



**VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ**  
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



**FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ**  
**ÚSTAV MECHANIKY TĚLES, MECHATRONIKY**  
**A BIOMECHANIKY**

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING  
INSTITUTE OF SOLID MECHANICS, MECHATRONICS AND  
BIOMECHANICS

**STANOVENÍ MODULU PRUŽNOSTI V TAHU TENKÉ**  
**VRSTVY – NUMERICKÁ ANALÝZA ZKOUŠKY**  
**MIKROKOMPRESNÍHO VZORKU A "BULGE TESTU"**  
DETERMINATION OF ELASTIC MODULUS OF THIN LAYER – NUMERICAL STUDY OF  
MICROCOMPRESSIVE TEST AND BULGE TEST

**DIPLOMOVÁ PRÁCE**  
MASTER'S THESIS

**AUTOR PRÁCE**  
AUTHOR

**BC. KLÁRA PETRÁČKOVÁ**

**VEDOUCÍ PRÁCE**  
SUPERVISOR

**DOC. ING. LUBOŠ NÁHLÍK, PH.D**



Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav mechaniky těles, mechatroniky a biomechaniky

Akademický rok: 2012/13

## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Bc. Klára Petráčková

který/která studuje v **magisterském studijním programu**

obor: **Inženýrská mechanika a biomechanika (3901T041)**

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:

### **Stanovení modulu pružnosti v tahu tenké vrstvy - numerická analýza zkoušky mikrokompresního vzorku a "bulge testu"**

v anglickém jazyce:

### **Determination of elastic modulus of thin layer - numerical study of microcompressive test and the bulge test**

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Stanovení mechanických vlastností tenkých vrstev je poměrně komplikované. Jednou z možností jsou testy tzv. mikrokompresních vzorků. Dalším slibným přístupem pro stanovení elastických vlastností tenkých vrstev je tzv. "bulge test", tedy zkouška, při které je tenká vrstva namáhána tlakem, tak aby došlo k jejímu vyduť.

Diplomová práce je zaměřena na numerické modelování zejména mikrokompresní zkoušky, přičemž výstupem bude hodnota modulu pružnosti v tahu zkoušené tenké vrstvy. Uvedený přístup bude rozšířen a provedena numerická simulace také alternativního experimentálního přístupu tzv. "bulge testu".

Protože se tvary jednotlivých zkušebních vzorků mohou poměrně významně lišit, případně zkoušená vrstva může být nanášena na další vrstvě plnící jiný specifický účel, je třeba pomocí numerických simulací korigovat experimentální data tak, aby odpovídala vlastnostem zkoušené vrstvy a nebyla zatížena jinými vlivy. K nezbytným výpočtům bude využito MKP a systému Ansys.

Cíle diplomové práce:

- Seznámení se se základy metody konečných prvků a systémem Ansys
- Studium možností numerického modelování popsání problému
- Odhadnout vliv geometrických nepřesností mikrokompresního vzorku na výsledný odhad mechanických vlastností
- Odhadnout vliv substrátu na mechanickou odezvu zkušebního vzorku

Seznam odborné literatury:

- [1] Greer et.al., Size dependence of mechanical properties of gold at micron scale in absence of strain gradients, Acta Materialia, 53, pp.1821-1830, 2005
- [2] Uchic et al., Application of micro-sample testing to study fundamental aspects of plastic flow, Scripta Materialia, 54, pp.759-764, 2006
- [3] Dowling, Mechanical behaviour of material, 1999, New Jersey.

Vedoucí diplomové práce: doc. Ing. Luboš Náhlík, Ph.D.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2012/13.

V Brně, dne 22.11.2012



prof. Ing. Jindřich Petruška, CSc.  
Ředitel ústavu

prof. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc., dr. h. c.  
Děkan

## Abstrakt

Zjišťování mechanických vlastností velmi tenkých vrstev je poměrně obtížné. Všechny používané metody jsou zatíženy buď obtížnou interpretací naměřených dat nebo komplikovanou přípravou experimentálních vzorků. Pro lepší porozumění výslednému experimentálnímu záznamu lze využít simulace MKP. Předložená diplomová práce se zabývá numerickým modelováním dvou způsobů, jak tenké vrstvy zkoušet, a to mikrokompresní zkouškou a tzv. „bulge testem“.

V případě mikrokompresní zkoušky jde o přípravu malých válcových vzorků (tzv. pilířků) z tenké hliníkové vrstvy napařené na křemíkovém substrátu pomocí „obrábění“ fokusovaným iontovým svazkem (FIB) v SEM. Následně jsou tyto pilířky zatěžovány v tlaku nanoindentorem s „plochým“ diamantovým hrotem. Cílem práce je pomocí simulací a výpočtů identifikovat faktory, jež ovlivňují experimentální záznam, a tak stanovit přesnější odhad modul pružnosti v tahu hliníkové vrstvy.

Druhá část předložené práce se zabývá numerickým modelováním bulge testu. Vrstva  $\text{SiN}_x$  je namáhána tlakem tak, aby došlo jejímu vyboulení. Při namáhání dochází ve vrstvě ke stavu dvojosé napjatosti, což komplikuje vyhodnocení mechanických vlastností. Cílem této analýzy bylo ukázat, zda-li je možné proces testování spolehlivě numericky modelovat. Dále bylo stanoveno reziduální napětí ve vrstvě, jež vzniká v důsledku přípravy vzorku.

Výsledky zde prezentované mohou přispět k rozvoji v oblasti zkoušení tenkých vrstev.

## Klíčová slova

Tenké vrstvy, mikrokompresní zkouška, nanoindentace, bulge test, napětově-deformační analýza

## Abstract

Determination of mechanical properties of very thin films is rather difficult task as all of currently using testing techniques have some weakness. This master's thesis deals with microcompressive test and bulge test. Finite element simulations of the two methods were carried out in order to better understanding of experimental record.

Microcompression combines the sample preparation with the use of focused ion beam (FIB) with a compression test carried out using nanoindenter. Cylindrical specimens (pillars) were prepared from Al film deposited on Si substrate using FIB. Experimentally measured data on pillars needs correction to obtain undistorted material properties of Al thin film. A necessary correction using FE modeling is suggested in the thesis.

Second part of the work is focused on modeling of bulge test. Pressure is applied on freestanding  $\text{SiN}_x$  film while deflection of the film is measured. Stress state in the film is biaxial making determination of mechanical properties of the film more complicated. The goal is to present how to model the whole problem. In addition, preparation of the specimens was simulated to estimate residual stress in the film.

The paper contributes to a better characterization of very thin surface layers and determination of their mechanical properties.

## Keywords

Thin layers, micro-compression test, nanoindentation, bulge test, stress-strain analysis

### **Bibliografická citace**

PETRÁČKOVÁ, K. *Stanovení modulu pružnosti v tahu tenké vrstvy - numerická analýza zkoušky mikrokompresního vzorku a "bulge testu"*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2013. 56 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Luboš Náhlík, Ph.D..

### **Prohlášení autora o původnosti práce**

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracovala samostatně a použila pouze podklady uvedené v příloženém seznamu použité literatury.

24. května, 2013

.....



## INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Diplomová práce vznikla s využitím zázemí Ústavu fyziky materiálů AV ČR, v. v. i. a za podpory projektu č. CZ.1.07/2.3.00/20.0214 „Rozvoj lidských zdrojů ve výzkumu fyzikálních a materiálových vlastností modelových, nově vyvíjených a inženýrsky aplikovaných materiálů“ poskytnutého Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.

Ráda bych na tomto místě poděkovala doc. Ing. Luboši Náhlíkovi, Ph.D. za odborné vedení a cenné připomínky během tvorby této diplomové práce.

Klára Petráčková





## Obsah

1 Úvod.....	11
2 Motivace .....	12
3 Cíle práce .....	13
4 Mikrokompresní zkouška .....	14
4.1 Princip mikrokompresní zkoušky .....	15
4.2 Rozměry vzorku.....	17
4.3 Vyhodnocení experimentálního měření.....	18
4.4 Stanovení krystalografických směrů.....	20
4.5 Výsledky numerických simulací a výpočtů .....	22
4.5.1 Stanovení teoretických hodnot modulu pružnosti v tahu.....	22
4.5.2 Numerická simulace mikrokompresní zkoušky.....	25
4.5.3 Stanovení vlivu substrátu.....	28
4.5.4 Stanovení vlivu kuželovitosti vzorku .....	29
4.5.5 Stanovení vlivu mezivrstvy .....	32
4.5.6 Modul pružnosti v tahu hliníkové vrstvy.....	32
4.6 Výsledky a diskuze .....	34
5 Bulge Test .....	37
5.1 Teoretické pozadí.....	38
5.2 Princip bulge testu .....	40
5.3 Vyhodnocení naměřeného záznamu .....	42
5.4 Výsledky numerických simulací a výpočtů .....	44
5.4.1 Simulace bulge testu .....	44
5.4.2 Simulace bulge testu na základě nového vyhodnocení experimentu.....	47
5.4.3 Reziduální napětí .....	48
5.5 Diskuze .....	51
6 Závěr .....	52
7 Použitá literatura .....	54
8 Vlastní publikované práce zabývající se studovanou problematikou.....	56



# 1 Úvod

Zejména v mikroelektronice se často setkáváme s tenkými vrstvami a povlaky. Dobrá znalost elastických a plastických vlastností těchto vrstev (filmů), např. mez kluzu, koeficienty zpevnění nebo mez pevnosti, je pro jejich aplikace nezbytná. V současnosti se díky rozvoji a lepší komerční dostupnosti specializovaných přístrojů, potřebných pro přípravu zkušebních vzorků a jejich testování, daří vyvíjet několik různých technik zkoušení těchto vrstev. Všechny používané techniky jsou však zatíženy buď obtížnou interpretací naměřených dat nebo komplikovanou přípravou experimentálních vzorků. Předložená diplomová práce se zabývá numerickým modelováním mikrokompresní zkoušky a tzv. „bulge testu“. Toto jsou jedny z možností, jak tenké vrstvy zkoušet.

