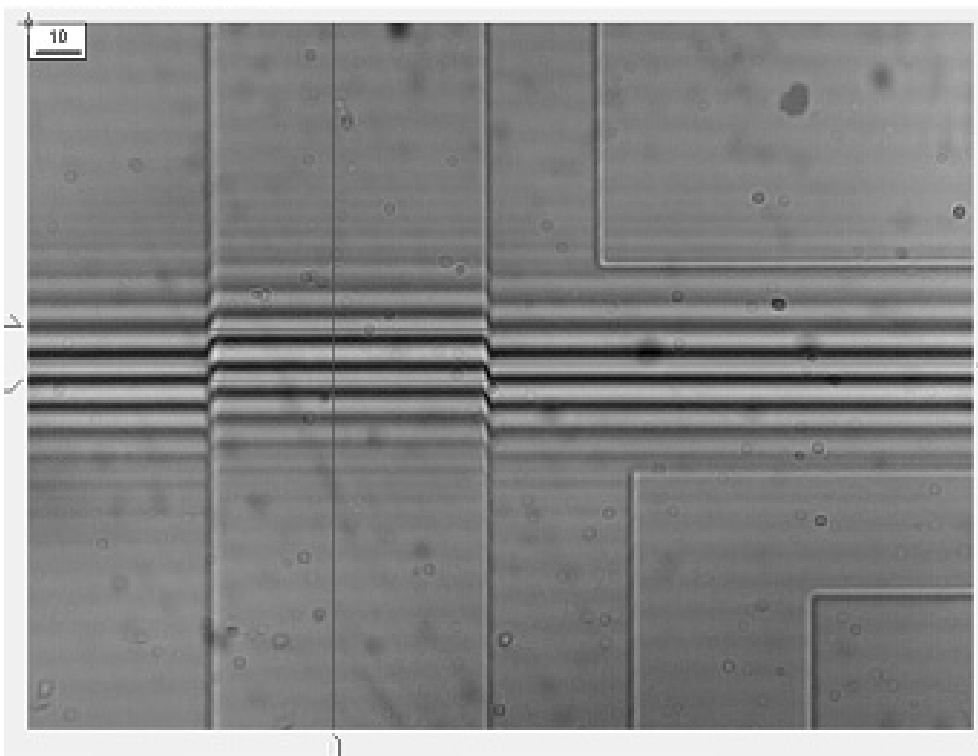
$$\tan(\Psi)e^{i\Delta} = \frac{R_p}{R_s}$$



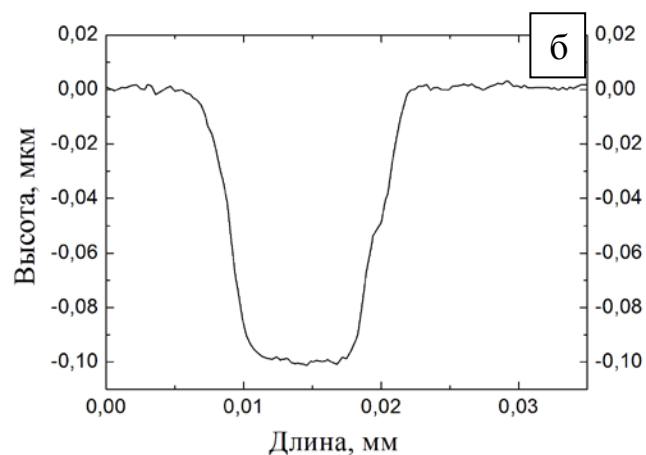
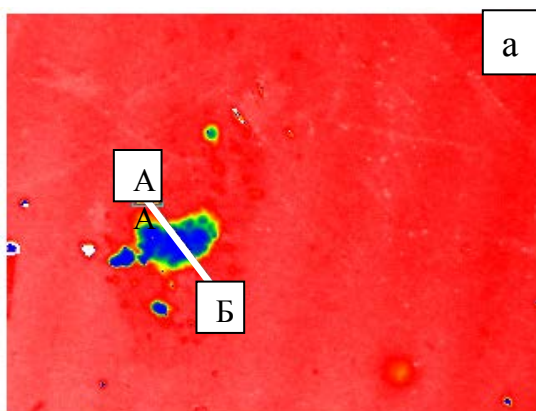
# Интерференционные микроскопы

## *Микроинтерферометр МИИ-4*

При работе в белом свете искривление в одну интерференционную полосу соответствует высоте неровности на исследуемой поверхности, равной 0.27 мкм.



