

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЧНОСТИ СЦЕПЛЕНИЯ ТОНКИХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК СО СТЕКЛОМ

В.А. Белоус, В.М. Лунев, В.С. Павлов, А.К. Турчина
ННЦ «Харьковский физико-технический институт», г. Харьков, Украина

Описана методика количественного определения прочности сцепления тонких медных пленок с поверхностью стеклянных подложек методом царапания. Медные покрытия получались вакуумно-дуговым методом. Показано, что в интервале толщин пленок $\sim 0,04 \dots \sim 0,2$ мкм прочность сцепления составляет ~ 40 МПа. С дальнейшим увеличением толщины пленки прочность сцепления снижается и при ~ 1 мкм составляет ~ 2 МПа.

Одной из важных характеристик покрытий является прочность их сцепления с подложкой. Применяемые в промышленности методы контроля прочности сцепления основаны на таких методах как крацевание, изгиб, растяжение, нанесение сетки царапин и т.д. [1]. Однако эти методы не дают количественных значений величины прочности сцепления. Для количественного определения величины адгезии используют методы прямого отрыва пленки от подложки либо сдвига относительно последней [2-4]. Так в работе [2] измерялась адгезия пленок из алюминия, меди, ниобия и других металлов, полученных с помощью импульсного генератора плазмы на ситаловых подложках. Толщина пленок составляла, $0,1 \dots 0,2$ мкм. Медный стержень, к которому прикладывалось растягивающее усилие, приклеивался к поверхности пленки с помощью эпоксидной смолы. Для медного покрытия прочность сцепления, определенная методом отрыва, составляла $60 \dots 70$ МПа. К недостатку данного метода следует отнести вероятность проникновения клеевого соединения на границу раздела пленка-подложка и изменения характеристик сцепления.

Для определения прочности сцепления покрытий и механических свойств материалов используют также метод царапания [5-7], который является простым и быстрым способом оценки адгезионных характеристик покрытий.

Однако, несмотря на широкое его применение, имеются трудности в количественной оценке прочности сцепления. Как правило, при испытаниях царапанием прочность сцепления характеризуют величиной критической нагрузки, приводящей к сцарапыванию пленки.

В связи с вышеизложенным представлялось целесообразным изготовить устройство и разработать методику определения адгезионных свойств тонких пленок (толщиной от нескольких сотен ангстрем) к твердым подложкам методом царапания. Конструкция изготавливаемого устройства была аналогична приведенной в работе [6].

На рис. 1 изображена схема устройства, которое состоит из подвижной платформы (1), приводимой в движение винтом (2), соединенным с электродвигателем РД-09 (3). На платформе размещалось коромысло (4). Царапающий индентор (5) устанавливал-

ся на одном конце коромысла, которое сбалансировалось с помощью подвижного груза (6). Нагрузка на индентор создавалась с помощью добавочного груза (7), который располагался на стержне с индентором. Вначале вся система балансировалась так, что индентор лишь слегка касался подложки с покрытием (8), размещенной на горизонтальном столе (9). Во время передвижения платформы происходило сцарапывание пленки.

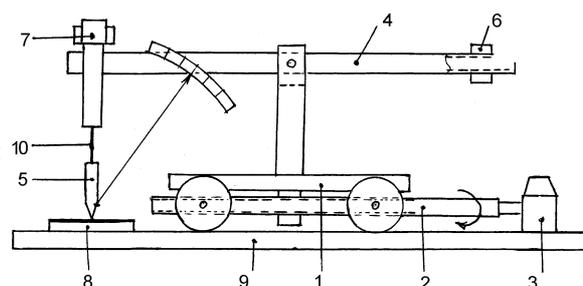


Рис. 1. Схема устройства для измерения адгезионных характеристик покрытий:

- 1 – платформа; 2 – винт; 3 – электродвигатель;
 4 – коромысло; 5 – индентор; 6 – противовес;
 7 – вертикальная нагрузка; 8 – образцы;
 9 – стол; 10 – пружинная вставка

Ширина царапин измерялась на микроинтерферометре МИИ-4. В качестве царапающего острия использовался индентор с радиусом закругления острия ~ 80 мкм, изготовленный из твердого сплава ВК-8. Для определения горизонтальной силы, возникающей при сцарапывании, между индентором и местом сосредоточения нагрузки имелась вставка (10) из упругой стали. Когда индентор двигался через пленку, его конец отклонялся в сторону от вертикальной оси. По величине отклонения, предварительно прокалиброванного по известной нагрузке, определялась горизонтальная сила при перемещении индентора через покрытие. Скорость перемещения индентора составляла $1,36$ см/мин.