První část předložené diplomové práce navazuje na problematiku mikrokompresní zkoušky popsané v bakalářské práci [1]. Jde o přípravu malých válcových vzorků (tzv. pilířků) pomocí technologie „obrábění“ fokusovaným iontovým svazkem (FIB) ve scanovacích elektronových mikroskopech (SEM). Následně jsou tyto pilířky zatěžovány v tlaku nanoindentorem s „plochým“ diamantovým hrotem [2-5]. Rozměry pilířků se díky používané technologii mění a vliv velikosti vzorků na výslednou deformační odezvu je stále středem zájmu řady vědeckých prací. V kapitole 4 je popsána numerická analýza nanoindentační kompresní zkoušky prováděné na hliníkovém filmu, jenž je napařen na křemíkovém substrátu, mezi nimiž se nachází wolframová mezivrstva. Toto materiálové složení je používáno záměrně, protože jsou u něj relativně dobře známé materiálové charakteristiky jednotlivých materiálových komponent. Lze tak porovnat výsledky z experimentálního měření s očekávanými daty a ověřit správnost navrženého postupu měření.

Druhá část této práce se věnuje „bulge testu“, jenž se jeví být slibným přístupem pro stanovení mechanických vlastností zkoumaných tenkých vrstev. Zkušební vzorky se získají pomocí anizotropického leptání substrátu, na nějž je studovaná vrstva napařena. Odstraněním části substrátu tak vznikne čtvercová či obdélníková plocha tvořena pouze studovanou vrstvou, kterou si lze představit jako „okno“ v substrátu. Takto připravený vzorek se upevní na konec trysky ve speciálním testovacím zařízení, pomocí které je na jednu stranu vrstvy přiveden známý tlak tak, aby došlo k vyduť (průhybu) vrstvy vyplňující „okno“. Výstupem experimentu je velikost aplikovaného tlaku v závislosti na velikosti vyduť čtvercové části vrstvy [6]. Kapitola 5 se zabývá numerickým modelováním testování  $\text{SiN}_x$  vrstvy podrobené právě „bulge testu“ a srovnáním výsledků ze simulací s experimentálními daty.

Poznatky získané na základě numerických simulací obou typů testování uvedené v této práci mohou přispět ke snadnější interpretaci naměřeného záznamu, a tak k dalšímu rozvoji těchto technik zkoušení velmi tenkých vrstev.

## 2 Motivace

V dnešním průmyslu jsou tenké vrstvy široce využívány. Setkáváme se s nimi jak v integrovaných obvodech a mikroelektronických systémech, tak v různých nano-zařízeních. Dále se jako ochranné povlaky uplatňují např. u obráběcích nástrojů nebo u lopatek turbín [7,8]. Dobrá znalost mechanických vlastností těchto vrstev je proto velmi důležitá. Bylo ukázáno, že vlastnosti objemového materiálu se liší od vlastností téhož materiálu ve formě velmi tenké vrstvy [9], a tak pro popis jejich mechanických charakteristik nelze použít výsledky z makroskopických zkoušek. Ve druhé polovině 20. století dochází k vývoji několika specializovaných technik umožňujících testování velmi tenkých vrstev.

Všeobecně není zkoušení tenkých vrstev jednoduché. Na naměřenou odezvu při experimentu má nezanedbatelný vliv celá řada faktorů od postupu výroby zkušebních vzorků, mikrostruktury materiálu až po přesnost měření, která nebývá vždy známa. Dalším podstatným faktorem je samotné vyhodnocení naměřených dat. U některých způsobů testování dochází ve zkoušeném vzorku ke dvoj nebo trojosé napjatosti, a tak jsou ke stanovení mechanických charakteristik zapotřebí poměrně složitě odvozené analytické vztahy.

V takovém případě se nabízí použití metody konečných prvků. Právě využitím MKP modelování těchto specializovaných zkoušek lze získat dobrou znalost o tom, co a v jaké míře nejvíce ovlivňuje výsledný záznam ze zkoušek. Porozumění celému procesu zkoušení tenkých vrstev za pomoci numerických simulací je tak nezbytnou součástí vývoje jednotlivých zkušebních technik.

Tato práce se zabývá dvěma z možných metod testování, a to mikrokompresní zkouškou a bulge testem. Výsledky na základě numerických simulací těchto zkoušek uvedených v předložené práci by měly přispět k jejich dalšímu rozšíření na poli testování tenkých vrstev a k přesnější interpretaci naměřených dat.

### 3 Cíle práce

Hlavní cíle diplomové práce lze formulovat následovně:

- Seznámení se se základy metody konečných prvků a systémem Ansys.
- Studium možností numerického modelování popsaného problému.
- Odhadnout vliv geometrických nepřesností mikrokompresního vzorku na výsledný odhad mechanických vlastností.
- Odhadnout vliv substrátu na mechanickou odezvu zkušební vzorku.

Pro zpřesnění cílů během řešení diplomové práce byly původní cíle doplněny o následující:

- Numerický model zkoušky mechanických vlastností tenkých vrstev tzv. bulge testu
- Odhadnutí reziduálních napětí ve vzorku pro bulge test.

## 4 Mikrokompresní zkouška

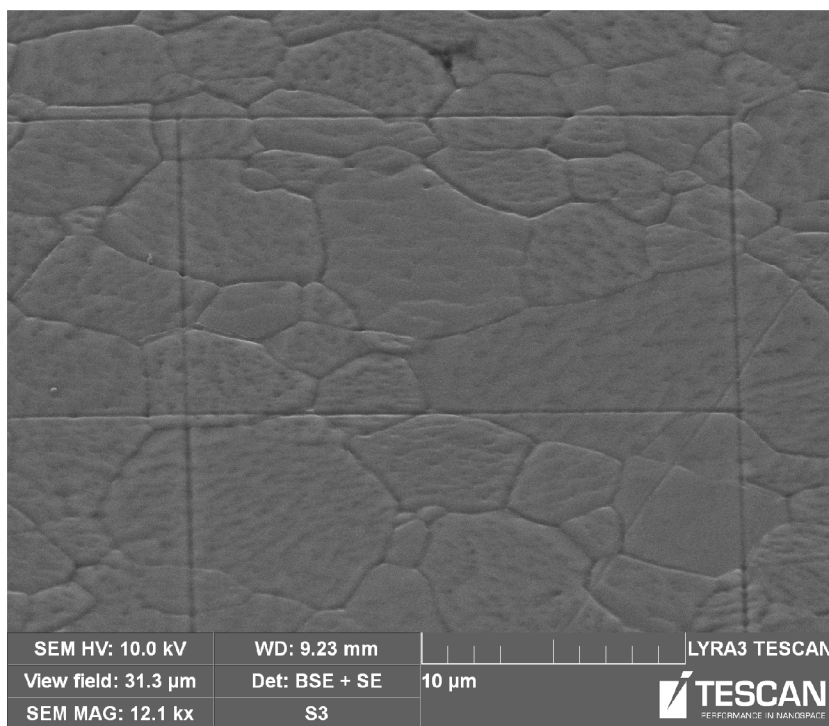
Na základě výsledků uvedených v předcházející bakalářské práci [1] bylo zformulováno doporučení pro vhodnější proces zatěžování vzorků v průběhu jejich testování. Z experimentálního měření, které zohlednilo doporučený způsob zatěžování, byly k dispozici záznamy pro tři vzorky. Poznamenejme, že nové vzorky pocházejí ze zkoušek provedených pracovníky ÚFM AV ČR, v. v. i. Tato kapitola se zabývá vyhodnocením nových vzorků za účelem posouzení správnosti vydaného doporučení a stanovení přesnějšího modulu pružnosti v tahu tenké hliníkové vrstvy.

Modul pružnosti v tahu testovaného vzorku je ovlivněn anizotropií krystalu hliníku, který tvoří podstatnou část tohoto vzorku, skutečnou geometrií vzorku a okrajovými podmínkami. Pro správnou interpretaci naměřeného záznamu je třeba tyto faktory brát v potaz a například pomocí numerických simulací stanovit jejich vliv na mechanické vlastnosti testované hliníkové vrstvy.

Princip mikrokompresní zkoušky, metodika vyhodnocení modulu pružnosti v tahu z experimentálního záznamu i tvorba modelů pro účely simulací byly popsány v uvedené bakalářské práci [1]. Dále jsou proto uvedeny pouze informace nezbytné k pochopení problematiky.

## 4.1 Princip mikrokompresní zkoušky

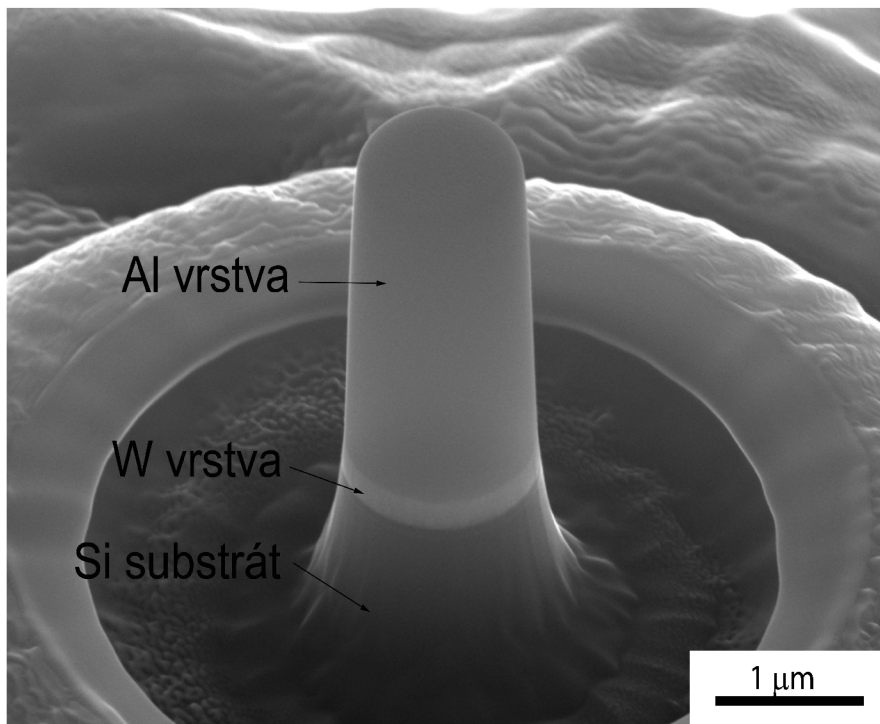
Stejně jako v bakalářské práci [1] je zkoumaným materiálem vrstva vyrobená z hliníku s 1,5 hm. % Cu o tloušťce  $2,06 \pm 0,05 \mu\text{m}$ , která je napařena na křemíkový monolitický substrát. Mezi hliníkovou vrstvou a křemíkovým substrátem se nachází vrstva wolframu s 10 hm. % Ti o tloušťce přibližně  $0,14 \mu\text{m}$ . Velikost zrna Al je  $3,8 \pm 0,3 \mu\text{m}$ . Vrstva (obr. 1) byla připravena na zařízení VARIAN 3190 ve firmě ON Semiconductor.



