



**VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ**

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

**FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ**

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

**ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ**

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

**MĚŘENÍ MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ TENKÝCH  
VRSTEV METODOU BULGE TEST**

MEASUREMENT OF MECHANICAL PROPERTIES OF THIN FILMS USING THE BULGE TEST TECHNIQUE

**DIPLOMOVÁ PRÁCE**

MASTER'S THESIS

**AUTOR PRÁCE**

AUTHOR

**Bc. Jakub Holzer**

**VEDOUCÍ PRÁCE**

SUPERVISOR

**prof. Mgr. Tomáš Kruml, CSc.**

**BRNO 2018**

## Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav materiálových věd a inženýrství
Student:	<b>Bc. Jakub Holzer</b>
Studijní program:	Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor:	Materiálové inženýrství
Vedoucí práce:	<b>prof. Mgr. Tomáš Kruml, CSc.</b>
Akademický rok:	2017/18

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č. 111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

### Měření mechanických vlastností tenkých vrstev metodou bulge test

#### Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Měření mechanických vlastností tenkých vrstev napařených na substrát je netriviální úloha kvůli malé tloušťce vrstvy, která je typicky kolem jednoho mikrometru. Standardní metodou je nanoindentace, která má omezení v množství měřených parametrů a v obtížnosti analýzy výsledků. V literatuře existují články popisující metodu „bulge test“, která spočívá v přípravě samonosné membrány, aplikace pracovního tlaku plynu z jedné strany membrány a měření tvaru membrány z druhé strany. Na ÚFM existuje nedokončené zařízení pro upnutí membrány a aplikaci pracovního tlaku; interferometrické měření membrány je dohodnuto a částečně odzkoušeno na Ústavu přístrojové techniky. Jsou také nakoupeny membrány Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> na Si rámečcích s různou velikostí okénka.

Úkolem studenta bude dokončit konstrukci zařízení bulge test, provést jeho uvedení do provozu a odzkoušení s komerčně dostupnou membránou a provést první testy s dvouvrstvým vzorkem složeným z nosné elastické membrány Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> a zkoumané Al vrstvy připravené metodou PVD. Pro vyhodnocení výsledků je nezbytné použít výpočty metodou konečných prvků. Ty nebudou úkolem studenta, nýbrž budou provedeny ve spolupráci s kolegy na ÚFM.

#### Cíle diplomové práce:

- dokončit konstrukci zařízení pro bulge test;
- uvést zařízení do provozu, provést testy s komerční membránou, určit její elastické vlastnosti a ověřit reproduktibilitu měření;
- provést první testy dvouvrstvy Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> a vrstvy na bázi Al.

**Seznam doporučené literatury:**

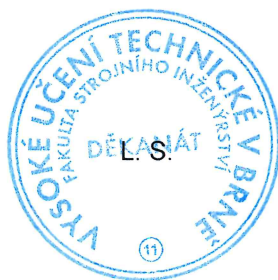
VLASSAK, J. J and W.D. NIX. A new bulge test technique for the determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films, Journal of Materials Research 7, 1992, pp. 3242-3249.

BROTZEN, F. R. Mechanical testing of thin films, International Materials Reviews 39, 1994, pp. 24-45.

KARIMI, A., O. R. SHOJAEI, T. KRUML and J. L. MARTIN. Characterisation of TiN thin films using bulge test and the nanoindentation technique, Thin Solid Films 308-309, 1997, pp. 334-339.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2017/18.

V Brně, dne 27. 10. 2017



prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.  
děkan fakulty

## **Abstrakt**

Hlavním cílem této práce je dokončení přístroje Bulge test pro testování tenkých vrstev, provedení prvních testů na komerčních  $\text{Si}_3\text{N}_4$  membránách a na dvojvrstvě s hliníkem. První část práce se zabývá literární rešerší prací zabývajících se metodou Bulge test a dalších metod mechanického testování tenkých vrstev. Experimentální část je zaměřena na konstrukci přístroje, metodiku vyhodnocení dat a výsledky měření. Studované vrstvy jsou vyrobeny z amorfního nitridu křemičitého, na který je v některých případech nanесena vrstva hliníku, titanu nebo Ta-B-C. Přístroj byl zkonstruován ve spolupráci s Ústavem přístrojové techniky AV ČR v. v. i. Spolehlivost a reproduktibilita zařízení byly ověřeny provedením více než 160 měření na komerčně dostupné membráně  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Dále byly provedeny zkoušky na dvouvrstvách. Změřené hodnoty Youngova modulu a reziduálního napětí byly srovnány s literaturou a s výsledky nanoindentační zkoušky. Podrobnější analýza dat pomocí metody konečných prvků je v současnosti vyvíjena ve spolupráci s kolegy z Ústavu fyziky materiálů. Bylo prokázáno, že metoda Bulge test a zkonstruovaný přístroj jsou vhodné pro měření některých mechanických vlastností tenkých vrstev.

## **Klíčová slova:**

Bulge test, tenké vrstvy, mechanické vlastnosti, Youngův modul

## **Abstract**

Main objective of this diploma thesis is to finish a construction of the Bulge test apparatus for measurement of thin films, perform first tests on commercially available  $\text{Si}_3\text{N}_4$  membranes and bilayer membrane with aluminium. First part of the thesis is focused mainly on literature review of current knowledge regarding this topic and other methods of thin films testing. Experimental part deals with construction of apparatus, methodology of data evaluation and results of the measurement. The thin films of interest are fabricated as amorphous silicon nitride or bilayer of mentioned nitride and either aluminium, titanium or Ta-B-C layer. The apparatus has been built in house in collaboration with Institute of Scientific Instruments of CAS. Both reliability and repeatability of this method has been tested on over 160 measurements of commercially available membrane. The results of measurements are compared with literature and nanoindentation test. More detailed data analysis is currently under development with colleagues at Institute of Physics of Materials. It has been proven beyond doubt that Bulge test method and constructed apparatus are suitable for the measurement of several mechanical properties of thin films.

## **Key words:**

Bulge test, thin films, mechanical properties, Young's modulus

## **Bibliografická citace**

HOLZER, J. *Měření mechanických vlastností tenkých vrstev metodou bulge test*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2018. 82 s. Vedoucí diplomové práce prof. Mgr. Tomáš Kruml, CSc.

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem předloženou diplomovou práci vypracoval samostatně dle pokynů vedoucího diplomové práce a použil pouze podklady uvedené v příloženém seznamu použité literatury.

V Brně dne

.....

Jakub Holzer

## **Poděkování**

Tímto bych rád poděkoval v první řadě vedoucímu práce, Prof. Mgr. Tomáši Krumlovi, CSc., za nejen odborné vedení diplomové práce, ale i za všechny další zkušenosti a cenné rady nabyté nejen při psaní této práce. Dále bych rád poděkoval celé skupině nízkocyklové únavy Ústavu fyziky materiálů Akademie věd České republiky za pomoc a ochotu při řešení jakýchkoli problémů a Ing. Tomáši Pikálkovi z Ústavu přístrojové techniky Akademie věd České republiky za čas strávený na tomto projektu.

## Obsah

1. Úvod.....	13
2. Cíle práce .....	14
3. Literární rešerše .....	15
3.1. Mechanické testy tenkých vrstev .....	15
3.1.1. Nanoindentace .....	15
3.1.2. Jednoosé zkoušení pevnosti v tahu samostatných tenkých vrstev .....	17
3.1.3. Nanokompresní testy objemových materiálů .....	18
3.1.4. Metody ohýbání paprsku .....	21
3.1.5. Film na substrátu zatížen termálním napětím .....	22
3.2. Bulge test .....	24
3.2.1. Historie, vývoj metody .....	24
3.2.2. Popis metody.....	25
3.2.3. Příprava vzorků.....	26
3.2.4. Analytické rovnice .....	27
4. Experimentální část.....	33
4.1. Experimentální zařízení .....	33
4.1.1. Tlakoměr .....	35
4.1.2. Střední díl soustavy a další vyráběné části .....	36
4.1.3. Objektiv .....	38
4.1.4. Uchycení vzorků .....	38
4.1.5. Další součásti sestavy .....	39
.....	39
4.2. Popis zkušebních vzorků .....	39
4.3. Postup měření .....	41
4.4. Vyhodnocení dat .....	46
4.4.1. Vyhodnocení samostatné vrstvy $\text{Si}_3\text{N}_4$ .....	47
4.4.2. Vyhodnocení dvouvrstvého vzorku .....	51
4.4.2.1. Hliníková vrstva.....	52
4.4.2.2. Titanová vrstva .....	57
5. Diskuse.....	61
5.1. Experimentální zařízení .....	61



5.2. Nejistota měření .....	62
5.2.1. Nejistota typu A .....	62
5.2.2. Nejistota typu B .....	62
5.3. Srovnání matematických modelů tvarů membrány s experimentem.....	65
5.4. Samostatné membrány $\text{Si}_3\text{N}_4$ .....	67
5.5. Dvojvrstva s hliníkem .....	68
5.6. Dvojvrstva s titanem .....	68
5.7. Dvojvrstva s Ta-B-C .....	69
5.8. MKP analýza.....	69
5.9. Budoucnost projektu .....	70
6. Závěr .....	71
Seznam použitých zdrojů.....	72
Seznam použitých zkratk .....	76
Seznam obrázků.....	77
Seznam tabulek .....	79
Seznam použitých symbolů .....	80
Seznam příloh .....	82

# 1. Úvod

Bulge test je metoda určování některých mechanických vlastností tenkých vrstev, které je možné připravit ve formě membrán. Jedná se především o Youngův modul, reziduální napětí a Poissonův poměr, ale i plastické vlastnosti, jako je mez kluzu při biaxiálním tahovém zatížení. Měření spočívá v aplikaci tlaku pracovního plynu nebo kapaliny na membránu a současného měření jejího tvaru. Podle použitého média se metoda dá rozdělit na pneumatický Bulge test, kterému je věnována tato práce a hydraulický Bulge testu. Hydraulický Bulge test se většinou používá na kovové membrány nebo tenké plechy, kde je potřeba vyšších tlaků. Výhodou této metody je mimo jednoduchého uchycení vzorku, také možnost použití kruhových vzorků, které se snadněji vyhodnocují jak analyticky, tak simulací konečnými prvky. Tato skutečnost je založena zejména na rotační symetrii vzorků. Nevýhodou je velikost použitého tlaku, který dosahuje řádově stovek megapascal. Takto vysoký tlak, v případě porušení vzorku, může poškodit měřící vybavení nebo být potenciálně nebezpečný pro obsluhu. [1]–[4]. Touto metodou se zabývají například vědci na Technické Univerzitě v Košicích [5]. Měření tenkých kovových folií se zabývají i na Západočeské Univerzitě v Plzni, avšak s použitím plynu jako tlakového média [4]. Pneumatický Bulge test se častěji používá pro menší a křehčí vzorky, typicky tenké vrstvy o tloušťce pod 1 mikrometr, připravené na vhodném substrátu (často na bázi křemíku), nebo vícevrstvé vzorky. Z těchto vrstev je někdy možné připravit samonosné membrány selektivním leptáním; příklad  $\text{Si}_3\text{N}_4$  nanosené na monokrystalickém waferu křemíku. Tento proces je podrobně popsán v kap. 3.2.3. Proces selektivního leptání je závislý na poloze a orientaci krystalografických rovin, tedy neumožňuje výrobu kruhových vzorků, ale pouze čtvercových, či obdélníkových. Nevýhodou je v tomto případě malý rozměr a křehkost vzorků, což značně ztěžuje manipulaci. Výhodou je naopak použití poměrně malých tlaků, v řádech desítek až stovek kiloPascal. Při porušení zkušebního tělesa tedy nehrozí ohrožení obsluhy ani poškození aparátu. Popis této metody bude více rozebrán v následujících kapitolách. Jelikož v posledních desetiletích došlo k výraznému rozvoji povrchového inženýrství a aplikaci tenkých vrstev a povlaků, zvedla se také poptávka po metodách, které jsou schopny přesně měřit mechanické či fyzikální vlastnosti těchto vrstev. Vývoj byl také ovlivněn faktem, že materiály v malých objemech vykazují rozdílné chování a jiné mechanické vlastnosti než materiály bulkové. Tomuto se říká „size effect“ [6]. Kvůli malým tloušťkám vrstev byly vyvinuty speciální testovací metody jako je nanoindentace, tlakové zkoušky mikro pilířků [7], jednoosé zkoušení pevnosti v tahu samostatných tenkých vrstev [8], [9], nebo ohyb paprsků (beam bending) [10], [11]. Z inženýrského hlediska se data získaná z těchto metod využívají pro určení spolehlivosti a životnosti nano elektro-mechanických (NEMS) a mikro elektro-mechanických systémů (MEMS) [12], [13]. Každá ze zmíněných metod má jisté závažné omezení; buď jde o obtížnou přípravu vzorku (miniaturní tahová zkouška) nebo obtížnou interpretaci měřených dat (nanoindentace), případně obojí. Nanoindentační metoda vykazuje dobré výsledky pro měření indentačního

modulu (parametr kombinující Youngův modul a Poissonův poměr) na vrstvách, které mají alespoň půl mikrometru tloušťky. Kvůli ovlivnění výsledků podkladovým materiálem může být hloubka vpichu pouze přibližně desetinu tloušťky vrstvy, což je u velmi tenkých membrán velice limitující [14]. Nanoindentace navíc neumožňuje zjištění reziduálního pnutí v membráně, respektive vrstvě, které může způsobovat dekohezi a zvrásnění vrstvy [15]. Její výhodou naopak je jednoduchost provedení testu, za předpokladu nízké drsnosti povrchu. Tlakové zkoušky mikro pilířků, ohyb paprsků i jednoosé zkoušení v tahu samostatných tenkých vrstev spojuje problémová a nákladná příprava vzorků, která často zahrnuje použití elektronových mikroskopů s využitím fokusovaného iontového svazku. Samonosné membrány vhodné pro Bulge test se dají komerčně koupit a test jedné membrány je proveden za maximálně několik desítek minut. Je možné provést depozici studovaného povlaku na zakoupenou membránu, provést měření dvouvrstvy a pomocí rovnic, které budou dále rozvedeny, zjistit vlastnosti deponované vrstvy.

## 2. Cíle práce

- Dokončit konstrukci zařízení pro provádění zkoušek Bulge test
- Uvést toto zařízení do provozu
- Odzkoušet funkčnost metody na komerčně dostupných membránách
- Provést první testy na dvouvrstvých vzorcích složených z nosné membrány  $\text{Si}_3\text{N}_4$  a hliníkové vrstvy připravené metodou PVD

### 3. Literární rešerše

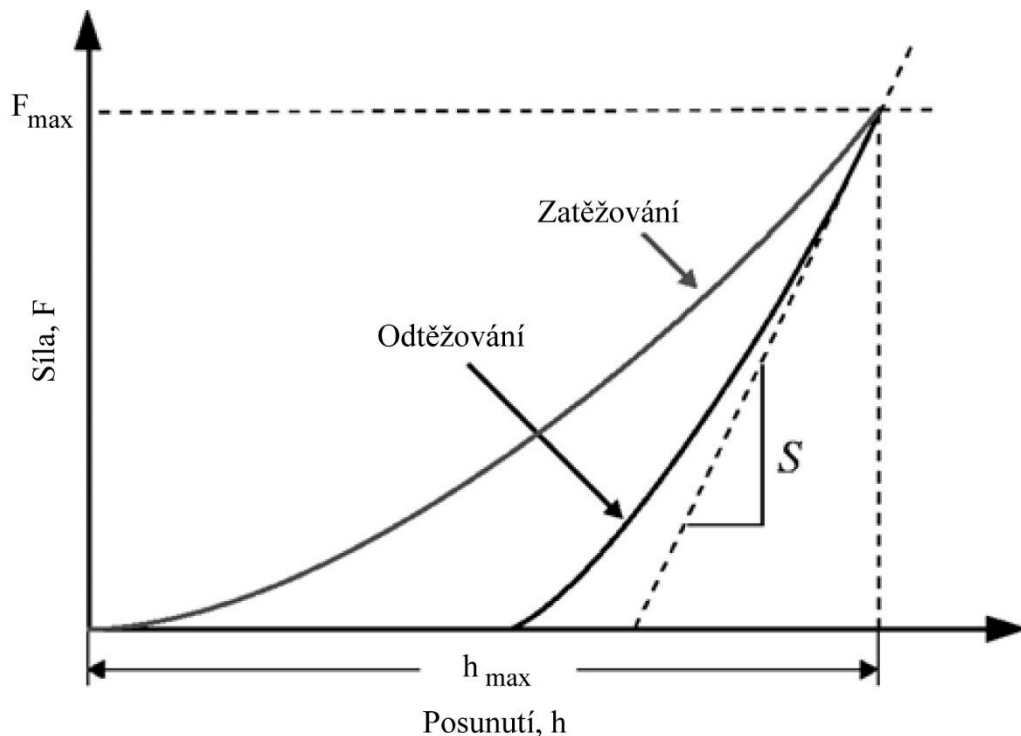
Tato část práce se zabývá stručným popisem hlavních metod pro mechanické testování tenkých filmů a membrán. Dále je podrobněji popsán princip metody Bulge test, jeho historie, příprava vzorků a další údaje. Na konci kapitoly bude popsána analýza dat pořízených touto metodou a jejich zpracování.

#### 3.1. Mechanické testy tenkých vrstev

Tato podkapitola popisuje nejpoužívanější metody měření mechanických vlastností tenkých filmů a vrstev. Jedná se především o: nanoindentaci, mikrotahovou zkoušku, mikrokompresní zkoušku pillírků, metodu ohýbání paprsků a střídavý ohřev vrstvy na substrátu.

##### 3.1.1. Nanoindentace

V dnešní době je nanoindentace široce využívanou technikou pro zjištění vlastností tenkých vrstev. Tato metoda skýtá poměrně jednoduchý a rychlý způsob k zjištění indentačního modulu testované vrstvy. Podobně jako při zkoušce tvrdosti se do materiálu vtlačuje hrot indentoru. Jako materiál indentoru je vždy použit diamant a nejčastěji se používá pyramidální tvar Vickersova typu, nebo trojboký jehlan Berkovitchova typu. Na rozdíl od klasické zkoušky tvrdosti je nejdůležitějším záznamem zátěžná zátěžová křivka popisující závislost síly na průniku indentoru, viz. Obr. 1.



Obr. 1 Ukázka nanoindentační křivky. Upraveno z [16].

Problémem u měření elastických vlastností u nanoindentace je fakt, že pod indentorem dochází k plastické deformaci a pole napětí a deformace, jsou obtížně určitelná. Jako první na fakt, že rádius vtisku po kulovém indentoru je menší, než je rádius indentoru, upozornil Tabor [17]. Je to způsobeno relaxací elastických napětí přítomných v průběhu vpichu. U testů tvrdosti je tento efekt na první pohled těžko pozorovatelný a pro výsledek měření nepodstatný. U nanoindentace, kde se hloubky vpichu pohybují v řádech desítek nanometrů, je již efekt relaxace elastických pnutí pozorovatelný a velice důležitý pro výpočet Youngova modulu. Tento jev je vidět i na odtěžovací křivce na Obr. 1.

Oliver a Pharr [18] ve svém výzkumu popsal vztah mezi vlastnostmi materiálu, Youngovým modulem pružnosti  $E$  a Poissonovým poměrem  $\nu$ , a tvarem odtěžovací křivky rovnicí 1:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}, \quad (1)$$

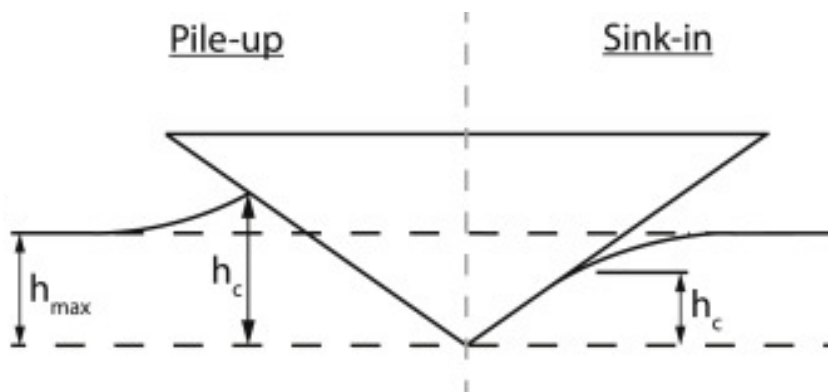
kde index  $i$  označuje, že jde o materiál indentoru. Existenci této rovnice podmiňuje fakt, že ani materiál indentoru, diamant, není dokonale tuhý. Efektivní modul  $E_r$  se určí ze směrnice odtěžovací křivky pomocí rovnice 2:

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta E_r \sqrt{A}. \quad (2)$$

V rovnici 2 je  $P$  zátěžná síla,  $h$  hloubka průniku,  $A$  plocha vtisku indentoru,  $\beta$  bezrozměrný parametr, který je funkcí tvaru indentoru. Pro Berkovichův typ se rovná 1,034. Plocha vtisku indentoru je ve své podstatě záležitostí geometrie indentoru a je závislá mimo jiné na hloubce vpichu. Pro Berkovichův indentor se dá spočítat z rovnice 3 [19]:

$$A(h) = 24,5 h^2 \quad (3)$$

Problémem zmíněných rovnic je například nedokonalá špička indentoru, nedokonalá ostrost hran, zanedbané tření a podobně. Dalším jevem komplikujícím vyhodnocení zkoušky je tak zvaný Pile-up nebo Sink-in, ke kterému dochází u hran vpichu, viz Obr. 2.

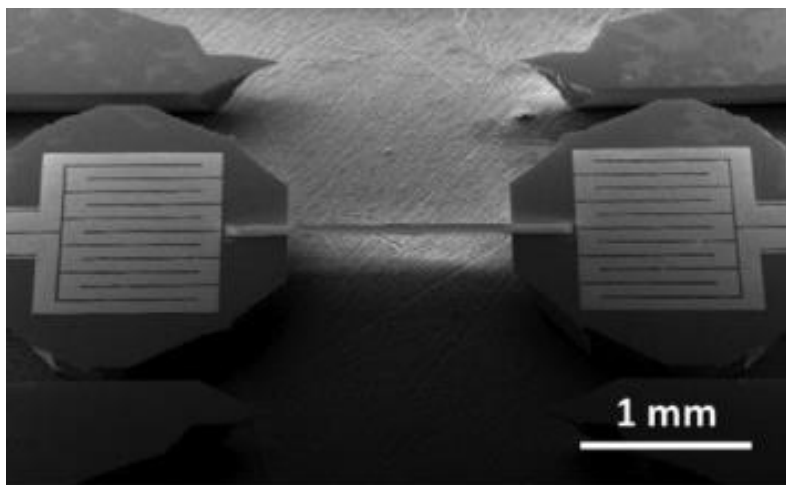


Obr. 2 Efekt pile-up a sink-in. Upraveno z [20].

Dalším omezením této metody je fakt, že měření tenké vrstvy může být ovlivněno substrátem. Proto se doporučuje při vyhodnocování brát v úvahu pouze data v okolí 1/10 tloušťky vpichu, což může být při velmi tenkých vrstvách obtížné. Výhodou je, že na nároky na přípravu vzorku jsou malé – malá drsnost povrchu, a celý proces je dnes již automatizován. [14]

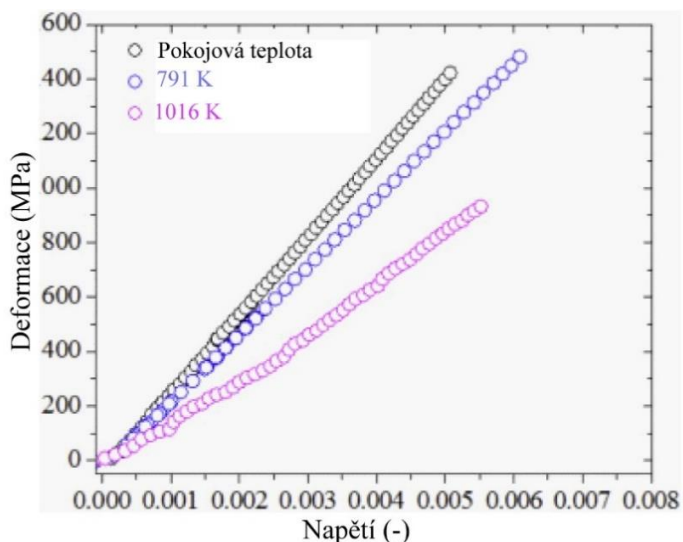
### 3.1.2. Jednoosé zkoušení pevnosti v tahu samostatných tenkých vrstev

Tato metoda se dá, co se týče principu, považovat za analogii klasické zkoušky v tahu. Velkým rozdílem je ale velikost zkušebních těles – od několika milimetrů po několik mikrometrů. Na Obr. 3 je znázorněn vzorek připravený pro test. Čtvercové útvary po obou stranách jsou odporové ohřevy, sloužící pro ohřev celého vzorku při testu [21].



Obr. 3 Vzorek  $ZrB_2$  v elektronovém mikroskopu. Převzato z [21].

Výhoda této metody leží především v jednoduchosti vyhodnocení výsledků. Dá se využívat stejných vztahů, jako u zkoušky v tahu. Vzorky mají obvykle tvar „psí kosti“. Vzhledem k malému průřezu zkušebního tělesa je zapotřebí zkušební zařízení a extenzometry s vysokou přesností při velmi malých silách a deformacích. Na Obr. 4 vidíme zátěžkou křivku pro materiál  $ZrB_2$  při třech teplotách zatěžování.



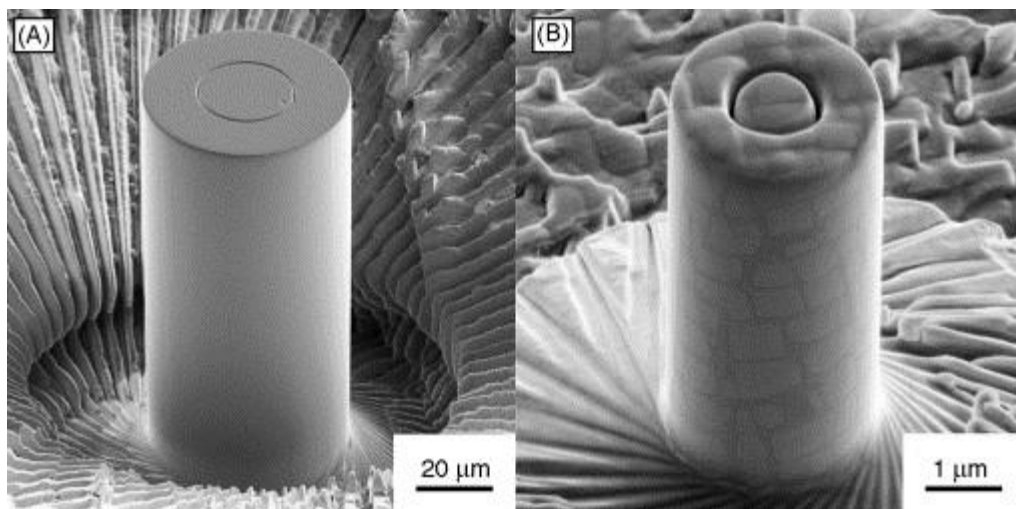
Obr. 4 Napěťově deformační křivka vzorku z Obr. 3. Převzato z [21].

Experimentálně byla zjištěna závislost pevnostních vlastností na tloušťce filmu. S ubývající tloušťkou filmu se zvyšovala jeho pevnost až do určité meze, která se zdá být funkcí materiálu. Tato skutečnost je připisována vysoké hustotě defektů, které jsou přítomny kvůli výrobě [22]. Obecně vlastnosti tenkých filmů závisí jak na procesu výroby, tak i na podkladu, na který jsou deponovány. S vývojem přesnějších přístrojů a nových metod se jedná o relativně rozvíjející se metody [23], [24], které zahrnují cyklické zatěžování a vysokoteplotní testy [21], [25], nebo insitu creepové testy [26], [27].

Vzorky se často připravují litografickou metodou, kde se studovaná vrstva nanese na substrát, který se poté odleptá [28]. Další možnou metodou je příprava pomocí fokusovaného iontového svazku (FIB). Velkým problémem této metody je obtížnost přípravy a manipulace se vzorky a především tendence k předčasným lomům vzorků. Špatné uchycení může vést ke vzniku ohybových napětí, která způsobí dřívější porušení a zkreslení výsledků. Miniaturní defekty na okrajích filmů velmi často způsobují přetržení vzorku ještě před dosažením meze kluzu.

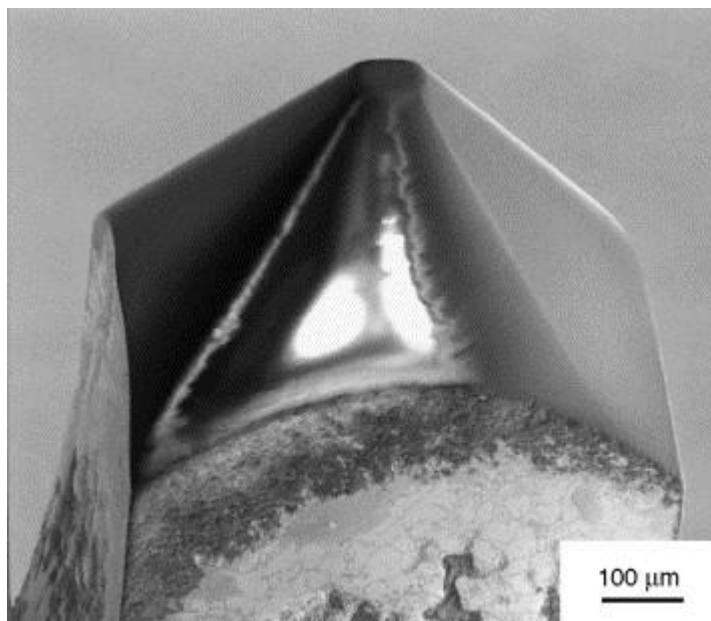
### 3.1.3. Nanokompresní testy objemových materiálů

Nanokompresní testy objemových materiálů je oproti již zmíněným technikám poměrně nová metoda. Jako jednou z prvních průkopníků je označována skupina prof. Dimiduka [29]. Zkouška spočívá v přípravě mikrovzorku ve tvaru válce. Velikost těchto vzorků se obvykle pohybuje v řádu jednotek až desítek mikrometrů. Kvůli malé velikosti je jedinou vhodnou technologií přípravy FIB. Na Obr. 5 a) a b) vidíme již hotový pilířek připravený pomocí FIBu z monokrystalu niklové superslitiny. Na Obr. 5 b) jsou zřetelně vidět i precipitáty fáze  $\gamma'$ .



Obr. 5 a) Pilířek s průměrem 43  $\mu\text{m}$  b) Pilířek s průměrem 2,3  $\mu\text{m}$ , Ni superslitina  
Převzato z [29].

Po zhotovení vzorků se pilířky testují tlakem v nanoindentačním přístroji. Pro tuto aplikaci je nutné upravit indentor tak, aby byl v oblasti špičky plochý. Velmi důležitá je souosost indentoru a pilířku včetně zajištění, aby se indentor nedotknul okolního materiálu. Na Obr. 6. je zobrazen upravený Vickersův indentor. Zarovnaná plocha má přibližně průměr 67  $\mu\text{m}$ .

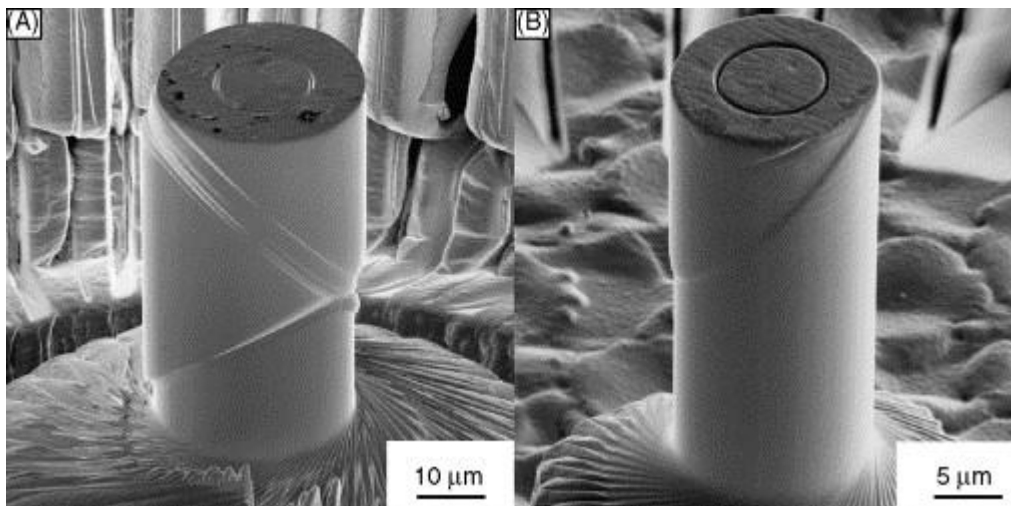


Obr. 6 Upravený indentor pro použití při kompresi pilířků. Převzato z [29].

Při zkoušce se zaznamenává síla a posunutí indentoru, stejně jako u nanoindentace. Ze znalosti výšky pilířku a jeho průměru je možné vykreslit graf napětí a deformace. Je nutno

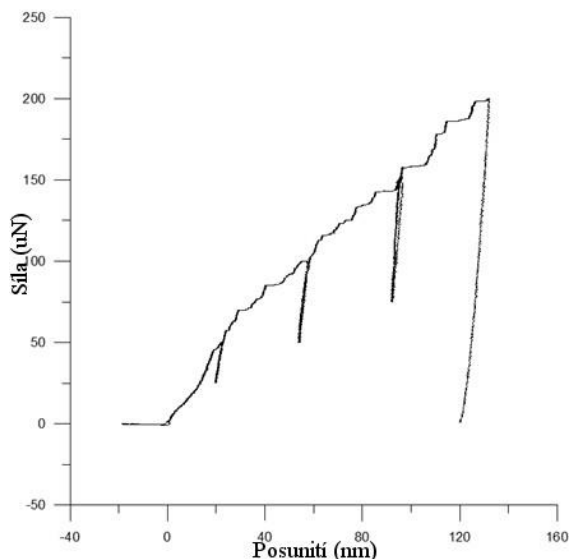


poznámenat, že pro přesnější vyhodnocení, je potřeba uvažovat vliv elastické deformace substrátu, která bude způsobena zatížením. Na Obr. 7. jsou ukázány vzorky ze stejného materiálu jako na Obr. 5 po deformaci v tlaku.

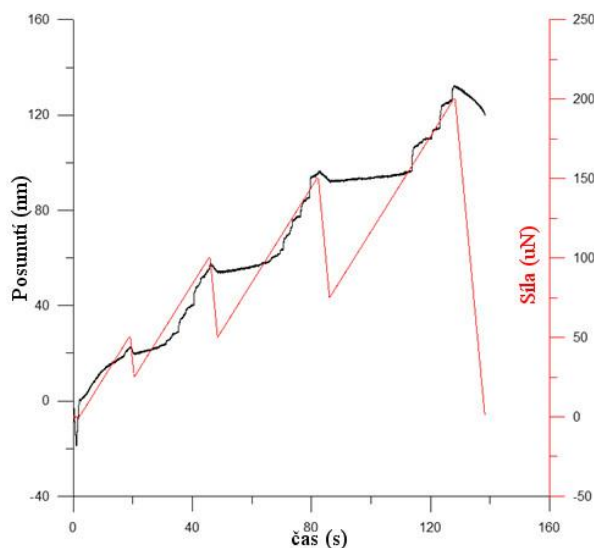


Obr. 7 a) Pilířek o průměru 20,6  $\mu\text{m}$  b) Pilířek o průměru 9,4  $\mu\text{m}$ . Převzato a upraveno z [29].

Horní rovina pilíře na Obr. 7 je rovnoběžná s rovinou (100). Po stlačení je vidět výrazný skluz, který se uskutečňuje pouze podél dvou krystalografických rovin tohoto krystalu. Čtenář může mít důvodné podezření, že dotyk indentoru a horní roviny inicioval činnost dislokačního zdroje v místě kontaktu a tedy hodnota napětí při skluzu nemusí odpovídat mezi kluzu materiálu, ale spíše napětí potřebného pro vyvolání činnosti zdroje dislokací v místě doteku indentoru. Tyto důvody jsou příčinou špatné interpretace výsledků a použitelnosti této metody pro stanovení mechanických vlastností polykrystalických materiálů [30]. Na Obr. 8 a) vidíme záznam nanokompresní zkoušky hliníkového pilířku o průměru cca 1  $\mu\text{m}$ . Je zřejmé, že v průběhu testu byla provedena tři odlehčení. Na Obr. 8 b) vidíme stejný záznam, pouze na horizontální ose je čas a zatížení a posunutí razníku je na vertikálních osách.



Obr. 8 a) Záznam síla – posunutí při tlakové zkoušce mikropilířku

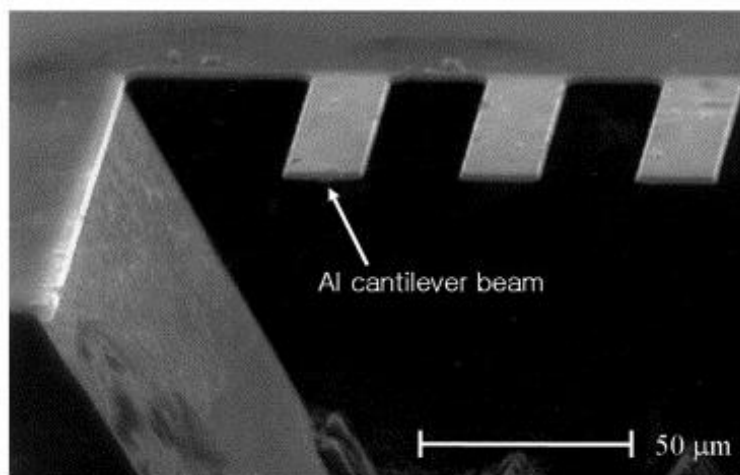


Obr. 8 b) Závislost posunutí a síly na čase při tlakové zkoušce mikropilířku.