При движении индентора через медное покрытие последнее деформируется и раздвигается в стороны с образованием характерных навалов по краям царапины, как это показано на рис. 2.

Материал в навалах составляет единое целое с основной пленкой.

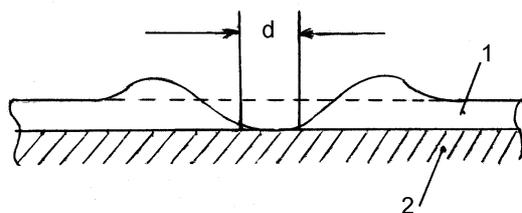


Рис. 2. Схема поперечного сечения царапины:
d – ширина следа; 1 – медь; 2 – стекло

Медные покрытия получали вакуумно-дуговым методом. Стекланные подложки промывались традиционными методами. Непосредственно перед осаждением покрытий подложки очищались в несамостоятельном дуговом разряде при напуске в камеру воздуха до давления $\sim 10^{-1}$ Па. Толщина покрытия измерялась на микроинтерферометре методом теневых ножей и весовым методом и изменялась от $\sim 0,04$ до ~ 2 мкм.

При разработке данной методики мы исходили из предположения, что сцепление с подложкой обеспечивает слой покрытия, непосредственно прилегающий к подложке. В связи с этим определялись следующие силы при движении индентора через медное покрытие:

$F_{общ}$ – сила, необходимая для перемещения индентора через медное покрытие при такой верти-

кальной нагрузке на индентор (P_1), когда на следе от индентора остается чистое стекло (наличие остатков медного покрытия $\leq 5\%$ от площади следа);

$F_{сц}$ – сила, необходимая для перемещения индентора через медное покрытие при такой вертикальной нагрузке (P_2), когда на следе от индентора чистое стекло составляет менее 5% от площади следа;

$F_{см}$ – сила, возникающая при движении индентора по стеклу при вертикальной нагрузке, равной $P_1 - P_2$.

При соблюдении этих условий сила сцепления медного покрытия со стеклом может быть найдена из уравнения:

$$F_{сц} = F_{общ} - F_{сво} - F_{см}. \quad (1)$$

Прочность сцепления медного покрытия с подложкой получим из формулы

$$P_{сц} = F_{сц}/s. \quad (2)$$

Здесь s – площадь, освобождаемая индентором на стекле при его прохождении по нему за 1 с.

$$s = d \cdot \ell / t, \quad (3)$$

где d – ширина следа индентора на стекле; ℓ – общая длина передвижения индентора; t – время перемещения. Так при ширине царапины $d \sim 2 \cdot 10^{-2}$ мм и скорости перемещения индентора $v = 0,23$ мм/с рассчитанная прочность сцепления соответствует отделению участка покрытия площадью $\sim 2,5 \cdot 10^{-2}$ мм² от подложки.

Таблица 1

Горизонтальные силы и прочность сцепления медных покрытий со стеклянными подложками

Толщины пленки, мкм	P_2 , г	Площадь меди на следе от индентора, %	$F_{сц}$, г	P_1 , г	Площадь меди на следе от индентора, %	$F_{общ}$, г	$F_{стекла}$, г	$F_{сц}$, г	Ширина следа d, мкм	Прочность сцепления P, МПа
0,04	20	≥ 95	5	70	≤ 5	40,5	20,5	15	18	$37 \pm 0,3$
0,085	130	то же	38	200	то же	70	10,5	21	29	$34 \pm 0,2$
0,09	70	– " –	37	150	– " –	90	35	18	22	37
0,09	70	– " –	36	150	– " –	93	35	22	25	42
0,09	70	– " –	40	150	– " –	82	35	17	21	36
0,16	70	– " –	40	150	– " –	110	40	30	32	42
0,22	70	– " –	62	150	– " –	117	35	20	24,2	40
0,22	80	– " –	49	150	– " –	100	30	21	25	39
0,22	70	– " –	48	150	– " –	107	35	24	25	43
0,35	150	– " –	73	250	– " –	116	24	19	29	$27 \pm 0,2$
0,5	10	– " –	7	20	– " –	12	3	2	33	3
1	10	– " –	9	20	– " –	17	3	5	100	2,2
1,85	90	– " –	80	100		90	4	6	125	1,8

В табл. 1 приведены указанные в уравнении (1) силы, ширина следов от индентора, а также вычисленные по уравнению (2) прочности сцепления для медных покрытий различной толщины. Для покрытий толщиной 0,09 и 0,22 мкм здесь показаны также данные трех измерений, характеризующие воспроизводимость результатов. Из таблицы следует, что в интервале толщин 0,04...0,22 мкм прочность сцепления практически не изменяется и составляет

~ 40 МПа. С увеличением толщины пленки она снижается до ~ 2 МПа при толщинах 1 и 1,8 мкм.