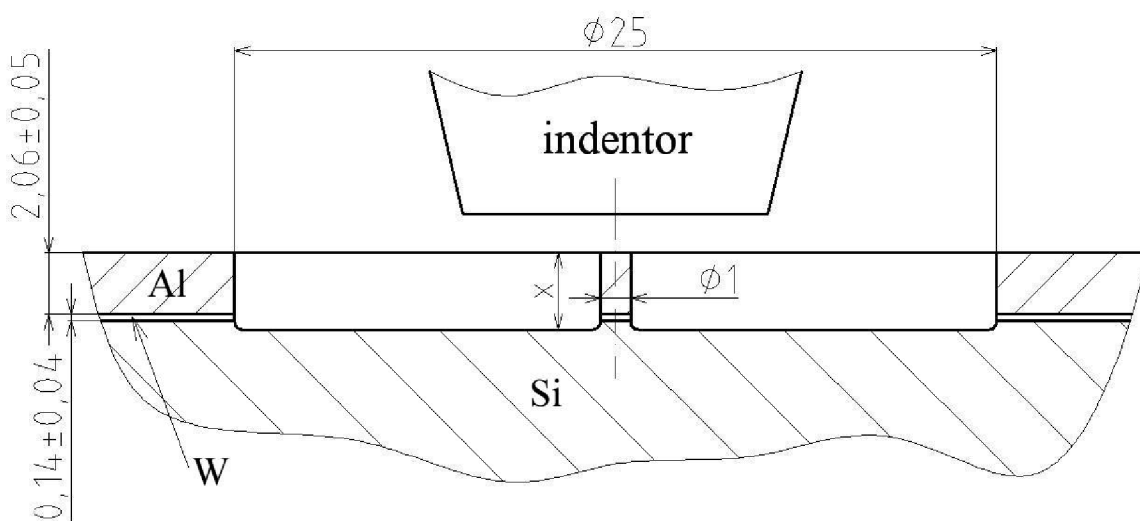
Obr. 1 Studovaná vrstva určená k přípravě pilířku

Přípravou zkušebních vzorků stejně jako vývojem mikrokompresní metody a jejich zkoušením se zabývají prof. Mgr. Tomáš Kruml, CSc. a Ing. Ivo Kuběna, Ph.D. z Ústavu fyziky materiálů AV ČR, v. v. i., kteří také poskytli experimentální data obsažená v překládané diplomové práci.

Vzorky byly připravovány na půdě FEI Company v Brně na přístroji Quanta 3D FEG Dual Beam. Samotné testování pak bylo provedeno v École Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL) ve Švýcarsku. Testovaný vzorek, tzv. pilířek, je vytvořen odprašováním materiálu pomocí fokusovaného iontového svazku (FIB) tak, že je ve středu zrna odstraněna část vrstvy, mezivrstvy a část substrátu mezi průměry  $25 \mu\text{m}$  a zhruba  $1,5 \mu\text{m}$ . Ideální tvar pilířku by měl být rotační válec, což ovšem není snadné zajistit, jak je vidět na obr. 2. Na obrázku jsou také zřetelně vidět jednotlivé vrstvy, ze kterých je zkušební pilířek tvořen: testovaná hliníková vrstva (Al), wolframová mezivrstva (W) a křemíkový substrát (Si).



Obr. 2 Pilířek připravený ke zkoušce [11]



Obr. 3 Princip zatěžování, rozměry jsou uvedeny v μm [10]

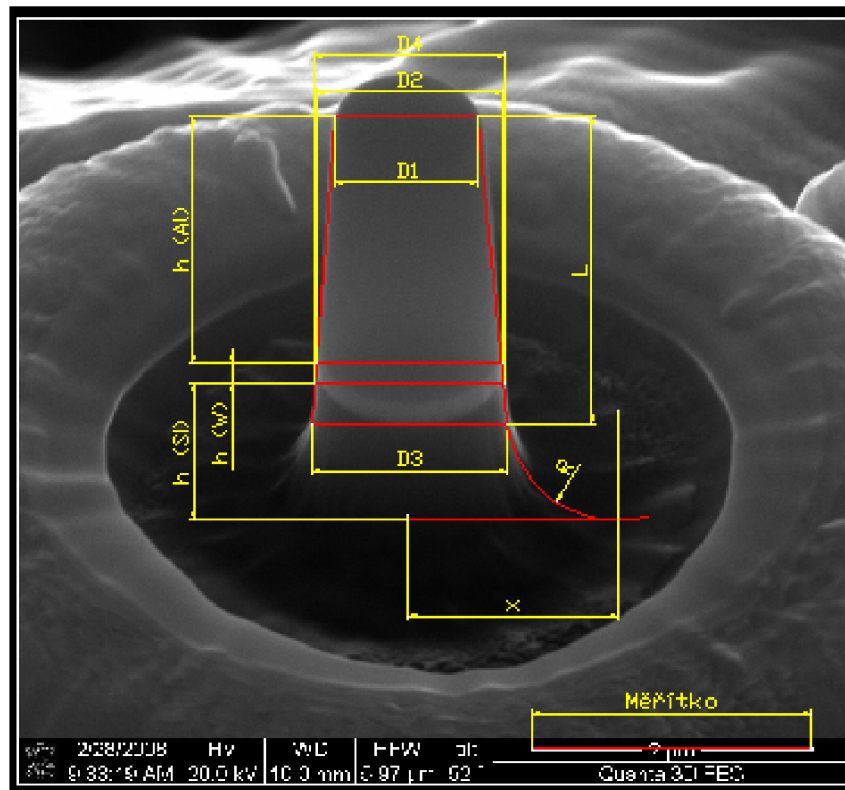
Zatěžování takto připravených pilířků bylo realizováno pomocí MTS Nanoindentor XP vybaveného plochým diamantovým hrotem o průměru kontaktní plošky 10 μm. Během kompresní zkoušky (viz obr. 3) byla plynule zaznamenávána velikost zátěžné síly a posuv plochého hrotu. Výsledkem jsou pak křivky závislosti síly, respektive napětí, na deformaci, které se využijí k následnému stanovení mechanických vlastností tenké hliníkové vrstvy [10-12].



## 4.2 Rozměry vzorku

Pro správné vyhodnocení modulu pružnosti v tahu jak z experimentálního záznamu, tak i z následných simulací je nutné znát rozměry vzorků. K dispozici byly fotografie všech zkoušených pilířků, z nichž byly za pomoci programu AutoCAD odečteny všechny potřebné rozměry (viz obr. 4). Poznamenejme, že fotografie byla pořízena pod úhlem 52°, a tak je třeba s využitím goniometrických funkcí přepočítat tloušťky jednotlivých vrstev a střední délku pilířku. Odměřené průměry není možné přesněji určit. Rozměry pilířků jsou uvedené v tab. 1. V posledním sloupci je pak uveden parametr  $S_{str}$ , střední velikost plochy hliníkové vrstvy, který je využíván v dalších výpočtech:

$$S_{str} = \frac{S(D1) + S(D2)}{2}$$



Obr. 4 Rozměry pilířku v  $\mu\text{m}$

Tab. 1. Rozměry zkoušených pilířků v  $\mu\text{m}$

Název vzorku	$D1$	$D2$	$D3$	$D4$	$x$	$R$	$h(\text{Si})$	$h(\text{Al})$	$L$	$S_{str}$
M1	1,07	1,36	1,52	1,39	1,38	0,67	1,59	2,28	3,52	1,18
M2	1,00	1,41	1,51	1,44	1,40	0,79	0,95	2,48	3,14	1,17
S2	1,01	1,32	1,43	1,34	1,20	0,75	1,44	2,26	3,05	1,08

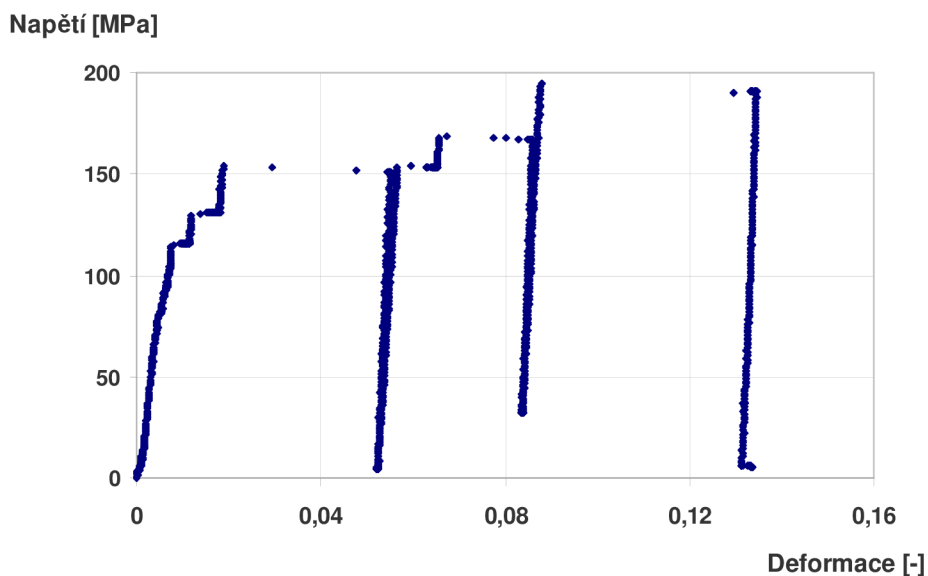
### 4.3 Vyhodnocení experimentálního měření

Z experimentů je známa závislost zatěžující síly na deformaci pilířku u všech tří vzorků. V bakalářské práci [1], na kterou tato část diplomové práce navazuje, byla metodika stanovení modulu pružnosti v tahu založena na předpokladu, že zatímco při zatěžování pilířku dochází k plastické deformaci při odlehčování pilířku již nikoliv. Vzhledem k tomu, že hliníková vrstva tvořící část pilířku je monokrystal, dochází při zatěžování pilířku ke skluzu atomárních rovin, a tedy k plastické deformaci (tzv. „easy-glide“). Pro vyhodnocení lze však využít odlehčovací části křivky závislosti síly, resp. napětí, na deformaci, která by měla popisovat pouze elastickou deformaci.