Ze záznamu na Obr. 8 a) je pozorovatelný schodovitý průběh křivky, tedy elastická deformace vzorku přerušena rychlými skoky plastické deformace (plastic bursts). Při nárůstu síly se aktivuje dislokační zdroj, který vyprodukuje určitý počet dislokací v jisté rovině a celá část pilířku se skluzovým pohybem zdeformuje. Ze záznamu na Obr. 8 b) můžeme vidět, že se v tomto případě zkouška řídí silou. Je možné dělat i testy, které jsou řízené posunutím.

#### 3.1.4. Metody ohýbání paprsku

Zkouška spočívá v ohýbání velice tenkého paprsku vetknutého do substrátu. Velikosti paprsků jsou v řádech mikrometrů a často se k ohýbání používá nanoindentační přístroj. Na Obr. 9 vidíme připravené paprsky pro zkoušku.



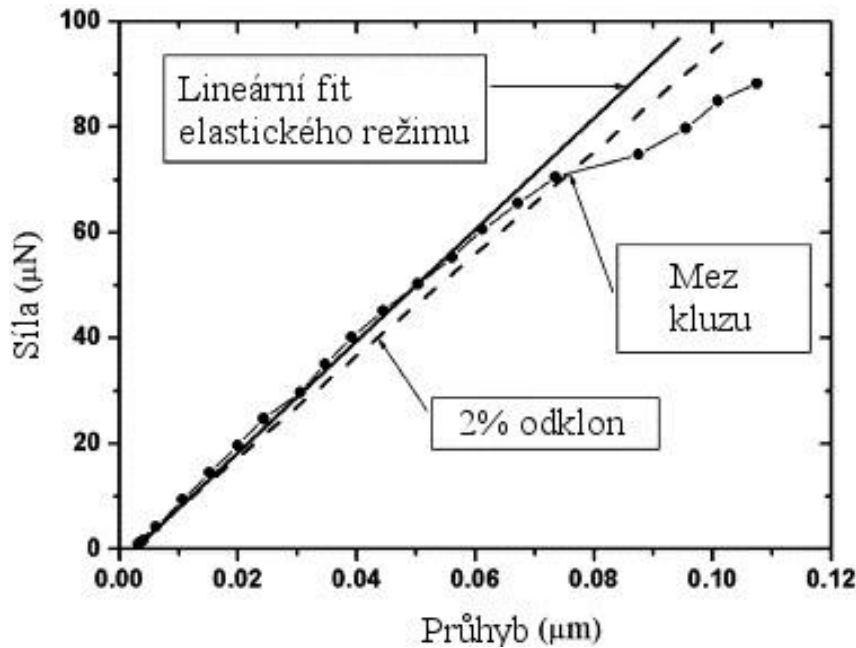
Obr. 9 Hliníkové paprsky před zkouškou. Převzato a upraveno z [31].

Při měření se paprsek ohýbá a zaznamenává se křivka závislosti síly  $F$  na prohnutí paprsku  $\delta$ . Pokud položíme předpoklad, že průhyb nosníku je malý a materiál, z něhož je

vyroben je homogenní a izotropní, můžeme napsat předpis závislosti síly na prohnutí následovně [31]:

$$\delta = \frac{FL^3(1 - \nu^2)}{3EI}, \quad (4)$$

kde  $E$  je modul pružnosti,  $\nu$  je Poissonovo poměr,  $I$  je kvadratický moment průřezu a  $L$  je délka paprsku. Z této závislosti již můžeme buď numericky, nebo ze sklonu křivky určit poměr Poissonova poměru a Youngova modulu. Je možné určit taktéž mez kluzu v bodě, kde zátěžná křivka přestane být lineární, jak vidíme na Obr. 10.



Obr. 10. Závislost síly na průhybu pro hliníkový paprsek. Převzato a upraveno z [31].

Literatura ukazuje, že mez kluzu měřená touto technikou je často vyšší, než u bulkových materiálů [32]. Stejně jako v předchozím testu, zde hraje významnou roli efekt velikosti vzorku. Ukazuje se, že největší pnutí v nosníku jsou blízko vetknutí v oblasti tlakových pnutí [33], proto je důležité přesně určit geometrii povrchu v tomto těžko přístupném místě, protože může mít výrazný vliv na výsledky testu. Je evidentní, že příprava dobře geometricky definovaných vzorků je v tomto případě velmi náročná.

### 3.1.5. Film na substrátu zatížen termálním napětím

Princip této metody spočívá v nadeponování tenké vrstvy filmu na tlustší substrát při zvýšené teplotě, provádění cyklického chladnutí a ohřevu a měření průhybu vzorku. V okamžiku deponování nejsou ve filmu ani substrátu přítomna žádná napětí. V průběhu chladnutí se projeví rozdíl v koeficientech teplotní roztažnosti vznikem elastické deformace ve vrstvě i substrátu. Zmíněná deformace se za předpokladu homogenity a izotropie filmu dá určit z následujícího vztahu [34]:

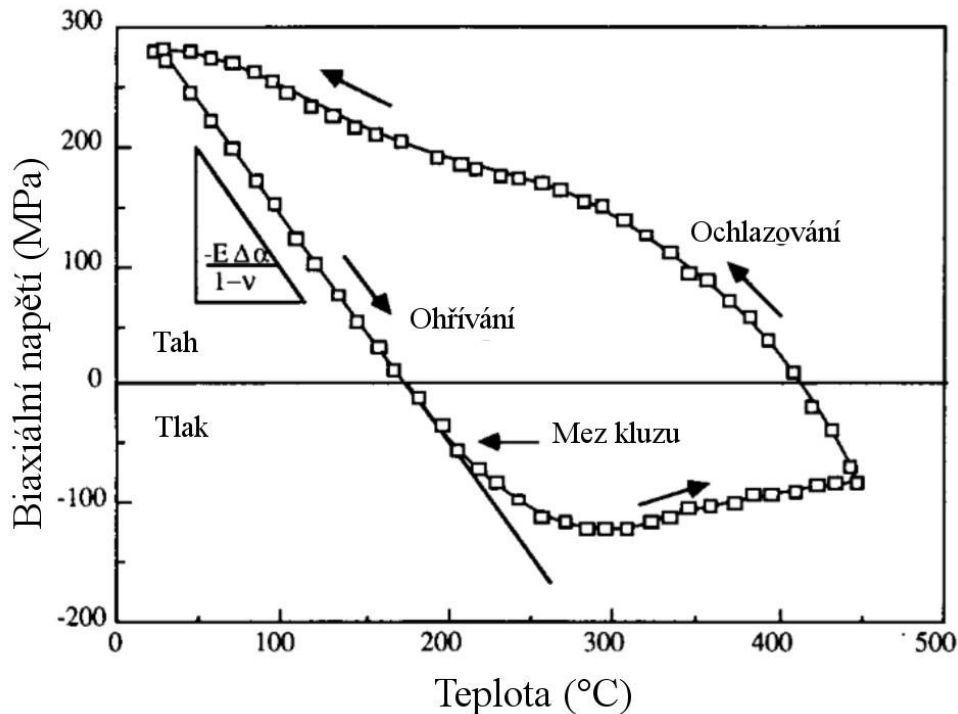
$$\varepsilon = -(\alpha_f - \alpha_s)(T - T_0) = -\Delta\alpha \Delta T, \quad (5)$$

kde  $\alpha_f$  a  $\alpha_s$  jsou koeficienty teplotní roztažnosti filmu a substrátu.  $T_0$  je teplota depozice a  $T$  je pokojová teplota. V případech, kdy  $\alpha_f > \alpha_s$  a  $T < T_0$  je deformace kladná, tj. ve vrstvě se vytvoří tahové deformace a napětí. Často se používá rovnice, kterou odvodil Stoney [35] ve tvaru:

$$\sigma_f = \frac{E_s h_s^2 \kappa}{6 h_f (1 - \nu_s)}, \quad (6)$$

kde spodní indexy  $s$  a  $f$  odkazují popořadě na substrát a film. Parametr  $h$  označuje uniformní tloušťku vrstvy a  $\kappa$  je křivost, která je v relaci s poloměrem pomocí vzorce  $\kappa=1/R$ . Je nutno zmínit, že rovnice 6 platí za podmínky lineární elastické deformace a  $h_f \ll h_s$ . Ze zmíněné rovnice je také zřejmé, že napětí ve filmu je určeno deformací substrátu, tedy vlastnostmi substrátu. Často podkladový substrát není úplně rovinný a musí se tedy křivost v rovnici 6 nahradit změnou křivosti, která se měří před deponací, či po odstranění filmu [34].

Na Obr. 11 vidíme napětově teplotní cyklus hliníkového filmu o tloušťce 590 nm na křemíkovém substrátu.



Obr. 11 Závislost biaxiální napětí na teplotě pro 590 nm tlustou vrstvu hliníku na křemíkovém substrátu. Převzato a upraveno z [34].

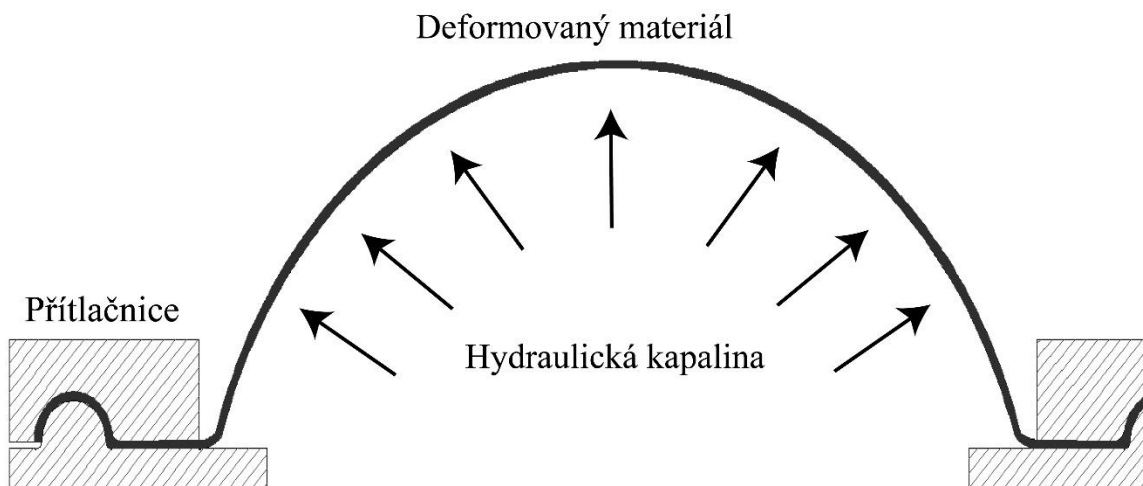
Existují i další množství, jak nepřímo měřit napětí v tenkých filmech. Jednou z použitelných metod, je analýza napětí pomocí rentgenové difrakce [36], nebo použití synchrotronového záření [37].

### 3.2. Bulge test

V této části práce budou popsány základní principy a rovnice potřebné pro úspěšné pořízení a vyhodnocení záznamu z testu. Budou také popsány postupy přípravy vzorků, které se u metody Bulge testu nejčastěji používají.

#### 3.2.1. Historie, vývoj metody

Bulge test byl jeden z prvních testů, který byl použit pro charakterizaci vlastností tenkých membrán. Jako první publikoval v roce 1959 J.W. Beams knihu, která pojednává o vlastnostech tenkých zlatých a stříbrných filmů [38]. Beams použil kruhové uspořádání, kde je membrána přidržovaná kruhovou přitlačnicí, podobně, jak ukazuje Obr. 12. V té době však ještě nebyly rozvinuty metody přípravy tenkých filmů tak, jako je to dnes, a proto se první sestava potýkala s problémy.



Obr. 12 Schéma hydraulického Bulge testu s přitlačnicí. Převzato a upraveno z [39].

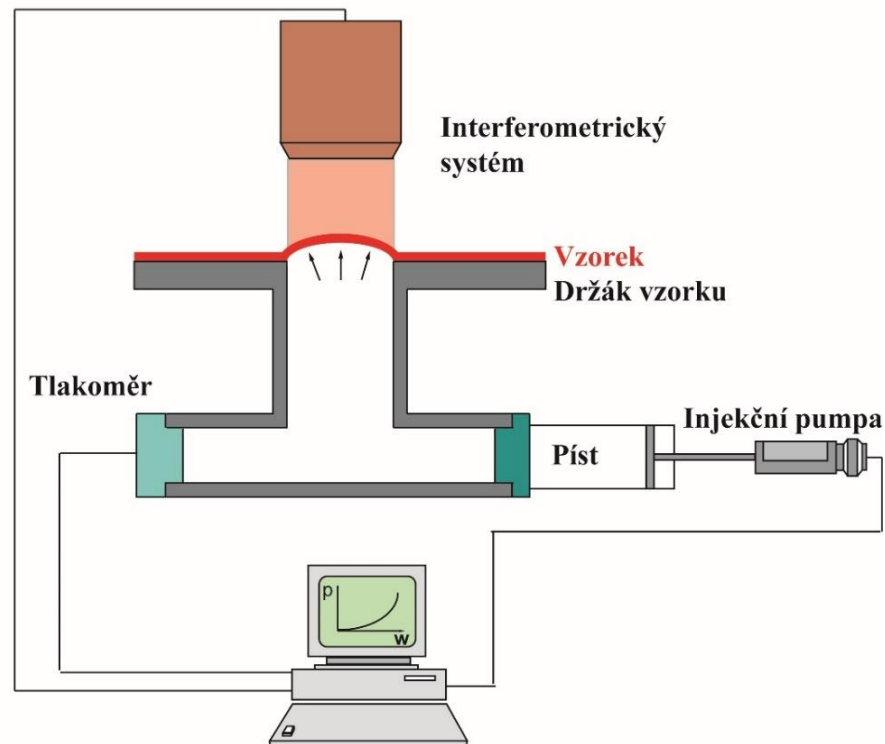
V následujících letech se rozvoj metody zrychlil a v roce 1987 Allen a kol. poprvé charakterizoval polyimidový film na membráně z oxidu křemičitého s čtvercovou přitlačnicí [40]. Krátce poté, Tabata a kol., charakterizovali obdélníkovou membránu z nitridu křemičitého [41]. V průběhu následujících let a s přibývajícím vlivem modelování konečnými prvky (MKP) vyšlo mnoho článků, které se zabývají MKP simulacemi nafukování membrán a snaží se zlepšit přesnost měření [42], [43]. Objevil se i rozšířený analytický model [44], který bude popsán v následujících kapitolách.

### 3.2.2. Popis metody

Princip metody spočívá v aplikaci tlaku na jednu stranu membrány, který způsobí vyboulení membrány. Měřenou veličinou je většinou výška středového bodu membrány, která je spolu se záznamem tlaku ukládána pro další vyhodnocení. V literatuře může najít několik metod, kterými se deformace membrány dá měřit. Originální metodu použil Huang a kol. [45]. Zakřivení membrány se vyhodnocuje ze změny kapacitance, která je způsobena vyboulením hliníkového filmu a zaznamenána pomocí druhé desky kondenzátoru pomocí rovnice 7:

$$C = 4\varepsilon_0 b_c \frac{\sqrt{4R^2 - D^2} \cdot \arctan\left(\frac{D}{\sqrt{4B\sqrt{4R^2 - D^2} - D^2}}\right)}{\sqrt{4B\sqrt{4R^2 - D^2} - D^2}}, \quad (7)$$

kde  $C$  je kapacita kondenzátoru,  $b_c$  je délka desky kondenzátoru,  $D$  je šířka zkoumané membrány,  $B$  je vzdálenost filmu a desky kondenzátoru před začátkem měření.  $R$  je v poloměr vybouleného filmu. Většinou se však používají metody založené na optické interferometrii. Někdy se měří pouze poloha středového bodu, lepší systémy jsou ovšem schopny měřit celý povrch. Princip systému, kde je k měření tvaru membrány použita optická interferometrie, je znázorněn na Obr. 13. Lineární motor stlačuje pneumatický válec. Zvýšení tlaku způsobí prohnutí membrány, která je uchycena v držáku. Výstup z interferometrického měření a tlakoměru je v reálném čase zaznamenáván.

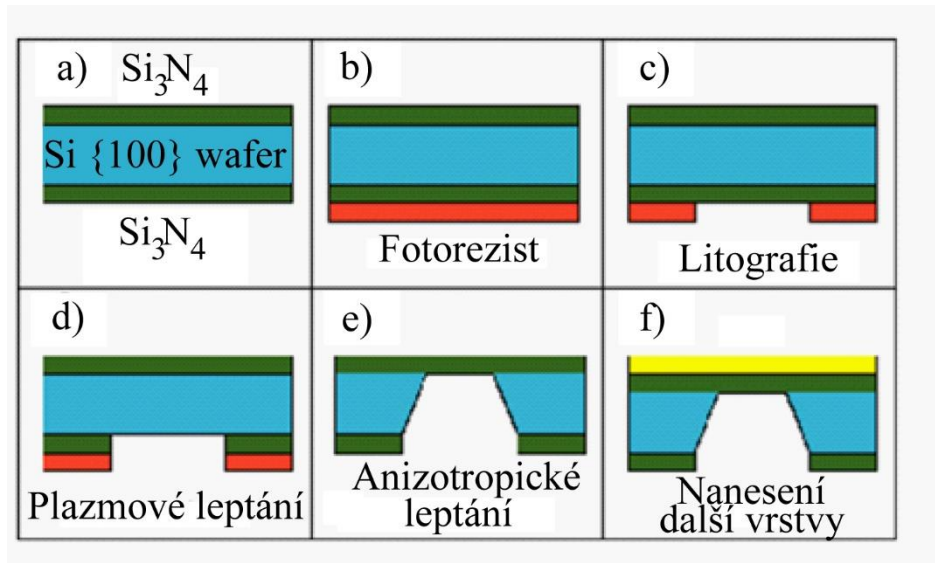


Obr. 13 Schéma přístroje pro Bulge test.

Tento systém může být modifikován například použitím vody místo vzduchu [46].

### 3.2.3. Příprava vzorků

Podmínkou pro přesné měření materiálových vlastností, je příprava samonosné membrány ze studované vrstvy o pokud možno přesném geometrickém tvaru. S některými tenkými kovovými vrstvami (např. válcovaná fólie z Au) lze opatrně manipulovat a uchytit je do držáku. Elegantnější metoda využívá litografických technik a anizotropického leptání. Postup přípravy samonosné membrány je znázorněn na Obr. 14. Na wafer křemíku s orientací {100} je z obou stran nanese vrstva nitridu křemičitého (a) pomocí nízkotlaké chemické depozice par (Low pressure chemical vapour deposition – LPCVD). Poté se na jednu stranu nanese vrstva fotorezistu (b), do které se za pomoci litografie vytvoří čtvercové, či obdélníkové okénko se stranami rovnoběžnými s krystalografickými směry <110> (c). Ze vzniklého okénka je plazmovým leptáním odstraněna vrstva nitridu křemičitého (d) a následovně se anizotropicky leptá (e). K tomuto leptání se používá roztok hydroxidu draselného ve vodě, u něhož je známo, že napadá nejhustěji obsazené roviny křemíku {111} s rychlostí o přibližně dva řády nižší, než roviny {100} [47]. Možné je také použít roztok hydroxidu draselného v metanolu. Anizotropické leptání většinou probíhá za zvýšených teplot – okolo 70°C [48]. Následně je možné na vytvořenou membránu nanést další vrstvu (f).



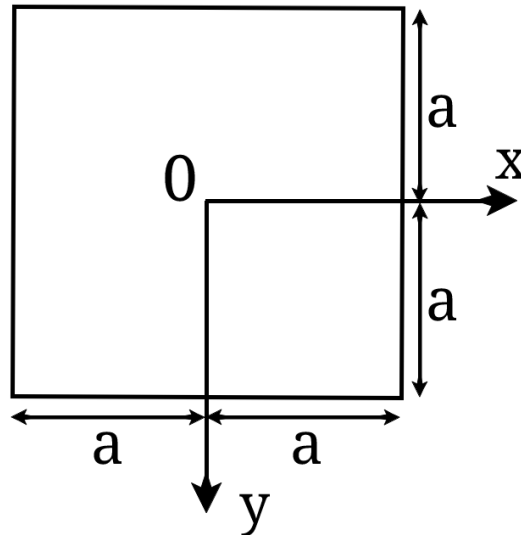
Obr. 14. Příprava vzorků. Převzato a upraveno z [14].

Jelikož se leptání řídí krystalografií křemíkového substrátu, je možné vytvořit pouze čtvercová či obdélníková okénka. Okénka vytvořené touto metodou mají velmi přesné rozměry. Protože depozice  $\text{Si}_3\text{N}_4$  probíhá za zvýšené teploty, po ochlazení na pokojovou teplotu, vrstva vždy obsahuje vnitřní (reziduální) pnutí způsobené rozdílnou teplotní roztažností Si a  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Na takto vytvořené vzorky je možné nanést další vrstvu materiálu, jehož vlastnosti nás zajímají a provést Bulge test na dvouvrstvě.

### 3.2.4. Analytické rovnice

V této kapitole budou popsány analytické rovnice, především pro čtvercové membrány, ze kterých se vychází při výpočtu elastických konstant. Budou také popsány rovnice spojující napětí a deformaci v membráně a další rovnice, které budou následně použity pro vyhodnocení experimentálních dat.

V prvé řadě je nutné určit souřadný systém. Počátek souřadného systému je umístěn do středu membrány tak, že v horizontálním směru je osa  $x$ , ve vertikálním osa  $y$  a kolmo na obě osy je osa  $z$ . Toto uspořádání je znázorněno na Obr. 15. Další důležitou věcí je určení okrajových podmínek. Při popisu membrány nafukované tlakem předpokládáme, že posunutí středového bodu v ose  $z$  je rovno maximální výšce membrány  $w_0$  a zároveň posunutí ve stejném směru v okrajích membrány je nulové. Stejně tak předpokládáme, že posunutí v osách  $x$  a  $y$  je nulové ve středu v okrajích. Polovina délky membrány se označuje jako vzdálenost  $a$ .



Obr. 15 Uspořádání souřadného systému.

Uvažujme, že posunutí ve směru osy  $x$  nazveme  $u$ , ve směru osy  $y$  nazveme  $v$  a konečně posunutí ve směru osy  $z$  nazveme  $w$ . Dle jednoho z nejstarších modelů [49] můžeme posunutí psát jako:

$$w = w_0 \cdot \cos\left(\frac{\pi x}{2a}\right) \cos\left(\frac{\pi y}{2a}\right), \quad (8.1)$$

$$u = b \cdot \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) \cos\left(\frac{\pi y}{2a}\right), \quad (8.2)$$

$$v = b \cdot \sin\left(\frac{\pi y}{a}\right) \cos\left(\frac{\pi x}{2a}\right), \quad (8.3)$$



kde  $w_0$  je výška středu membrány a  $b$  je konstanta [50]. Rovnice popisující přetvoření můžeme psát jako:

$$\varepsilon_x = \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial w}{\partial x} \right)^2, \quad (9.1)$$

$$\varepsilon_y = \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)^2, \quad (9.2)$$

$$\gamma_{xy} = \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} + \frac{\partial w}{\partial x} \frac{\partial w}{\partial y}. \quad (9.3)$$

Pokud uvažujeme lineární a elastické řešení, můžeme použít metodu minimalizace energetického potenciálu a dojdeme k řešení:

$$p = C_1 \frac{\sigma_0 t}{a^2} w_0 + C_2 f(v) \frac{Et}{a^4(1-v)} w_0^3, \quad (10.1)$$

kde  $t$  je tloušťka membrány,  $p$  je tlak,  $w_0$  je posunutí středu membrány,  $\sigma_0$  je reziduální pnutí,  $C_1$  je konstanta závislá na geometrii a  $C_2$  je konstanta závislá na geometrii a Poissonově poměru. Konstanty se řídí dle rovnic:

$$C_1 = \frac{\pi^4}{32}, \quad (10.2)$$

$$C_2 f(v) = \frac{\pi^6}{32(1-v)} \left( \frac{5}{64} - \frac{(5-3v)^2}{[64(1+v) + 9v^2(9-v)]} \right). \quad (10.3)$$

Celé řešení je podrobněji rozebráno v [50].

Novější model podle [48] se liší v popisu tvarové funkce membrány, princip jeho řešení je však podobný. Navržená tvarová funkce se řídí podle rovnic:

$$w = \frac{w_0}{a^4} (a^2 - x^2)(a^2 - y^2) \left[ 1 + \frac{R_w}{a^2} (x^2 + y^2) \right], \quad (11.1)$$

$$u = A_w \frac{x}{a^5} (a^2 - x^2)(a^2 - y^2), \quad (11.2)$$

$$v = A_w \frac{y}{a^5} (a^2 - x^2)(a^2 - y^2), \quad (11.3)$$

kde  $A_w$ ,  $R_w$  a  $w_0$  jsou neznámé parametry. Přetvoření v membráně je dáno rovnicemi 9.1-9.3. Potenciální energie membrány je vyjádřena následující rovnicí:

$$V = \frac{Et}{2(1-\nu^2)} \iint \left( \epsilon_x^2 + \epsilon_y^2 + 2\nu\epsilon_x\epsilon_y + \frac{1}{2}(1-\nu^2)\gamma_{xy} \right) dx dy - \iint p w dx dy. \quad (12)$$

Minimalizací energie, vzhledem k neznámým parametrům, dojdeme k třem nelineárním rovnicím. Závislost posunutí středu membrány na tlaku je pak:

$$w_0 = f(\nu) \left( \frac{pa^4(1-\nu)}{Et} \right)^{1/3} \quad (13.1)$$

kde  $f(\nu)$  je funkcí Poissonova poměru a dá se aproximovat pomocí:

$$f(\nu) \approx 0,8 + 0,062\nu. \quad (13.2)$$

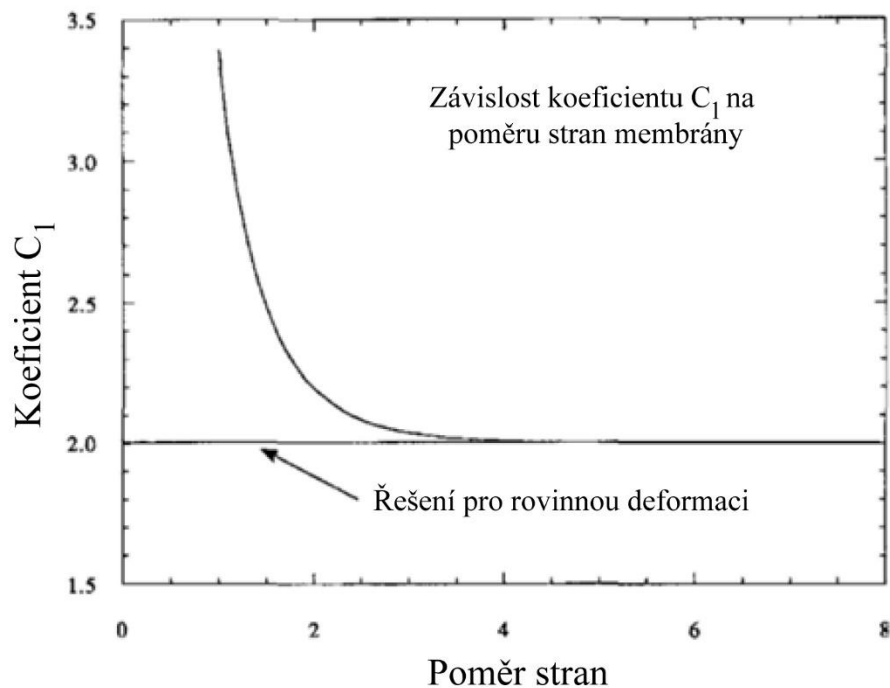
Je zřejmé, že rovnice 13.1 nebere v úvahu reziduální pnutí. Minimalizací energie se k řešení s reziduálním pnutím nedá dostat analyticky dostat, musí se řešit numericky [48]. Pokud budeme předpokládat rozdělení tlaku do dvou komponent, jedné odpovídající natahování membrány a druhé vyvolané reziduálním pnutím, můžeme závislost posunutí středového bodu membrány a tlaku popsat jako:

$$p_1 = \frac{\sigma_0 t \pi^3}{16a^2} w_0 \left[ \sum_{n=1,3,5}^{\infty} \frac{(-1)(n-1)}{2n^3} \left( 1 - \frac{1}{\cosh\left(\frac{n\pi b}{2a}\right)} \right) \right]^{-1} = C_1 \frac{\sigma_0 t}{a^2} w_0. \quad (13.3)$$

Pokud tlak v rovnici 13.1 označíme jako  $p_2$ , můžeme psát:

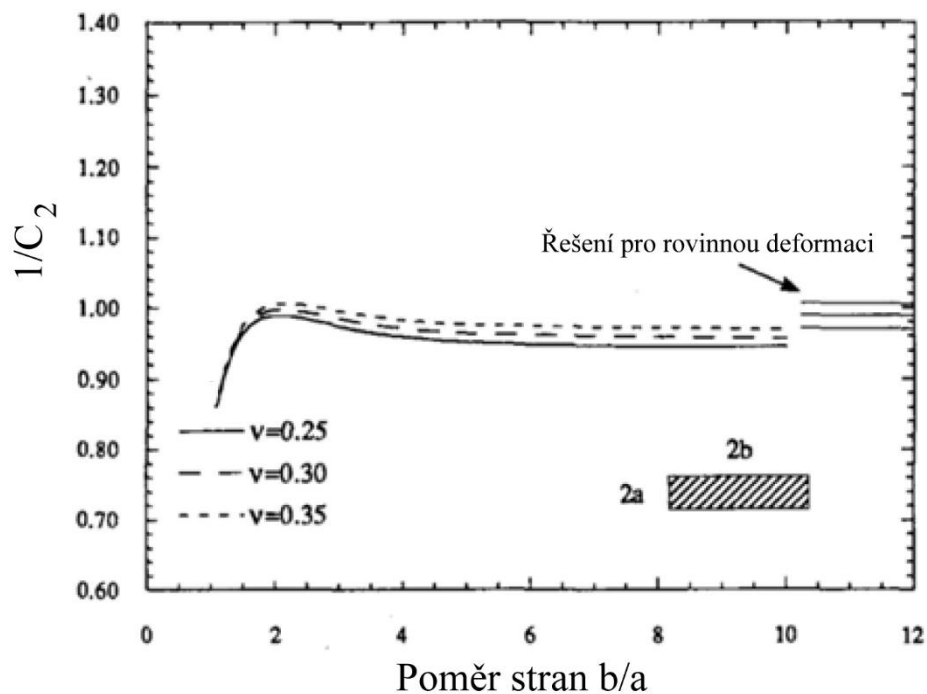
$$p = p_1 + p_2 = C_1 \frac{\sigma_0 t}{a^2} w_0 + C_2 \frac{Et}{a^4(1-\nu)} w_0^3 \quad (13.4)$$

Vidíme, že rovnice 13.4 a 10.1 jsou identické s výjimkou koeficientů. Je důležité si povšimnout, že druhý člen rovnice má ve jmenovateli  $a^4$ . Pokud chceme stanovit modul pružnosti s vysokou přesností, je důležité rozměry vzorku znát velmi přesně. Vlassak a Nix [48] spočítali, že koeficient  $C_1$  je závislý na geometrii membrány. Tato závislost je zobrazena na Obr. 16.



Obr. 16 Závislost koeficientu  $C_1$  na poměru stran membrány. Převzato a upraveno z [48].

Koeficient  $C_2$  je závislý na Poissonově poměru  $\nu$  i na poměru stran membrány. To z něj činí poměrně těžko určitelný koeficient pro různé modifikace tvaru membrány a Poissonova poměru. Podle [48] má tento koeficient závislost zobrazenou na Obr. 17.



Obr. 17. Závislost převrácené hodnoty koeficientu  $C_2$  na Poissonově poměru a poměru stran membrány. Upraveno z [48].

Tvarová funkce, která nejpřesněji popisuje tvar membrány, je vyjádřena následujícími rovnicemi [44]:

$$w = \left( w_0 + w_1 \frac{(x^2 + y^2)}{a^2} + w_2 \frac{x^2 y^2}{a^4} \right) \cos\left(\frac{\pi x}{2a}\right) \cos\left(\frac{\pi y}{2a}\right), \quad (14.1)$$

$$u = \left( u_0 + u_1 \frac{(x^2 + y^2)}{a^2} + u_2 \frac{x^2 y^2}{a^4} \right) \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) \cos\left(\frac{\pi y}{2a}\right), \quad (14.2)$$

$$v = \left( u_0 + u_1 \frac{(x^2 + y^2)}{a^2} + u_2 \frac{x^2 y^2}{a^4} \right) \sin\left(\frac{\pi y}{a}\right) \cos\left(\frac{\pi x}{2a}\right). \quad (14.3)$$

Znovu lze použít rovnice 9.1-9.3 pro přetvoření a aplikovat rovnici pro celkovou potenciální energii. Jedná se o rovnici 12 rozšířenou o energii napjatosti způsobenou vnitřním napětím. Potom rovnice bude vypadat následovně:

$$V = \frac{Et}{2(1-\nu^2)} \iint \left( \epsilon_x^2 + \epsilon_y^2 + 2\nu\epsilon_x\epsilon_y + \frac{1}{2}(1-\nu^2)\gamma_{xy} \right) dx dy + \sigma t \iint (\epsilon_x + \epsilon_y) dx dy - \iint p w dx dy \quad (15)$$

Tento přístup popisuje skutečné chování membrány lépe, než první zmíněný [44]. Volné parametry  $u_i$  a  $w_i$  jsou nalezeny pomocí minimalizace energie. Z principu virtuálních posunutí vychází následující systém šesti rovnic:

$$\frac{\partial V}{\partial u_i} = 0 \quad (16.1)$$

a

$$\frac{\partial V}{\partial w_i} = 0. \quad (16.2)$$

Řešení těchto rovnic je podrobněji popsáno v [44]. Vyřešením těchto rovnic získáme stejné řešení jako 10.1 a 13.4, jen koeficienty  $C_i$  se mírně odlišují. V experimentální části práce budou tvarové funkce více popsány. V tabulce 1 vidíme několik vybraných kombinací konstant od různých autorů.

Tabulka 1 Výčet koeficientů podle různých autorů

$C_1$	$C_2$	Autor
3.41	1.981-0.585v	Pan [42]
3.45	1.994(1-2.271v)	Maier-Schneider [44]
3.04	1.83	Tabata [41]
3.393	(0.8+0.062v) ^ (-3)	Vlassak/Nix [48]
3.04	1.473 (1-0.272v)	Allen [40]

Z hodnot v tabulce 1 vidíme, že i přestože se autoři rozcházejí v hodnotě, ze všech je jasné, že konstanta  $C_2$  je závislá na Poissonově poměru  $\nu$ .

Zmíněné rovnice slouží k popisu čtvercových membrán. Následující odstavec stručně shrne rovnice sloužící k popisu kruhových a obdélníkových membrán. Rovnice 17 popisuje prohnutí kruhové membrány [51]:

$$p = 4 \frac{\sigma_0 t}{a^2} w_0 + \frac{8}{3} \frac{Et}{a^4(1-\nu)} w_0^3. \quad (17)$$

Díky vhodné geometrii membrány můžeme vyjádřit napětí a deformaci ve středu membrány pomocí rovnice[51]:

$$\sigma_r = \frac{pa^2}{4w_0 t} \quad (18.1)$$

a

$$\varepsilon_r = \frac{2w_0^2}{3a^2} + \varepsilon_0, \quad (18.2)$$

kde  $a$  je poloměr membrány a  $\varepsilon_0$  je deformace v membráně vnesená před testem. Následující rovnice popisuje závislost tlaku na posunutí středového bodu obdélníkové membrány, jejíž poměr stran je větší, než 4.

$$p = 2 \frac{\sigma_0 t}{a^2} w_0 + \frac{4}{3(1+\nu)} \frac{Et}{a^4(1-\nu)} w_0^3 \quad (19)$$

I v tomto případě se dá stanovit analytická rovnice pro napětí a deformaci v membráně. Tyto rovnice se řídí předpisem:

$$\sigma_{xx} = \frac{pa^2}{2w_0 t} \quad (20.1)$$

a

$$\varepsilon_{xx} = \frac{2w_0^2}{3a^2} + \varepsilon_0. \quad (20.2)$$

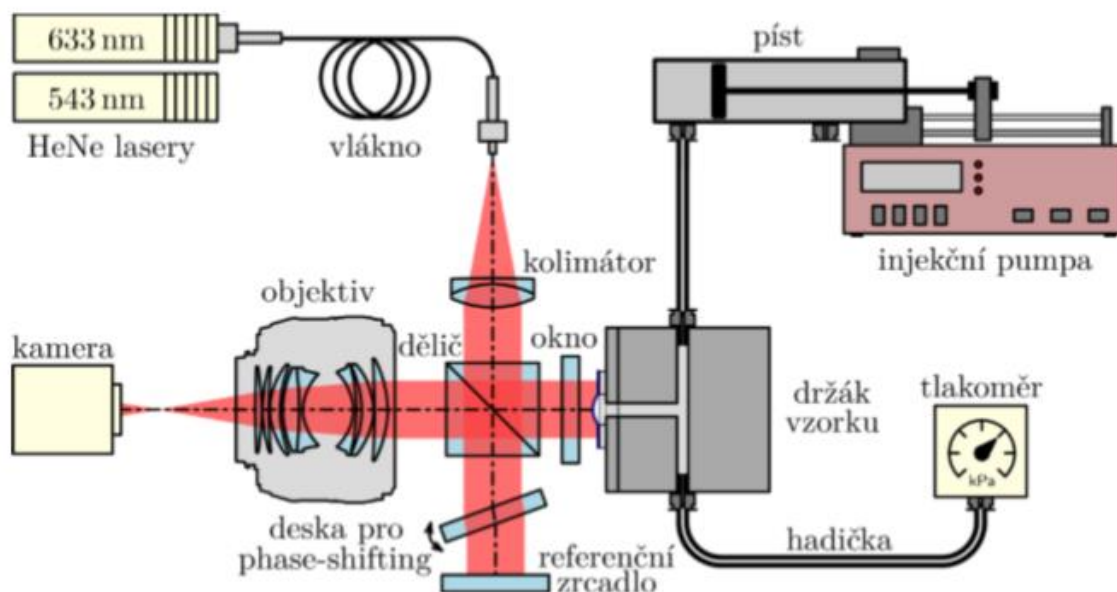
V tomto případě parametr  $a$  označuje polovinu délky kratší strany membrány. Pro membrány s čtvercovou geometrií bohužel neexistují analytické rovnice popisující deformaci a napětí. To je způsobeno nehomogenním rozložením napětí v membráně [51]. Napětí a deformace v membráně obdélníkového půdorysu s poměrem stran alespoň 4:1 se dá analyticky určit díky stavu napjatosti, který je popsán rovinnou deformací. Napětí v takovéto membráně se dá srovnat s napětím tenkostěnné válcové nádoby zatížené vnitřním tlakem.