Для оценки корректности прочности сцепления полученных величин проводилось их сравнение с литературными данными [3].

В табл. 2 приведены значения прочности сцепления медных покрытий с подложками из Al_2O_3 и AlN , получаемых различными методами. Во всех случаях

прочность сцепления определялась отрывом покрытий от подложки.

Данные показывают удовлетворительное согласие с результатами, полученными в настоящей работе, что указывает на корректность разработанных устройства и метода определения прочности сцепле-

ния тонких металлических покрытий с твердыми подложками. Для распространения метода на другие пары подложка-покрытие необходимы исследования по выбору материала индентора, его геометрии и размеров.

Таблица 2

Прочность сцепления медных покрытий с подложками из Al_2O_3 и AlN [3]

Материал подложки	Метод получения покрытий	Толщина пленки, мкм	Способ соединения покрытия с оправкой	Прочность сцепления покрытий, МПа
Al_2O_3	Вакуумно-дуговой	≥ 5	Пайка	35
Al_2O_3	Магнетронный	4...5	Клей	23
Al_2O_3	Химический	3...4	Клей	25
AlN	Вакуумно-дуговой	≥ 5	Пайка	26
AlN	Магнетронный	4...5	Клей	23
AlN	Химический	3...4	Клей	38

ВЫВОДЫ

1. Разработана методика измерения прочности сцепления тонких пленок с подложкой методом царапания.

2. Проведены измерения прочности сцепления пленок меди (осажденных вакуумно-дуговым методом) на стеклянных подложках.

Показано, что в интервале толщины 0,04...0,2 мкм прочность сцепления практически не изменяется и находится в пределах 40 МПа. С увеличением толщины она снижается и при 1...2 мкм составляет ~ 2 МПа.

ЛИТЕРАТУРА

1. Покрытия металлические и неметаллические, неорганические. Методы контроля. ГОСТ 9.302-88.
2. Б.А. Осадин, Г.И. Шаповалов. Нанесение тонких пленок с помощью импульсных генераторов плазмы

//Физика и химия обработки материалов. 1976, №5, с. 43–52.

3. S. Schmidbauer, J. Hahn and F. Richter. Adhesion of metal coatings on ceramics deposited by different techniques // *Surface and Coatings Technology*. 1993, v. 59, p. 325–329.

4. Sheng Zhu, Wladyslaw Wlosinski, Binshi Xu. Effect of FGM Interlayer on Joining Aluminum Nitride Ceramics to Copper // *Materials Science Forum Vols.* 2003, v. 423-425, p. 293–296.

5. *Склерометрия*. М.: «Наука», 1968, 219 с.

6. P. Benjamin, G. Weaver. Measurement of adhesion of thin films // *Proceedings of the Royal Society*. 1960, v. 254, N 1276, p. 163–176.

7. H. Ichimura, Y. Ishii. Effect of indenter radius on the critical load in scratch testing // *Surface and Coatings Technology*. 2003, v. 165, p. 1–7.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ МІЦНОСТІ ЗЧЕПЛЕННЯ ТОНКИХ МЕТАЛЕВИХ ПЛІВОК ЗІ СКЛОМ

В.А. Белоус, В.М. Лунев, В.С. Павлов, А.К. Турчина

Описано методику кількісного визначення міцності зчеплення тонких мідних плівок з поверхнею скляних підкладок методом царапання. Мідні покриття виходили вакуумно-дуговым методом. Показано, що в інтервалі товщин плівок від ~ 0,04 до ~ 0,2 мкм міцність зчеплення становить ~ 40 МПа. З подальшим збільшенням товщини плівки міцність зчеплення знижується й при ~ 1 мкм становить ~ 2 МПа.

QUANTITATIVE DEFINITION OF THIN METAL FILMS ADHESION WITH GLASS

V.A. Belous, V.M. Lunev, V.S. Pavlov, A.K. Turchina

The technique of quantitative definition of strength of adhesion thin copper films with a surface of glass substrates by a method of scratch is described. The copper coverings were deposited by a vacuum-arc method. It was shown, that in an interval of films thickness from ~ 0,04 up to ~ 0,2 μm the strength of adhesion was ~ 40 MPa. With the further increase of thickness of the films up to ~ 1 μm the strength of adhesion reduced down to ~ 2 MPa.