Metodika stanovení modulu pružnosti v tahu z experimentálních dat u daného typu zkoušky byla stanovena v bakalářské práci takto:

- Pro určení přetvoření uvažovat výšku hliníkové vrstvy  $h(\text{Al})$ . Pak  $\varepsilon(z) = u(z)/h(\text{Al})$ , kde  $u(z)$  je zatěžující posuv působící na horní stranu vzorku zjištěný experimentálně.
- Jako odpovídající napětí  $\sigma$  uvažovat sílu působící na horní plochu vzorku (zatěžující sílu nanoindentoru) podělenou střední velikostí plochy kolmého řezu pilířkem v hliníkové vrstvě  $S_{\text{str}}$ .

Na obrázku 5 je ukázána výsledná závislost napětí  $\sigma$  na přetvoření  $\varepsilon(z)$ .



Obr. 5 Závislost napětí na deformaci stanovená pro vzorek M1

Na rozdíl od vzorků vyhodnocovaných v bakalářské práci [1], které byly pouze zatíženy a následně odlehčeny, bylo u nových vzorků realizováno opakované zatěžování a odlehčování pilířku. Lze tak ověřit předpoklad lineárně-elastického chování pilířku při odlehčování, tzn. že moduly pružnosti stanovené z jednotlivých odlehčovacích větví by se neměly lišit. Dalším rozdílem je použití menší zátěžné síly během zkoušky než byla použita ke stlačování vzorků v [1]. Menší hodnoty zatěžující síly nanoindentoru by také mohly přispět k lepším výsledkům vzhledem k tomu, že by nemělo docházet k tak velké změně geometrických charakteristik změřených před začátkem zkoušky, jako např. průřezu pilířku a výšky Al vrstvy, které jsou použity ve výpočtech pro stanovení závislosti napětí na deformaci (obr. 5).

Tab. 2. Hodnoty modulu pružnosti v tahu z jednotlivých odlehčovacích částí křivky závislosti napětí na deformaci, název větve odpovídá umístění v grafu na obr. 5.

Název vzorku	Levá větev	Prostřední větev	Pravá větev
M1	48 GPa	56,1 GPa	61,7 GPa

Modul pružnosti  $E$  byl stanoven pomocí Hookova zákona pro prostý tah, resp. tlak:

$$\sigma = E\varepsilon. \quad (1)$$

Je to tedy směrnice křivky závislosti napětí  $\sigma$  na přetvoření  $\varepsilon(z)$ . Hodnoty modulu pružnosti  $E$  z odlehčovacích částí jednotlivých větví, jsou uvedeny v tabulce 2., pro pilířek M1. Je vidět, že jednotlivé moduly se nerovnají, což se zdá být v rozporu s předpokladem elastické deformace. Postupné zvyšování hodnoty  $E$  lze však uspokojivě vysvětlit tím, že při opakovaném zatěžování se mění tvar pilířku, a tak změřené rozměry pilířku, které se využívají ve vztazích pro výpočet napětí a přetvoření tak úplně neodpovídají skutečnosti. Jako nejvhodnější výsledek se tedy jeví modul pružnosti stanovený z první odlehčovací větve (viz obr 5). Takto stanovenou hodnotu považujeme za  $E$  pilířku, která je využita v následujících výpočtech. Hodnoty modulů pružnosti všech zkoumaných vzorků, označených jako  $E'_{\text{exp}}$ , jsou uvedeny v tabulce 3.

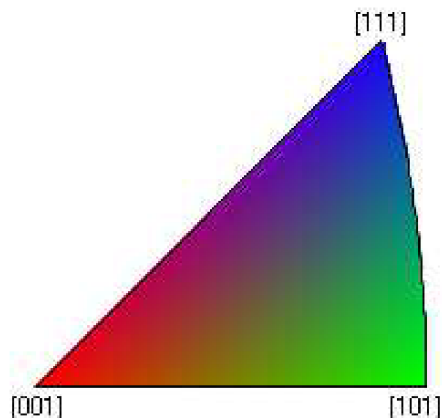
Tab. 3. Zjištěné hodnoty  $E'_{\text{exp}}$  pro jednotlivé pilířky

Název vzorku	$E'_{\text{exp}}$ [GPa]
M1	48,00
M2	45,60
S2	48,70

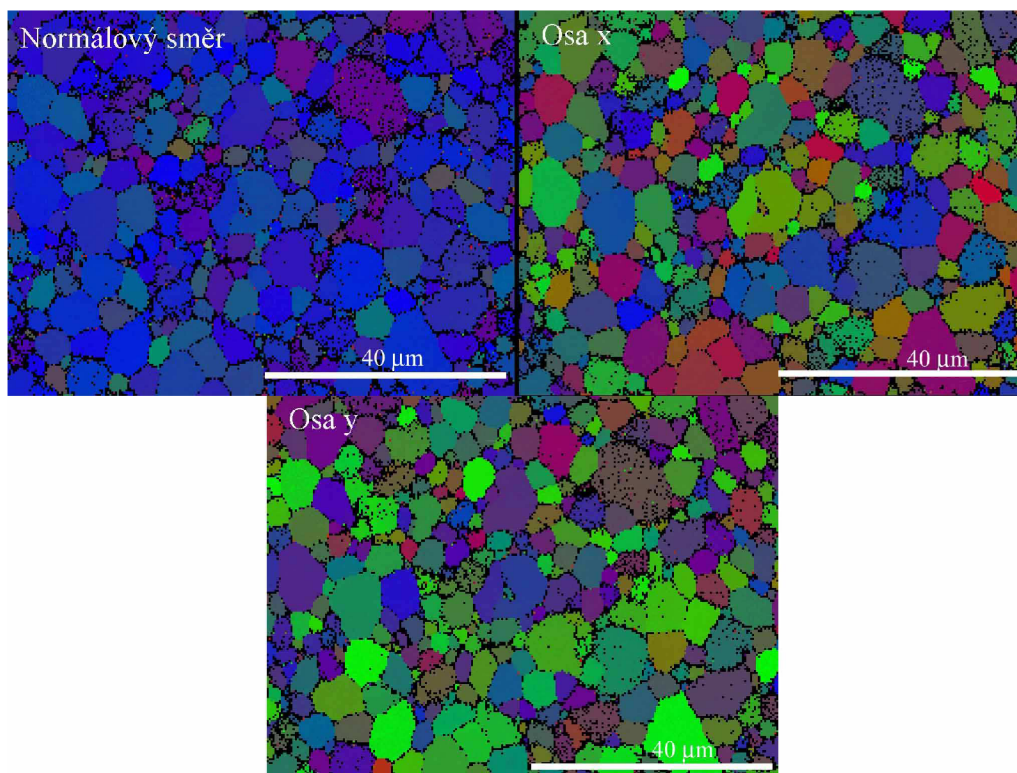
## 4.4 Stanovení krystalografických směrů

Vzhledem k tomu, že pilířek je tzv. monokrystal, je třeba pro účely modelování mikrokompresní zkoušky, a tak určení přesnějšího modulu pružnosti v tahu pilířku, znát jeho krystalografickou orientaci. Tu lze zjistit pomocí analýzy EBSD (electron backscatter diffraction) v SEM (scanning electron microscopy), kdy se využije svazku elektronů dopadající na studovaný vzorek. Část elektronů se odrazí a vytvoří na fluorescenčním stínítku obrazec tzv. difraktogram, který je snímám kamerou a dále zpracován počítačem [13]. Klíč k určení orientace krystalu a povrch vzorků v kolmém směru a příčných směrech jsou na obrázcích 6 a 7.

Z takto stanovených Millerových indexů orientace pilířků byly odečteny odpovídající úhly natočení souřadnicového systému elementů (viz tab. 4) využité při simulacích v MKP softwaru Ansys.



Obr. 6 Určení orientace zrn za pomoci EBSD podle barvy [10].



Obr. 7 Výsledek EBSD analýzy povrchu zkoumaného vzorku [10].

Tab. 4. Krystalografické směry zrn vzorků a úhly natočení souřadnicového systému elementů

Název vzorku	Směr	k ose x [°]	k ose y [°]	k ose z [°]
M1	[3 5 9]	29,05	30,96	71,57
M2	[2 4 5]	38,66	26,57	68,20
S2	[1 2 3]	33,69	26,57	71,57

V tabulce 5 jsou uvedeny úhly natočení souřadnicového systému elementů odpovídající významným krystalografickým směrům, které jsou využity v následujících výpočtech.

Tab. 5. Významné krystalografické směry a úhly natočení souřadnicového systému elementů

Směr	k ose x [°]	k ose y [°]	k ose z [°]
[1 0 0]	90	0	0
[1 1 0]	0	45	0
[1 1 1]	0	45	45

## 4.5 Výsledky numerických simulací a výpočtů

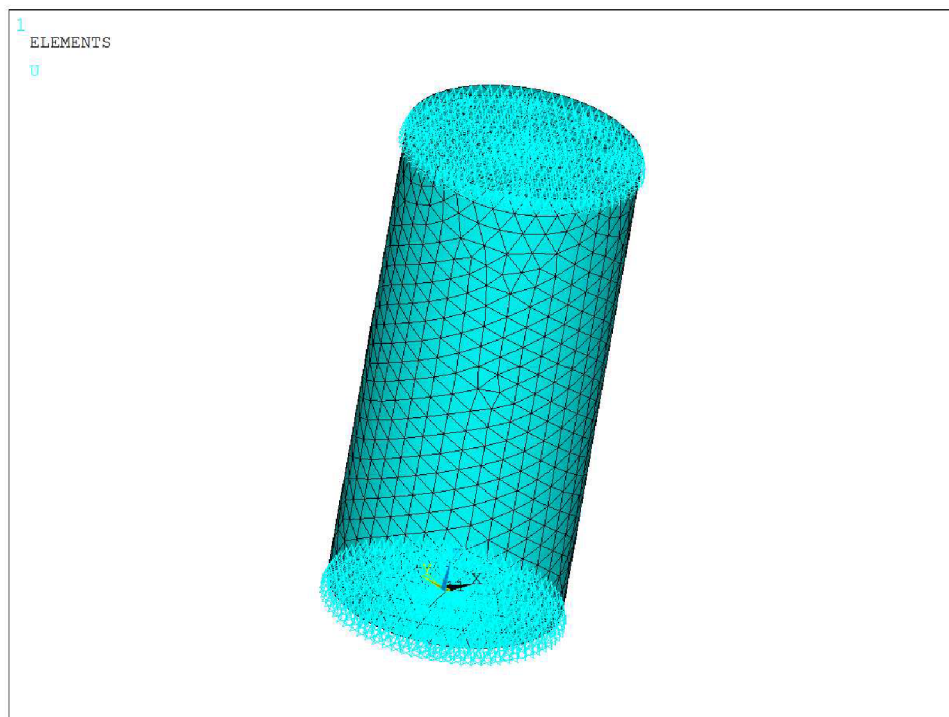
Specifický tvar pilířku a jeho rozdílné materiálové složení značně komplikuje stanovení modulu pružnosti v tahu pilířku z experimentálního záznamu. Za pomoci několika vhodně navržených MKP simulací však lze vliv specifického tvaru (kuželovitosti) pilířku, přítomnosti křemíkového substrátu a wolframové mezivrstvy vyjádřit, a tak stanovit přesnější odhad modulu pružnosti v tahu zkoumaných vzorků. V následujících podkapitolách jsou popsány jednotlivé simulace provedené v programu Ansys, dostupném na FSI VUT v Brně. Postup tvorby modelů a následné numerické stanovení jednotlivých vlivů na výsledný odhad  $E$  byl již navržen v bakalářské práci [1]. Je však žádoucí správnost navrženého postupu ověřit na nových vzorcích.