## 4. Experimentální část

Hlavním cílem práce bylo dokončení experimentálního zařízení pro Bulge test. Stavbou tohoto přístroje se bude zabývat první kapitola této části. Dalším cílem bylo provedení prvních testů na komerčně dostupných membránách a na membránách s nadeponovanou vrstvou hliníku. Výsledky těchto měření budou prezentovány a vyhodnoceny v dalších kapitolách. V úvodu této části bych rád zmínil, že část vývoje přístroje, zejména optický systém a propojení jednotlivých komponent byla udělána ve spolupráci s Ing. Tomášem Pikálkem z Ústavu přístrojové techniky AV ČR, v. v. i.

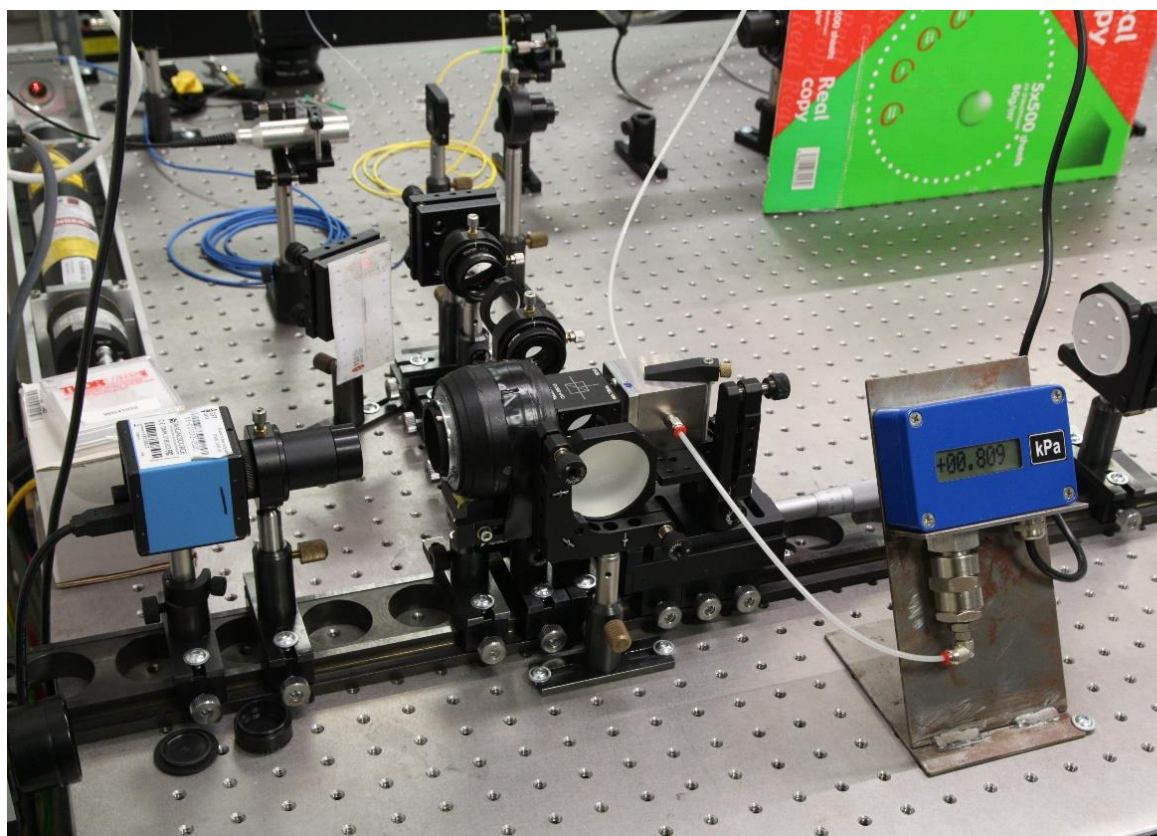
### 4.1. Experimentální zařízení

Experimentální zařízení bylo sestaveno a později upraveno v rámci diplomové práce. Následující kapitoly podrobněji popisují jednotlivé součásti a jejich změny v průběhu testování přístroje. Na Obr. 18 je znázorněno schéma celého přístroje. Interferometrický systém je Twymanova-Greenova typu. Světlo ze stabilizovaného helium-neonového laseru o vlnové délce 633 (červený) nebo 543 (zelený) nm je přes optické vlákno přivedeno do vlastní soustavy interferometru. Světlo je přes kolimátor usměrněno a dopadá na polopropustný dělič svazku, který ho dělí na dvě větve. Pravá dopadá na nafukující se vzorek a spodní na referenční zrcadlo. Po odrazu dojde k rekombinaci a světlo po interferenci pokračuje přes fotografický objektiv do kamery, která zaznamenává obraz. Na Obr. 18 lze také vidět injekční pumpu fungující jako lineární motor, na které je nainstalován pneumatický píst. Na Obr. 18 lze také vidět tlakoměr, který měří tlak vzduchu v hadičce, která je připojena k vzorku.



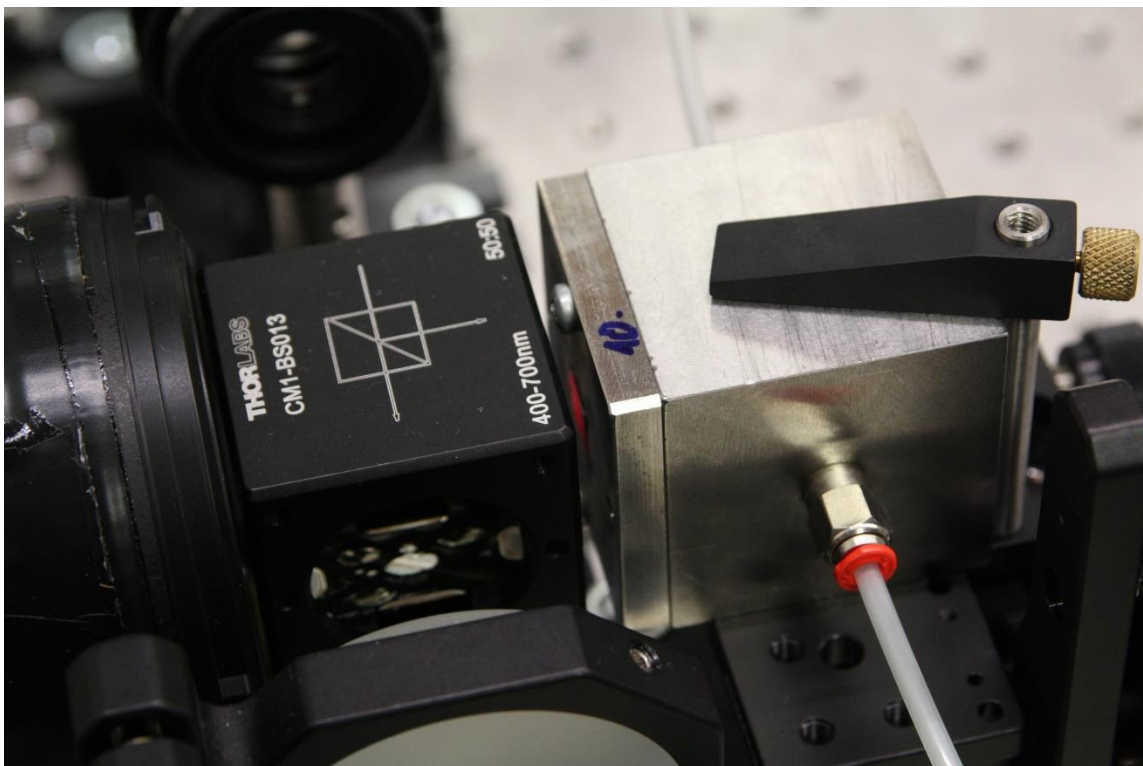
Obr. 18 Schéma měřícího zařízení [52].

Na Obr. 19 je ukázána fotka jedné z prvních soustav. V pravé části fotky lze vidět starší tlakoměr od firmy CRESSTO s.r.o. série SR s tlakovým rozsahem do 100 kPa. Snímač se také vyznačuje malou obrazovkou s výstupem tlaku, která sloužila pro orientační odečítání tlaku. Tlakoměr má také digitální výstup (černý kabel), který byl připojen k počítači. Injekční pumpa je umístěna nad záběrem fotky, je proto viditelná pouze tenká bílá hadička pro přívod tlaku. Pumpu bylo nutné umístit mimo měřicí prostor, protože vibrace, které vydává v průběhu činnosti, ruší interferometrické měření. Laser je uložen v levé horní části fotky a světlo je modrým optickým kabelem přiváděno do systému. Tam prochází kolimátorem a dopadá na dělič – černá krabička uprostřed soustavy. Napravo od děliče je vidět střední díl a držák vzorku, nalevo objektiv a kamera DMK 31BU03 od fy The Imaging Source s rozlišením 1024×768 pixelů. Směrem k fotografovi je umístěno referenční zrcátko.



Obr. 19 První uspořádání soustavy

Obr. 20 ukazuje detail děliče svazků, středového dílu a držáku vzorku. Na levé části fotky je také možno vidět objektiv Carl Zeiss Pancolar 50mm f/1.8. Držák vzorků je uchycen na polohovacím stolku packou. Viditelná je i výstupní hadička vedoucí do tlakoměru. V následující kapitole jsou podrobněji popsány použité tlakoměry. Nový zakoupený tlakoměr je umístěn blíže měřené membrány a poskytuje přesnější informace o tlaku.

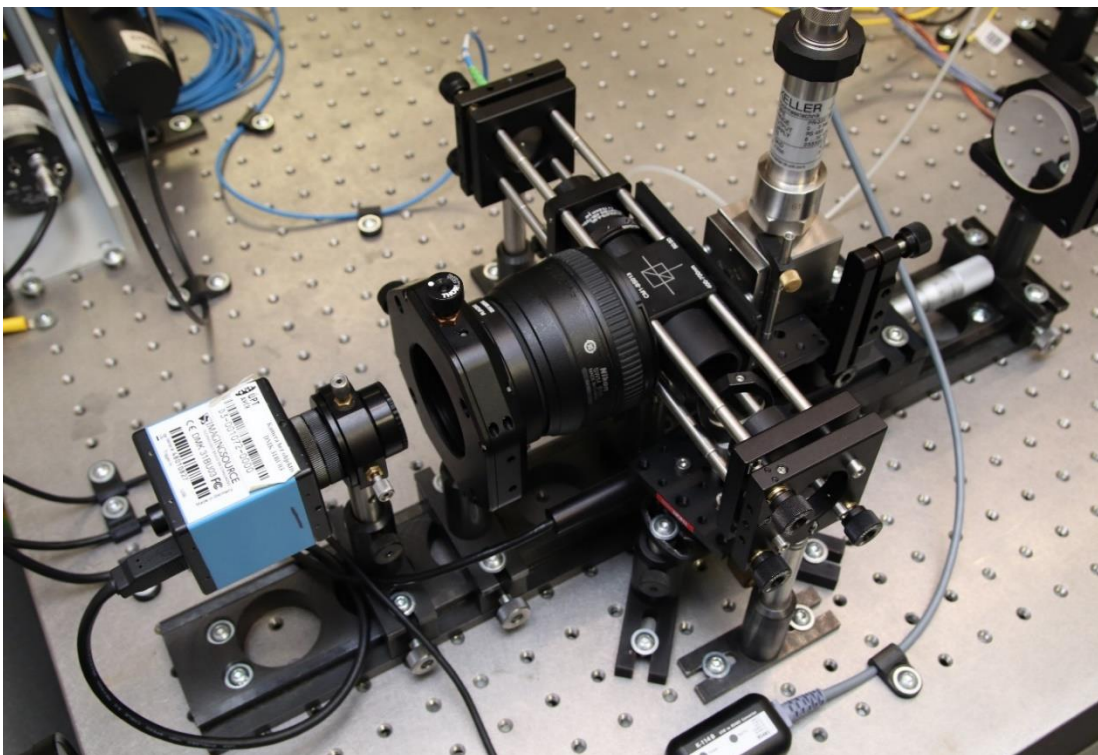


Obr. 20 Detail středního dílu s držákem vzorku, děliče a objektivu (zprava doleva)

#### 4.1.1. Tlakoměr

V průběhu prvních testů přístroje byly zjištěny některá omezení. Ukázalo se, že rozsah tlakoměru CRESSTO série SR nebyl dostatečně velký (0-100 kPa). Dalším problémem bylo zpoždění odesílaných dat do počítače. Tlakoměr posílal data s cca 0,5 s zpožděním, což se projevilo při zpracování dat. Méně závažným problémem byla větší velikost a hmotnost tlakoměru vyžadující vlastní stojánek. Příklad měření se zpožděným tlakoměrem je na Obr. 31. Z těchto důvodů byl zakoupen nový tlakoměr od firmy Keller-Druck s.r.o. série 33-X, který je zabudovaný přímo do držáku vzorku. Rozsah nového tlakoměru je 0-300 kPa s přesností odpovídající 0,05% celého rozsahu a rozlišením 0,002%. Zpoždění tlakoměru se uvádí v řádech tisícín sekundy a je schopný provést 400 měření za sekundu. Nový tlakoměr je přišroubován přímo do středního dílu a je zobrazen na Obr. 21. Tento zásah do sestavy vyžadoval vyrobení upravené střední části, do které je tlakoměr zabudován. Na Obr. 21 je také možné vidět nový objektiv a klec pro uchycení všech součástí přístroje.





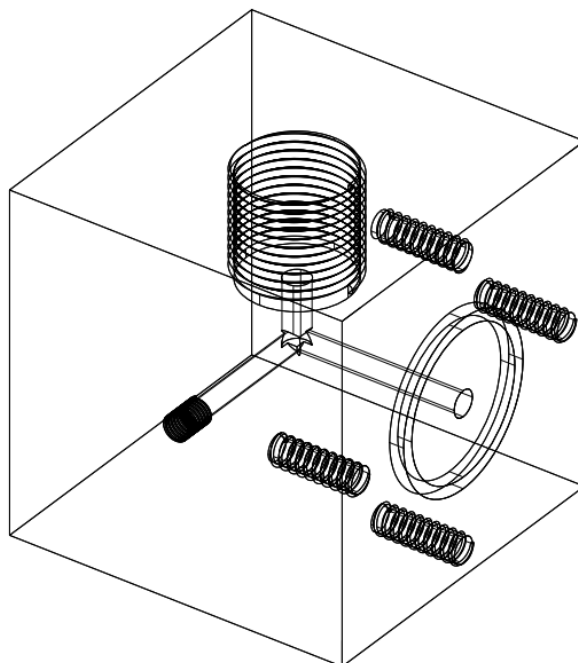
Obr. 21 Umístění nového tlakoměru.

#### 4.1.2. Střední díl soustavy a další vyráběné části

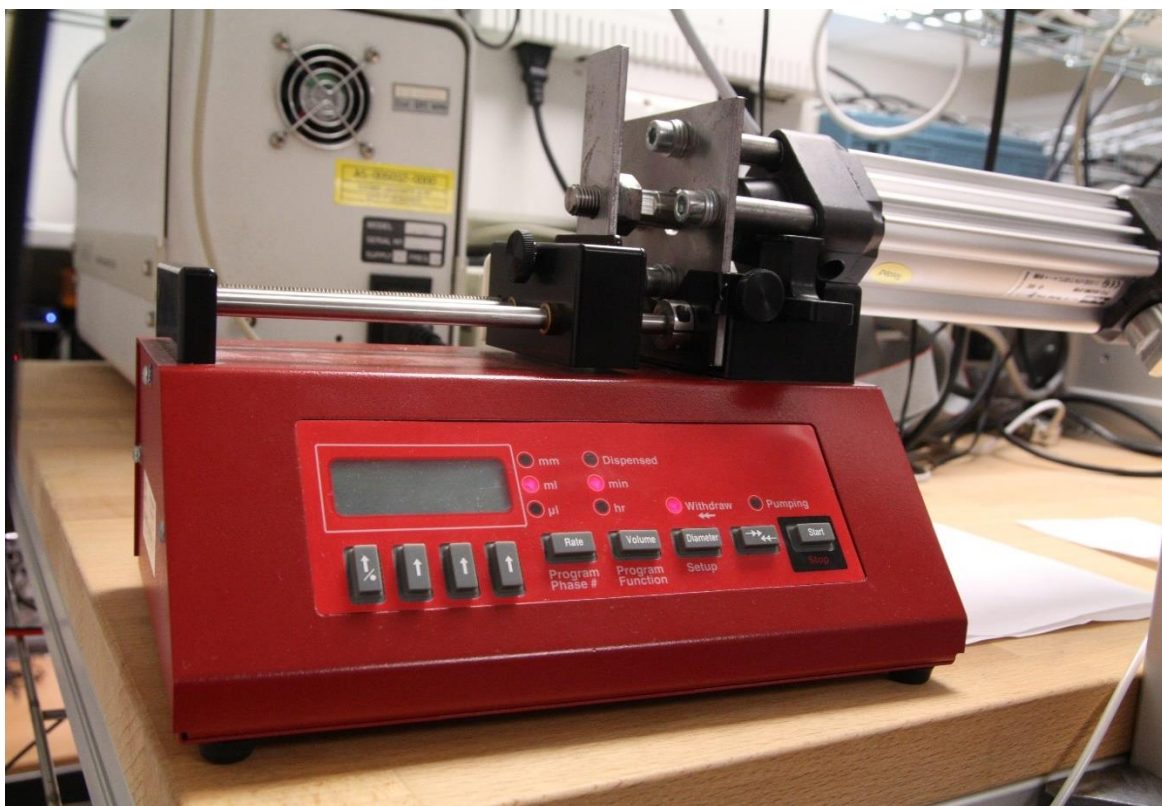
Model středního dílu je na Obr. 22. Měření vzorky jsou přikládány na plochu s kruhovou drážkou, která je vybavena čtyřmi závity pro uchycovací šrouby. V horní části je závit sloužící k ukotvení nového tlakoměru. V levé části je přívodní hadička, která vede od pístu. Součást je vyrobena z nerezavějící austenitické oceli AISI 316. Celý výrobní výkres je v příloze II diplomové práce.

Pumpa (Obr. 23) používaná pro stlačení pístu je primárně určená k dávkování kapalin z injekčních stříkaček, není proto uzpůsobena k uchycení průmyslového pneumatického pístu. Pneumatický píst byl zakoupen od firmy Parker s.r.o. a jedná se o sérii P1D s průměrem válce 32 mm. Pro uchycení pístu do pumpy musely být vyrobeny nové součásti, které umožní uchycení a nezabrání pohybu pumpy. Jedná se o desku, která zapadá do otvorů na pumpě (kam se původně umísťuje válec stříkačky) s průchodem pro pístnici a se čtyřmi otvory, které slouží u udržení pístu. Píst je k této desce uchycen čtyřmi distančními trubičkami, které zajišťují jeho nehybnost. Poslední součástí je deska se závitem, která zapadá do části pumpy, která slouží k uchycení tlačné pístové části injekční stříkačky. Na tuto desku je navařena matice odpovídající konci pístnice pístu. Po smontování všech částí je pumpa bez problému schopná stlačit píst a zvyšovat tak tlak v celém zařízení. Fotka pumpy s pístem je na Obr. 23. Výkresy obou desek a distančních trubiček jsou přílohou III-V.

Další vyráběnou částí je redukce závitu z G 1/8" na závit M5. Tato součást složí jako přechod z pístu, který má výstupní závit G 1/8" a hadičkou pro přívod vzduchu, která má koncovku M5. Redukce je z části vidět v pravé části Obr. 23. Výkres této redukce je taktéž v příloze VI diplomové práce.



Obr. 22 Model středního dílu.



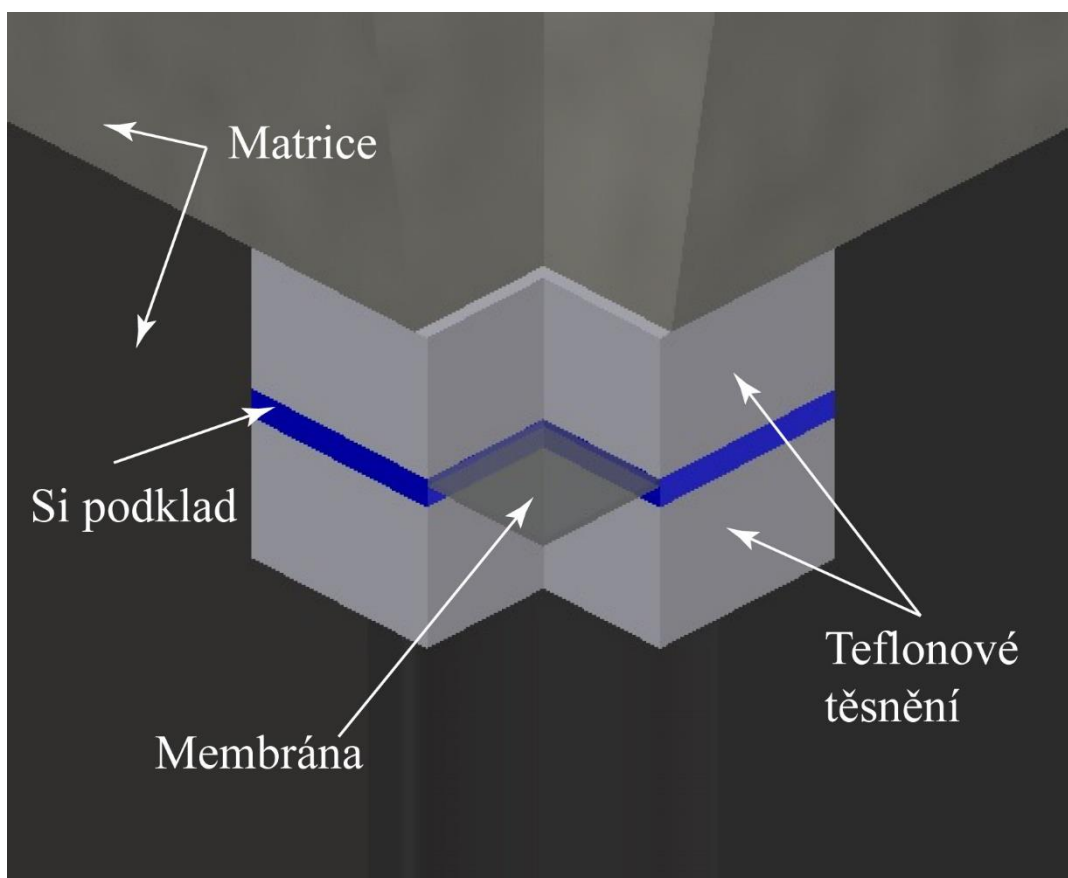
Obr. 23 Injekční pumpa s pístem.

#### 4.1.3. Objektiv

V začátcích měření se používal objektiv Carl Zeiss Pancolar 50mm f/1.8. V pozdější části konstrukce byl zakoupen nový objektiv Nikon 50mm f/1,4 AF-S, který disponuje větší čočkou a je schopen zachytit více paprsků světla, které se z důvodu zakřivení povrchu testované membrány odráží mimo optickou osu soustavy.

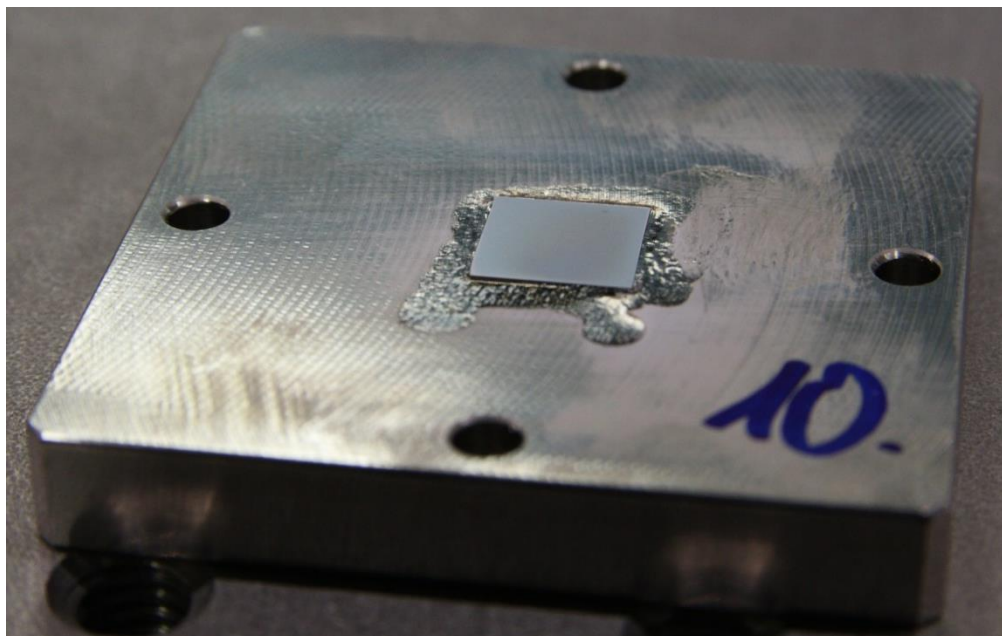
#### 4.1.4. Uchycení vzorků

V počátcích sestavování přístroje byla snaha o uchycení vzorků sevřením dvěma teflonovými těsněními, která byla sevřena mezi dvě kovové matrice. Tento způsob je zachycen na Obr. 24. Výkresy těchto matic jsou v přílohách VII-XII.



Obr. 24 Schéma sevření vzorku mezi dvě matrice.

Tento systém se neosvědčil, protože často docházelo k praskání vzorků. To bylo pravděpodobně způsobeno nehomogenní tloušťkou těsnění, což při zatížení vytvářelo ohybové momenty ve vzorku, které již monokrystalický podklad křemíku nevydržel, a došlo k porušení. Tento problém byl původně řešen lepením vzorků lepidlem LOCTITE 406 na rámečky vyrobené z plexiskla. Postupem času se od tohoto postupu upustilo a vzorky se začaly lepit přímo na držáky vyrobené z oceli AISI 316 tak, jak je ukázáno na Obr. 25. Výkres je zobrazen v příloze XIII.



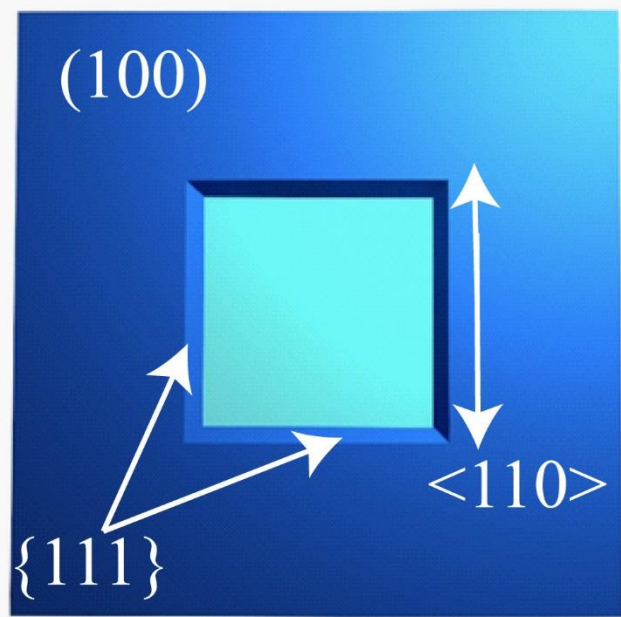
Obr. 25 Vzorek 10 (Bivrstva  $\text{Si}_3\text{N}_4$  a Al) přilepený na držáku

#### 4.1.5. Další součásti sestavy

V průběhu vývoje přístroje se obměňovaly držáky optických částí kvůli snížení vibrací. Celý přístroj je postaven na antivibračním stole, aby se zabránilo rušení měření vibracemi, na které je celý proces velmi citlivý. Přístroj je nyní také uzavřen v molitanovém boxu, aby se snížil vliv vibrací přenášených vzduchem. Součástí přístroje je také čidlo zaznamenávající okolní tlak, teplotu a relativní vlhkost vzduchu. Z těchto dat se poté počítá i index lomu světla. Pro budoucí potřeby byla vytvořena i redukce přívodu vzduchu z jehlových ventilů, viz příloha XIV.

#### 4.2. Popis zkušebních vzorků

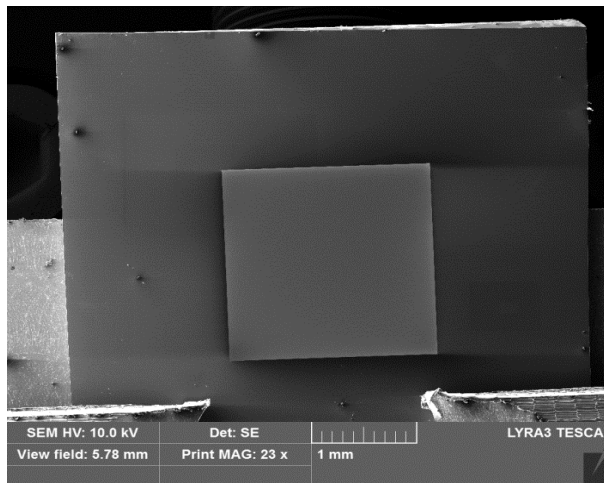
Zkušební tělesa pro tuto práci byla nakoupena od kanadské firmy Norcada Inc. Jedná se o monokrystalický křemíkový wafer, na který je nanesena vrstva  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Vzorek je poté selektivně leptán (Obr. 14). Jelikož leptání probíhá nejrychleji na málo obsazených rovinách krystalu a nejpomaleji na nejhustěji obsazených rovinách, vytvoří se na waferu s orientací povrchu rovnoběžnou s rovinou (100) čtvercový, či obdélníkový otvor ohraničený rovinami typu (111). Takovýto vzorek lze schematicky vidět na Obr. 26. Tmavě



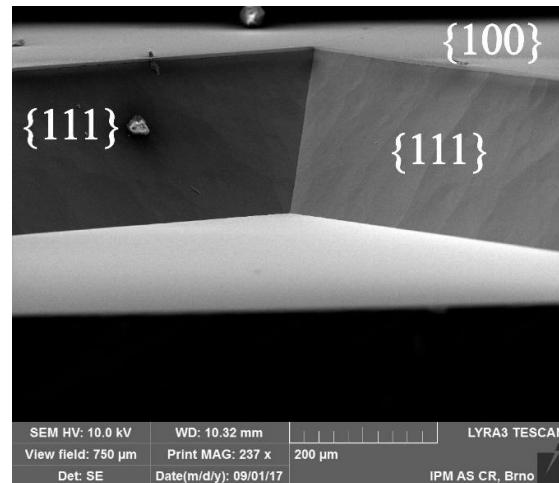
Obr. 26 Schéma vzorku.

modrá barva zde znázorňuje monokrystal Si, světle modrá představuje membránu nitridu křemičitého.

Fotka reálného vzorku z rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM) je uvedena na Obr. 27. Menší světlejší čtverec je  $\text{Si}_3\text{N}_4$  membrána, tmavší a větší čtverec znázorňuje monokrystal křemíku s nadeponovanou vrstvou  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .



Obr. 27 Si rámeček a samonosná  $\text{Si}_3\text{N}_4$  membrána, SEM zobrazení pomocí sekundárních elektronů.



Obr. 28 Detail vzorku.

Stopy po selektivním leptání jsou patrné na Si rámečku Obr. 28. Vzorek je zobrazen v podobné orientaci jako na schématu na Obr. 26. Ve spodní části je vidět část membrány z nitridu křemičitého rovnoběžnou s rovinou (100) Si substrátu. Na rovinách (111) jsou vidět linie, které zbyly po anizotropickém leptání.

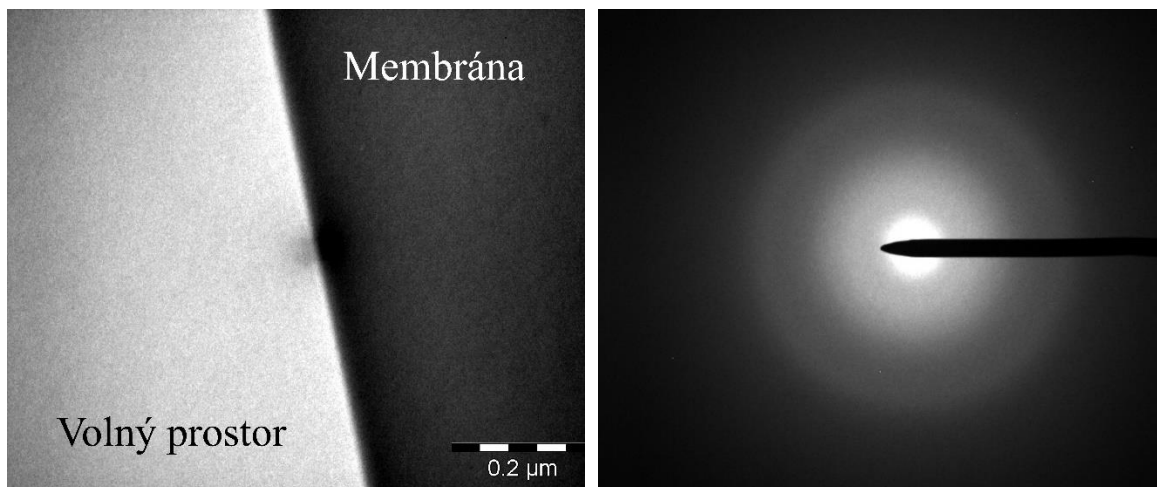
Vzorky  $\text{Si}_3\text{N}_4$  testované v této práci jsou vypsány v tabulce 2. Mění se pouze geometrické rozměry vzorku, nikoli chemické složení nebo typ membrány.

Tabulka 2 Typy zkušebních těles

Typ	Rozměr Si [mm].	Rozměr $\text{Si}_3\text{N}_4$ [mm].	Tloušťka $\text{Si}_3\text{N}_4$ [nm].
1	7,5×7,5	2×2	500
2	10×10	5×5	500
3	5×5	2×2	200
4	5×5	3,5×1,5	100
5	5×5	1,5×1,5	500

Membrána z nitridu křemičitého má amorfni strukturu, jak dokazuje Obr. 29 a) a b) pořízený na transmisním elektronovém mikroskopu Philips CM12. Obr. 29 a) ukazuje strukturu vzorku při zvětšení 110 000. Pravá tmavší část ukazuje membránu, levá světlejší

je prázdný prostor. Na membráně nejsou znatelné žádné hranice zrn, defekty či jiné nehomogenity. Obr. 29 b) ukazuje difrakční obrazec z membrány, typický pro amorfni materiály. Délka kamery při pořizování byla 970 mm. Dá se proto předpokládat, že její vlastnosti jsou homogenní a izotropní ve všech směrech a Youngův modul bude nižší, než by byl u krystalického nitridu křemičitého.



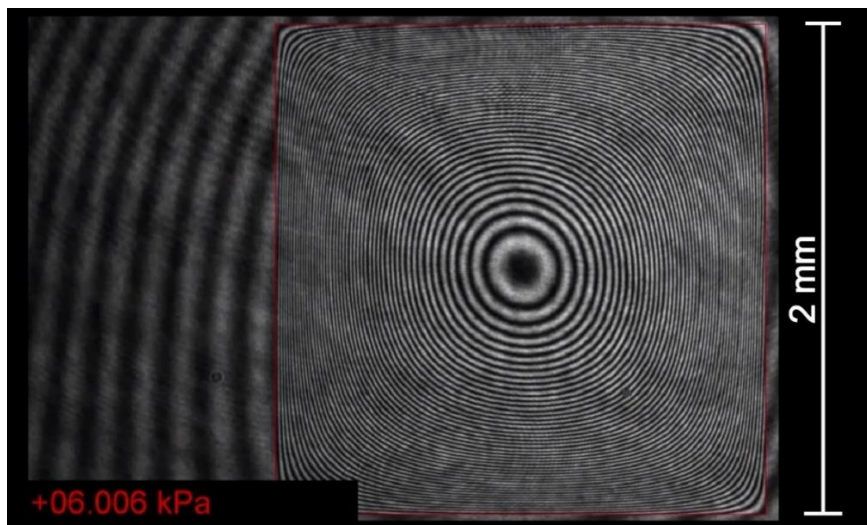
Obr. 29 a) Mikrostruktura membrány. Zvětšení 110 000.