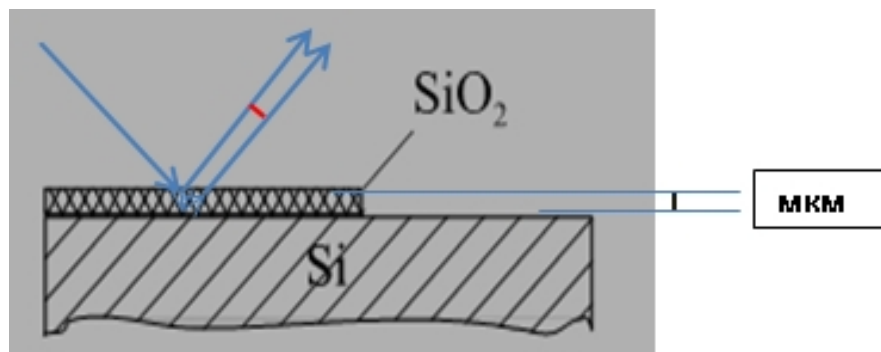
# интерференционный микроскоп ZYGO NEW VIEW 6200



Изображение пленки Co, нанесенной на подложку Si при температуре  $T_{\text{подл}}=330\text{ }^{\circ}\text{C}$  и  $T_{\text{исп}}=155\text{ }^{\circ}\text{C}$  (а) и профилограмма участка А – Б (б);  
оптическая профилометрия

## Определение **толщины** оптически прозрачных пленок по их **цвету**

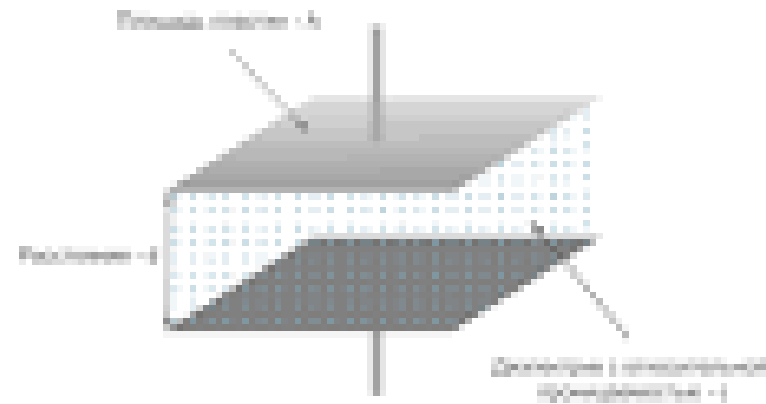
интерференция лучей, отраженных от наружной и внутренней поверхностей пленки, дает отраженный луч **определенного цвета**



мкм □ Цвет

0,05	□ Бежеватый
0,07	□ Коричневый
0,10	□ Темно-фиолетовый
0,12	□ Голубой
0,15	□ Светло-голубой
0,20	□ Светло-золотистый
0,22	□ Золотистый
0,25	□ Оранжевый
0,27	□ Красно-фиолетовый
0,30	□ Фиолетово-голубой
0,31	□ Голубой
0,32	□ Зелено-голубой
0,34	□ Светло-зеленый
0,35	□ Зеленый

Для определения **толщины** пленки используют кварцевые **резонаторы** или **конденсаторы**



$$C = \frac{\epsilon_0 \epsilon \cdot S}{d}$$

При подаче напряжения на электроды благодаря пьезоэлектрическому эффекту происходит изгибание (или сжатие) кварцевой пластины. Толщина пленки влияет на собственную резонансную частоту механических колебаний.