Jak již bylo zmíněno, studovaná hliníková vrstva obsažená ve zkušebním pilířku je monokrystal. Při modelování je proto třeba uvažovat anizotropii krystalu. Ta je u všech modelů použitých pro následující výpočty charakterizována třemi elastickými konstantami  $c_{11}$ ,  $c_{12}$  a  $c_{44}$  a orientací krystalové mřížky. Podrobnější informace o elastických konstantách jsou uvedeny v [1] v kapitole 4.1. Pro numerický výpočet byly použity následující hodnoty elastických konstant:  $c_{11} = 10,82 \cdot 10^{10}$  Pa,  $c_{12} = 6,13 \cdot 10^{10}$  Pa a  $c_{44} = 2,85 \cdot 10^{10}$  Pa [14]. Dále je třeba při tvorbě modelu zajistit správnou orientaci krystalové mřížky. Geometrie modelu i materiálové konstanty se, není-li nastaveno jinak, v Ansysu vztahují ke globálnímu kartézskému souřadnicovému systému  $x$ ,  $y$ ,  $z$ . Hodnoty tří výše uvedených konstant platí, pokud je směr krystalové mřížky shodný s libovolnou osou kartézského systému (díky symetrii kubického krystalu). Orientace krystalové mřížky vzhledem ke globálnímu systému je známá z EBDS analýzy, a tak lze vytvořit nový lokální souřadnicový systém s počátkem v počátku globálního souřadnicového systému, ale s pootočenými osami odpovídajícími krystalografickým směrům (viz tab. 4).

Zatímco u hliníkové části modelů používaných v následujících simulacích je uvažována anizotropie, u wolframové mezivrstvy a křemíkového substrátu se předpokládá izotropie a jejich materiálové konstanty jsou dány příslušným modulem pružnosti v tahu a Poissonovým číslem. Modul pružnosti v tahu wolframu (W) a křemíku (Si) byl zvolen:  $E_W = 400$  GPa, respektive  $E_{Si} = 129$  GPa, a Poissonovo číslo  $\mu_W = \mu_{Si} = 0,28$  [15].

### 4.5.1 Stanovení teoretických hodnot modulu pružnosti v tahu

Nejprve byla provedena simulace mikrokompresní zkoušky na modelu ideálního zkušebního tělesa. Ideální zkušební těleso představuje válec, jehož průměr a výška odpovídá průměru pilířku  $D1$  a výšce  $h(Al)$  hliníkové vrstvy (viz tab. 1). Spodní podstavě válce bylo zamezeno pohybu ve směru osy pilířku (osa  $z$ ) a prostřednímu uzlu na podstavě byl zamezen posuv ve všech směrech tak, aby bylo zajištěno jeho uchycení v prostoru a nedocházelo k divergenci výpočtu. Zatěžování bylo realizováno konstantním posuvem horní plochy pilířku ve směru osy  $z$ , přičemž hodnota posuvu  $u$  byla pro výpočet zvolena jako  $0,001 \mu\text{m}$ . Model válce s okrajovými podmínkami je zobrazen na obr. 8.



Obr. 8 Ukázka použité sítě a okrajové podmínky modelu válce

Ze zatížení posuvem byla v prostředí Ansys stanovena průměrná síla působící na zatěžovanou horní plochu (součet elementárních sil působících na tuto plochu). Hodnota  $E$  pilířku se určí podle Hookova zákona (1), kde napětí  $\sigma$  působící na horní plochu válce se vypočítá jako velikost síly  $F$  (viz tab. 6 a 7) působící na tuto plochu podělená obsahem plochy. Přetvoření  $\varepsilon$  se rovná vztahu:  $\varepsilon = u/h(AI)$ . Tímto způsobem byly určeny teoretické hodnoty modulu pružnosti v tahu, a to jak pro významné krystalografických směry krystalu, tak pro jednotlivé zkoušené pilířky. Hodnoty  $E$  (viz tab. 6), odpovídající orientaci významných směrů, vymezí interval, ve kterém se mohou hodnoty modulů pružnosti teoreticky pohybovat. Výsledky pro jednotlivé pilířky pak udávají hodnoty  $E$  (viz tab. 7), kterých by mělo být dosaženo při experimentálním měření.

Uveďme, že pro výpočet hodnot pro významné směry bylo využito rozměrů odpovídajících vzorku M1. Kvůli kontrole a demonstraci extrémních hodnot budou tyto intervaly uvedeny u všech následujících výpočtů. Směr [1 1 0] je doplněn pro informaci jako významný krystalografický směr.

Tab. 6. Vypočítané hodnoty modulu pružnosti v tahu  $E_{\text{teor}}$  pro významné krystalografické směry

Směr	$F$ [N]	$E_{\text{teor}}$ [GPa]
[1 0 0]	25,08	63,87
[1 1 0]	28,52	72,63
[1 1 1]	29,54	75,21

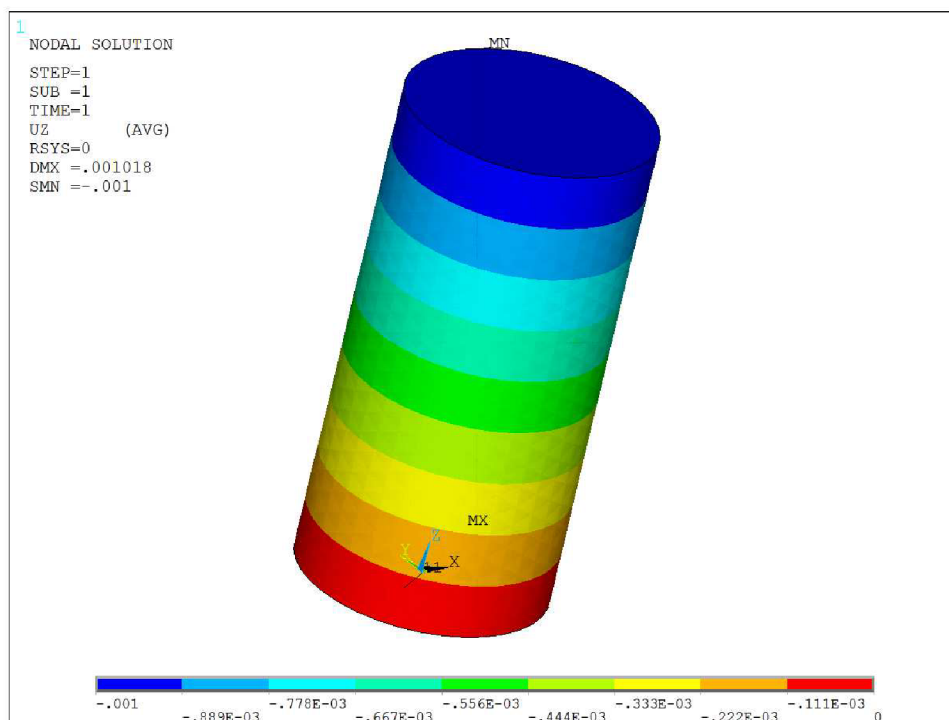
Tab. 7. Vypočítané teoretické hodnoty modulu pružnosti v tahu hliníkové vrstvy  $E_{\text{teor}}$  a výsledky stanovené z lineární části získané při odlehčení experimentálního vzorku  $E'_{\text{exp}}$

Název vzorku	$F$ [N]	$E_{\text{teor}}$ [GPa]	$E'_{\text{exp}}$ [GPa]
M1	28,42	72,36	48,00
M2	22,81	72,14	45,60
S2	25,45	71,36	48,70

Je vidět, že  $E_{\text{teor}}$  z tabulky 7 spadají do intervalu 63,87 až 75,21 GPa (z tab. 6) a že jsou hodnoty  $E_{\text{teor}}$  blízké 75 GPa, což vyhovuje předpokladům (orientace krystalů je blízká orientaci [111]).

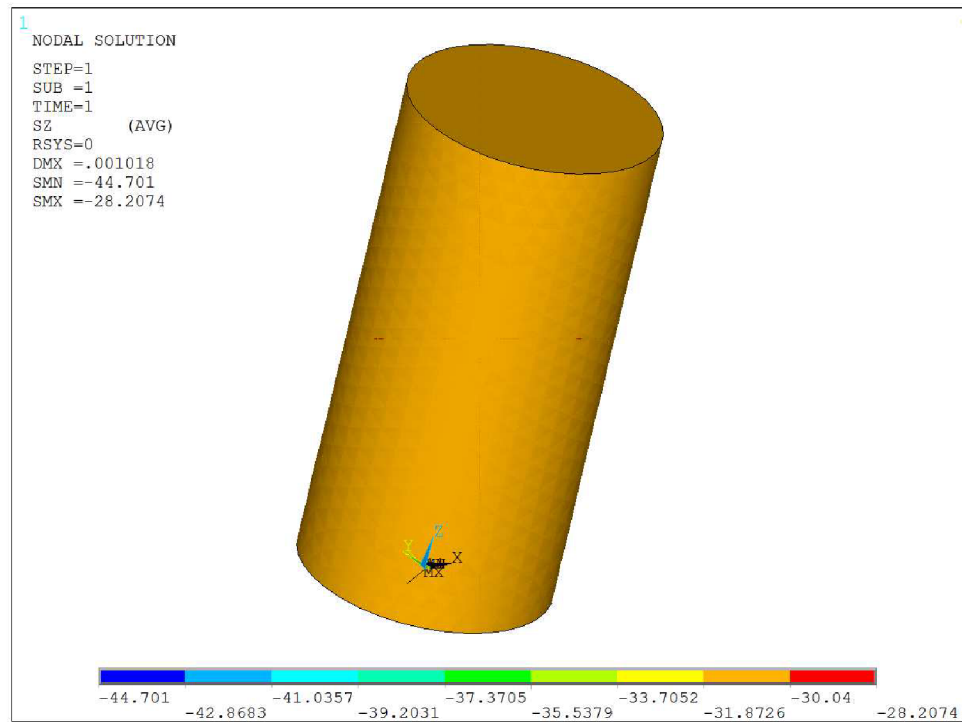
Pro porovnání jsou v tabulce 7 také uvedeny experimentálně stanovené hodnoty  $E'_{\text{exp}}$ , které by se v ideálním případě měly teoretickým hodnotám  $E$  rovnat. Data z experimentu jsou však systematicky nižší, což potvrzuje předpoklad, že při měření dochází k ovlivňování odezvy a moduly pružnosti stanovené z experimentu nelze považovat za skutečné moduly pružnosti v tahu zkoušené hliníkové vrstvy.