Obr. 29 b) Difrakční obrazec typický pro amorfni strukturu.

#### 4.3. Postup měření

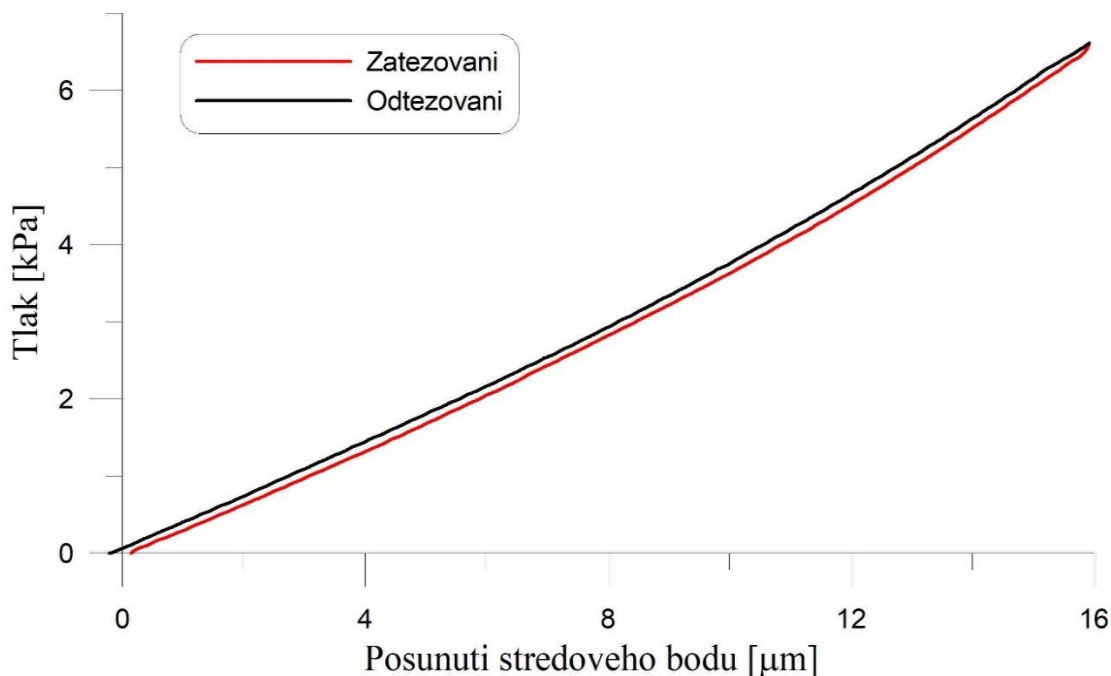
Křemíkový rámeček s membránou je nejprve přilepen na podložku z austenitické oceli. Po přišroubování nalepeného vzorku do držáku se celý držák vystředí a natočí do kolmé pozice vůči laserovému svazku. Celý průběh měření je automatický a ovládaný programem napsaným pro tento účel v prostředí LabView. Po zapnutí měření se pohybem pístu vytvoří v systému nízký podtlak, aby byl při nafukování membrány zajištěn průchod nulovým relativním tlakem. Interferometrický obraz deformující se membrány je snímán CCD kamerou a tlak tlakoměrem. Oba údaje jsou spolu svázány časovou stopou. Po ukončení měření se video záznam převede do formátu programu MATLAB. Ve strukturované matici je uložen záznam tlaku ve formě vektoru a tvar povrchu membrány v podobě 3D matice mající počet listů roven délce vektoru tlaku (tj. počtu individuálních snímků), který dosahuje velikosti až 5 tisíc hodnot. Každý list obsahuje pole souřadnic výšky z pro různá x a y o velikosti cca 25 000 – 70 000 bodů. Celé měření, podle jeho délky, může obsahovat tedy až cca 300 milionů datových hodnot. Tento soubor je poté buď použit pro analytický rozbor, nebo MKP analýzu. Na Obr. 30 je vidět interferometrický snímek membrány o velikosti 2×2 mm z kamery interferometru při 6 kPa. Červený rámeček ohraničuje oblast samonosné membrány, která se dále vyhodnocuje pro další zpracování. Vzdálenost mezi dvěma sousedními bílými interferenčními proužky se rovná polovině vlnové délky použitého světla. V našem případě je vlnová délka použitého světla 633 nm. Podle konstruktéra interferometru je přesnost měření lepší než desetina vlnové délky, proto

můžeme předpokládat chybu v souřadnici výšky membrány menší než 60 nm. Takto vysoká přesnost je více než uspokojivá pro potřeby našeho měření. Na Obr. 30 lze dále vidět, že křemík v okolí membrány je mírně prohnutý – jsou na něm též zřetelné interferenční proužky. Prohnutí křemíkového rámečku v průběhu měření způsobuje chybu měření. V případě malých tlaků to problém nebývá. V případě tlaků okolo 100 kPa už často můžeme pozorovat i prohnutí křemíku. Videozáznam nebo průběžné snímky jsou důležité pro posouzení velikosti chyby měření, která by vznikla v důsledku velkého prohnutí křemíkového rámečku.



Obr. 30 Interferometrický obrazec. Membrána 2x2 mm, tlak 6 kPa.

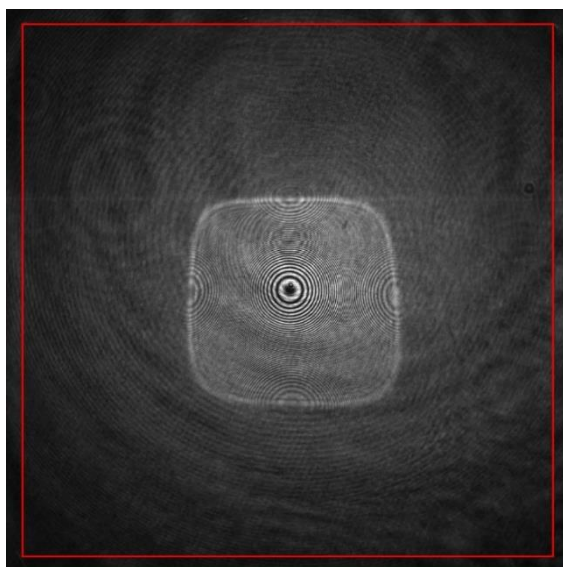
Jedním z problémů při měření závislosti tlak-prohnutí středového bodu, který byl během ověřovacích testů řešen, bylo zpoždění, nebo spíše pomalá odezva tlakoměru. Na měření se to poté projeví posunem zatěžovací křivky směrem dolů a odtěžovací křivky směrem nahoru od polohy, kde by se měla skutečně nacházet, viz Obr. 31. Tím je do měření vnášena systematická chyba, která může být vyřešena přičtením času, o který se tlakoměr zpožďuje. Efekt zpoždění se však bude projevovat různě při různých rychlostech nafukování, proto bylo zvoleno jiné řešení. V našem případě u prvního snímače tlaku značky CRESSTO s.r.o., série SR, se měření zpožďovalo o cca 0.5 sekundy. Po domluvě s výrobcem byl tlakoměr přenastaven a zpoždění se zmenšilo. Později bylo rozhodnuto o výměně tlakoměru; nově zakoupený tlakoměr od fy Keller-Druck s.r.o. série 33-X má zpoždění v řádu tisícín sekundy, problém se tedy vyřešil úplně.



Obr. 31 Chyba měření způsobená zpožděním tlakoměru CRESSTO v továrním nastavení.

Další technický problém byl pozorován v případě velkého zakřivení měřené plochy, kde může dojít k vychýlení odražených svazků laseru mimo optický systém a ke ztrátě signálu. Tento problém byl vyřešen nákupem nového objektivu. Jiným problémem je nakupení interferometrických pruhů velmi blízko k sobě při velkém sklonu membrány vzhledem k laserovému svazku. Pokud je vzdálenost mezi proužky menší, než je rozlišení kamery (tj. než velikost pixelu CCD kamery), dojde taktéž ke ztrátě signálu. Interferometrický obrazec pro tento případ je zobrazen na Obr. 32 a). Ztráta signálu při okraji omezuje možnosti použití MKP analýzy, nicméně data v okolí středového bodu je možné měřit i v případě velkých prohnutí membrány. Na Obr. 32 b) je ořezová maska, v níž černé body značí oblast, kde je měření nepřesné.



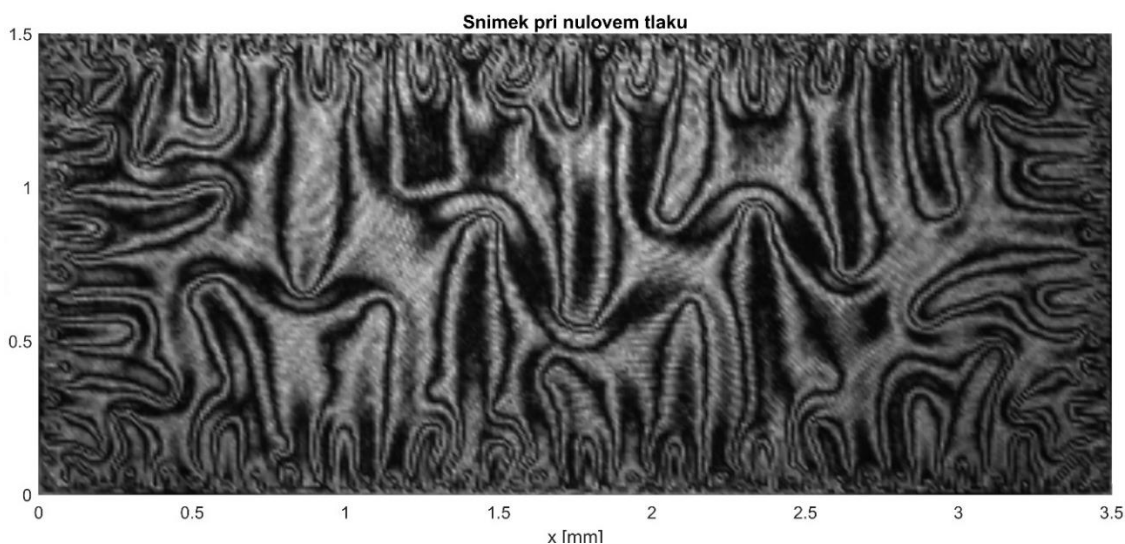


Obr. 32 a) Interferometrický obrazec při tlaku 100 kPa.



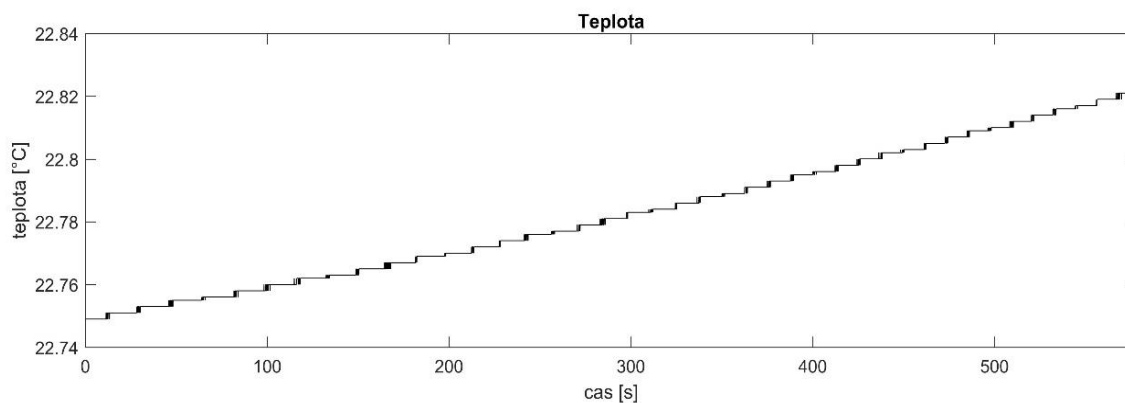
Obr. 32 b) Ořezová maska nepřesných bodů při tlaku 100 kPa.

Pro měření metodou bulge test je nutné, aby celkové residuální napětí v membráně nebo dvouvrstvě bylo tahové. Pokud dojde k tomu, že po nanesení zkoumané vrstvy na podložní membránu je celkové residuální napětí tlakové, dochází ke zvrásnění filmů při nulovém tlaku a jejich výsledný povrch vypadá jako na příkladě na Obr. 33. Membrána v tom stavu neodpovídá analytickému modelu a je prakticky nemožné ji namodelovat v MKP analýze. Způsob, jak vyhodnotit vlastnosti filmu i s kompresním napětím navrhl Ghnaem a kolegové [53], ten však pracuje pouze s napětím a deformací ve vzorku, nikoli s elastickými konstantami.



Obr. 33 Ukázka povrchu dvojvrstvy  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ta-B-C}$  zvrásněného v důsledku kompresního napětí.

Abychom si byli jisti, že měření proběhlo za konstantních podmínek, je v průběhu celého testu zaznamenávána i okolní teplota, tlak, vlhkost a vypočítaný index lomu světla. V záznamech těchto veličin je kontrolováno, že během zkoušky nedošlo k náhlým změnám těchto parametrů, které zkoušku mohou ovlivnit. Jejich absolutní hodnota, pokud nedosahuje extrémní hodnoty, není tolik důležitá. Na Obr. 34 můžeme vidět záznam teploty v průběhu měření. Je zřejmé, že změna teploty v průběhu zkoušky o sedm setin stupně nebude mít jakýkoliv vliv na výsledek měření.



Obr. 34 Záznam teploty při měření.

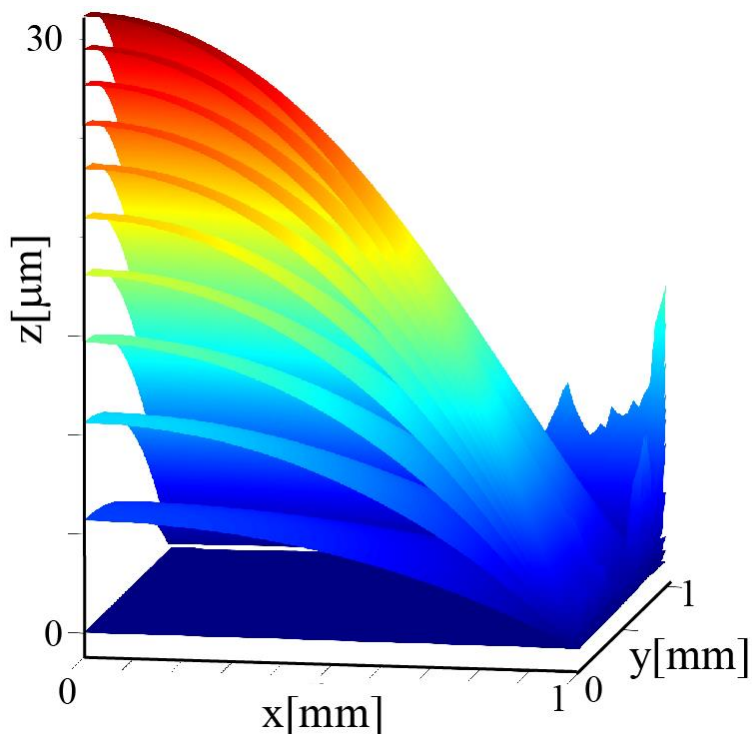
#### 4.4. Vyhodnocení dat

Tato kapitola se bude zabývat vyhodnocením vlastností membrán z analytického modelu popsaného v kapitole 3.2.4. V průběhu práce bylo provedeno celkem 165 úspěšných měření na různých vzorcích; jednak na samotných komerčních membránách  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , jednak na dvouvrstvách, kde na podkladní membránu byly nanесeny vrstvy Al, Ti a kompozitní vrstvy Ta-B-C. Tabulka 3 popisuje typy a počet měřených vzorků.

Tabulka 3 Počet měření na jednotlivých typech vzorků

Typ vzorku	Počet měření
2×2 mm – 500 nm	97
2×2 mm – 500 nm + Al	32
5×5 mm – 500 nm	3
5×5 mm – 500 nm + Al	2
3,5×1,5 mm – 100 nm	26
3,5×1,5 mm – 100 nm + Al	1
2×2 mm – 200 nm + Ta-B-C	2
2×2 – 500 nm + Ti	2

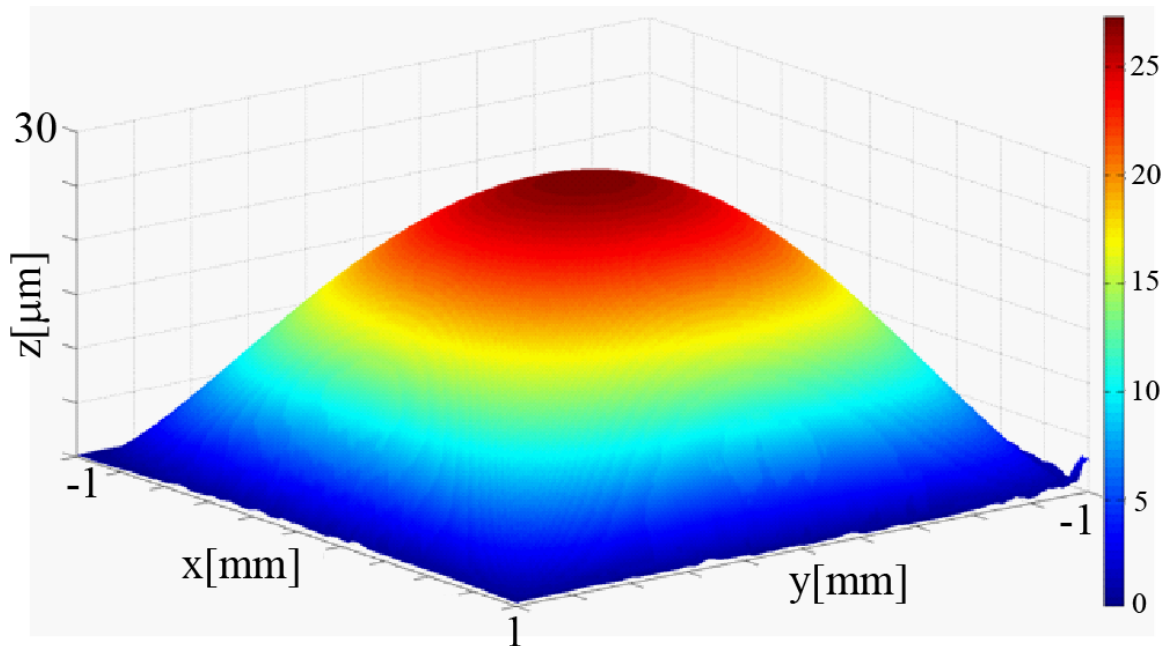
Pro každé měření je uložen záznam celého povrchu při zatěžování i odtěžování (pokud vzorek v průběhu zkoušky neprasknul). Na Obr. 35 je zobrazen řez povrchem membrány při různých tlacích. Jde o vykreslení experimentálně naměřených tvarů membrány pomocí programu napsaného v prostředí MATLAB.



Obr. 35 Řezy povrchem membrány  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , 2x2mm, 500nm, při různých tlacích.

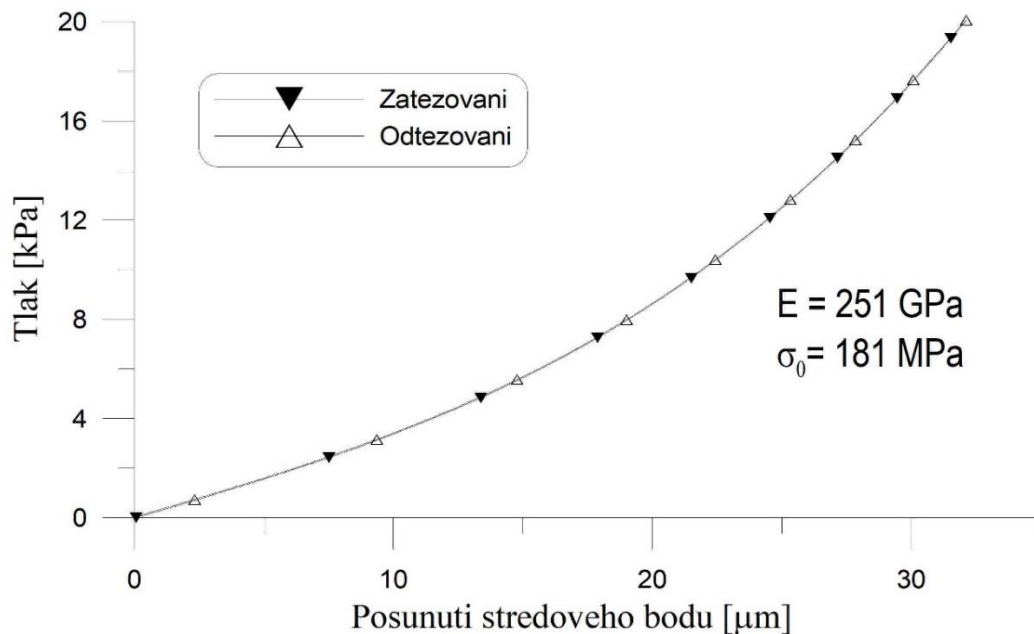
#### 4.4.1. Vyhodnocení samostatné vrstvy $\text{Si}_3\text{N}_4$

Na Obr. 36 je vidět rekonstruovaný povrch (experimentální data) membrány  $2 \times 2$  mm o tloušťce 500 nm při tlaku 15 kPa.



Obr. 36 Rekonstruovaný povrch membrány  $2 \times 2$  mm o tloušťce 500 nm při tlaku 15 kPa.

Naměřená data byla analyzována pomocí rovnic uvedených v kap. 3.2.4. následujícím způsobem. Ze záznamu nafukování membrány pořízeného interferometrem je nejprve vybrána závislost polohy středového bodu  $w_0$  na tlaku  $p$ . Tato závislost je vyobrazena na Obr. 37.



Obr. 37 Závislost polohy středového bodu na tlaku pro membránu  $2 \times 2$  tloušťky 500 nm.

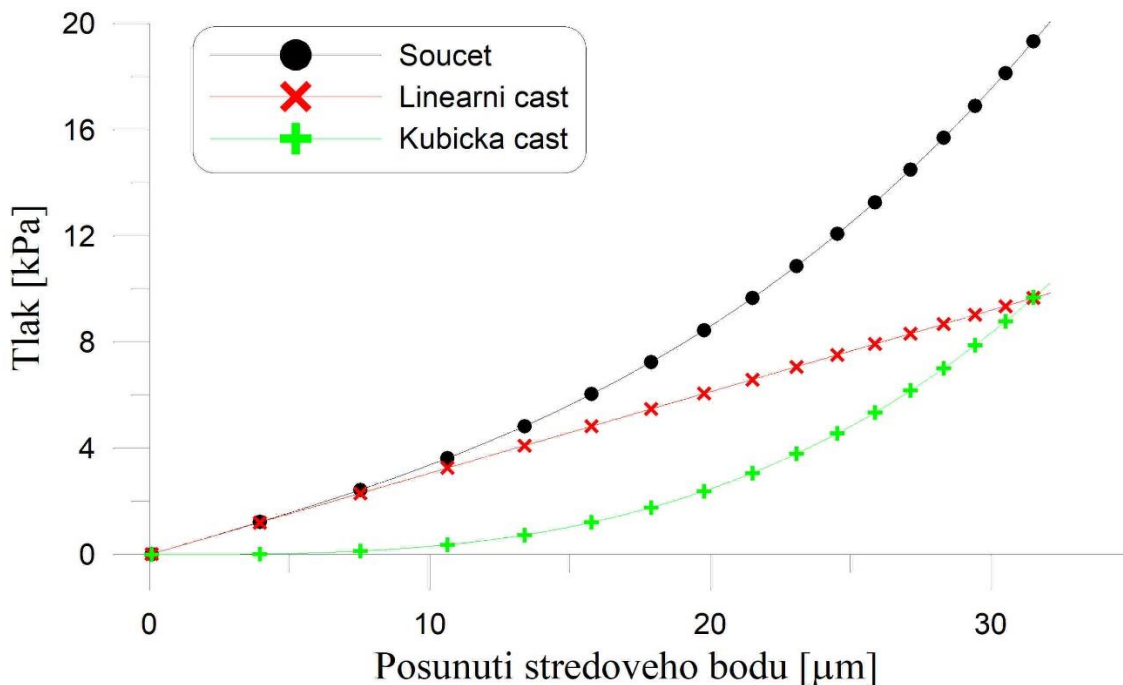
Na Obr. 37 je vynesena zmíněná závislost při zatěžování i odtěžování membrány. Lze vidět, že křivky se dokonale překrývají, z čehož je možné usoudit, že je membrána zatěžována pouze v elastickém režimu.

Jestliže je rovnice 10.1 nařítována na zmíněnou křivku a je znám Poissonův poměr materiálu membrány, je možné určit Youngův modul a reziduální napětí v membráně. Pro přehlednost je tu rovnice uvedena znovu a červenou barvou jsou zvýrazněny fitovací parametry.

$$p = C_1 \frac{\sigma_0 t w_0}{a^2} + C_2 \frac{t w_0^3}{a^4} \cdot \frac{E}{(1 - \nu)}$$

Výraz  $E/(1-\nu)$  je nazýván biaxiální modul. Po nařítování rovnice na závislost v Obr. 37 je určen Youngův modul zmíněné membrány 251 GPa (byl použit Poissonův poměr = 0,27 [46]) a reziduální napětí 181 MPa.

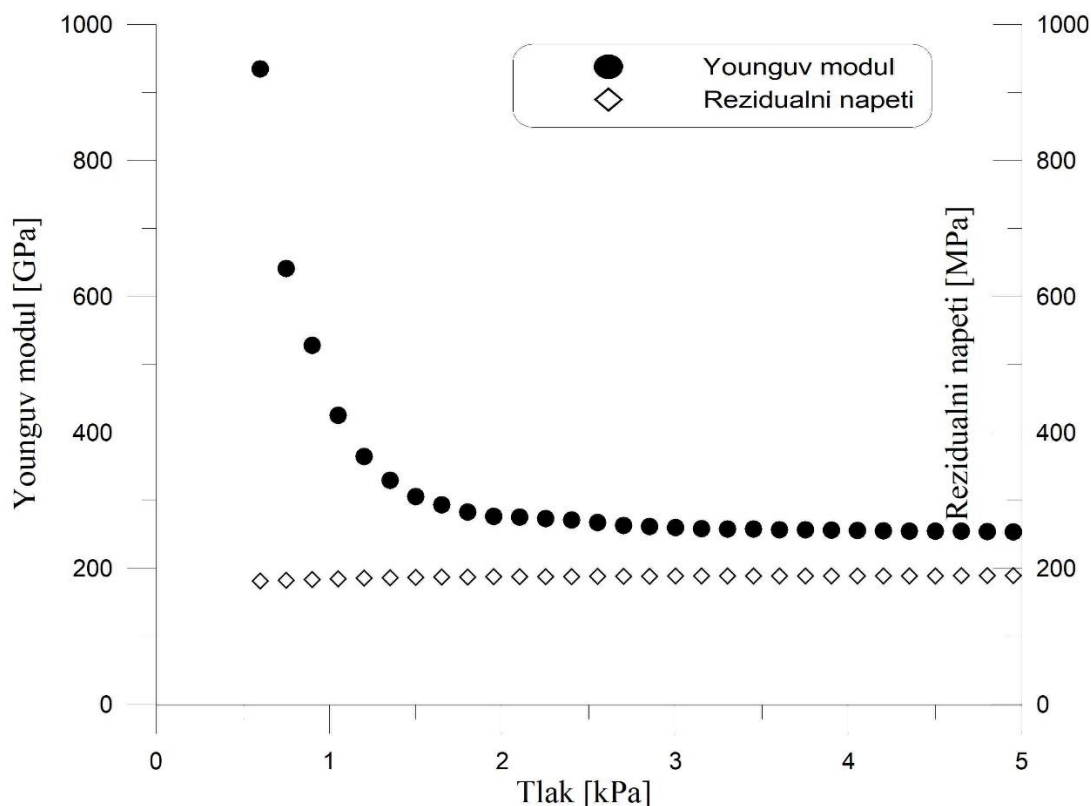
Rovnice 10.1 se skládá ze dvou částí. První, odpovídající příspěvku reziduálního napětí závislého na pozici středového bodu lineárně a druhá odpovídající příspěvku tuhosti membrány, vyjádřené modulem pružnosti, závislejícím na pozici středového bodu kubicky. Pokud křivku závislosti středového bodu na tlaku rozložíme na tyto části, získáme závislosti parciálních tlaků, zobrazené na Obr. 38.



Obr. 38 Závislost z-pozice středového bodu na tlaku rozložená na lineární a kubickou část.

Z předešlého obrázku lze vidět, že kubická část závislá na modulu pružnosti je v počátku měření minimální. Z tohoto důvodu nelze biaxiální modul určit přesně při nízkých

tlacích či prohnutí. Naopak lineární část, závislou na reziduálního napětí, můžeme i z počátku měření zjistit poměrně přesně. Na Obr. 39 vidíme závislost vypočtených hodnot na tlaku, do kterého byly vyhodnocovány. Graf byl zkonstruován pouze z jednoho měření, kde pro výpočet bylo použito 1,2,3...% ze všech hodnot. Prvních několik hodnot a posledních cca 60 % bylo vynecháno z důvodů přehlednosti. Graf jasně potvrzuje tvrzení, že reziduální napětí je možno měřit přesně již na začátcích měření, kdežto k vyhodnocení Youngova modulu je zapotřebí vyšší tlak.

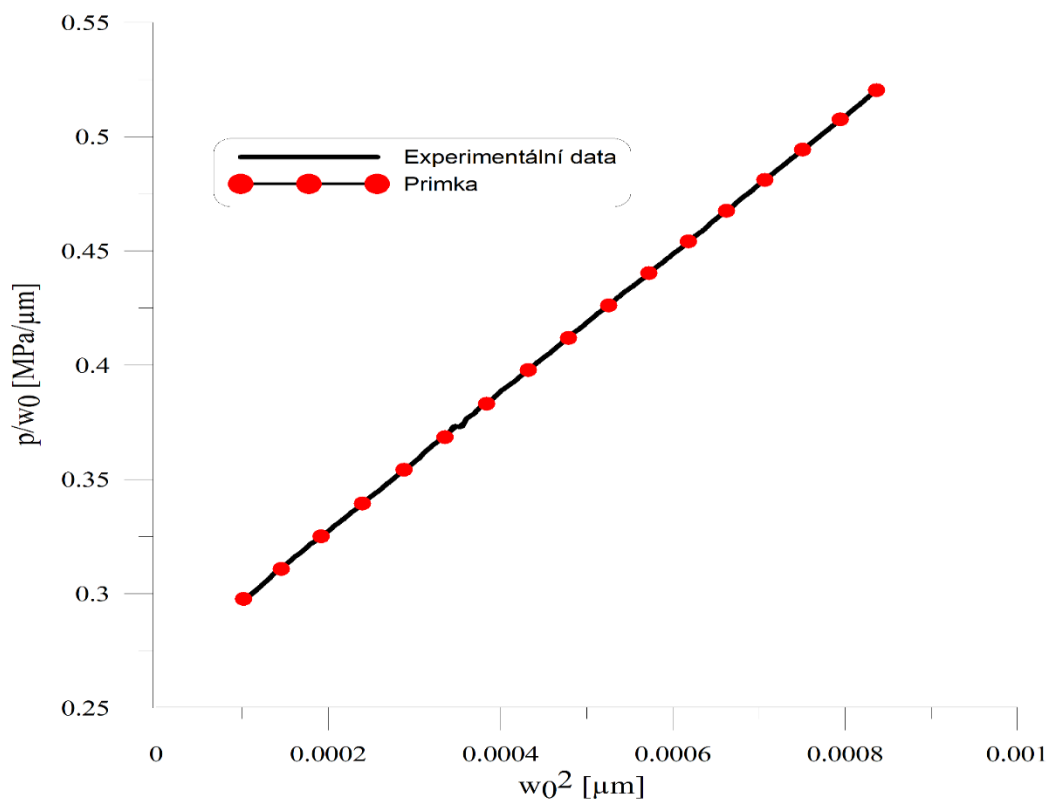


Obr. 39 Závislost vypočtených hodnot na tlaku při vyhodnocování.

Další užitečnou metodou, jak analyzovat chování membrány, je linearizace rovnice 10.1. Vydělením celé rovnice  $w_0$  se získá rovnice ve tvaru:

$$\frac{p}{w_0} = C_1 \frac{\sigma_0 t}{a^2} + C_2 \frac{t w_0^2}{a^4} \cdot \frac{E}{(1 - \nu)}. \quad (21)$$

Pokud je tato rovnice vykreslena v osách  $p/w$  a  $w^2$ , stane se z ní lineární rovnice, kde první člen je absolutní a závislý na reziduálním pnutí a druhý je lineární a závislý na Youngově modulu. Tato závislost musí být lineární, pokud platí předpoklady, pro které byla rovnice 10.1 odvozena, tj. lineárně elastické chování membrány, viz Obr. 40. Pokud by se měřená data odchytila od přímky, znamená to neelastické chování membrány, typicky plasticitu. Tento způsob analýzy měřených dat je použit v kapitole zabývající se membránami s napařenou kovovou vrstvou.



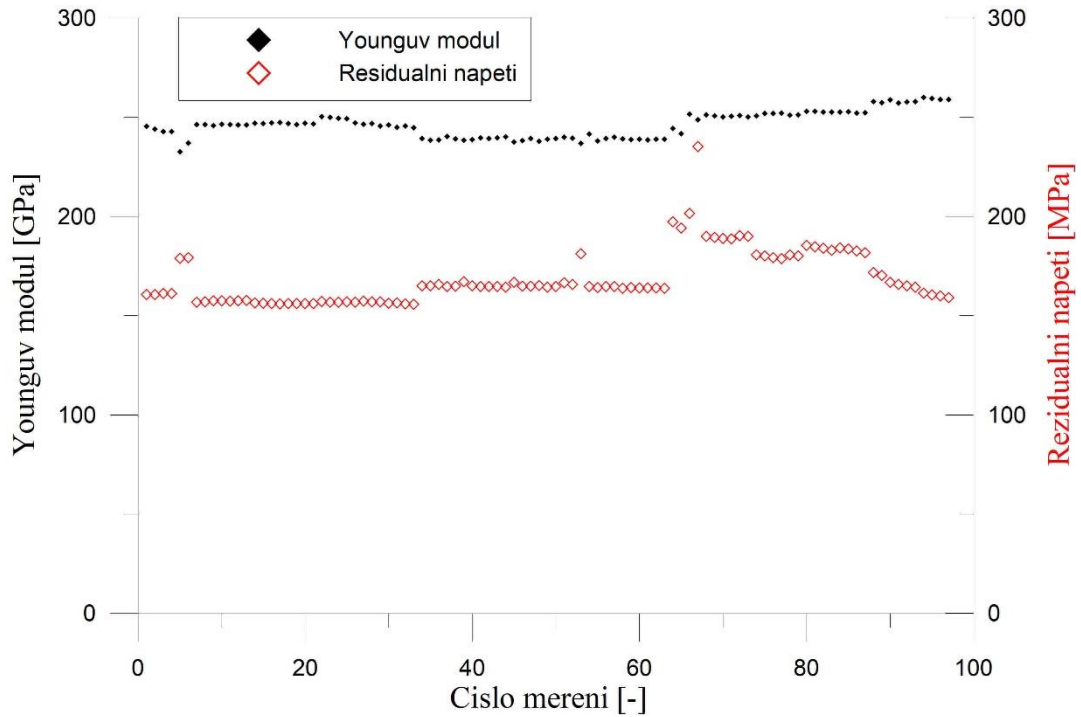
Obr. 40 Znáznornění linearizované rovnice, membrána 2×2 mm.

Celkem bylo provedeno 97 měření na samostatných membránách  $\text{Si}_3\text{N}_4$  o velikosti 2×2 mm a tloušťce 500 nm. Pro vyhodnocení byly použity hodnoty v tabulce 4.

Tabulka 4 Hodnoty parametrů použité při vyhodnocení

Parametr	Hodnota
a [mm]	1
t [nm]	500
$C_1$ [-]	3.393
$C_2$ [-]	1.8439
$\nu$ [-]	0.25

Na Obr. 41 vidíme graf znázorňující výsledky všech 97 měření při použití hodnot v tabulce 4. Z výsledků je na první pohled zřejmá výborná reprodukovatelnost měření. Průměrný Youngův modul je  $246 \pm 5$  GPa a reziduální napětí  $169 \pm 10$  MPa. Měření bylo provedeno celkem na osmi membránách a zahrnuje i výsledky s rozdílnými typy objektivů a s různým natočením objektivu. Důvodem otáčení objektivu bylo otestovat, zda například astigmatismus objektivu nebude mít vliv na výsledky měření.



Obr. 41 Výsledky všech měření na membráně velikosti 2×2 mm a tloušťce 500 nm.