Ukázky výsledků numerické analýzy jsou zobrazeny na obrázcích 9 a 10.



Obr. 9 Výsledná deformace v ose Al válce





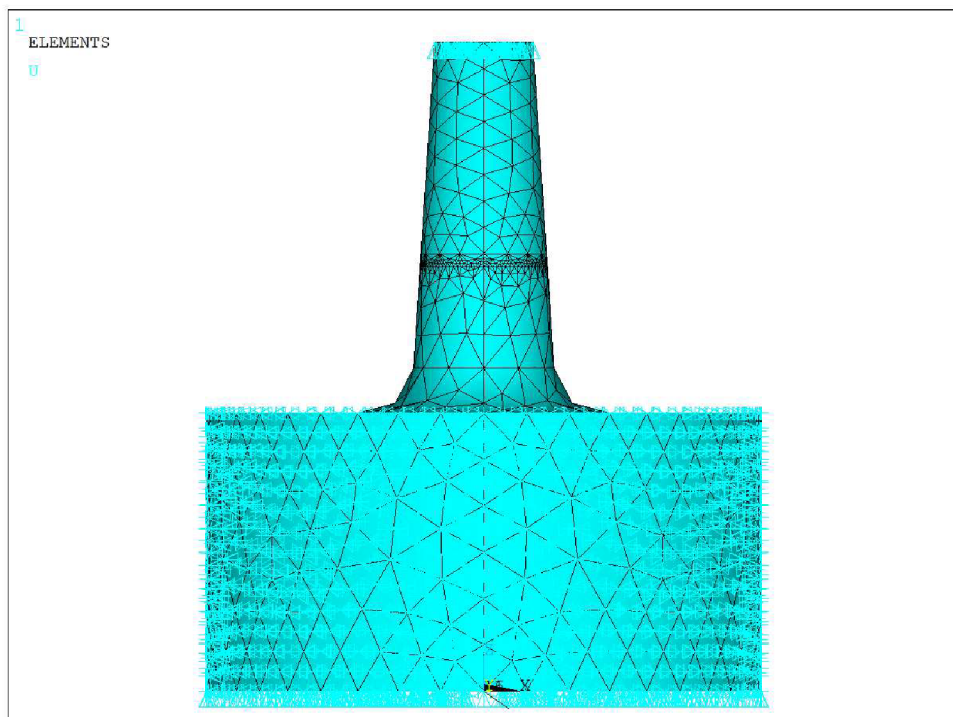
Obr. 10 Výsledné napětí v ose válce

#### 4.5.2 Numerická simulace mikrokompresní zkoušky

V dalším byla provedena simulace vlastní mikrokompresní zkoušky. Model byl vytvořen tak, aby co nejlépe odpovídal skutečnému pilířku (obr. 2). Hliníková vrstva tvořící pilířek je napařena na křemíkový substrát, 3D model proto obsahuje patřičnou část materiálu substrátu. Geometrie modelu pilířku je pak rotačně symetrické těleso podle osy  $z$  globálního souřadnicového systému s rozměry, které byly odečteny na fotografiích jednotlivých vzorků (tab. 1).

Okrajové podmínky byly nastaveny tak, aby se oblast v okolí pilířku mohla při zatížení deformovat podobným způsobem jako v průběhu experimentu. Ve spodní části modelu bylo zamezeno posuvu podstavy ve směru osy  $z$  (osa pilířku) a posuvu plochy po obvodu výseku z křemíkového substrátu v radiálním směru. Posuv horní plochy pilířku v záporném směru osy  $z$  o hodnotu  $0,001 \mu\text{m}$  představuje zatížení pilířku. Model pilířku s uvedenými okrajovými podmínkami je zobrazen na obr. 11.

Stejně jako u předchozího válcového modelu byla na základě simulace stanovena průměrná síla  $F_{\text{FEM}}$  působící na zatěžovanou plochu a za použití Hookova zákona (1) stanoven modul pružnosti v tahu, zde označený jako  $E'_{\text{FEM}}$ . Síla  $F_{\text{FEM}}$  je zde podělena střední velikostí plochy hliníkové vrstvy  $S_{\text{str}}$  (tab. 1) a poměrná deformace je dána podílem posuvu horní podstavy a výšky hliníkové vrstvy, respektive  $\varepsilon = 0,001/h(\text{Al})$ . Takto stanovené hodnoty  $E'_{\text{FEM}}$  jsou uvedeny v tabulkách 8 odpovídající významným směrům a 9 pro jednotlivé pilířky, dále jsou pro srovnání v tab. 9 uvedeny experimentálně stanovené hodnoty  $E'_{\text{exp}}$ .



Obr. 11 Model použitý pro simulaci tlakové zkoušky se znázorněnými okrajovými podmínkami a zatěžujícím posuvem

Tab. 8. Stanovení hodnot  $E'_{\text{FEM}}$  pro významné krystalografické směry

Směr	$F_{\text{FEM}}$ [N]	$E'_{\text{FEM}}$ [GPa]
[1 0 0]	24,67	47,80
[1 1 0]	27,09	52,48
[1 1 1]	27,76	53,78

Tab. 9. Porovnání výpočtem stanovených hodnot  $E'_{\text{FEM}}$  s experimentálními daty

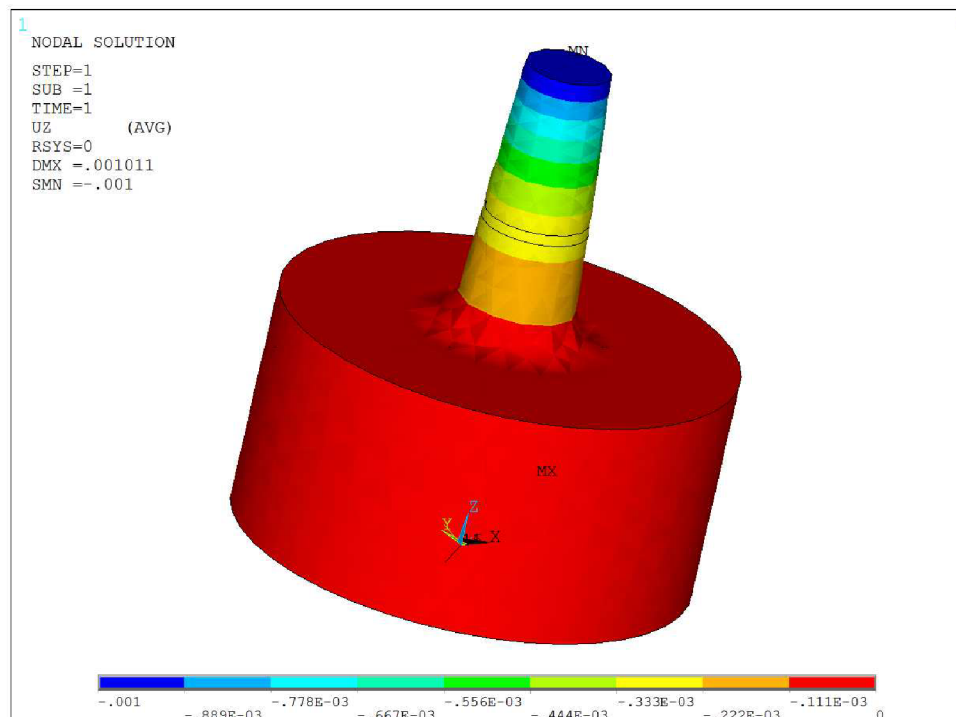
Název vzorku	$F_{\text{FEM}}$ [N]	$E'_{\text{FEM}}$ [GPa]	$E'_{\text{exp}}$ [GPa]
M1	27,02	52,35	48,00
M2	26,65	56,30	45,60
S2	25,06	52,22	48,70

Z porovnání tabulek 8 a 9 je vidět, že hodnota  $E'_{\text{FEM}}$  pro M2 je vyšší než hranice povoleného intervalu. Rozdíl je dán faktem, že interval, ve kterém se  $E'_{\text{FEM}}$  mohou pohybovat byl stanoven na modelu s rozměry naměřenými pro vzorek M1, slouží tedy pouze jako orientační rozmezí.

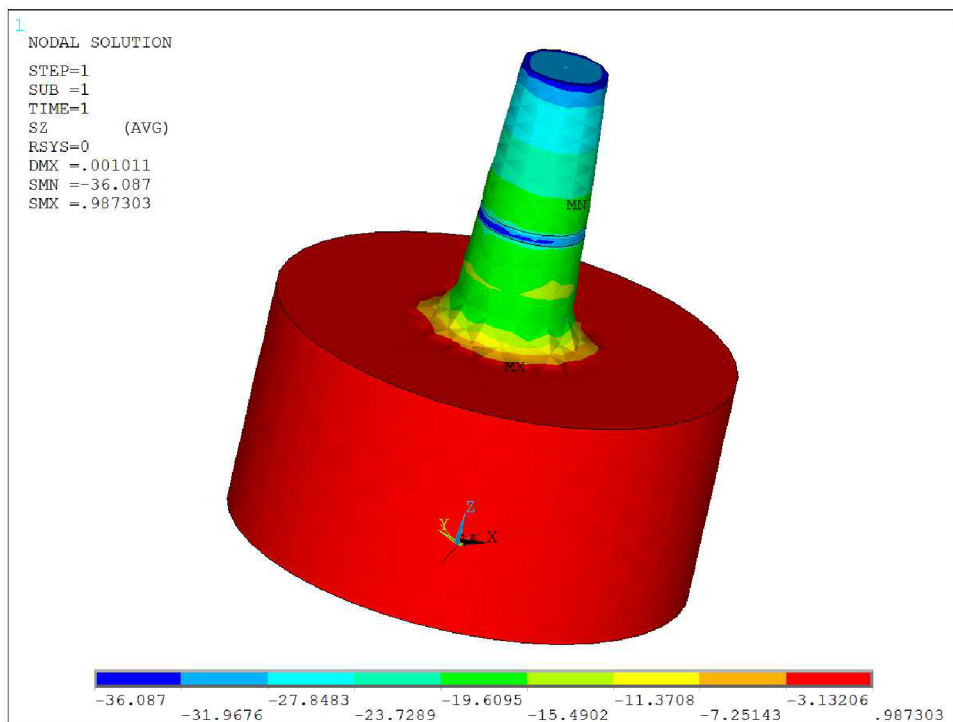
Porovnáním vypočítaných  $E'_{\text{FEM}}$  a experimentálně zjištěných hodnot  $E'_{\text{exp}}$  (tab. 9) je patrné, že data z provedené simulace jsou vyšší než experimentálně určená data. Rozdíl však není výrazný, hlavně v případě pilířků M1 a S2, a lze ho vysvětlit rozdílnými materiálovými

vlastnostmi vzorků a modelů. Kdy materiálové vlastnosti modelů byly určeny na základě literatury. Zkoumaná vrstva navíc není tvořena pouze kubickým krystalem hliníku, jak zde předpokládáme, ale jedná se o slitinu s 1,5% mědi a dalších prvků. K přesnějšímu numerickému odhadu  $E'_{FEM}$  by bylo zapotřebí dobře znát přesné materiálové charakteristiky zkoumané vrstvy, mezivrstvy a substrátu. Výsledky z numerické simulace mikrokompresní zkoušky, tj. deformace v ose pilířku a axiální napětí jsou zobrazeny na obrázcích 12 a 13.

Jak již bylo řečeno, výsledky ze simulace zkoušky i výsledky z experimentálního měření jsou ovlivněny přítomností substrátu, mezivrstvy a kuželovitosti pilířku. Proto je zapotřebí provést podrobnější MKP simulace s cílem tyto vlivy numericky vyjádřit a stanovit přesnější odhad  $E$  hliníkové vrstvy.



Obr. 12 Výsledná deformace v ose pilířku z numerického výpočtu zahrnujícího vliv celého pilířku i s okolním křemíkovým substrátem.



Obr. 13 Axiální napětí z numerického výpočtu zahrnujícího vliv celého pilířku i s okolním křemíkovým substrátem.

#### 4.5.3 Stanovení vlivu substrátu

K určení vlivu substrátu byly využity výsledky z předchozí simulace mikrokompresní zkoušky (kapitola 4.5.2). Byla zjištěna průměrná hodnota posuvu  $u$  na ploše v místě styku hliníkové a wolframové vrstvy a pomocí vztahu pro výpočet poměrné deformace

$$\varepsilon = (u_0 - u) / l, \quad (2)$$

kde  $u_0$  je hodnota posuvu v místě horní podstavy ( $u_0 = 0,001 \mu\text{m}$ ) a  $l$  je výška hliníkové vrstvy ( $h(\text{Al})$  v tab.1), dosazené do Hookova zákona (1) byl stanoven modul pružnosti, označený jako  $E_s$ . Napětí je rovno síle  $F'_{\text{FEM}}$  (viz tab. 9) podělené střední velikostí plochy hliníkové vrstvy  $S_{\text{str}}$ . V tab. 10 jsou uvedeny hodnoty  $E_s$  vymezující interval pro  $E_s$  u jednotlivých vzorků, které jsou zapsané v tabulce 11. K vyjádření vlivu substrátu na výsledný  $E$  hliníkové vrstvy je třeba porovnat modul pružnosti ze simulace mikrokompresní zkoušky  $E'_{\text{FEM}}$  s nově zjištěným  $E_s$ , jinými slovy s modulem pružnosti v případě, kdy by se ve zkušebním vzorku žádný křemíkový substrát nenacházel. Numericky je vliv substrátu na modul pružnosti v tahu zkoumané hliníkové vrstvy, získaný podílem  $E_s/E'_{\text{FEM}}$ , uveden v posledním sloupci.

Je vidět, že přítomnost substrátu snižuje hodnotu výsledného modulu pružnosti v tahu o cca 30%. Tento rozdíl je způsoben deformací substrátu při zkoušce.

Tab. 10. Moduly pružnosti v tahu pro významné směry se zohledněním vlivu substrát

Směr	$u_s$ [ $\mu\text{m}$ ]	$E_s$ [GPa]
[1 0 0]	0,000241	62,95
[1 1 0]	0,000264	71,28
[1 1 1]	0,000270	73,71

Tab.11. Moduly pružnosti v tahu jednotlivých vzorků se zohledněním vlivu substrátu

Název vzorku	$u_s$ [ $\mu\text{m}$ ]	$E_s$ [GPa]	$E'_{\text{FEM}}$ [GPa]	Koeficient vlivu substrátu
M1	0,000263	71,02	52,35	1,36
M2	0,000179	68,55	56,30	1,22
S2	0,000251	69,68	52,22	1,33

#### 4.5.4 Stanovení vlivu kuželovitosti vzorku

Ideální válcovitý tvar zkušebního tělesa nelze použitou technologií přípravy zajistit. V této kapitole je stanoven vliv kuželovitosti pilířku na výslednou hodnotu  $E$  hliníkové vrstvy, tak že bylo provedeno porovnání výsledků ze simulace kompresní zkoušky na modelu ideálního válce (kap. 4.5.1) a ze simulace nově provedené zkoušky na modelu komolého kužele. Model komolého kužele (viz obr. 14) představuje část pilířku odpovídající hliníkové vrstvě. Průměr spodní podstavy je roven průměru  $D_2$ , tedy průměru v místě dotyku hliníkové vrstvy s wolframovou. Průměr vrchní podstavy je  $D_1$  a je to průměr zatěžovací plochy. Výška kužele je rovna výšce hliníkové vrstvy  $h(\text{Al})$ . Zatěžování je stejně jako v předchozích případech předepsáno posuvem v záporném směru osy  $z$  o  $0,001 \mu\text{m}$ . Okrajové podmínky jsou stejné jako u válcového modelu (ve spodu zamezeno posuvu v axiálním směru a prostřednímu uzlu na spodní podstavě je zamezen posuv ve všech směrech).

Výsledný modul pružnosti v tahu označený  $E_k$  je vypočítán dle Hookova zákona (1), kde napětí se rovná podílu síly  $F_k$  a střední velikosti plochy hliníkové vrstvy  $S_{\text{str}}$ . Poměrná deformace je dána vztahem:  $\varepsilon = 0,001/h(\text{Al})$ . V tabulce 12 jsou zapsány hodnoty pro určení orientačního intervalu. V tab. 13 jsou pak uvedeny hodnoty  $E_k$  pro jednotlivé vzorky společně s teoretickými hodnotami  $E_{\text{teor}}$ . Výsledky numerické analýzy jsou dále uvedeny na obrázcích 15 a 16.

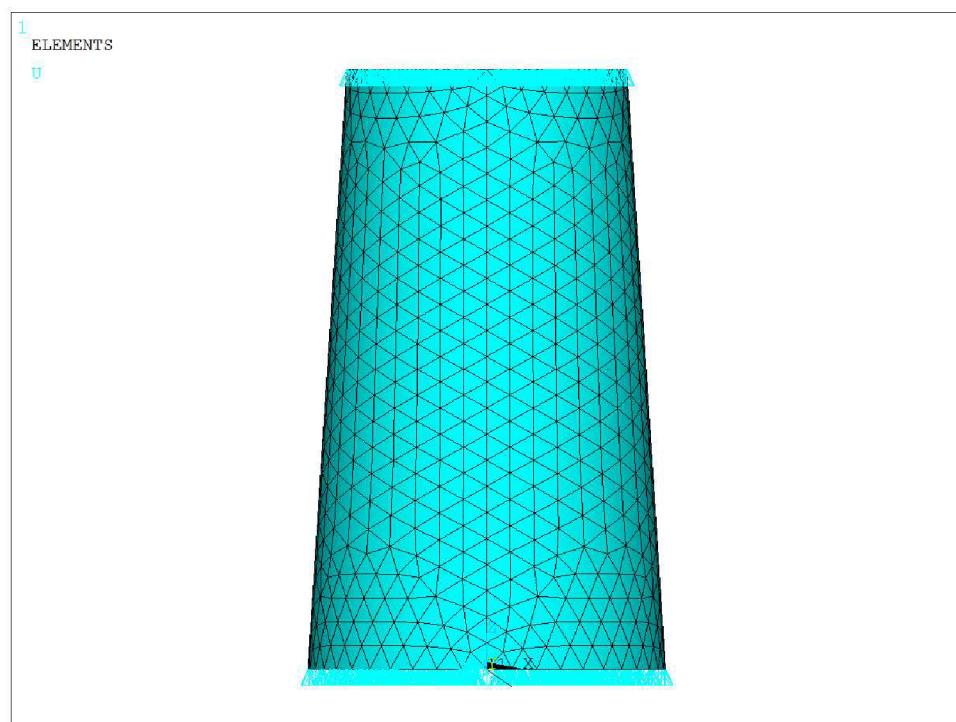
Numerické vyjádření vlivu kuželovitosti (tab. 13) je rovno podílu  $E_{\text{teor}}$  a  $E_k$  a je vidět, že kuželovitost vzorku zvyšuje odhadnutou hodnotu modulu pružnosti v tahu o cca 4%.