#### 4.4.2. Vyhodnocení dvouvrstvého vzorku

Tato podkapitola se bude zabývat způsobem vyhodnocení membrány skládající se ze dvou vrstev. Budou prezentovány celkem tři příklady vrstvy, které byly nadeponovány na vrstvu nitridu křemičitého. Jedná se o hliník, titan a vrstvu Ta-B-C.

Měření probíhá stejně jako v případě samostatné vrstvy  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , rozdíl je v pouze ve vyhodnocení. Pro zjištění vlastností nadeponované vrstvy je nejprve nutno znát vlastnosti podkladové vrstvy. Tyto vlastnosti jsou zjištěny z předchozích měření na identických vzorcích stejného typu. Pro vyhodnocení reziduálního pnutí či Youngova modulu zkoumané vrstvy se používá následující směšovací rovnice:

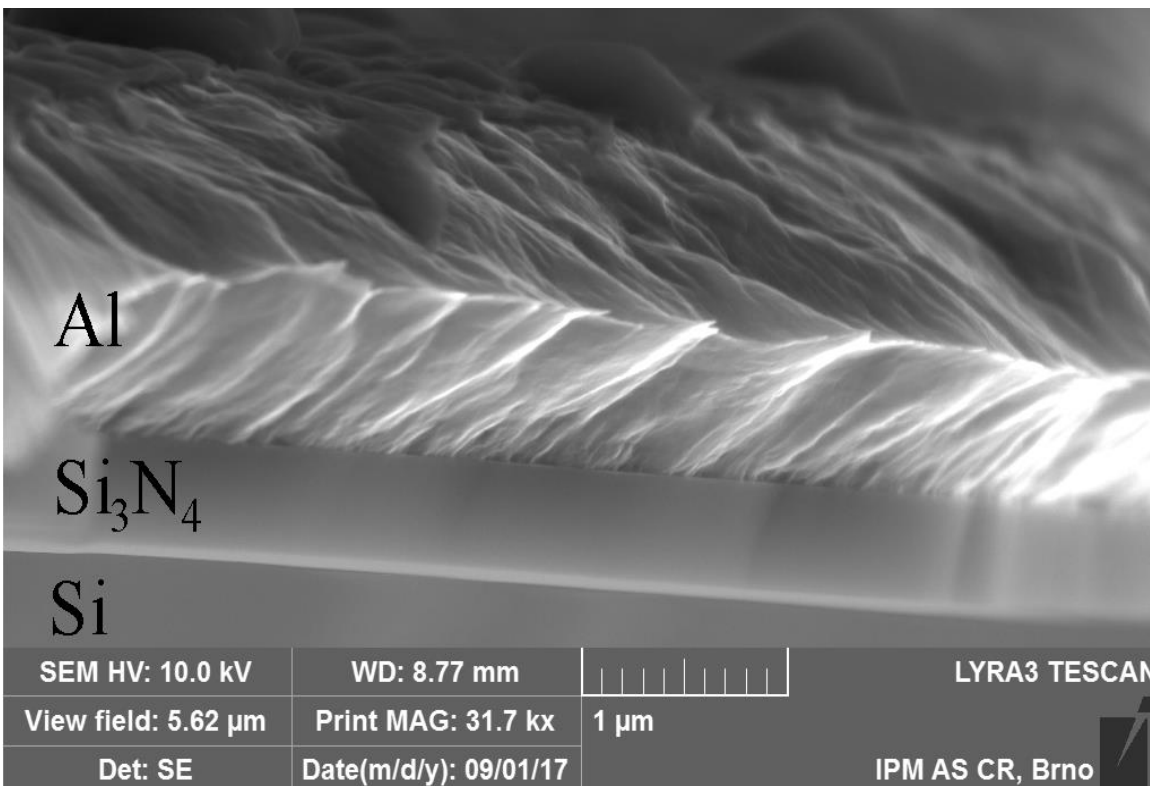
$$M_{kompozitu} = \frac{t_{vrstvy}}{t_{total}} M_{kovu} + \frac{t_{\text{Si}_3\text{N}_4}}{t_{total}} M_{\text{Si}_3\text{N}_4}, \quad (22)$$

kde  $M$  značí vlastnost, například Youngův modul, reziduální napětí nebo biaxiální modul pružnosti a  $t$  tloušťku.



#### 4.4.2.1. Hliníková vrstva

Hliníková vrstva byla připravena pomocí magnetronového naprašování na Ústavu přístrojové techniky AV ČR Ing. Tomášem Fořtem, Ph.D. a Ing. Jaroslavem Sobotou, CSc. Vrstva dosahuje tloušťky 1,76  $\mu\text{m}$  a vyznačuje se vysokou tažností. O tomto faktu svědčí fotka na Obr. 42.



Obr. 42 Křemíkový wafer s dvouvrstvou  $\text{Si}_3\text{N}_4$  a Al.

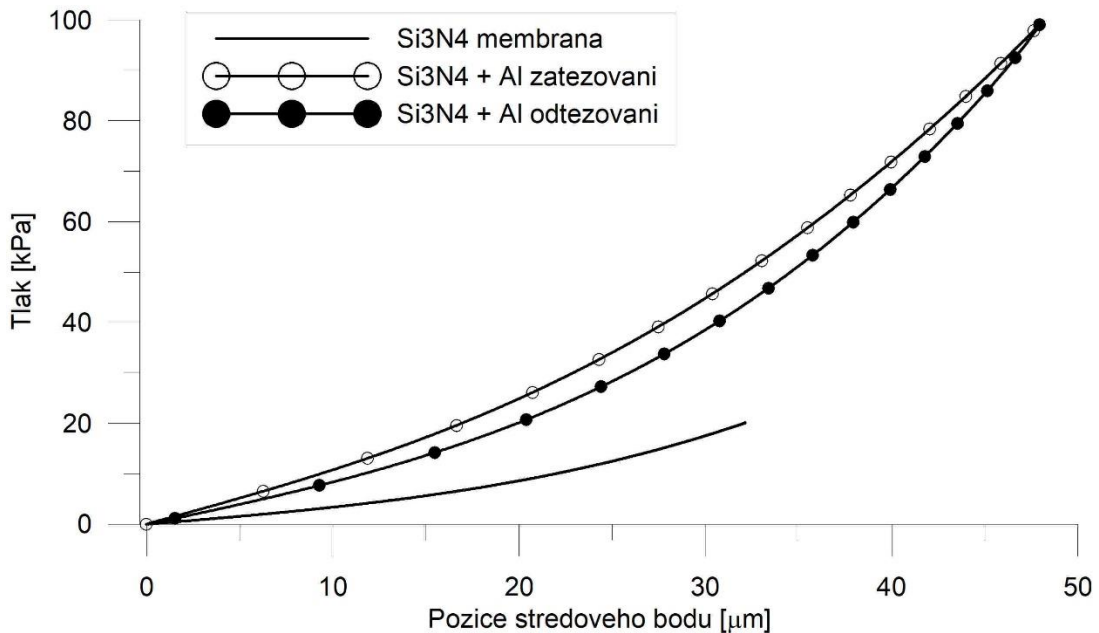
Na spodní části fotky je monokrystal Si s  $\text{Si}_3\text{N}_4$  membránou, na níž je nadeponována vrstva hliníku. Deformace hliníkové části pozorovatelná na obrázku vznikla při přelomení vzorku před pozorováním v mikroskopu.

Zatěžovací křivka prvního zatížení tohoto vzorku je prezentována na Obr. 43. Je viditelný velký rozdíl mezi zatěžovací křivkou (označená prázdnými kolečky) a odtěžovací křivkou (označena plnými kolečky). Tento rozdíl není způsoben zpožděním tlakoměru, jako na Obr. 31, kde jsou křivky pouze vertikálně posunuty od sebe. Jednak byl použit nový tlakoměr, a dále se křivky protínají v nulovém bodě. Rozdíl mezi zatěžovací a odtěžovací křivkou je způsoben neelastickým chováním hliníkové části membrány – plasticitou. Nafitováním zatěžovací i odtěžovací křivky pomocí rovnice 10.1 jsme schopni určit biaxiální modul a reziduální napětí. Výsledky těchto fitů jsou pro Al vrstvu uvedeny v tabulce 5. Při výpočtu byla použita směšovací rovnice (22) a známé vlastnosti podložní  $\text{Si}_3\text{N}_4$  membrány. Poissonův poměr pro Al byl zvolen  $\nu_{\text{Al}} = 0.32$  [54]. Reziduální napětí nabývá kladných hodnot, je proto tahové. Plastická deformace hliníkové vrstvy při velkém prohnutí membrány způsobuje pokles reziduálního napětí v Al vrstvě po odtížení.

Tabulka 5 Výsledky fitu na membráně s hliníkem

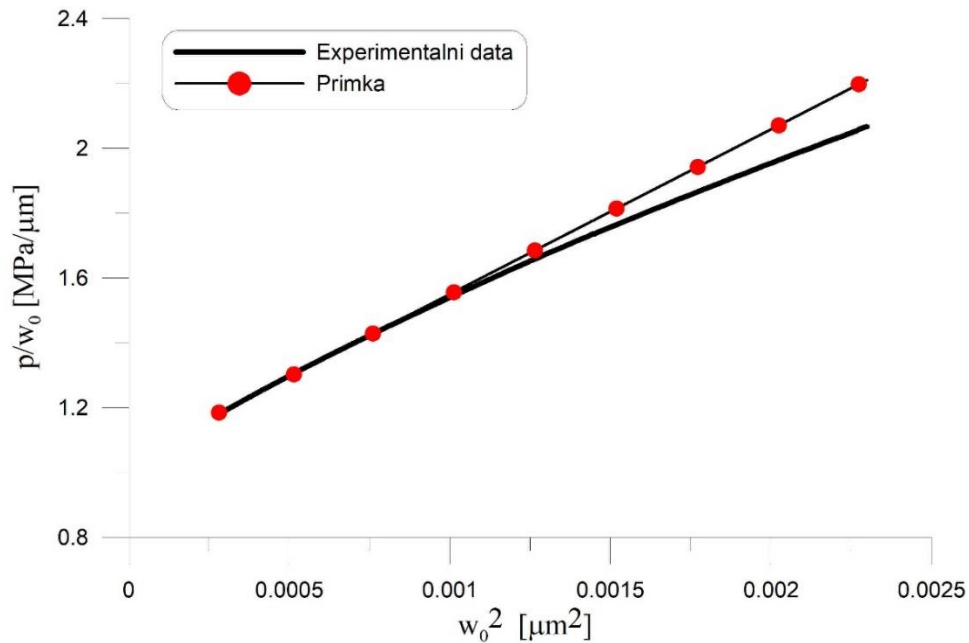
	Youngův modul [GPa]	Reziduální napětí [MPa]
Zatěžovací křivka	(27)	142
Odtěžovací křivka	54	89

Z tabulky 5 je patrné, že hodnota Youngova modulu určená ze zatěžovací křivky je menší, než by bylo pro Al vrstvu očekáváno, a také podstatně menší, než hodnota určená z odtěžovací křivky. Tato chyba je způsobena plastickou deformací vrstvy při zatěžování. Rovnice 10.1 předpokládá elastické chování membrány; proto pro zatěžovací křivku, kde se významně projevuje plasticita, ji nelze použít. Je možné použít pouze její počáteční část, kdy ještě nedošlo k plastické deformaci Al vrstvy; z ní jde ovšem s dostatečnou přesností určit reziduální napětí, a nikoliv biaxiální modul. Na Obr. 43 je také znázorněna zatěžovací křivka (plná čára bez značek) samostatné membrány, z které byly zjišťovány hodnoty do rovnice 22.



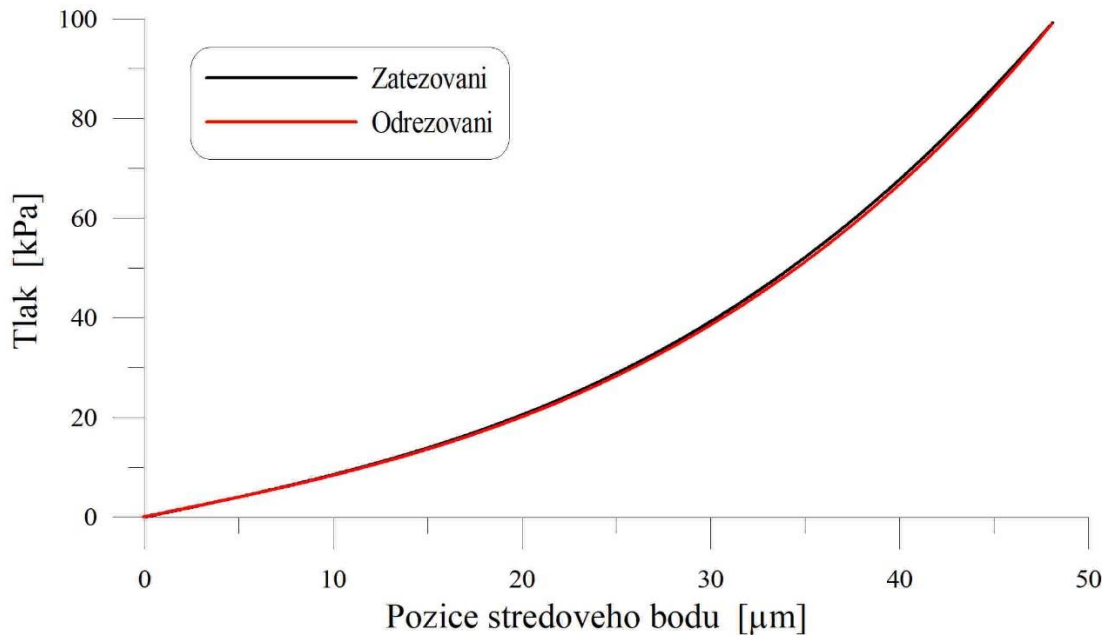
Obr. 43 Zatěžovací a odtěžovací křivka pro vzorek 2×2 mm, 500 nm Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> a 1,76  $\mu\text{m}$  Al.

Pokud je použita rovnice 21 a data jsou vykreslena stejně jako na Obr. 40, je zřejmé, že se křivka odchyluje od přímky, při tlaku přibližně 45 kPa. Nad touto hodnotou dochází k neelastickému chování, viz Obr. 44.



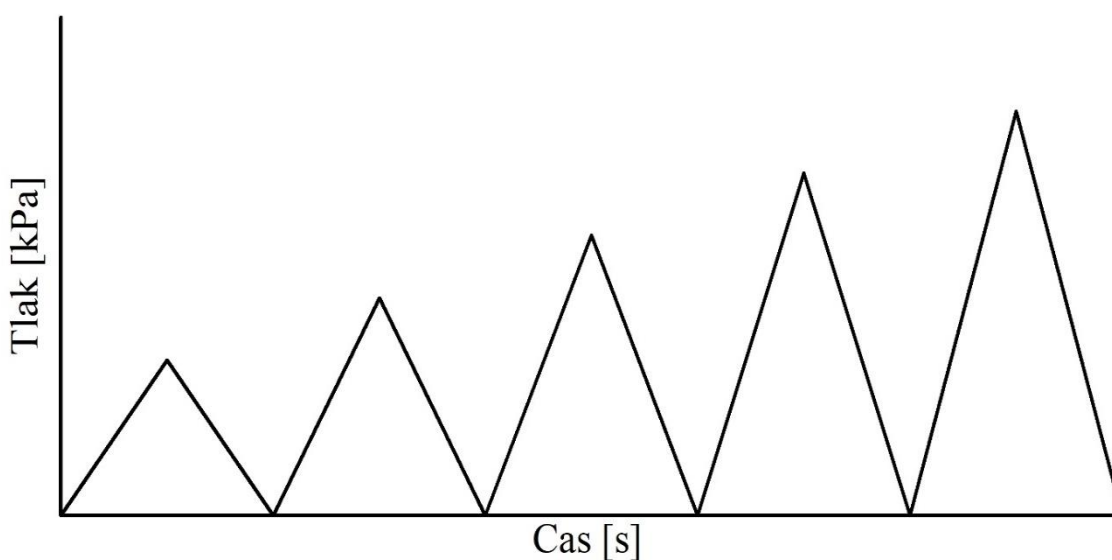
Obr. 44 Neelastické chování dvojvrstvy  $\text{Si}_3\text{N}_4 + \text{Al}$ , znázorněno pomocí linearizované rovnice. Odchylka nastává přibližně u tlaku 45 kPa.

Stejný vzorek byl poté zatížen znovu za stejných podmínek. Na Obr. 45 vidíme, že plastická deformace ve vzorku je již minimální a pro odtěžovací křivku vychází hodnoty Youngova modulu 53 GPa a reziduálního napětí 89 MPa, což dobře odpovídá odtěžovací křivce při prvním zatěžování. Al vrstva se tedy plastizuje pouze při prvním nafouknutí, během odtížení a dalšího nafouknutí je její chování v rámci přesnosti měření elastické.



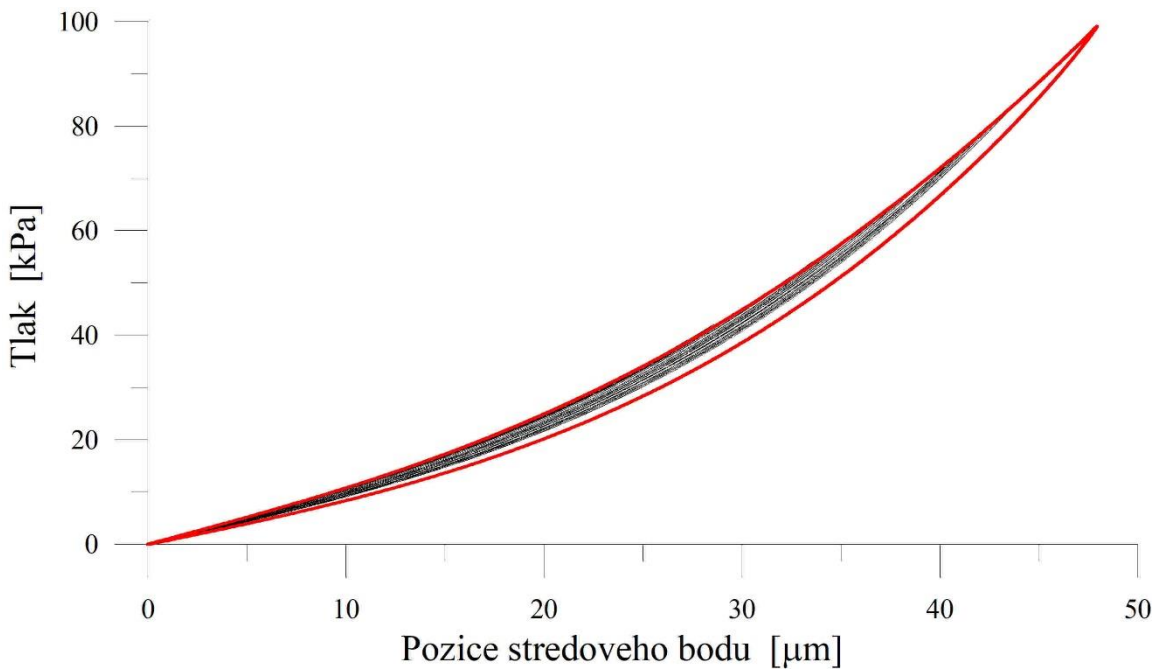
Obr. 45 Zatěžovací křivky stejného vzorku jako na Obr. 43 a 44 při druhém zatěžovacím cyklu.

Při dalším experimentu byl stejný vzorek typu 2x2 mm a tloušťkou 500 nm s napařenou vrstvou 1,78  $\mu\text{m}$  hliníku zatížen celkem třicetkrát, přičemž v každém cyklu bylo postupně dosaženo většího maximálního tlaku. Náčrt prvních několika cyklů vidíme na grafu na Obr. 46. Nejvyšší dosažený tlak byl 90 kPa. Identický druhý vzorek byl poté zatížen tlakem najednou až do cca 0,1 MPa. Výsledky jsou znázorněny na obr. 47. Z výsledků je zřejmé, že se reziduální pnutí v cyklovaném vzorku postupně snižuje s přibývajícím cykly. Tento fakt je znázorněn na černých křivkách na Obr. 47, jejichž směrnice se postupně snižuje, nebo na grafu na Obr. 48, kde je vidět, že reziduální napětí začíná klesat okolo patnáctého cyklu, kde maximální tlak dosáhl hodnoty okolo 45 kPa. Z grafu na obr. 48 je také opět patrné, že Youngův modul hliníkové vrstvy není možné přesně stanovit z měření, kdy je membrána zatížena jen malým tlakem. Zátěžná křivka získaná z identického vzorku, zobrazená červeně na Obr. 48, obaluje zátěžné křivky předchozích třiceti měření.

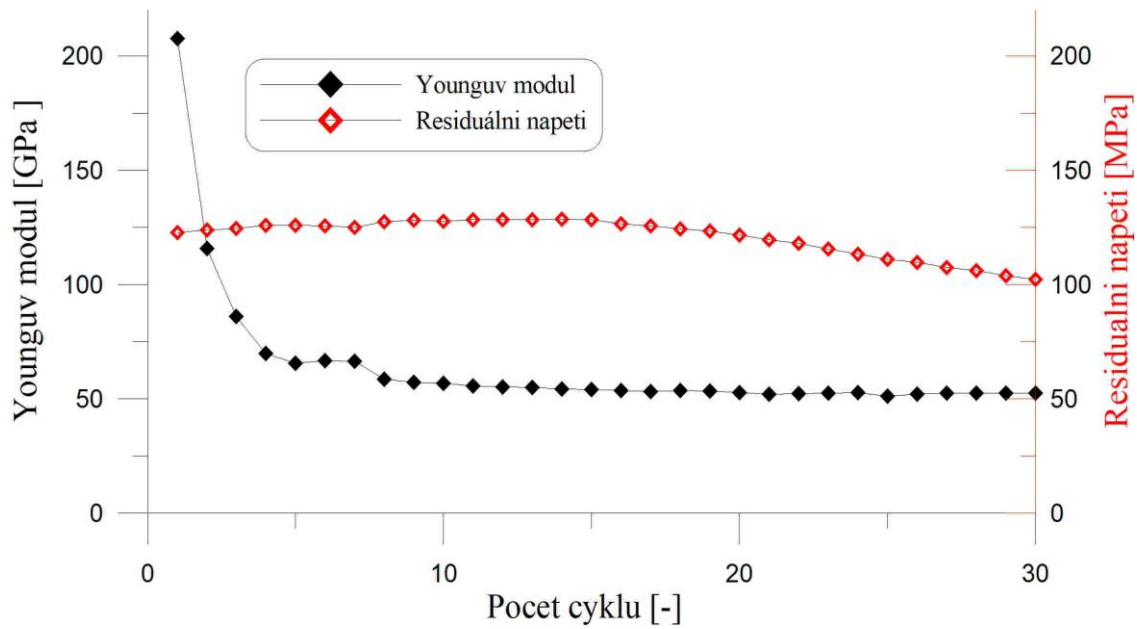


Obr. 46 Ukázka způsobu cyklování membrány.

Při vyhodnocení dat hliníku byly použity následující parametry:  $C_1 = 3.393$ ,  $C_2 = 1.844$ ,  $\nu_{Si_3N_4} = 0.25$ ,  $\nu_{Al} = 0.32$  [54],  $a = 1$  mm,  $t_{Si_3N_4} = 500$  nm,  $t_{Al} = 1,78$   $\mu\text{m}$ . Pro potřeby rovnice 22 byly nadále použity hodnoty vypočtené z předchozích měření pro samostatné membrány a to:  $E_{Si_3N_4} = 243$  GPa a reziduální napětí  $\sigma_0 = 156.6$  MPa.



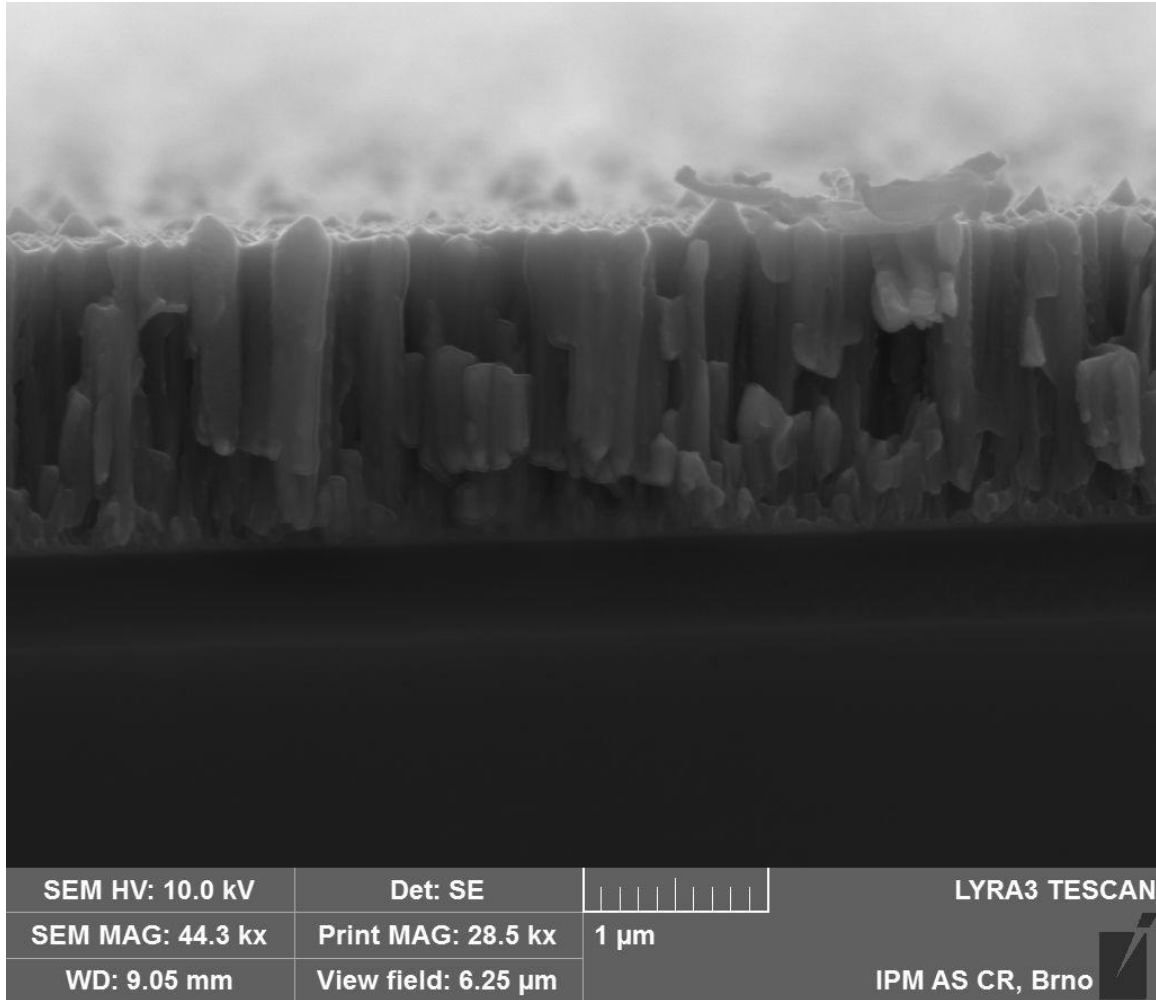
Obr. 47 Zátěžné křivky cyklovaného vzorku (černé) a zátěžná křivka identického vzorku zatíženého do 100 kPa (červená).



Obr. 48 Výsledky vyhodnocení každého cyklu naměřené na membráně s vrstvou hliníku.

#### 4.4.2.2. Titanová vrstva

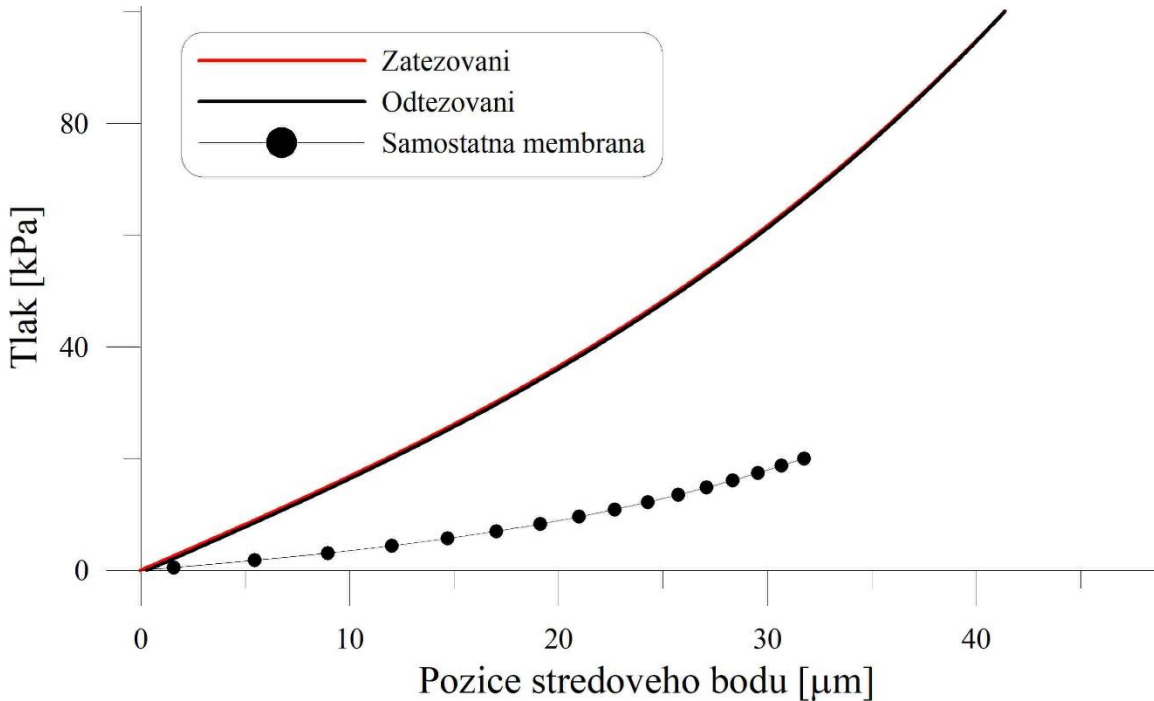
Další testovanou vrstvou byla vrstva čistého titanu o tloušťce 1,65  $\mu\text{m}$  připravená magnetronovou depozicí na stejném zařízení jako hliníková vrstva. Na Obr. 49 lze vidět tuto vrstvu po lomu. Je vidět, že Ti vrstva je tvořena kolumnárními růstovými zrny o průměru zhruba 100 nm. Lom je interkrystalický a není pozorována plasticita vrstvy, na rozdíl od hliníkové vrstvy.



Obr. 49 Fotografie lomu titanové vrstvy (nahore), Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> membrány (uprostřed) a monokrystalu křemíku (dole).

Na grafu na Obr. 50 vidíme zatěžovací a odtěžovací křivku Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> membrány 2×2 mm o tloušťce 200 nm s nanesenou vrstvou titanu o tloušťce 1,65  $\mu\text{m}$ . Na stejném grafu je také znázorněna zatěžovací křivka samostatné membrány pro porovnání. Lze vidět, že samostatná membrána se při tlaku 20 kPa prohne o více než 30  $\mu\text{m}$ , přičemž dvojvrstva se při stejném tlaku prohne jen asi o 10  $\mu\text{m}$ .

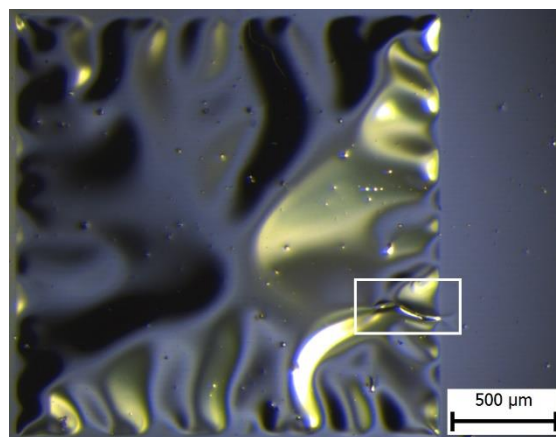
Z výsledů vychází, že Youngův modul titanové vrstvy odpovídá 74 GPa a tahové vnitřní pnutí cca 270 MPa. Při vyhodnocení dat titanové dvojvrstvy byly použity následující parametry:  $C_1 = 3.393$ ,  $C_2 = 1.844$ ,  $\nu_{Si_3N_4} = 0.25$ ,  $\nu_{Ti} = 0.34$  [55],  $a = 1$  mm,  $t_{Si_3N_4} = 200$  nm,  $t_{Ti} = 1,65$   $\mu$ m. Pro potřeby rovnice 22 byly nadále použity hodnoty vypočtené z předchozích měření pro samostatné membrány a to:  $E_{Si_3N_4} = 243$  GPa a residuální napětí  $\sigma_0 = 156,6$  MPa.



Obr. 50 Zatěžovací a odtěžovací křivky pro titanovou dvojvrstvu a zatěžovací křivka samostatné membrány.

#### 4.4.2.3 Ta-B-C vrstva

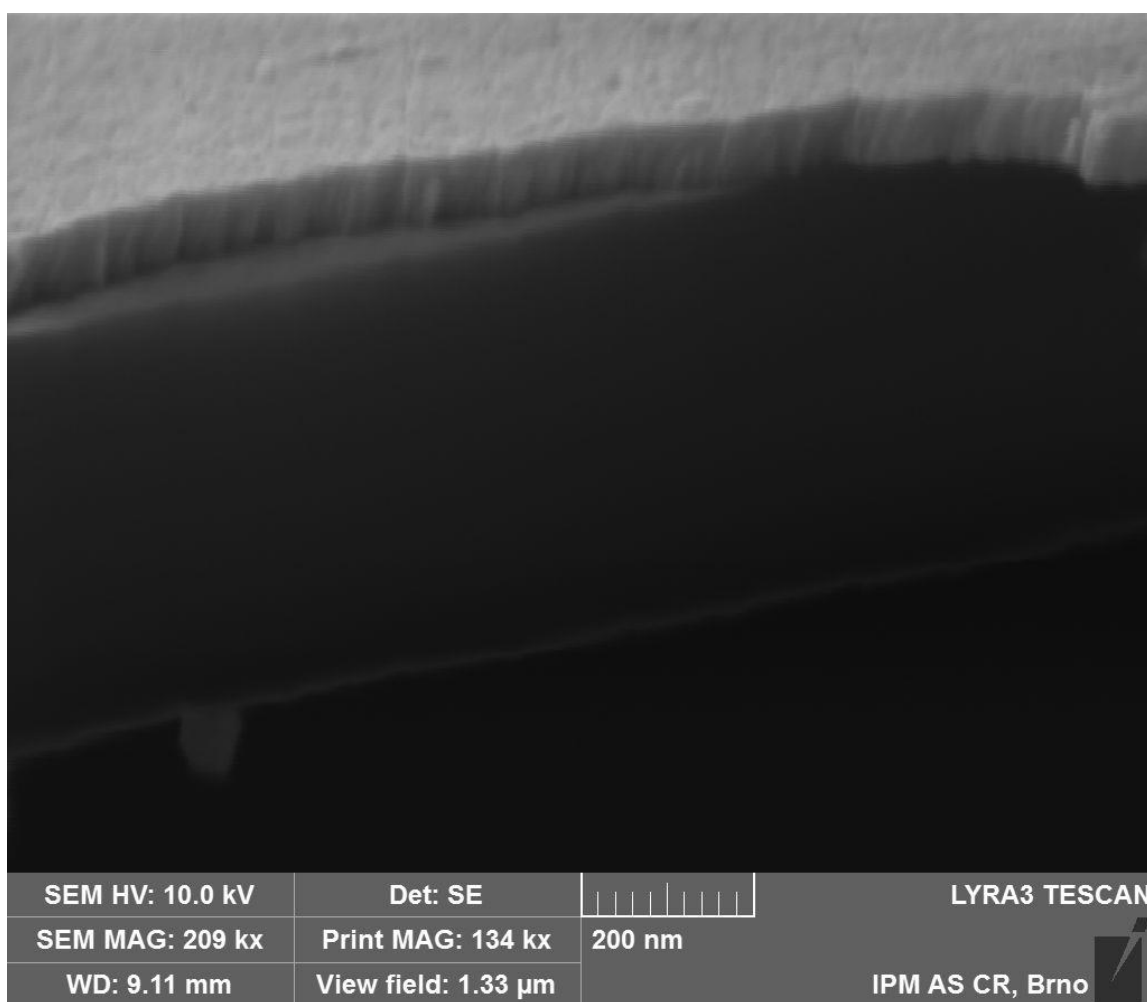
Poslední z testovaných dvojvrstev byla vrstva skládající se z tantalu, boru a uhlíku připravená Mgr. Pavlem Součkem, Ph.D. z Masarykovy Univerzity taktéž magnetronovým napařováním. Tato vrstva obsahuje velké kompresní pnutí, které vede k destrukci membrány již při její přípravě. Proto se ze tří napařených vzorků dochoval pouze jeden na testování. Pokud kompresní reziduální pnutí napařené vrstvy překoná tahové reziduální pnutí v podkladové vrstvě, membrána se zvrásní, z mechanického pohledu se jedná o vzpěr. Takové zvrásnění lze vidět na Obr. 51, tloušťka Ta-B-C



Obr. 51 Zvrásněný povrch membrány.

vrstvy byla v tomto případě 1  $\mu\text{m}$ . Vrstva s takto poškozeným povrchem se nedá vyhodnotit kvůli velkému zakřivení povrchu v některých místech a ztrátě interferometrického signálu. Navíc při testu vrstvy došlo k lomu v místě velkého zvrásnění. Toto místo je na obrázku označeno bílým obdélníkem.

Následně byl připraven další vzorek, kde tloušťka Ta-B-C vrstvy byla podstatně menší, aby celkové reziduální napětí dvojvrstvy bylo tahové. Na Obr. 52 je fotka lomu membrány s touto vrstvou.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  membrána měla tloušťku 500 nm, tloušťka Ta-B-C vrstvy byla změřena ze snímku na Obr. 53 jako  $85 \pm 5$  nm. Z obrázku je také zřejmé, že adheze mezi  $\text{Si}_3\text{N}_4$  membránou a vrstvou není dobrá; v levé části snímku byla při lomu část vrstvy sloupnuta z membrány, v pravé části snímku naopak membránu přesahuje; v obou případech došlo k oddělení vrstvy od membrány.

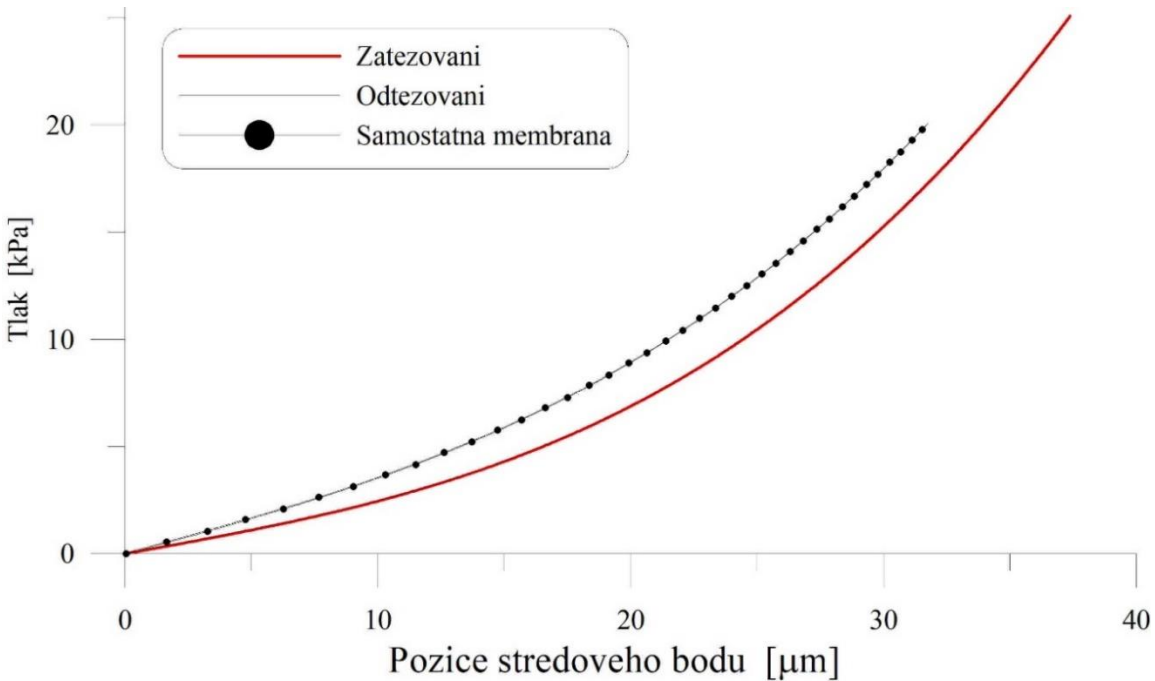


Obr. 52 Vrstva Ta-B-C (světlá) a  $\text{Si}_3\text{N}_4$  membrána (tmavší).

Na grafu na Obr. 53 je zobrazena zatěžovací a odtěžovací křivka testované dvouvrstvy. Je zřejmé, že odtěžovací a zatěžovací křivky se překrývají, dá se tedy soudit, že dvouvrstva se chová čistě elasticky. V grafu je také znázorněna zatěžovací křivka samostatné membrány. Tato křivka má na počátku větší směrnici, z čehož se dá usoudit, že celkové



tahové residuální napětí v membráně je větší než v případě dvojvrstvy. Již z tohoto je možné zjistit, že nadeponovaná vrstva má tlakové residuální napětí. Stejně lze uvažovat v případě grafu na Obr. 50, kde je vidět velký nárůst celkového residuálního napětí.



Obr. 53 Zatěžovací a odtěžovací křivky pro Ta-B-C dvojvrstvu a samostatné membrány.

Vyhodnocením zatěžovací křivky Ta-B-C a  $\text{Si}_3\text{N}_4$  membrány bylo zjištěno, že biaxiální modul pružnosti Ta-B-C vrstvy odpovídá přibližně 627 GPa. Je dobré poznamenat, že všechny ostatní hodnoty uvedené v této práci se týkají modulu pružnosti v tahu, nikoli biaxiálního, jako je v tomto případě. Důvod spočívá ve znalosti, či možnosti odhadnutí Poissonova poměru známých materiálů, jako je hliník a titan. U této vrstvy není Poissonův poměr znám. Residuální napětí ve vrstvě dosahuje hodnoty přibližně  $-172$  MPa. Jedná se tedy o tlakové residuální napětí.

## 5. Diskuse

V rámci diplomové práce bylo sestaveno experimentální zařízení pro provádění zkoušek tzv. Bulge testu a bylo provedeno celkem 165 měření na různých typech membrán. Přesnější popis se nachází v tabulce 3. Diskuse bude rozdělena do jednotlivých kategorií, které se zabývají různými částmi experimentu.

### 5.1. Experimentální zařízení

Zařízení pro testování tenkých vrstev metodou Bulge test bylo úspěšně postaveno ve spolupráci s Ústavu přístrojové techniky Akademie věd České republiky, v.v.i. Přesnější popis přístroje je popsán v kapitole 4.1. Experimentální přístroj se skládá z pumpy, která stlačuje pneumický píst. Vzniklý tlak je hadičkou přiváděn do středového dílu sestavy, na kterém je připevněn vzorek a tlakoměr. Změna tvaru vzorku je měřena interferometrickým systémem Twymanova-Greenova typu, který byl sestaven speciálně pro toto použití. Celý systém je sestaven na anti vibračním stole a uzavřen v boxu, který tlumí vibrace přenášené vzduchem. Celý systém je propojen s počítačem a po manuálním usazení vzorku a zaostření optických částí lze celé měření provést automaticky. V celém průběhu měření se také zaznamenává okolní tlak, teplota a vlhkost vzduchu. Z těchto hodnot se nadále dá spočítat index lomu vzduchu.

V průběhu vývoje přístroje došlo k následujícím změnám:

- U původně používaného tlakoměru od firmy CRESSTO docházelo ke zpoždění, což mělo významný vliv na výsledky měření. Tlakoměr byl odeslán výrobci, který zpoždění odesílání dat do systému snížil. V rámci zpřesnění měření však bylo rozhodnuto o nákupu zcela nového tlakoměru od fy Keller-Druck, který je přesnější, má větší rozsah měřených hodnot a již nedochází ke zpoždění.
- Změna tlakoměru si vyžádala i výrobu nového středového dílu sestavy.
- Objektiv Zeiss byl vyměněn za objektiv Nikon, který dokáže soustředit i více odchýlené svazky na čip kamery.
- Zprvu používané uchycení vzorků mezi dvě teflonová těsnění a matrice se neosvědčilo, přešlo se tedy na lepení vzorků přímo na nerezový držák.
- Došlo k několika změnám v konstrukci přístroje, které vedly ke zvýšení tuhosti a usnadnění polohovatelnosti jednotlivých dílů, jako je například polohovatelný stolek, který drží střední díl přístroje nebo možnost naklánění kamery.
- Byly vyrobeny různé součásti sestavy podmiňující funkci přístroje, jako jsou přechodky mezi různými typy závitů, ukotvení pístu do pumpy apod.

## 5.2. Nejistota měření

Nejistota měření bude spočítána z největšího statistického souboru, který je k dispozici – měření na membránách 2×2 mm.

### 5.2.1. Nejistota typu A

Nejistota typu A je ve své podstatě statistické zpracování opakovaně měřených údajů. Udává tedy rozptyl měření a je nejčastěji charakterizovaná směrodatnou odchylkou. Nejprve se spočítá aritmetický průměr výsledků měření  $\bar{x}$ :

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i. \quad (23)$$

Po zjištění aritmetického průměru výsledků měření se dle rovnice 24 spočítá směrodatná odchylka:

$$\Delta_{Ax} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (24)$$

Nejistota měření typu A pro Youngův modul je  $\Delta_{AE} = 0.7$  GPa a pro reziduální napětí  $\Delta_{A\sigma} = 1,4$  MPa. Relativní nejistota Youngova modulu a reziduálního napětí je v tomto případě 0,3% a 0,8% respektive.

### 5.2.2. Nejistota typu B

Nejistota typu B je způsobena známými nebo odhadnutelnými chybami veličin, které vstupují do výpočtu hledané veličiny při nepřímém měření, a ovlivňují tak systematicky chybu v určení hledané veličiny. Vliv jednotlivých příspěvků těchto chyb na konečný výsledek lze vypočítat podle zákona šíření chyb. Pokud je hledaná veličina  $V$  vypočtená pomocí parametrů  $X, Y \dots$  (tedy  $V = f(X, Y, \dots)$ ) a lze odhadnout absolutní chyby v určení těchto parametrů  $\Delta X, \Delta Y, \dots$ , absolutní chybu veličiny  $V$  lze vypočítat jako:

$$\Delta V = \sqrt{\left(\frac{\partial V}{\partial X} \Delta X\right)^2 + \left(\frac{\partial V}{\partial Y} \Delta Y\right)^2 + \dots} \quad (25)$$

Tento výpočet je dále uveden pro případ reziduálního napětí a Youngova modulu.

Nejprve se z rovnice 10.1 vyjádří reziduální pnutí  $\sigma_0$  jako:

$$\sigma_0 = \left[ p - C_2 \frac{Etw_0^3}{a^4(1-\nu)} \right] \frac{a^2}{C_1tw_0} = \frac{pa^2}{C_1tw_0} - \frac{C_2Ew_0^2}{C_1a^2(1-\nu)}. \quad (26)$$

Koeficienty citlivosti pro reziduální pnutí jsou tedy:

$$\frac{\partial \sigma_0}{\partial p} = \frac{a^2}{C_1tw_0}, \quad (27.1)$$

$$\frac{\partial \sigma_0}{\partial w_0} = -\frac{pa^2}{C_1 t w_0^2} - \frac{C_2 E w_0}{C_1 a^2 (1 - \nu)}, \quad (27.2)$$

$$\frac{\partial \sigma_0}{\partial t} = -\frac{pa^2}{C_1 t^2 w_0}, \quad (27.3)$$

$$\frac{\partial \sigma_0}{\partial a} = \frac{2pa^2}{C_1 t w_0} + \frac{2C_2 E w_0^2}{C_1 a^3 (1 - \nu)}, \quad (27.4)$$

standartní nejistota typu B reziduálního napětí je pak:

$$\Delta_{B\sigma_0} = \sqrt{\left(\frac{\partial \sigma_0}{\partial p} \Delta p\right)^2 + \left(\frac{\partial \sigma_0}{\partial w_0} \Delta w_0\right)^2 + \left(\frac{\partial \sigma_0}{\partial t} \Delta t\right)^2 + \left(\frac{\partial \sigma_0}{\partial a} \Delta a\right)^2}, \quad (28)$$

kde  $\Delta p$  je nejistota měření tlaku,  $\Delta w_0$  je nejistota měření průhybu,  $\Delta t$  je nejistota tloušťky membrány a  $\Delta a$  je nejistota poloviny šířky okénka.

Závislost Youngova modulu vyjádříme jako:

$$E = \left(p - C_1 \frac{\sigma_0 t w_0}{a^2}\right) \frac{a^4 (1 - \nu)}{C_2 t w_0^3} = \frac{pa^4 (1 - \nu)}{C_2 t w_0^3} - \frac{C_1 \sigma_0 a^2 (1 - \nu)}{C_2 w_0^2}. \quad (29)$$

Koeficienty citlivosti pro Youngův modul jsou tedy:

$$\frac{\partial E}{\partial p} = \frac{a^4 (1 - \nu)}{C_2 t w_0^3}, \quad (30.1)$$

$$\frac{\partial E}{\partial w_0} = \frac{3pa^4 (1 - \nu)}{C_2 t w_0^4} + \frac{2C_1 \sigma_0 a^2 (1 - \nu)}{C_2 w_0^3}, \quad (30.2)$$

$$\frac{\partial E}{\partial t} = -\frac{pa^4 (1 - \nu)}{C_2 t^2 w_0^3}, \quad (30.3)$$

$$\frac{\partial E}{\partial a} = \frac{3pa^3 (1 - \nu)}{C_2 t w_0^3} - \frac{2C_1 \sigma_0 a (1 - \nu)}{C_2 w_0^2}, \quad (30.4)$$

standartní nejistota typu B Youngova modulu je pak:

$$\Delta_{BE} = \sqrt{\left(\frac{\partial E}{\partial p} \Delta p\right)^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial w_0} \Delta w_0\right)^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial t} \Delta t\right)^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial a} \Delta a\right)^2}. \quad (31)$$

Jednotlivé nejistoty jsou značeny stejně jako u nejistoty reziduálního napětí.

Nejistota měření tlaku pro tlakoměr od fy Keller-Druck s.r.o. je 0,05% z rozsahu 300 kPa, tedy  $\Delta p = 150$  Pa. Nejistota měření průhybu je odhadnuta na  $\lambda/8$  pro vlnovou délku  $\lambda = 633$  nm, tedy  $\Delta w_0 = 80$  nm. Nejistota tloušťky membrány je odhadnuta jako  $\Delta t = 10$  nm a nejistota poloviny šířky membrány jako  $\Delta a = 5$   $\mu$ m.

Pro  $a = 1$  mm,  $t = 500$  nm,  $E = 246$  GPa,  $\sigma_0 = 169$  MPa,  $\nu = 0.27$ ,  $C_1 = 3,393$ ,  $C_2 = 1,83$  a zvolený průhyb středu membrány 23  $\mu$ m při tlaku 10,05 kPa.

Jednotlivé příspěvky pro standartní nejistotu typu B reziduálního napětí pak vychází:

$$\left|\frac{\partial \sigma_0}{\partial p} \Delta p\right| = 3,8 \text{ MPa} \quad \left|\frac{\partial \sigma_0}{\partial w_0} \Delta w_0\right| = 1,6 \text{ MPa} \quad \left|\frac{\partial \sigma_0}{\partial t} \Delta t\right| = 5,3 \text{ MPa} \quad \left|\frac{\partial \sigma_0}{\partial a} \Delta a\right| = 3,6 \text{ MPa}.$$

Celková absolutní standartní nejistota typu B pro reziduální napětí je potom  $\Delta_{B\sigma_0} = 7,6$  MPa, relativní 4,5%.

Jednotlivé příspěvky standartní nejistoty typu B Youngova modulu vycházejí:

$$\left|\frac{\partial E}{\partial p} \Delta p\right| = 9,8 \text{ MPa} \quad \left|\frac{\partial E}{\partial w_0} \Delta w_0\right| = 4 \text{ MPa} \quad \left|\frac{\partial E}{\partial t} \Delta t\right| = 13,6 \text{ MPa} \quad \left|\frac{\partial E}{\partial a} \Delta a\right| = 7,8 \text{ MPa}.$$

Celková absolutní standartní nejistota typu B Youngova modulu tedy je  $\Delta_{BE} = 18,9$  GPa, relativní 7,7%.

Celkovou kombinovanou nejistotu, kdy se bere v úvahu nejistota typu A i B, lze vypočítat ze vzorce:

$$\Delta_{Cx} = \sqrt{\Delta_{Ax}^2 + \Delta_{Bx}^2}. \quad (32)$$

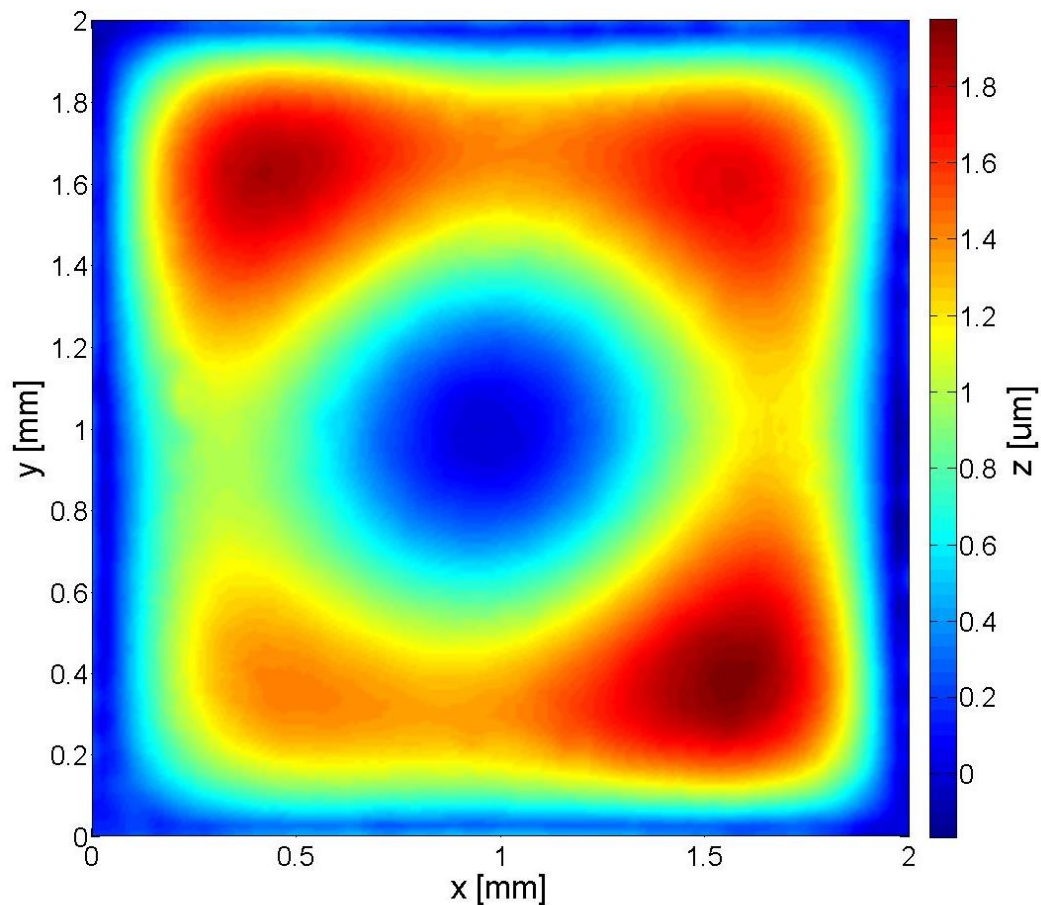
Kombinovaná absolutní nejistota pro Youngův modul  $\Delta_{CE}$  vychází 18,9 GPa. Kombinovaná relativní nejistota Youngova modulu je přibližně 7.6 %.

Kombinovaná absolutní nejistota pro reziduální napětí  $\Delta_{C\sigma_0}$  vychází 7,7 MPa. Kombinovaná relativní nejistota reziduálního napětí je přibližně 4.5 %.

### 5.3. Srovnání matematických modelů tvarů membrány s experimentem

V kapitole 3.2.4. byly diskutovány analytické rovnice související s metodou Bulge testu. V této kapitole bude srovnána přesnost dvou matematických modelů popisující tvar povrchu membrány při zatěžování tlakem. Jedná se o první a nejjednodušší model zapsaný rovnicí 8.1 a o poslední a nejpřesnější model, který se v literatuře vyskytuje popsán rovnicí 14.1. Všechna následující data jsou vzata z experimentů na samostatných membránách o rozměrech  $2 \times 2$  mm, tloušťce 500 nm při maximálním tlaku.

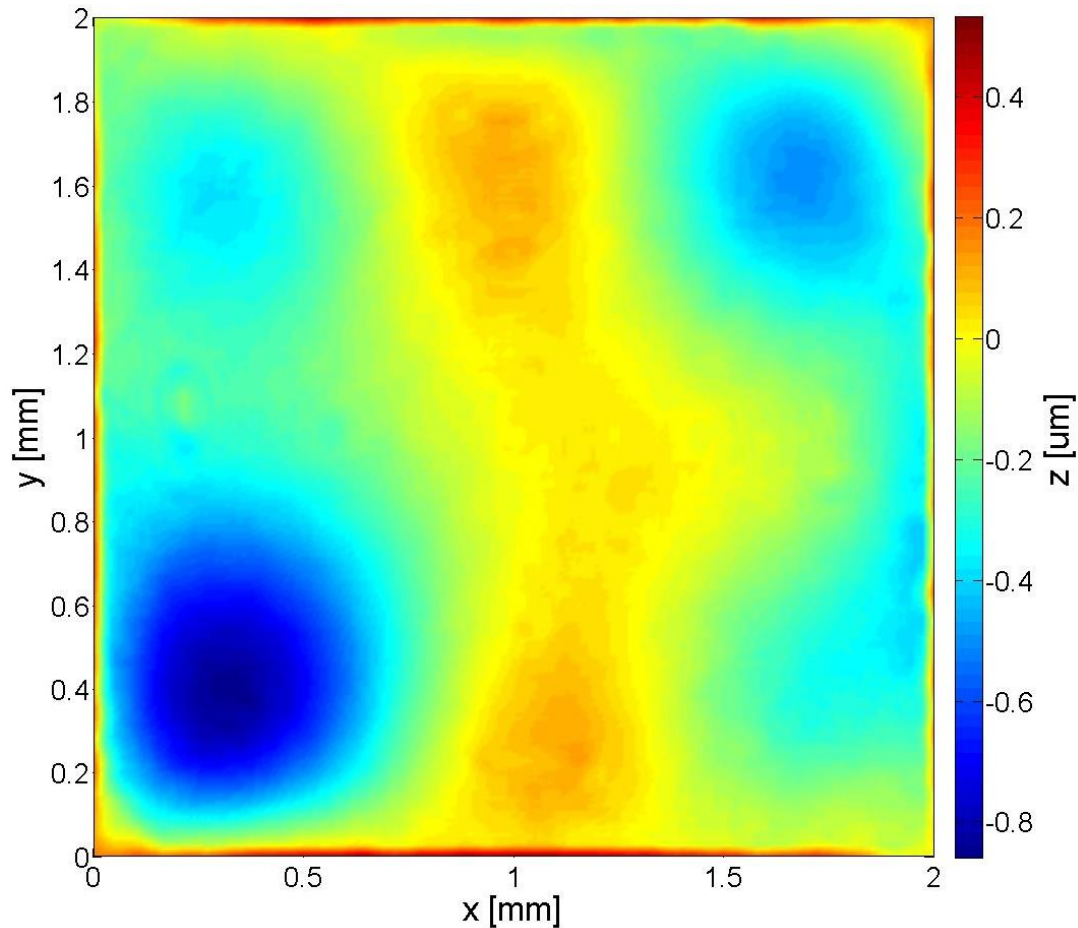
Na grafu na Obr. 54 lze vidět rozdíl v souřadnici  $z$  mezi experimentálními daty a matematickým modelem dle rovnice 8.1.



Obr. 54 Rozdíl mezi experimentálními daty a modelem z rovnice 8.1.

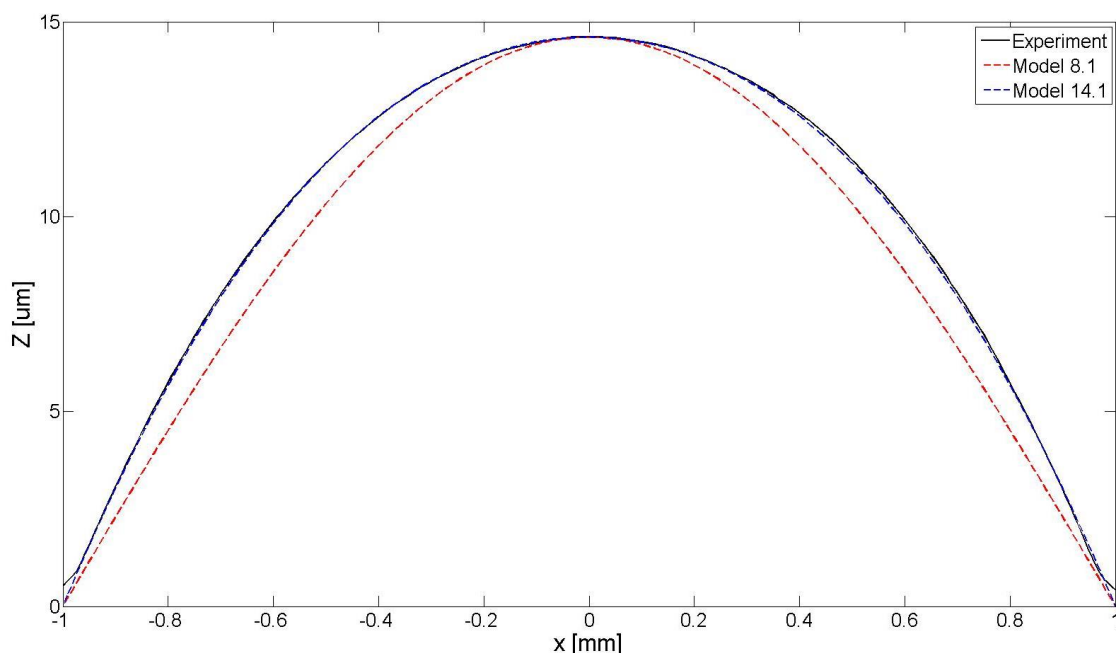
Z Obr. 54 je dobře patrné, že model dosahuje malých až nulových odchylek při okraji membrány a ve střední části. Na druhou stranu v místech, která jsou vzdálena od kraje přibližně o 0,4 mm, leží experimentální data až o přibližně  $1,9 \mu\text{m}$  (cca 15%) výše než matematický model.

Na Obr. 55 je vidět rozdíl experimentálních dat a matematického modelu dle rovnice 14.1. Velikost konstant  $w_1$  a  $w_2$  je 0,4 a 1,16 respektive [42].



Obr. 55 Rozdíl mezi experimentálními daty a modelem z rovnice 14.1.

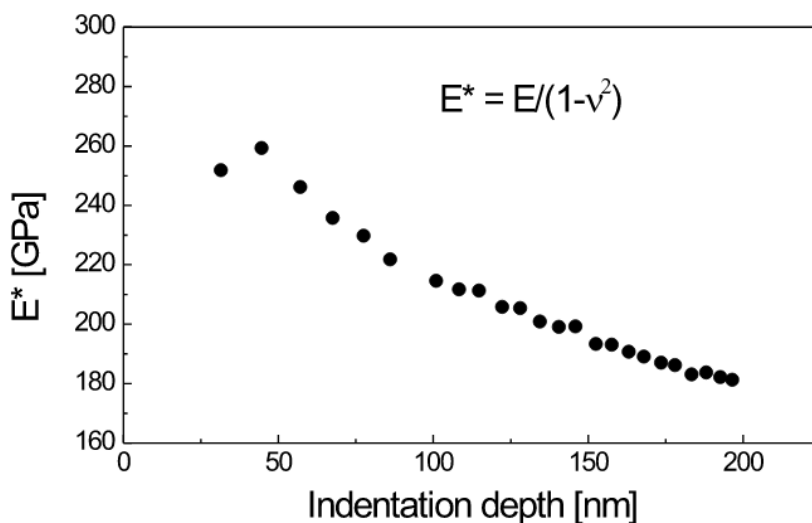
Z grafu na Obr. 55 lze vidět, že rozdíl mezi experimentálními daty a matematickým modelem dle rovnice 14.1. se oproti Obr. 54 výrazně zmenšil. Největší odchylky se nacházejí u okrajů, kde experimentální data leží výše než matematický model. Naopak v levém dolním rohu leží experimentální data přibližně  $0,8 \mu\text{m}$  pod matematickým modelem. Je ovšem bez pochyb, že matematický model dle rovnice 14.1. přesněji popisuje experimentální data. Na grafu na Obr. 56 je vidět srovnání průřezu membránou přes středový bod rovnoběžný s osou  $x$  z experimentu a obou matematických modelů. Lze vidět, že novější model (modrá přerušovaná čára) se překrývá s experimentálními daty (černá plná čára) prakticky na celém definičním oboru. Starší model (červená přerušovaná čára) se od experimentálních dat liší poměrně výrazně.



Obr. 56 Srovnání obou modelů s experimentálními daty – průřez středem membrány.

#### 5.4. Samostatné membrány Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

Většina měření se zabývala měřením samostatných membrán Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, jelikož jsou v literatuře nejlépe popsány a je možné je komerčně zakoupit. Největší počet měření byl proveden na membránách 2×2 mm a tloušťce 500 nm. Z grafu na Obr. 41 vyplývá, že průměrná hodnota Youngova modulu je 246 GPa. Pro ověření těchto hodnot byl doc. RNDr. Vilmou Buršíkovou, Ph.D. proveden nanoindentační test na půdě Masarykovy univerzity. Výsledky tohoto testu jsou zobrazeny na grafu na Obr. 57.



Obr. 57 Vyhodnocení nanoindentační zkoušky.



Obr. 57 ukazuje, že měřená hodnota indentačního modulu závisí na hloubce vpichu indentoru. To je známý artefakt, který se u nanoindentačního testu pravidelně vyskytuje. V literatuře se uvádí orientační pravidlo (viz. kapitola 3.1.1.), které doporučuje neuvažovat hodnoty elastického modulu ze zkoušek, kdy hloubka vpichu indentoru je větší než 1/10 tloušťky vrstvy. Tloušťka testované membrány byla 500 nm, proto byly použity pouze hodnoty pro hloubku vpichu menší nebo rovné 50 nm. Pokud podle vzorce uvedeného v grafu je spočítán Youngův modul pro stejný Poissonův poměr, jako byl použit pro vyhodnocení vlastností membrán pomocí Bulge testu ( $\nu = 0,27$ ), je výsledek 244 GPa. Tento výsledek je ve vynikající shodě s výsledkem získaným pomocí Bulge testu (246 GPa) a ověřuje správnost měření a vyhodnocení tohoto elastického parametru. Výsledky je možné srovnat i s údaji v literatuře (Tabulka 6).

Tabulka 6 Změřené hodnoty Youngova modulu pro membrány  $\text{Si}_3\text{N}_4$  různými autory

Hodnota Youngova modulu [GPa]	Autor
$225 \pm 10$	[46]
$255 \pm 5$	[56]
$217 \pm 14$	[57]
$222 \pm 3$	[48]

Měření provedené v této práci na membránách  $5 \times 5$  mm a 500 nm tloušťky vykazují prakticky stejnou hodnotu Youngova modulu, okolo 250 GPa. Rozdíly mezi údaji v tabulce 6 mohou být způsobeny rozdílnými parametry přípravy, které mohou vést např. k porušení stechiometrického poměru atomů Si a N membrány.

Reziduální napětí výrazně závisí na způsobu výroby, zejména na teplotě depozice. Proto zde není uvedeno srovnání s literaturou. Výrobce membrán (Norcada Inc.) uvádí, že námi nakoupené membrány mají reziduální napětí nižší než 250 MPa, což všechna provedená měření potvrzují.

### 5.5. Dvojvrstva s hliníkem

Hodnota Youngova modulu hliníkové vrstvy (54 GPa) měřené v této práci je o něco nižší než uváděné hodnoty měřené na objemových vzorcích standartní zkouškou v tahu (typická hodnota 69 GPa). Tento fakt se dá vysvětlit několika možnostmi. Prvním z nich je možná přítomnost pórů a jiných defektů ve vrstvě připravené naprašováním, které mohou hodnotu elastického modulu snižovat. Další možností vysvětlení je změna velikosti Youngova modulu v závislosti na krystalografické orientaci zrn. Podle Mwema [58] roste hliník na substrátu z křemíku preferenčně v orientaci  $\langle 111 \rangle$ ; v tomto směru má Youngův modul nejvyšší hodnotu. Během Bulge testu je membrána podrobena biaxiálním tahovým napětím kolmo na tuto orientaci a je proto možné očekávat nižší průměrný Youngův modul, než je běžná hodnota pro materiál bez textury.

### 5.6. Dvojvrstva s titanem

Podobně jako v předchozí podkapitole, hodnoty Youngova modulu titanu (74 GPa) jsou také nižší než je typická udávaná hodnota pro Ti (110 GPa). Z fotky na Obr. 50 vidíme,

že se ve struktuře skutečně dutiny objevují a vrstva je charakterizována silně kolumnárními krystaly. Preferovaná orientace růstu titanového filmu na  $\text{Si}_3\text{N}_4$  je ve směru  $\langle 100 \rangle$  [59].

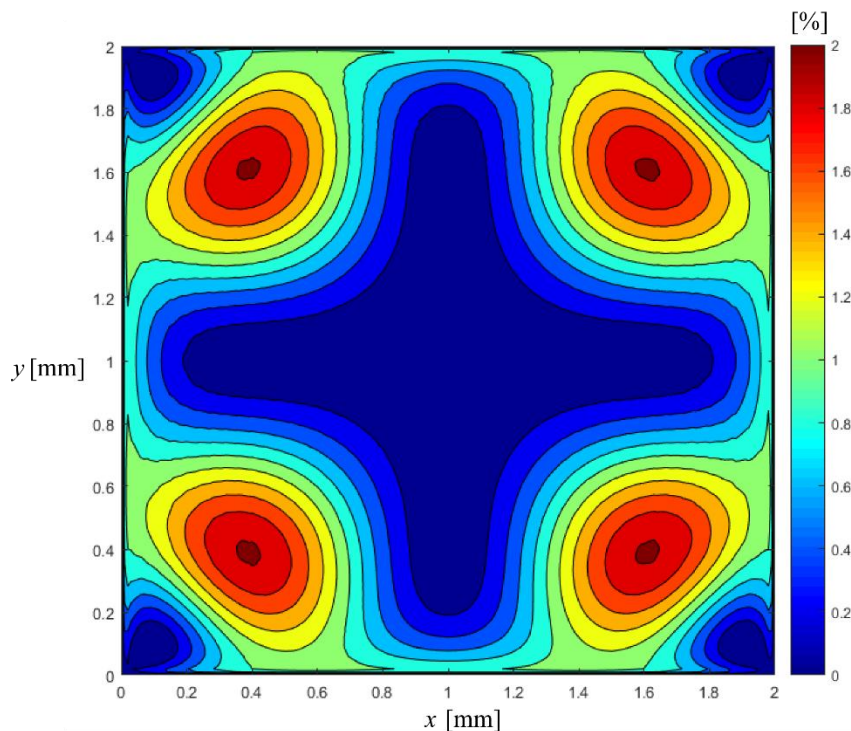
### 5.7. Dvojvrstva s Ta-B-C

U této vrstvy byl naměřen biaxiální modul pružnosti o velikosti 627 GPa. Výrobce membrány v jednom ze svých článků uvádí Youngův modul o velikosti  $320 \pm 20$  GPa [60]. Bohužel Poissonův poměr membrány není znám, ale ze vztahu mezi Youngovým modulem a biaxiálním modulem můžeme odhadnout, že by musel být blízký hodnotě 0,5, pokud jsou obě měření správná. Výrobce vrstvy stále upravuje postup výroby těchto velmi perspektivních nanokompozitních vrstev a proto je možné, že nám dodaná vrstva a vrstva měřená v práci [60] měly odlišné vlastnosti.

Přítomnost tlakových napětí je jasná z měření a byla také potvrzena výrobcem.

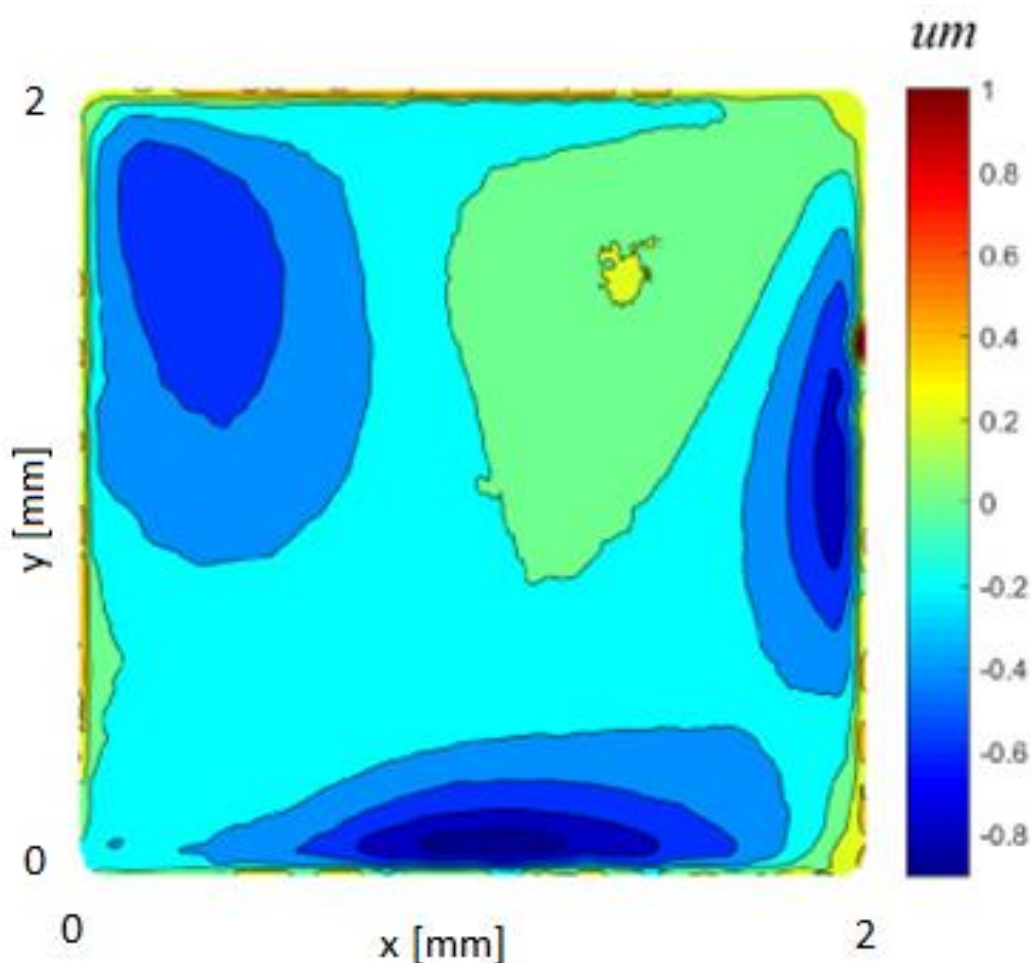
### 5.8. MKP analýza

Analýza pomocí metody konečných prvků nebyla předmětem této práce, byla však provedena na experimentech provedených v této práci v rámci celého projektu Hectorem A. Tinocem na Ústavu fyziky materiálů. Byl vyvinut model popisující jak samostatnou membránu, tak membránu s dvojvrstvou. Na Obr. 58 je znázorněna relativní chyba mezi MKP modelem membrány  $2 \times 2$  mm o tloušťce 500 nm nafouknutou do 9,57 kPa a matematickým modelem z rovnice 14.1. Z grafu je dobře vidět, že obě aproximace povrchu membrány se velice dobře shodují v centrální části membrány, kde dosahují chyby pod 0,2 %, největší chyba se nachází blízko rohů membrány, kde lokálně dosahuje chyba až 2 %.



Obr. 58 Relativní chyba srovnání MKP modelu s matematickým modelem z rovnice 14.1.

Na Obr. 59 je vidět srovnání stejných experimentálních dat, jako byly použity v předchozím případě. Maximální chyba zde dosahuje 1  $\mu\text{m}$  v pravé části membrány. Lze ovšem vidět, že chyba je lokalizovaná do malé oblasti, a proto je považována za chybu měření. V ostatních částech membrány, obzvláště pak ve střední oblasti, je chyba velmi blízká 0.



Obr. 59 Rozdíl mezi experimentálními daty a MKP modelem.

### 5.9. Budoucnost projektu

Na základě požadavků souvisejících s touto metodou se začaly ve spolupráci s Ústavem přístrojové techniky vyrábět membrány  $\text{Si}_3\text{N}_4$  speciálně pro účel Bulge testu. Část membrán bude mít poměr stran 4:1, což by mělo umožnit další a hlubší studium plasticity v tenkých vrstvách. Do budoucna se uvažuje o přidání ventilů do sestavy, které by umožnily cyklické zatěžování vrstev. V tuto chvíli je však konstrukce přístroje ukončena a většina času je věnována na zpracování naměřených dat, v prvé řadě modelování pomocí MKP.

## 6. Závěr

Cíle diplomové práce byly splněny ve všech bodech:

- Konstrukce zařízení pro Bulge test byla úspěšně ukončena;
- Zařízení bylo úspěšně uvedeno do provozu;
- Výsledky ověřovacích testů svědčí o velmi dobré reprodukovatelnosti měření; měřené veličiny (biaxiální modul a reziduální napětí) jsou měřeny se střední odchylkou 2,2% v případě biaxiálního modulu a 6,2% v případě reziduálního napětí;
- Testy s komerčními membránami byly úspěšně provedeny a byly určeny mechanické vlastnosti samostatných  $\text{Si}_3\text{N}_4$  membrán:
  - biaxiální modul = 337 GPa,
  - Youngův modul = 246 GPa (uvažován Poissonův poměr = 0,27),
  - reziduální napětí = 169 MPa;
- Uvedené výsledky jsou ve velmi dobrém souladu s literaturou, s údaji uváděnými výrobcem a i s ověřujícím nanoindentačním experimentem;
- Dvojvrstva  $\text{Si}_3\text{N}_4$  a Al byla úsměšně změřena a vyhodnocena.
- V rámci vývoje této metody bylo vydáno několik publikací, viz Příloha I.

Navíc bylo uděláno:

- Testy na dvojvrstvě  $\text{Si}_3\text{N}_4$  a Ti a jejich vyhodnocení;
- Testy na dvojvrstvě  $\text{Si}_3\text{N}_4$  a Ta-B-C a jejich vyhodnocení;

## Seznam použitých zdrojů

- [1] M. Koç, E. Billur, and Ö. N. Cora, “An experimental study on the comparative assessment of hydraulic bulge test analysis methods,” *Mater. Des.*, vol. 32, no. 1, pp. 272–281, Jan. 2011.
- [2] K. Yoshida, “Evaluation of Stress and Strain Measurement Accuracy in Hydraulic Bulge Test with the Aid of Finite-element Analysis,” *ISIJ Int.*, vol. 53, no. 1, pp. 86–95, 2013.
- [3] J. Mulder, H. Vegter, H. Aretz, and A. H. van den Boogaard, “Accurate Evaluation Method for the Hydraulic Bulge Test,” *Key Eng. Mater.*, vol. 554–557, pp. 33–40, 2013.
- [4] J. Káňa, B. Mašek, and K. Rubešová, “Measuring Material Properties of Metal Foils Using Bulge Test Method,” *Procedia Eng.*, vol. 100, pp. 861–867, Jan. 2015.
- [5] E. Spišák and J. Majerníková, “A Study of Thickness Change of Spherical Cup Made from TRIP Steel after Hydraulic Bulge Test,” *Key Eng. Mater.*, vol. 635, pp. 157–160, 2015.
- [6] D. Mordehai, M. Kazakevich, D. J. Srolovitz, and E. Rabkin, “Nanoindentation size effect in single-crystal nanoparticles and thin films: A comparative experimental and simulation study,” *Acta Mater.*, vol. 59, no. 6, pp. 2309–2321, Apr. 2011.
- [7] C. P. Frick, S. Orso, and E. Arzt, “Loss of pseudoelasticity in nickel–titanium sub-micron compression pillars,” *Acta Mater.*, vol. 55, no. 11, pp. 3845–3855, Jun. 2007.
- [8] A. Lawley and S. Schuster, “Preparation and Tensile Testing of Thin Metal Foils of Rolled Material,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 33, no. 11, pp. 1178–1180, Nov. 1962.
- [9] D. Y. W. Yu and F. Spaepen, “The yield strength of thin copper films on Kapton,” *J. Appl. Phys.*, vol. 95, no. 6, pp. 2991–2997, Mar. 2004.
- [10] G. Ensell, “Free standing single-crystal silicon microstructures,” *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 5, no. 1, p. 1, 1995.
- [11] L. J. Vandeperre, X. Wang, and A. Atkinson, “Measurement of mechanical properties using slender cantilever beams,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 36, no. 8, pp. 2003–2007, Jul. 2016.
- [12] S. W. Han *et al.*, “Mechanical properties of Au thin film for application in MEMS/NEMS using microtensile test,” *Curr. Appl. Phys.*, vol. 6, pp. e81–e85, Aug. 2006.
- [13] S. M. Spearing, “Materials issues in microelectromechanical systems (MEMS),” *Acta Mater.*, vol. 48, no. 1, pp. 179–196, Jan. 2000.
- [14] T. Kruml, “A microstructural study of some plasticity mechanisms,” *VĚDĚCKÉ Sp. Vysok. Uč. Tech. V BRNĚEdice Habilitační Inaugurační Slpisy*, vol. 279, 2008.
- [15] R. Koch, “Stress in Evaporated and Sputtered Thin Films – A Comparison,” *Surf. Coat. Technol.*, vol. 204, no. 12, pp. 1973–1982, Mar. 2010.
- [16] N. Barbakadze, S. Enders, S. Gorb, and E. Arzt, “Local mechanical properties of the head articulation cuticle in the beetle *Pachnoda marginata* (Coleoptera, Scarabaeidae),” *J. Exp. Biol.*, vol. 209, no. 4, pp. 722–730, Feb. 2006.
- [17] D. Tabor, “A simple theory of static and dynamic hardness,” *Proc R Soc Lond A*, vol. 192, no. 1029, pp. 247–274, Feb. 1948.
- [18] G. M. Pharr and W. C. Oliver, “Measurement of Thin Film Mechanical Properties Using Nanoindentation,” *MRS Bull.*, vol. 17, no. 7, pp. 28–33, Jul. 1992.

- [19] O. Bernard, A. M. Huntz, M. Andrieux, W. Seiler, V. Ji, and S. Poissonnet, "Synthesis, structure, microstructure and mechanical characteristics of MOCVD deposited zirconia films," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, no. 10, pp. 4626–4640, Mar. 2007.
- [20] M. Hardiman, T. J. Vaughan, and C. T. McCarthy, "The effects of pile-up, viscoelasticity and hydrostatic stress on polymer matrix nanoindentation," *Polym. Test.*, vol. 52, pp. 157–166, Jul. 2016.
- [21] G.-D. Sim, Y. S. Choi, D. Lee, K. H. Oh, and J. J. Vlassak, "High tensile strength of sputter-deposited ZrB<sub>2</sub> ceramic thin films measured up to 1016 K," *Acta Mater.*, vol. 113, pp. 32–40, Jul. 2016.
- [22] R. L. Grunes, C. D'Antonio, and F. K. Kies, "Mechanical Properties of Thin Nickel Films," *J. Appl. Phys.*, vol. 36, no. 9, pp. 2735–2739, Sep. 1965.
- [23] M. A. Haque and M. T. A. Saif, "Application of MEMS force sensors for in situ mechanical characterization of nano-scale thin films in SEM and TEM," *Sens. Actuators Phys.*, vol. 97–98, pp. 239–245, Apr. 2002.
- [24] W. G. Knauss, I. Chasiotis, and Y. Huang, "Mechanical measurements at the micron and nanometer scales," *Mech. Mater.*, vol. 35, no. 3, pp. 217–231, Mar. 2003.
- [25] H. Wei, P.-O. Renault, E. L. Bourhis, S. Wang, and P. Goudeau, "Cyclic testing of thin Ni films on a pre-tensile compliant substrate," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 695, pp. 112–119, May 2017.
- [26] P. Lapouge, F. Onimus, M. Coulombier, J.-P. Raskin, T. Pardoën, and Y. Bréchet, "Creep behavior of submicron copper films under irradiation," *Acta Mater.*, vol. 131, pp. 77–87, Jun. 2017.
- [27] T.-C. Hu, Y.-T. Wang, F.-C. Hsu, P.-K. Sun, and M.-T. Lin, "Cyclic creep and fatigue testing of nanocrystalline copper thin films," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 215, pp. 393–399, Jan. 2013.
- [28] C. Zamponi, H. Rumpf, C. Schmutz, and E. Quandt, "Structuring of sputtered superelastic NiTi thin films by photolithography and etching," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 481–482, pp. 623–625, May 2008.
- [29] M. D. Uchic and D. M. Dimiduk, "A methodology to investigate size scale effects in crystalline plasticity using uniaxial compression testing," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 400–401, pp. 268–278, Jul. 2005.
- [30] T. Kruml, M. Stranyanek, R. Ctvrtlik, P. Bohac, T. Vystavel, and P. Panek, "A new method for mechanical testing of thin films: Application to aluminum," *J. Mater. Res.*, vol. 24, no. 4, pp. 1353–1360, Apr. 2009.
- [31] D. Son, J. Jeong, and D. Kwon, "Film-thickness considerations in microcantilever-beam test in measuring mechanical properties of metal thin film," *Thin Solid Films*, vol. 437, no. 1, pp. 182–187, Aug. 2003.
- [32] J. Gong and A. J. Wilkinson, "Anisotropy in the plastic flow properties of single-crystal  $\alpha$  titanium determined from micro-cantilever beams," *Acta Mater.*, vol. 57, no. 19, pp. 5693–5705, Nov. 2009.
- [33] L. Liu, Z. Chen, C. Liu, Y. Wu, and B. An, "Micro-mechanical and fracture characteristics of Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> and Cu<sub>3</sub>Sn intermetallic compounds under micro-cantilever bending," *Intermetallics*, vol. 76, pp. 10–17, Sep. 2016.
- [34] W. D. Nix, "Mechanical properties of thin films," *Metall. Trans. A*, vol. 20, no. 11, p. 2217, Nov. 1989.

- [35] X. Feng, Y. Huang, and A. J. Rosakis, "On the Stoney Formula for a Thin Film/Substrate System With Nonuniform Substrate Thickness," *J. Appl. Mech.*, vol. 74, no. 6, pp. 1276–1281, Jan. 2007.
- [36] Y. Kuru, M. Wohlschlägel, U. Welzel, and E. J. Mittemeijer, "Coefficients of thermal expansion of thin metal films investigated by non-ambient X-ray diffraction stress analysis," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 202, no. 11, pp. 2306–2309, Feb. 2008.
- [37] P. O. Renault *et al.*, "In situ thermal residual stress evolution in ultrathin ZnO and Ag films studied by synchrotron x-ray diffraction," *Thin Solid Films*, vol. 520, no. 5, pp. 1390–1394, Dec. 2011.
- [38] J. W. Beams, W. E. Walker, and H. S. Morton, "Mechanical Properties of Thin Films of Silver," *Phys. Rev.*, vol. 87, no. 3, pp. 524–525, Aug. 1952.
- [39] L. C. Reis, P. A. Prates, M. C. Oliveira, A. D. Santos, and J. V. Fernandes, "Anisotropy and plastic flow in the circular bulge test," *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 128–129, pp. 70–93, Aug. 2017.
- [40] M. G. Allen, M. Mehregany, R. T. Howe, and S. D. Senturia, "Microfabricated structures for the in situ measurement of residual stress, Young's modulus, and ultimate strain of thin films," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 51, no. 4, pp. 241–243, Jul. 1987.
- [41] O. Tabata, K. Kawahata, S. Sugiyama, and I. Igarashi, "Mechanical property measurements of thin films using load-deflection of composite rectangular membrane," in *IEEE Micro Electro Mechanical Systems, 1989, Proceedings, An Investigation of Micro Structures, Sensors, Actuators, Machines and Robots*, 1989, pp. 152–156.
- [42] J. Y. Pan, P. Lin, F. Maseeh, and S. D. Senturia, "Verification of FEM analysis of load-deflection methods for measuring mechanical properties of thin films," in *IEEE 4th Technical Digest on Solid-State Sensor and Actuator Workshop*, 1990, pp. 70–73.
- [43] H. Youssef, A. Ferrand, P. Calmon, P. Pons, and R. Plana, "Methods to improve reliability of bulge test technique to extract mechanical properties of thin films," *Microelectron. Reliab.*, vol. 50, no. 9, pp. 1888–1893, Sep. 2010.
- [44] D. Maier-Schneider, J. Maibach, and E. Obermeier, "A new analytical solution for the load-deflection of square membranes," *J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 4, no. 4, pp. 238–241, Dec. 1995.
- [45] A.-W. Huang *et al.*, "Viscoelastic mechanical properties measurement of thin Al and Al-Mg films using bulge testing," *Thin Solid Films*, vol. 618, pp. 2–7, Nov. 2016.
- [46] A. Karimi, O. R. Shojaei, T. Kruml, and J. L. Martin, "Characterisation of TiN thin films using the bulge test and the nanoindentation technique," *Thin Solid Films*, vol. 308–309, pp. 334–339, Oct. 1997.
- [47] H. Seidel, L. Csepregi, A. Heuberger, and H. Baumgärtel, "Anisotropic Etching of Crystalline Silicon in Alkaline Solutions I. Orientation Dependence and Behavior of Passivation Layers," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 137, no. 11, pp. 3612–3626, Nov. 1990.
- [48] J. J. Vlassak and W. D. Nix, "A new bulge test technique for the determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films," *J. Mater. Res.*, vol. 7, no. 12, pp. 3242–3249, Dec. 1992.
- [49] S. Timoshenko, *Theory of Plates and Shells*. McGraw Hill, 1940.
- [50] P. Lin, "The in-situ measurement of mechanical properties of multi-layer coatings," Thesis, Massachusetts Institute of Technology, 1990.
- [51] B. Merle, *Mechanical Properties of Thin Films Studied by Bulge Testing*. FAU University Press, 2013.

- [52] T. Pikálek *et al.*, “Interferometrický systém pro měření deformace tenkých membrán.,” *Sborník Příspěvků Multioborové Konf. LASER57*, vol. 1, pp. 39–40, Nov. 2017.
- [53] M. Ghanem, M. Göken, and B. Merle, “Plane-strain bulge testing of thin films under compressive residual stresses,” *Surf. Coat. Technol.*, vol. 327, pp. 167–173, Oct. 2017.
- [54] T. Dokšanović, I. Džeba, and D. Markulak, “Variability of structural aluminium alloys mechanical properties,” *Struct. Saf.*, vol. 67, pp. 11–26, Jul. 2017.
- [55] Y. G. Ko, D. H. Shin, K.-T. Park, and C. S. Lee, “An analysis of the strain hardening behavior of ultra-fine grain pure titanium,” *Scr. Mater.*, vol. 54, no. 10, pp. 1785–1789, May 2006.
- [56] R. L. Edwards, G. Coles, and W. N. Sharpe, “Comparison of tensile and bulge tests for thin-film silicon nitride,” *Exp. Mech.*, vol. 44, no. 1, pp. 49–54, Feb. 2004.
- [57] P. Martins, P. Delobelle, C. Malhaire, S. Brida, and D. Barbier, “Bulge test and AFM point deflection method, two technics for the mechanical characterisation of very low stiffness freestanding films,” *Eur. Phys. J. Appl. Phys.*, vol. 45, no. 1, p. 10501, Jan. 2009.
- [58] F. M. Mwema, O. P. Oladijo, S. A. Akinlabi, and E. T. Akinlabi, “Properties of physically deposited thin aluminium film coatings: A review,” *J. Alloys Compd.*, vol. 747, pp. 306–323, May 2018.
- [59] Y.-H. Song, S.-J. Cho, C.-K. Jung, I.-S. Bae, J.-H. Boo, and S. Kim, “The Structural and Mechanical Properties of Ti Films Fabricated by Using RF Magnetron Sputtering,” *J. Korean Phys. Soc.*, vol. 51, p. 1152, Sep. 2007.
- [60] J. Buršík, I. Kuběna, V. Buršíková, P. Souček, L. Zábranský, and P. Vašina, “Mo-B-C and Ta-B-C Nanostructured Layers with Promising Fracture Toughness,” *Defect and Diffusion Forum*, 2016. .



## Seznam použitých zkratek

AISI	American Iron and Steel Institute
AV ČR	Akademie Věd České Republiky
CAS	Czech Academy of Science
CCD	Charge Coupled Device
FIB	Focused Ion Beam
LPCVD	Low Pressure Chemical Vapour Deposition
MEMS	Micro Electro Mechanical System
MKP	Metoda Konečných Prvků
NEMS	Nano Electro Mechanical System
PVD	Physical Vapour Deposition
SEM	Skenovací Elektronová Mikroskopie Skenovací Elektronový Mikroskop
ÚFM	Ústav Fyziky Materiálů
v. v. i.	Veřejná Výzkumná Instituce

## Seznam obrázků

- Obr. 1 Ukázka nanoindentační křivky
- Obr. 2 Efekt pile-up a sink-in
- Obr. 3 Vzorek  $ZrB_2$  v elektronovém mikroskopu
- Obr. 4 Napěťově deformační křivka vzorku z Obr. 3
- Obr. 5 a) Pilířek s průměrem  $43 \mu m$
- Obr. 5 b) Pilířek s průměrem  $2,3 \mu m$ , Ni superslitina
- Obr. 6 Upravený indentor pro použití při kompresi pilířků
- Obr. 7 a) Pilířek o průměru  $20,6 \mu m$
- Obr. 7 b) Pilířek o průměru  $9,4 \mu m$
- Obr. 8 a) Záznam síla – posunutí při tlakové zkoušce mikropilířku
- Obr. 8 b) Závislost posunutí a síly na čase při tlakové zkoušce mikropilířku
- Obr. 9 Hliníkové paprsky před zkouškou
- Obr. 10 Závislost síly na průhybu pro hliníkový paprsek.
- Obr. 11 Závislost biaxiální napětí na teplotě pro  $590 \text{ nm}$  tlustou vrstvu hliníku na křemíkovém substrátu
- Obr. 12 Schéma hydraulického Bulge testu s přítlačnicí
- Obr. 13 Schéma přístroje pro Bulge test
- Obr. 14 Příprava vzorků
- Obr. 15 Uspořádání souřadného systému
- Obr. 16 Závislost koeficientu  $C_1$  na poměru stran membrány
- Obr. 17 Závislost převrácené hodnoty koeficientu  $C_2$  na Poissonově poměru a poměru stran membrány
- Obr. 18 Schéma měřícího zařízení
- Obr. 19 První uspořádání soustavy
- Obr. 20 Detail držáku vzorku, děliče a objektivu (zprava doleva)
- Obr. 21 Umístění nového tlakoměru
- Obr. 22 Model středního dílu
- Obr. 23 Injekční pumpa s pístem
- Obr. 24 Schéma sevření vzorku mezi dvě matrice
- Obr. 25 Vzorek 10 (Bivrstva  $Si_3N_4$  a Al) přilepený na držáku
- Obr. 26 Schéma vzorku
- Obr. 27 Si rámeček a samonosná  $Si_3N_4$  membrána, SEM zobrazení pomocí sekundárních elektronů
- Obr. 28 Detail vzorku
- Obr. 29 a) Mikrostruktura membrány. Zvětšení 110 000
- Obr. 29 b) Difrakční obrazec typický pro amorfni strukturu
- Obr. 30 Interferometrický obrazec. Membrána  $2 \times 2 \text{ mm}$ , tlak  $6 \text{ kPa}$
- Obr. 31 Chyba měření způsobena zpožděním tlakoměru CRESSTO v továrním nastavení

- Obr. 32 a) Interferometrický obrazec při tlaku 100 kPa
- Obr. 32 b) Ořezová maska nepřesných bodů při tlaku 100 kPa
- Obr. 33 Ukázka povrchu zvrásněného v důsledku kompresního napětí
- Obr. 34 Záznam teploty při měření
- Obr. 35 Řezy povrchem membrány při různých tlacích
- Obr. 36 Rekonstruovaný povrch membrány 2×2 mm o tloušťce 500 nm při tlaku 15 kPa
- Obr. 37 Závislost polohy středového bodu na tlaku pro membránu 2×2 tloušťky 500 nm
- Obr. 38 Závislost z-pozice středového bodu na tlaku rozložená na lineární a kubickou část
- Obr. 39 Závislost vypočtených hodnot na tlaku při vyhodnocování
- Obr. 40 Znázornění linearizované rovnice, membrána 2×2 mm
- Obr. 41 Výsledky všech měření na membráně velikosti 2×2 mm a tloušťce 500 nm
- Obr. 42 Křemíkový wafer s dvouvrstvou Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> a Al
- Obr. 43 Zatěžovací a odtěžovací křivka pro vzorek 2×2 mm, 500 nm Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> a 1,76 μm Al
- Obr. 44 Neelastické chování dvojvrstvy Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> + Al, znázorněno pomocí linearizované rovnice. Odchylka nastává přibližně u tlaku 45 kPa
- Obr. 45 Zatěžovací křivky stejného vzorku jako na Obr. 43 a 44 při druhém zatěžovacím cyklu
- Obr. 46 Ukázka způsobu cyklování membrány
- Obr. 47 Zátěžné křivky cyklovaného vzorku (černé) a zátěžná křivka identického vzorku zatíženého do 100 kPa (červená)
- Obr. 48 Výsledky vyhodnocení každého cyklu naměřené na membráně s vrstvou hliníku
- Obr. 49 Fotografie lomu titanové vrstvy (nahore), Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> membrány (uprostřed) a monokrystalu křemíku (dole)
- Obr. 50 Zatěžovací a odtěžovací křivky pro titanovou dvojvrstvu a zatěžovací křivka samostatné membrány
- Obr. 51 Zvrásněný povrch membrány
- Obr. 52 Vrstva Ta-B-C (světlá) a Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> membrána (tmavší)
- Obr. 53 Zatěžovací a odtěžovací křivky pro Ta-B-C dvojvrstvu a samostatné membrány
- Obr. 54 Rozdíl mezi experimentálními daty a modelem z rovnice 8.1
- Obr. 55 Rozdíl mezi experimentálními daty a modelem z rovnice 14.1
- Obr. 56 Srovnání obou modelů s experimentálními daty – průřez středem membrány
- Obr. 57 Vyhodnocení nanoindentační zkoušky
- Obr. 58 Relativní chyba srovnání MKP modelu s matematickým modelem z rovnice 14.1
- Obr. 59 Rozdíl mezi experimentálními daty a MKP modelem

## Seznam tabulek

Tabulka 1	Výčet koeficientů podle různých autorů
Tabulka 2	Typy zkušebních těles
Tabulka 3	Počet měření na jednotlivých typech vzorků
Tabulka 4	Hodnoty parametrů použité při vyhodnocení
Tabulka 5	Výsledky fitu na membráně s hliníkem
Tabulka 6	Změřené hodnoty Youngova modulu různými autory

## Seznam použitých symbolů

Veličina	Jednotka	Popis
$A$	$m^2$	Plocha vtisku indentoru
$A_w$	-	Parametr
$a$	m	Polovina šířky membrány
$B$	m	Vzdálenost filmu a kondenzátoru
$b$	m	Konstanta
$bc$	m	Délka desky kondenzátoru
$C$	F	Kapacita kondenzátoru
$C_1$	-	Konstanta
$C_2$	-	Konstanta
$D$	m	Šířka membrány pro potřeby rovnice 7
$E$	Pa	Youngův modul
$E_i$	Pa	Youngův modul indentoru
$E_r$	Pa	Efektivní Youngův modul
$E_s$	Pa	Youngův modul substrátu
$F$	N	Síla
$h$	$m^2$	Hloubka vpichu
$h_s$	m	Tloušťka substrátu
$h_f$	m	Tloušťka filmu
$I$	$m^4$	Kvadratický moment průřezu
$L$	m	Délka paprsku
$M$	Pa	Youngův modul/Reziduální pnutí
$p$	Pa	Tlak
$P$	N	Zátěžná síla
$R$	m	Poloměr
$R_w$	-	Parametr
$S$	N/m	Směrnice odlehčovací křivky nanoindentační zkoušky
$T$	K	Teplota depozice
$T_0$	K	Teplota měření
$t$	m	Tloušťka
$u$	m	Posunutí v ose x
$V$	J	Potenciální energie
$v$	m	Posunutí v ose y
$w$	m	Posunutí ve směru osy z
$w_0$	m	Výška vyboulení membrány v geometrickém středu
$w_1$	m	Konstanta
$w_2$	m	Konstanta
$x$	m	Pozice na ose x
$\bar{x}$	-	Aritmetický průměr hodnot $x_i$
$y$	m	Pozice na ose y

$\alpha_f$	$K^{-1}$	Koeficient teplotní roztažnosti filmu
$\alpha_s$	$K^{-1}$	Koeficient teplotní roztažnosti substrátu
$\beta$	-	Bezrozměrný parametr
$\gamma_{xy}$	-	Smyková deformace
$\Delta_{Ax}$	Pa	Nejistota měření typu A
$\Delta_{AE}$	Pa	Nejistota měření typu A Youngova modulu
$\Delta_{A\sigma_0}$	Pa	Nejistota měření typu A reziduálního napětí
$\Delta_{BE}$	Pa	Nejistota měření typu B Youngova modulu
$\Delta_{B\sigma_0}$	Pa	Nejistota měření typu B reziduálního napětí
$\Delta_{CE}$	Pa	Kombinovaná nejistota měření Youngova modulu
$\Delta_{C\sigma_0}$	Pa	Kombinovaná nejistota měření reziduálního napětí
$\Delta T$	K	Rozdíl teplot
$\Delta\alpha$	$K^{-1}$	Rozdíl koeficientů teplotní roztažnosti
$\delta$	-	Prohnutí
$\varepsilon$	-	Deformace
$\varepsilon_0$	$C^2N^{-1}m^{-2}$	Permeabilita vakua
$\varepsilon_0$	-	Deformace vnesená do membrány před testem
$\varepsilon_x$	-	Deformace ve směru osy x
$\varepsilon_{xx}$	-	Deformace ve středu obdélníkové membrány s poměrem stran větším, než 4:1
$\varepsilon_y$	-	Deformace ve směru osy y
$\kappa$	$m^{-1}$	Křivost
$\lambda$	m	Vlnová délka
$\pi$	-	Ludolfovo číslo
$\sigma_0$	Pa	Reziduální napětí
$\sigma_f$	Pa	Napětí ve filmu
$\sigma_r$	Pa	Napětí ve středu kruhové membrány
$\sigma_{xx}$	Pa	Napětí ve středu obdélníkové membrány s poměrem stran větším, než 4:1
$\nu$	-	Poissonův poměr
$\nu_s$	-	Poissonův poměr substrátu

## Seznam příloh

Příloha I	Publikace autora
Příloha II	Výkres střední části
Příloha III	Výkres držáku pístnice
Příloha IV	Výkres držáku pístu
Příloha V	Výkres distančních trubiček
Příloha VI	Výkres redukce 1
Příloha VII	Výkres horní manžety 1
Příloha VIII	Výkres horní manžety 2
Příloha IX	Výkres horní manžety 3
Příloha X	Výkres horní manžety 4
Příloha XI	Výkres spodní manžety 1
Příloha XII	Výkres spodní manžety 2
Příloha XIII	Výkres držáku vzorků
Příloha XIV	Výkres redukce 2

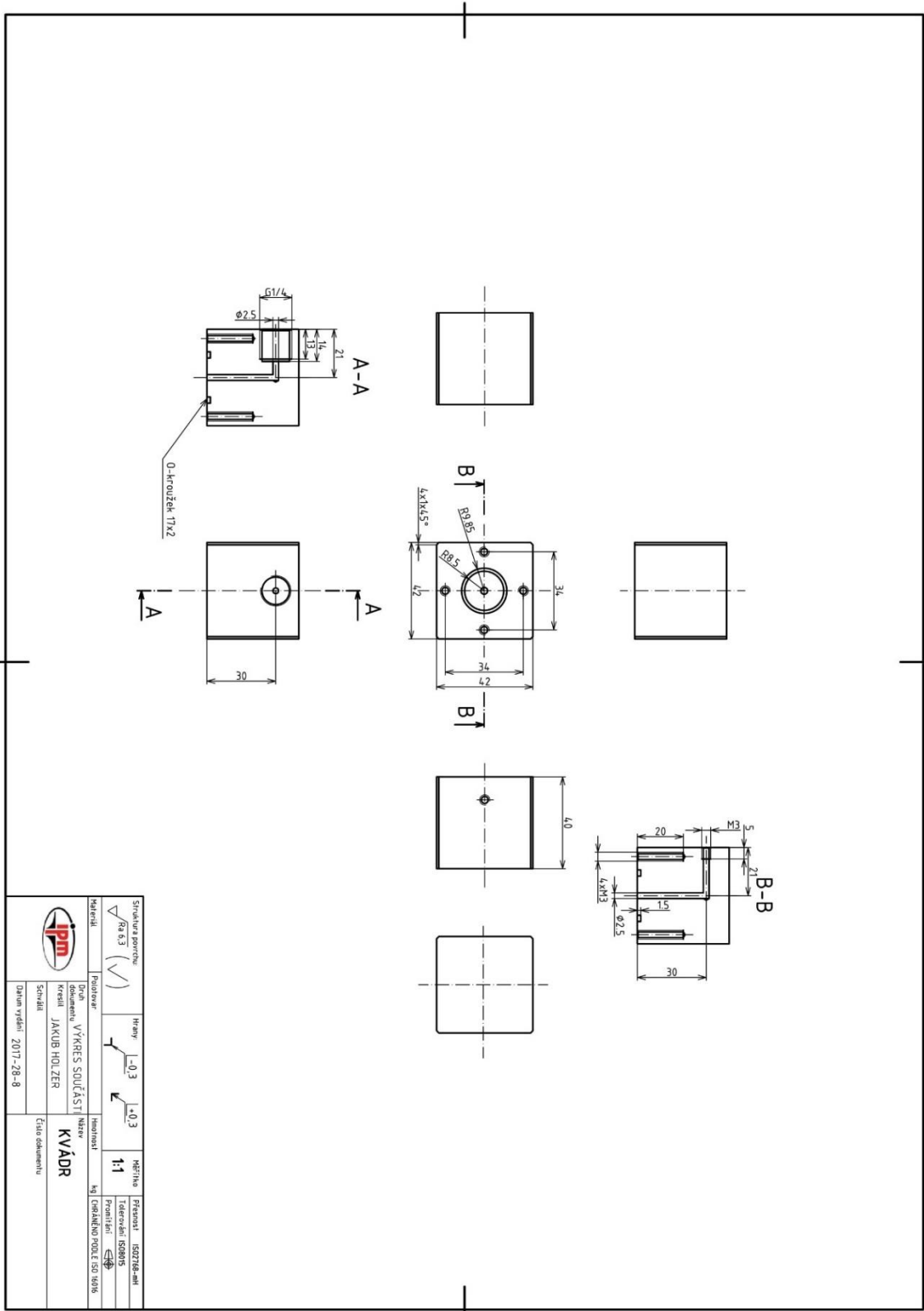
## Publikace autora

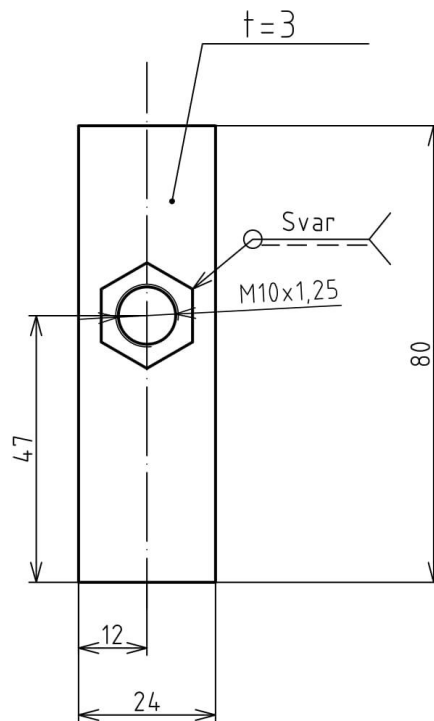
- Holzer, Jakub, Pikálek, Tomáš, Buchta, Zdeněk, Lazar, Josef, Tinoco, H.A., Chlupová, Alice, Náhlík, Luboš, Sobota, Jaroslav, Fořt, Tomáš, Kruml, Tomáš. **Detecting plasticity in Al thin films by means of bulge test**. In: Vrstvy a povlaky 2017. Trenčianská Teplá: M-PRESS s. r. o., 2017, s. 43-48. ISBN 978-80-972133-2-9
- Pikálek, Tomáš, Holzer, Jakub, Tinoco, H.A., Buchta, Zdeněk, Lazar, Josef, Chlupová, Alice, Náhlík, Luboš, Sobota, Jaroslav, Fořt, Tomáš, Kruml, Tomáš. **Interferometrický systém pro měření deformace tenkých membrán**. In: Růžička, Bohdan ed. Sborník příspěvků multioborové konference LASER57. Brno: Ústav přístrojové techniky AV ČR, 2017, s. 39-40. ISBN 978-80-87441-21-3. [LASER57, Třešť, 08.11.2017-10.11.2017, CZ].



Přijaté k publikaci:

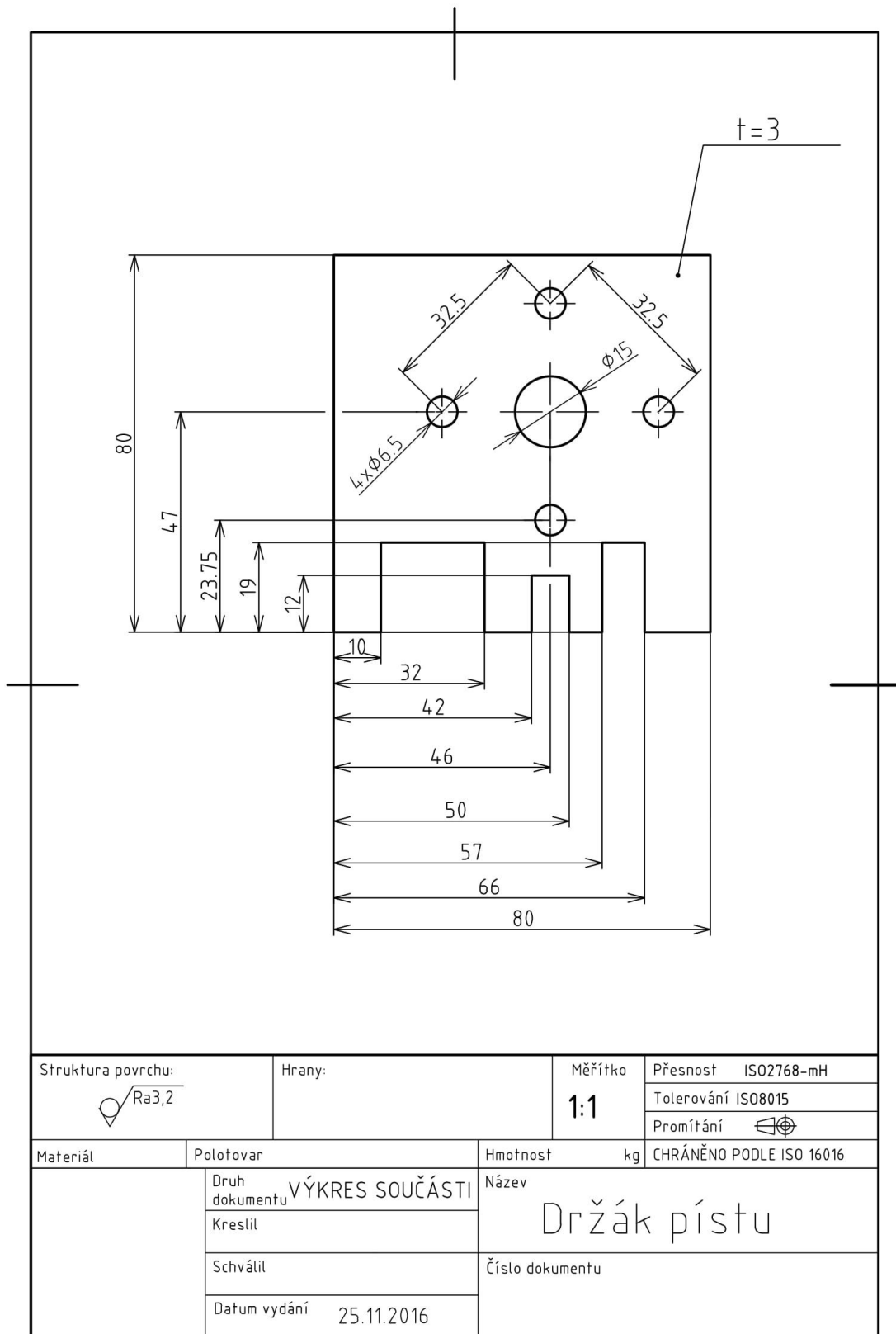
- Holzer, Jakub, Pikálek Tomáš, Buchta, Zdeněk., Lazar Josef, Tinoco H. A., Chlupová Alice, Náhlík, Luboš., Sobota, Jaroslav, Fořt, Tomáš, Kruml, Tomáš. **Development of the bulge test equipment for measuring mechanical properties of thin films**. Prezentováno na konferenci METAL 2017, Brno.
- Tinoco H. A., Holzer Jakub, Pikálek, Tomáš, Buchta, Zdeněk, Lazar, Josef, Chlupová, Alice, Kruml, Tomáš, Hutař, Pavel. **Estimation of mechanical properties of thin films using finite element analysis**. Prezentováno na konferenci Applied Mechanics 2018, Myslovice.

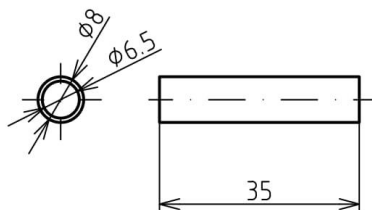






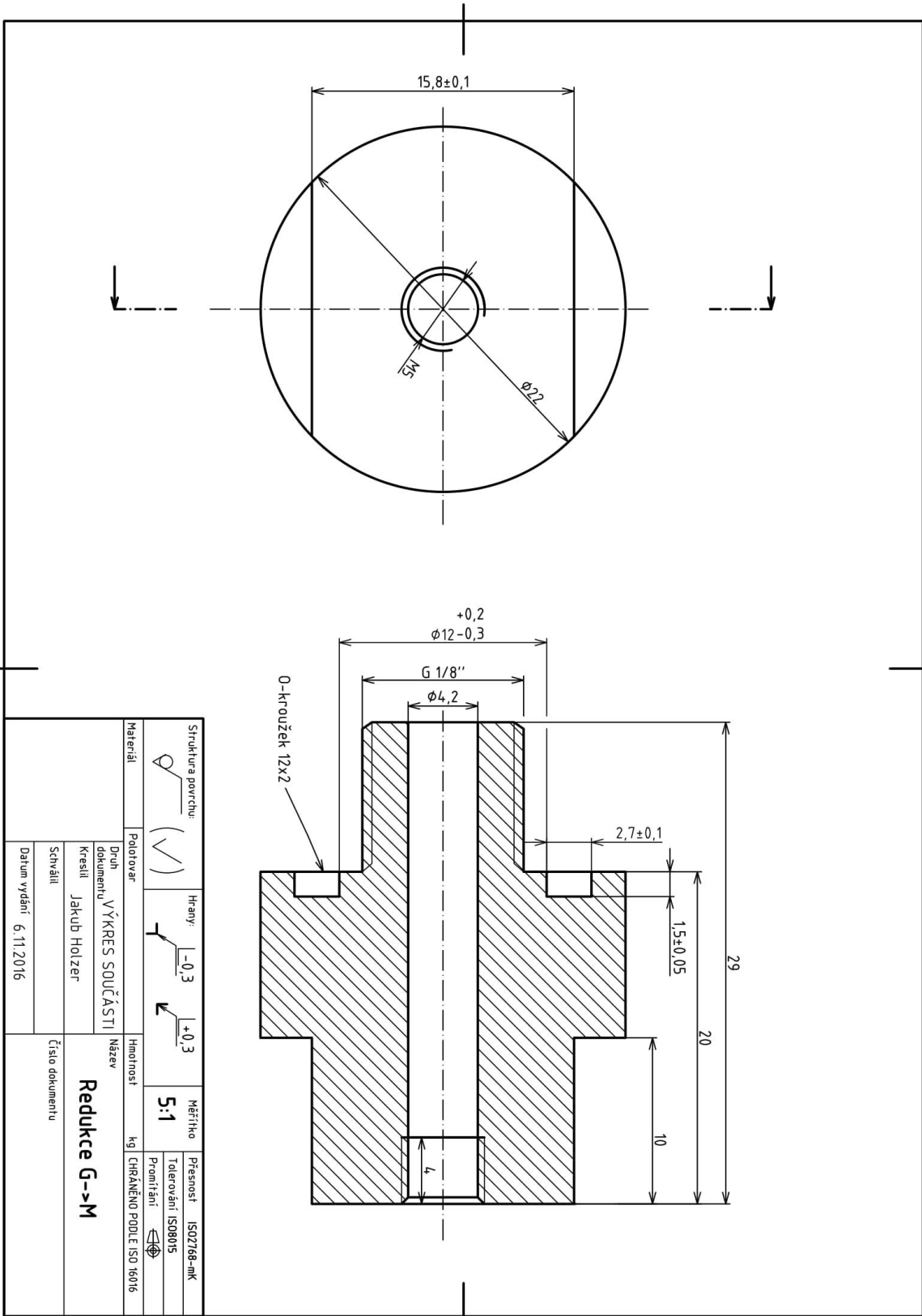


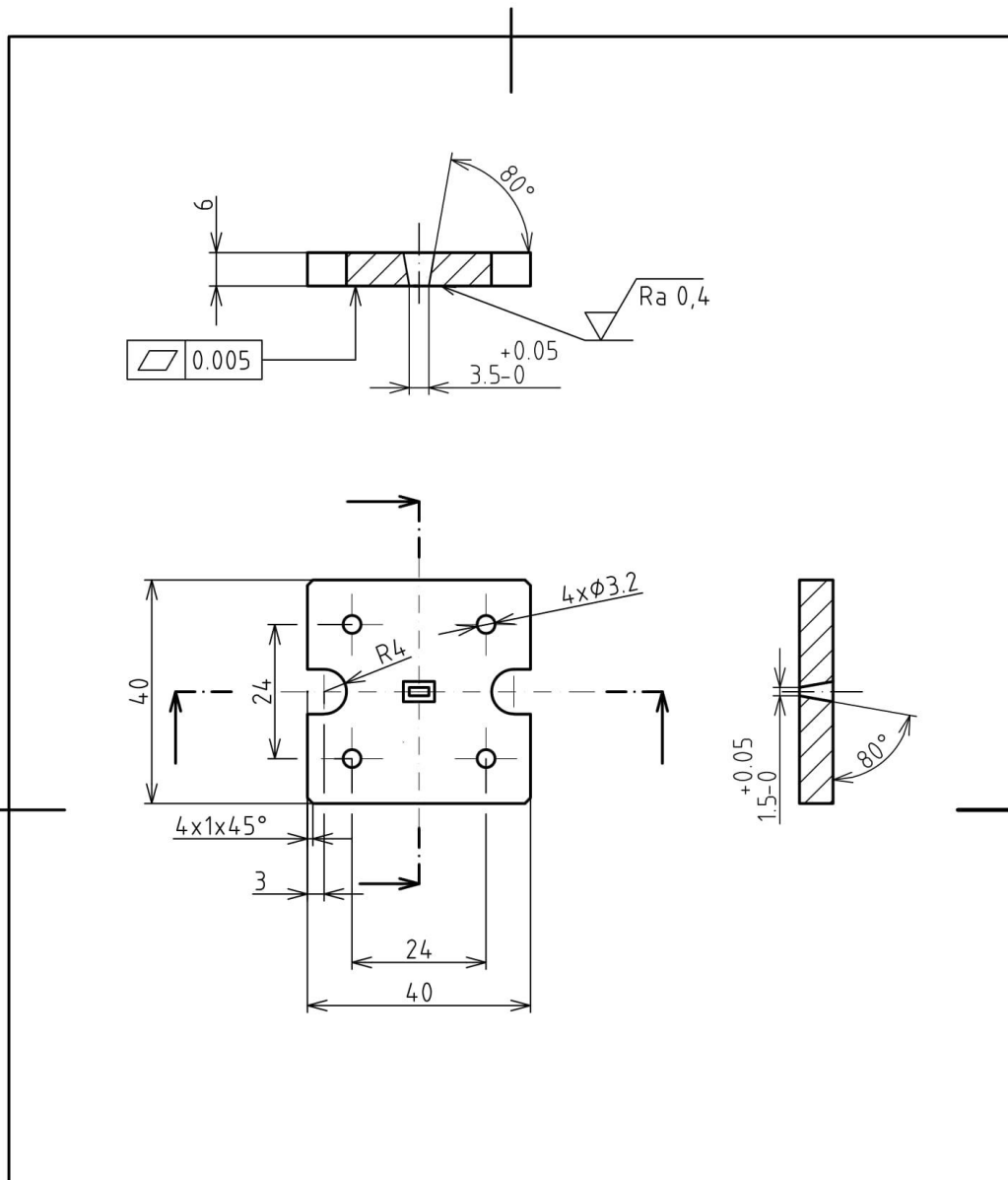
Struktura povrchu:  Ra3,2		Hrany:		Měřítko <b>1:1</b>	Přesnost ISO2768-mH
					Tolerování ISO8015
					Promítání 
Materiál	Polotovár	Hmotnost	kg	CHRÁNĚNO PODLE ISO 16016	
	Druh dokumentu VÝKRES SOUČÁSTI	Název Držák hřídele			
	Kreslil				
	Schválil	Číslo dokumentu			
	Datum vydání 25.11.2016				






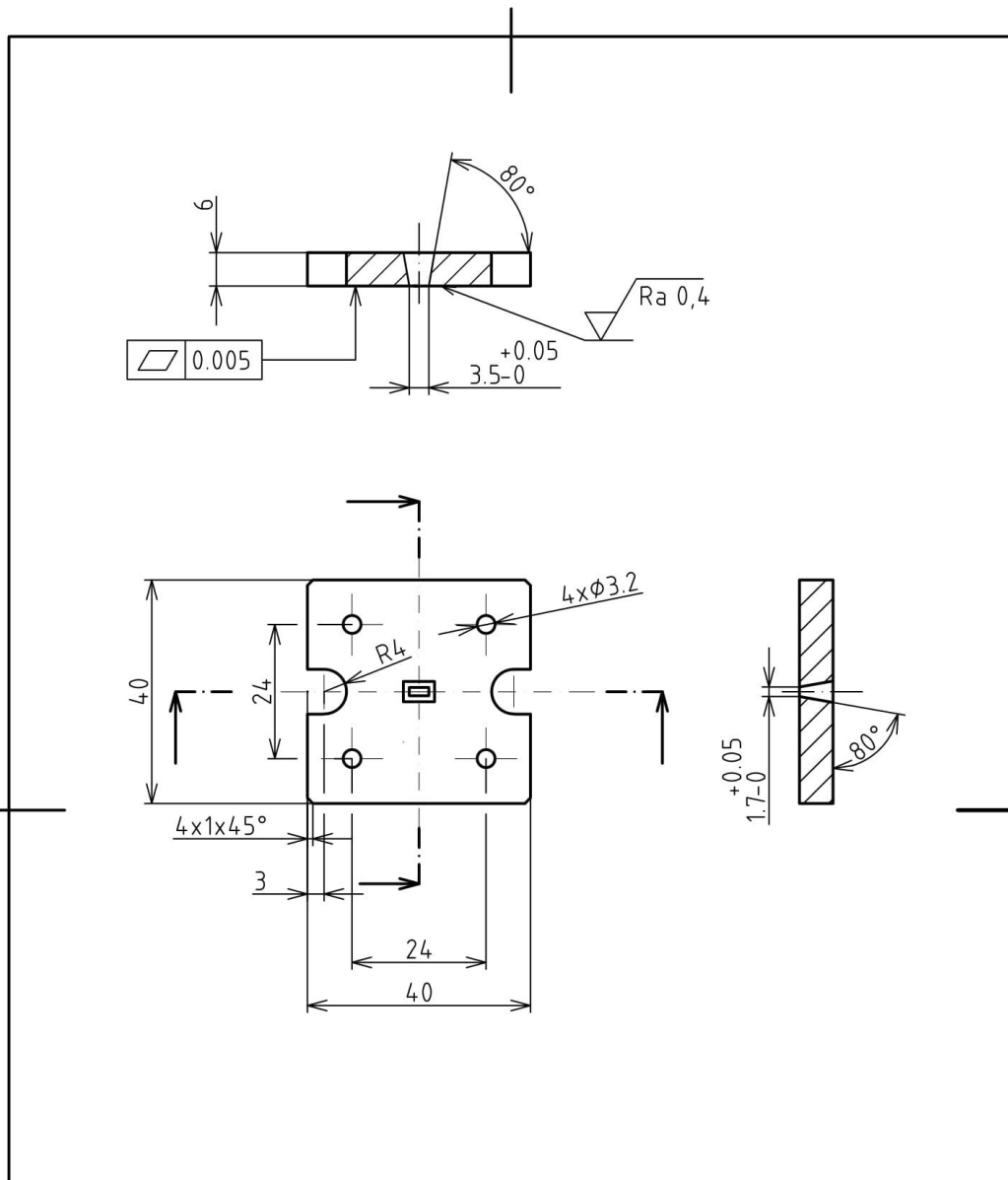
Struktura povrchu:  Ra3,2		Hrany:	Měřítko <b>1:1</b>	Přesnost ISO2768-mH
				Tolerování ISO8015
				Promítání 
Materiál	Polotovár	Hmotnost	kg	CHRÁNĚNO PODLE ISO 16016
	Druh dokumentu VÝKRES SOUČÁSTI	Název distanční trubičky		
	Kreslil	Číslo dokumentu		
	Schválil			
	Datum vydání 25.11.2016			






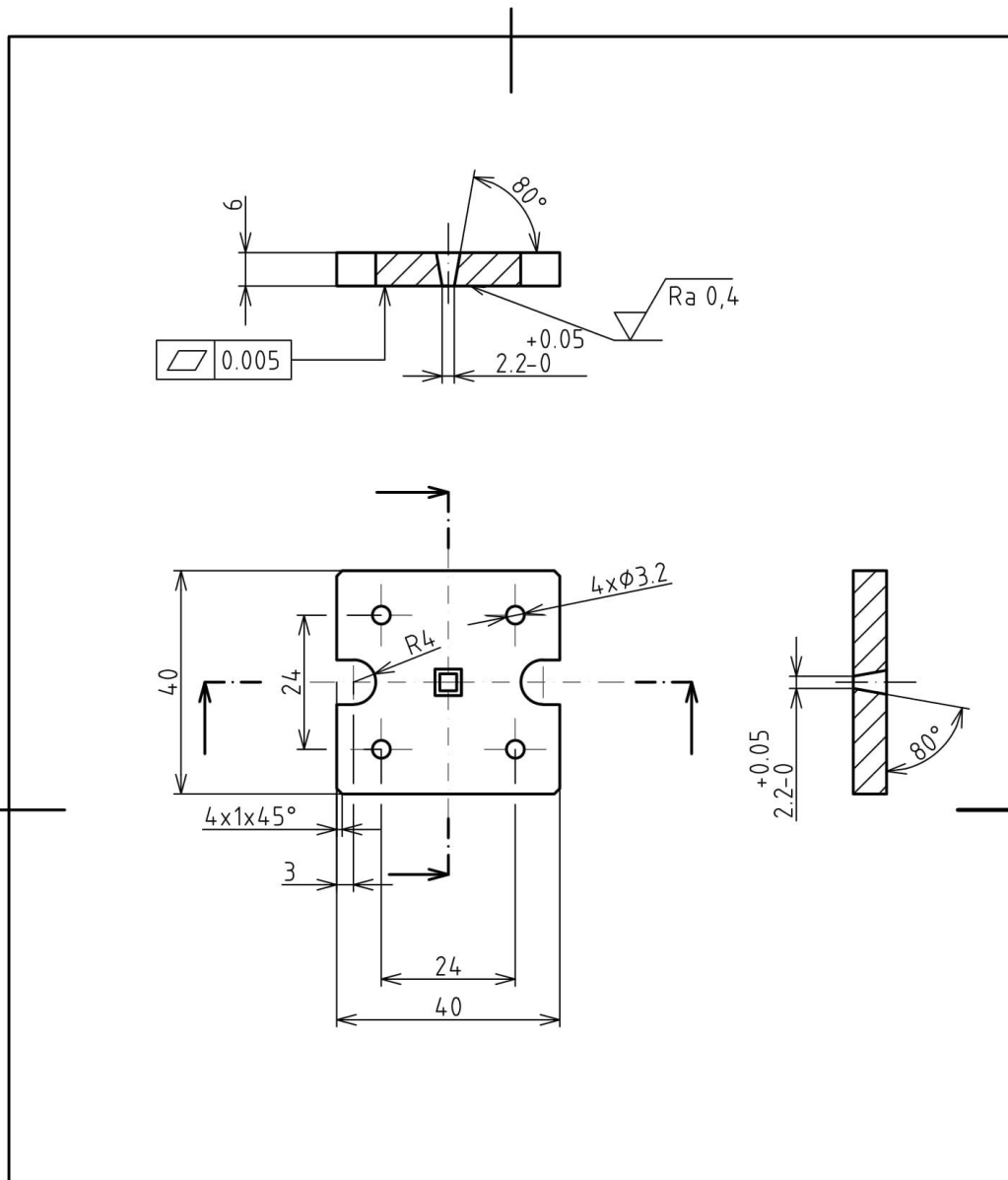
Díry 4x $\Phi$ 3,2 Vrtat s protikusem "AVČR - bulge 1"

Struktura povrchu: $\sqrt{Ra\ 3.2}$ (✓)		Hrany: $\begin{matrix} \swarrow -0,3 \\ \searrow +0,3 \end{matrix}$		Měřítko <b>1:1</b>	Přesnost ISO2768-mH Tolerování ISO8015 Promítání $\begin{matrix} \square \\ \oplus \end{matrix}$
Materiál <b>1.4404</b>	Polotovár	Hmotnost	kg	CHRÁNĚNO PODLE ISO 16016	
	Druh dokumentu VÝKRES SOUČÁSTI	Název <b>Horní manžeta 1,5x3,5</b>			
	Kreslil JAKUB HOLZER	Číslo dokumentu AVČR - bulge 1,5x3,5			
	Schválil				
	Datum vydání <b>10.12.2016</b>				




Díry 4x $\Phi$ 3,2 Vrtat s protikusem "AVČR - bulge 1"

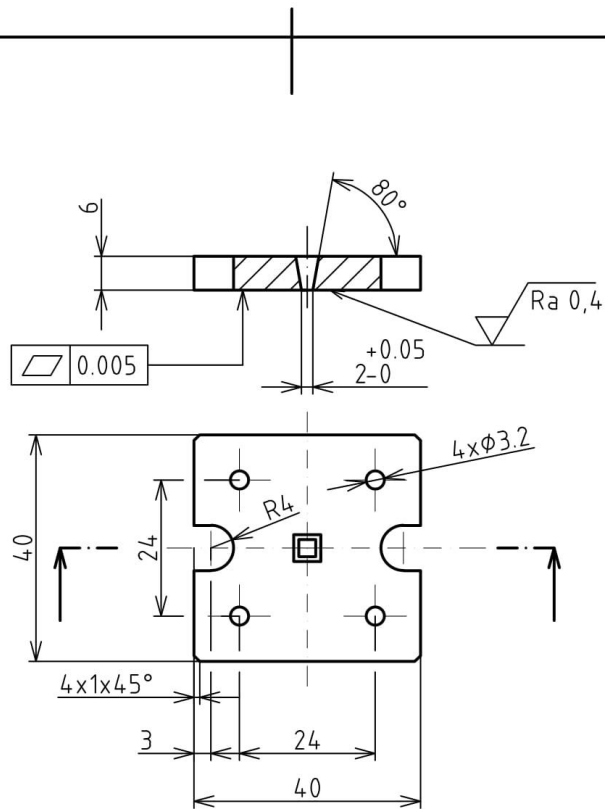
Struktura povrchu: $\sqrt{Ra\ 3.2}$ (✓)		Hrany: $\begin{matrix} \swarrow -0,3 \\ \searrow +0,3 \end{matrix}$		Měřítko <b>1:1</b>	Přesnost ISO2768-mH Tolerování ISO8015 Promítání $\begin{matrix} \square \\ \oplus \end{matrix}$
Materiál <b>1.4404</b>	Polotovár	Hmotnost kg		CHRÁNĚNO PODLE ISO 16016	
	Druh dokumentu <b>VÝKRES SOUČÁSTI</b>		Název <b>Horní manžeta 1,7x3,5</b>		
	Kreslil <b>JAKUB HOLZER</b>		Číslo dokumentu <b>AVČR - bulge 1,7x3,5</b>		
	Schválil				
	Datum vydání <b>10.12.2016</b>				



Díry 4xØ3,2 Vrtat s protikusem "AVČR - bulge 1"

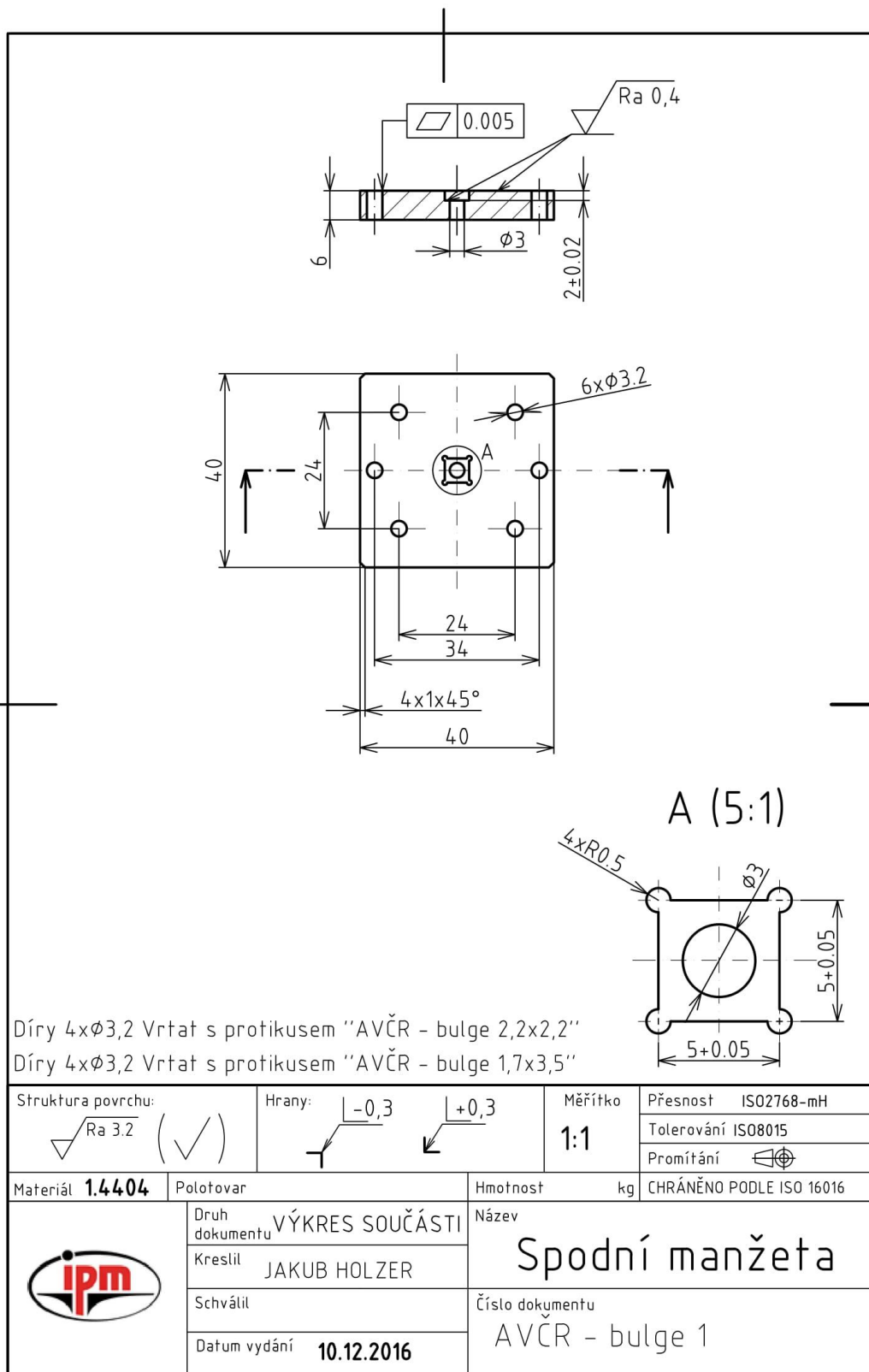
Struktura povrchu: $\sqrt{Ra\ 3,2}$ (✓)		Hrany: $\begin{matrix} \swarrow -0,3 \\ \searrow +0,3 \end{matrix}$		Měřítko <b>1:1</b>	Přesnost ISO2768-mH Tolerování ISO8015 Promítání $\begin{matrix} \square \\ \oplus \end{matrix}$
Materiál <b>1.4404</b>	Polotovár	Hmotnost	kg	CHRÁNĚNO PODLE ISO 16016	
	Druh dokumentu VÝKRES SOUČÁSTI	Název <b>Horní manžeta 2,2x2,2</b>			
	Kreslil JAKUB HOLZER	Číslo dokumentu AVČR - bulge 2,2x2,2			
	Schválil				
	Datum vydání <b>10.12.2016</b>				

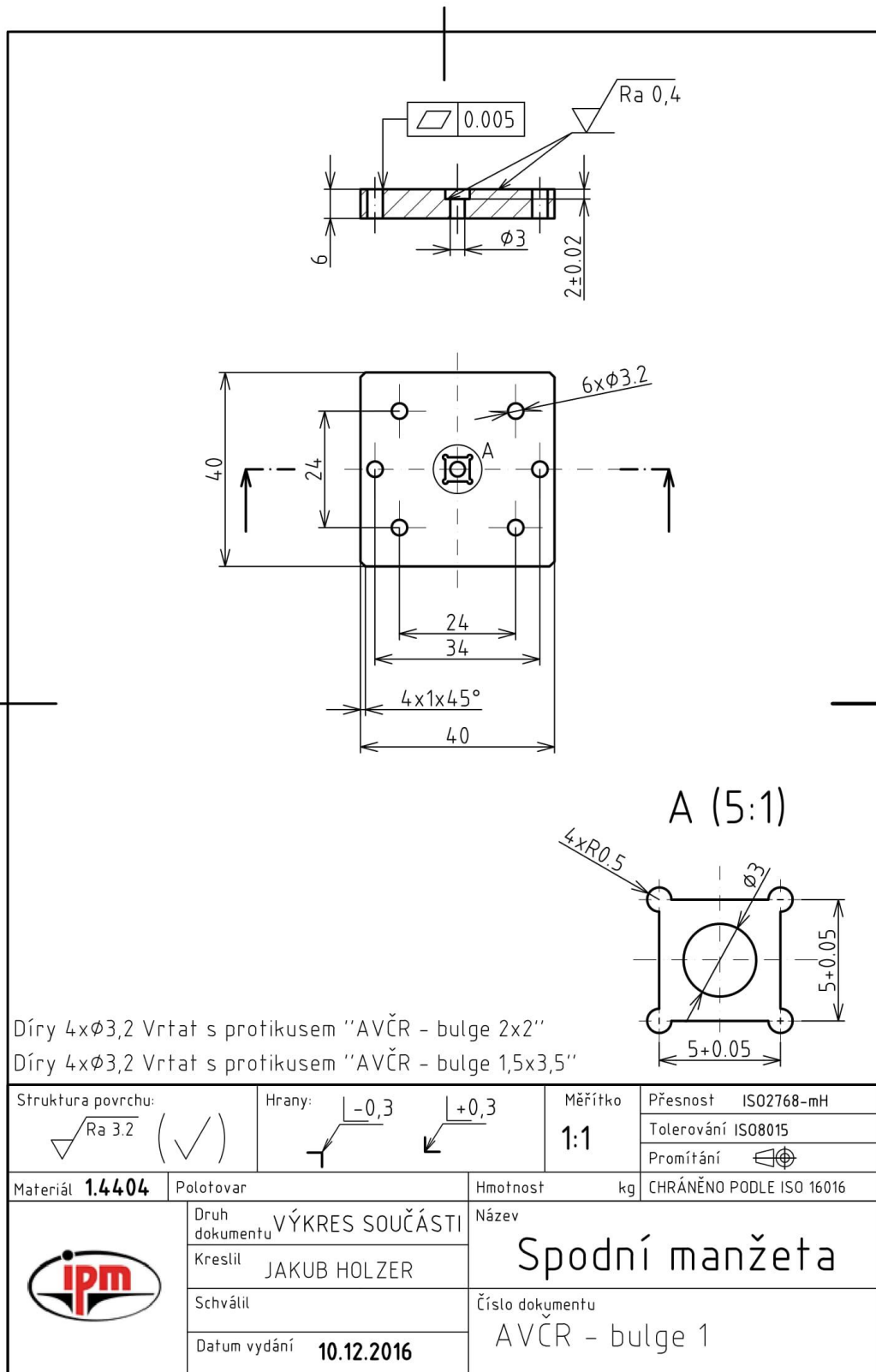


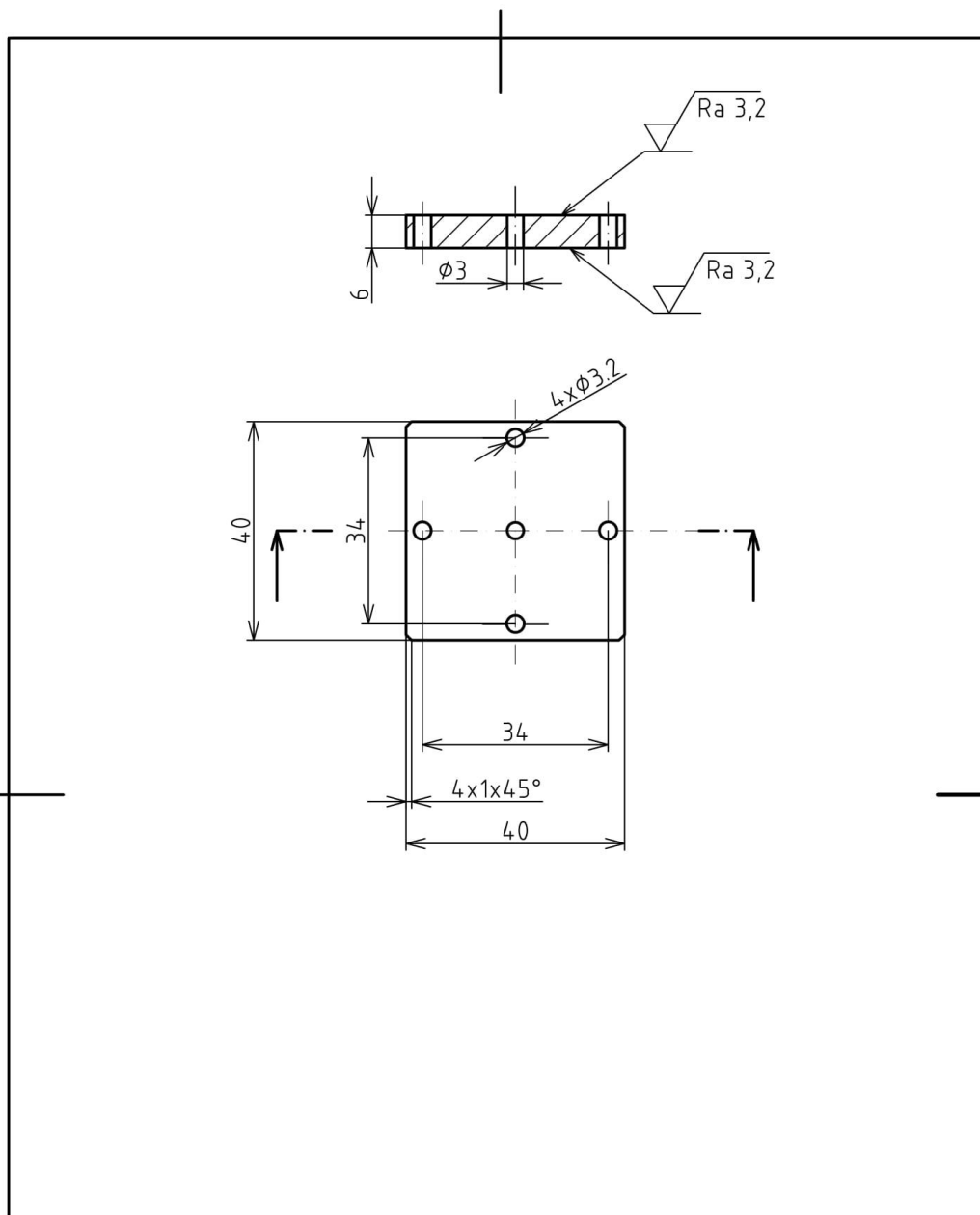


Díry 4x $\phi$ 3,2 Vrtat s protikusem "AVČR - bulge 1"

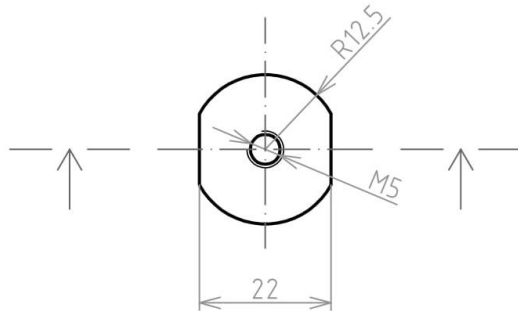
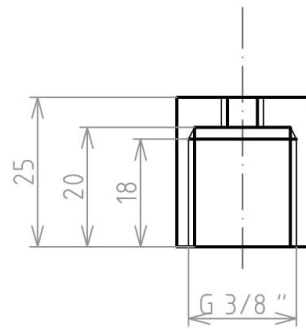
Struktura povrchu: $\sqrt{Ra\ 3.2}$ (✓)		Hrany: $\begin{matrix}   -0,3 \\ \swarrow \end{matrix}$ $\begin{matrix}   +0,3 \\ \searrow \end{matrix}$		Měřítko <b>1:1</b>	Přesnost ISO2768-mH Tolerování ISO8015 Promítání $\begin{matrix} \square \\ \oplus \end{matrix}$
Materiál <b>1.4404</b>	Polotovar	Hmotnost	kg	CHRÁNĚNO PODLE ISO 16016	
	Druh dokumentu VÝKRES SOUČÁSTI	Název <b>Horní manžeta 2x2</b>			
	Kreslil JAKUB HOLZER	Číslo dokumentu AVČR - bulge 2x2			
	Schválil				
	Datum vydání <b>10.12.2016</b>				







Struktura povrchu: $\sqrt{Ra\ 6,3}$ (✓)		Hrany: $\begin{matrix}   -0,3 \\ \swarrow \\ \downarrow \end{matrix}$ $\begin{matrix}   +0,3 \\ \swarrow \\ \downarrow \end{matrix}$		Měřítko <b>1:1</b>	Přesnost ISO2768-mH Tolerování ISO8015 Promítání $\begin{matrix} \square \\ \oplus \end{matrix}$
Materiál	Polotovary	Hmotnost	kg	CHRÁNĚNO PODLE ISO 16016	
Druh dokumentu <b>VÝKRES SOUČÁSTI</b> Kreslil <b>ZDENĚK BUCHTA</b> Schválil Datum vydání <b>1.6.2017</b>		Název <b>držák vzorku</b> Číslo dokumentu _____			



Struktura povrchu:		Hrany:		Měřítko <b>1:1</b>	Přesnost ISO2768-mH
					Tolerování ISO8015
				Promítání	
Materiál PMMA	Polotovar	Hmotnost	kg	CHRÁNĚNO PODLE ISO 16016	
Druh dokumentu		VÝKRES SOUČÁSTI		Název <b>Redukce</b>	
Kreslil		JAKUB HOLZER			
Navrhoval					
Datum vydání		3.11.2017			
				Číslo dokumentu	