Tab.12 Moduly pružnosti v tahu pro významné směry se zohledněním vlivu kuželovitosti vzorků

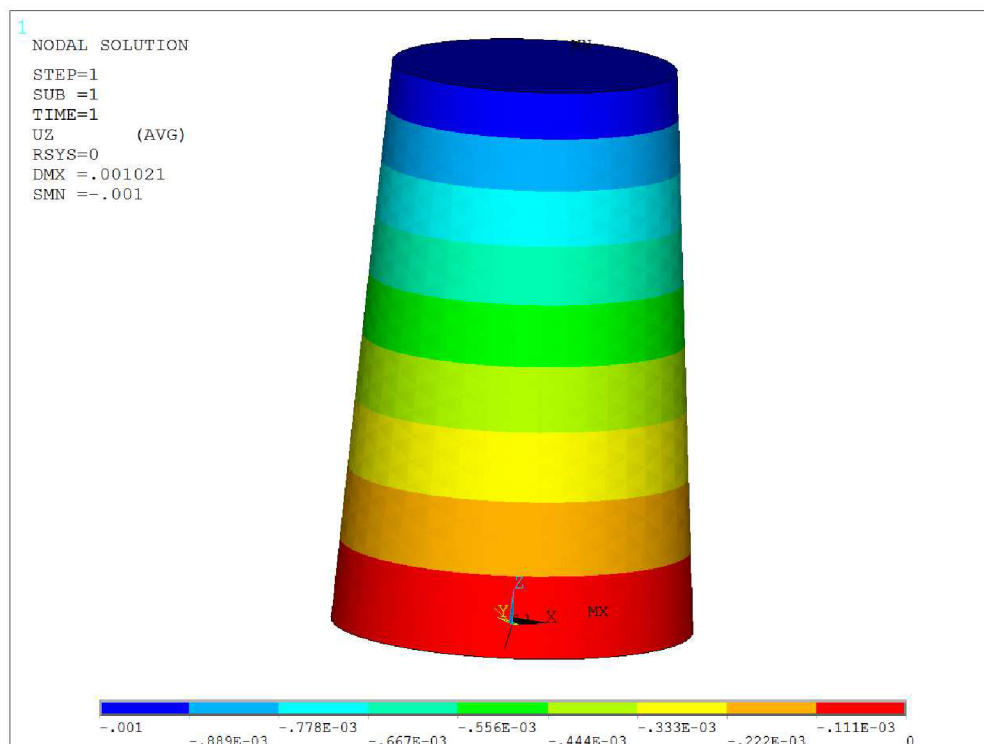
Směr	$F_k$ [N]	$E_k$ [GPa]
[1 0 0]	31,95	63,87
[1 1 0]	36,29	72,63
[1 1 1]	37,57	75,21

Tab.13 Moduly pružnosti v tahu jednotlivých vzorků se zohledněním vlivu kuželovitosti vzorků

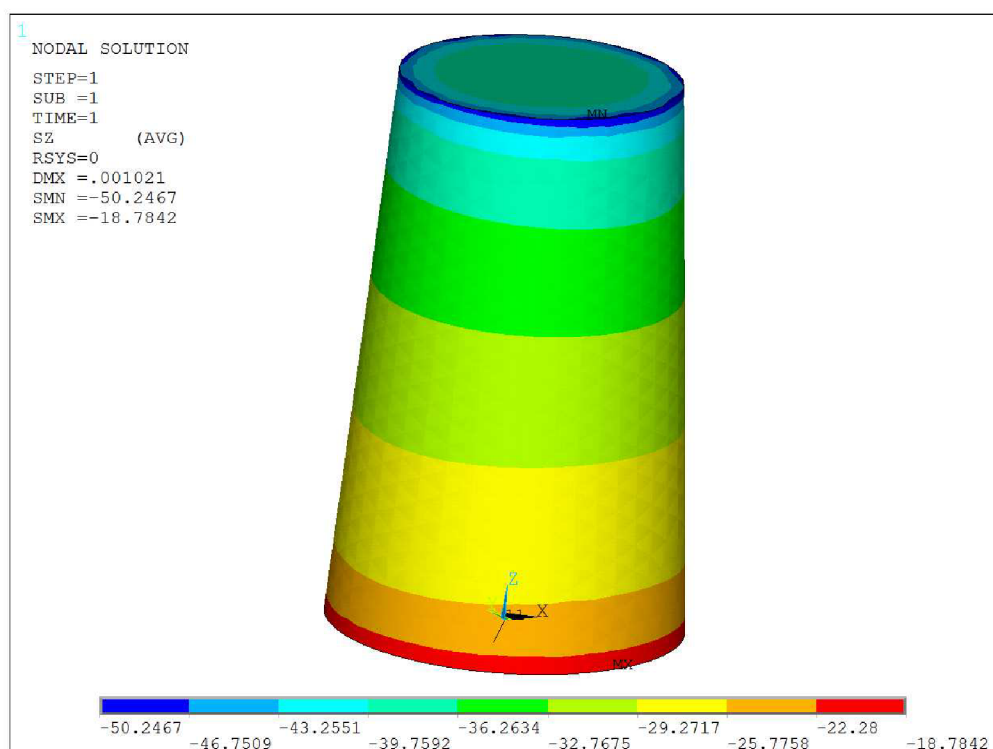
Název vzorku	$F_k$ [N]	$E_k$ [GPa]	$E_{\text{teor}}$ [GPa]	Koeficient vlivu kuželovitosti
M1	36,16	70,05	72,36	1,03
M2	32,04	67,68	72,14	1,07
S2	32,99	68,74	71,36	1,04



Obr. 14 Kuželový model se zobrazenými okrajovými podmínkami.



Obr. 15 Výsledná deformace v ose kužele



Obr. 16 Výsledné napětí v ose kužele

#### 4.5.5 Stanovení vlivu mezivrstvy

Jako poslední byl zkoumán vliv wolframové mezivrstvy, jejíž  $E$  má hodnotu cca 400 GPa [15]. Přestože je tloušťka vrstvy pouze 0,14  $\mu\text{m}$ , může se na výsledném odhadu  $E$  zkoumané hliníkové vrstvy projevit. Přítomnost tužší mezivrstvy nedovolí tak velkou příčnou deformaci hliníkové vrstvy. Vliv mezivrstvy byl stanoven porovnáním výsledků pro stanovení vlivu substrátu (kap. 4.5.3) a výsledků simulace mikrokompresního zatěžování modelu, jehož geometrie odpovídá reálnému pilířku (jako např. model pro simulaci kompletní mikrokompresní zkoušky z kap. 4.5.2), avšak za předpokladu, že celý pilířek je tvořen hliníkem (včetně části substrátu) a má stejné materiálové charakteristiky jako hliníková vrstva (nedojde tedy k „vyztužení“ spodní části modelu). Postup vyhodnocení je stejný jako v případě stanovení vlivu substrátu (kap. 4.5.3). Z provedené simulace je známá průměrná síla  $F_m$  a průměrná hodnota posuvu  $u_m$ , dosazením do Hookova zákona je stanoven  $E$ , zde označen jako  $E_m$ .

V tabulce 14 jsou uvedeny hodnoty  $E_m$  pro významné směry vymežující kontrolní interval. V tabulce 15 jsou uvedeny zjištěné hodnoty  $E_m$ ,  $E_s$  a numerické vyjádření vlivu mezivrstvy na výslednou hodnotu  $E$  podle vztahu  $E_s/E_m$ .

Existence uvedené mezivrstvy zvyšuje hodnoty  $E$  o cca 1%. Takový vliv je možné zanedbat nebo paušálně zahrnout i pro jiné kombinace kovů.

Tab. 14. Moduly pružnosti v tahu ve významných směrech se zohledněním vlivu mezivrstvy

Směr	$F_m$ [N]	$u_m$ [ $\mu\text{m}$ ]	$E_m$ [GPa]
[1 0 0]	19,74	0,000382	61,92
[1 1 0]	22,07	0,000392	70,29
[1 1 1]	22,74	0,000395	72,76

Tab.15 Moduly pružnosti v tahu jednotlivých vzorků se zohledněním vlivu mezivrstvy

Název vzorku	$F_m$ [N]	$u_m$ [ $\mu\text{m}$ ]	$E_m$ [GPa]	$E_s$ [GPa]	Koeficient vlivu mezivrstvy
M1	22,01	0,000391	70,04	71,02	0,99
M2	22,98	0,000284	67,75	68,55	0,99
S2	20,50	0,000379	68,75	69,68	0,99

#### 4.5.6 Modul pružnosti v tahu hliníkové vrstvy

Výsledky plynoucí z výše popsaných simulací jsou dále využity ve dvou krocích. V prvním je třeba ověřit správnost všech navržených simulací, v dalším pak aplikovat tyto poznatky na experimentální záznam, a tak stanovit přesnější odhad modulu pružnosti v tahu studované hliníkové vrstvy.

Výsledný modul pružnosti ze simulace kompletní mikrokompresní zkoušky je ovlivněn přítomností substrátu a mezivrstvy a také kuželovitostí pilířku. Po vyhodnocení jednotlivých vlivů lze navrhnout korekci vedoucí k jeho přesnějšímu odhadu. Vzhledem k tomu, že úlohu uvažujeme jako lineárně-elastickou, je výsledný odhad  $E$  získán prostým vynásobením hodnoty  $E'_{\text{FEM}}$  koeficienty jednotlivých vlivů (v tabulce 16 uvedených pod



označením  $C_1$  – vliv substrátu,  $C_2$  – vliv kuželovitosti a  $C_3$  – vliv mezivrstvy). Nově získaná hodnota  $E_{FEM}$  je takto oproštěna o nežádoucí vlivy a měla by vyjadřovat skutečný modul pružnosti v tahu hliníkové vrstvy, tzn., že by se měla rovnat  $E_{teor}$  zjištěném na ideálním válcovém modelu.

V tabulce 16 jsou uvedeny všechny potřebné parametry ke korekčnímu výpočtu. Je vidět, že výsledný odhad  $E_{FEM}$  se velmi dobře shoduje s  $E_{teor}$ . Lze tedy prohlásit, že jak jednotlivé simulace, tak korekční výpočet byly navrženy správně, a je tak možné přejít k aplikaci těchto poznatků na výsledky experimentálního měření.

Tab. 16. Výsledný odhad korigovaného modulu pružnosti v tahu tenké hliníkové vrstvy stanoveného numerickou analýzou a parametry použité při jeho korekci na vliv přítomnosti substrátu, kuželovitosti vzorku a existence mezivrstvy

Název vzorku	$E'_{FEM}$ [GPa]	$C_1$	$C_2$	$C_3$	$E_{FEM}$ [GPa]	$E_{teor}$ [GPa]	Chyba [%]
M1	52,35	1,36	1,03	0,99	72,35	72,36	0,02
M2	56,30	1,22	1,07	0,99	72,22	72,14	0,11
S2	52,22	1,33	1,04	0,99	71,36	71,36	0,00

Přesnější odhad výsledného modulu pružnosti v tahu z experimentu (zde označený jako  $E_{exp}$ ) lze získat porovnáním výsledků z numerické analýzy a experimentálních dat, to znamená vynásobením hodnoty  $E'_{exp}$  poměrem nově získaného přesnějšího odhadu  $E_{FEM}$  a simulací stanoveného  $E'_{FEM}$ .

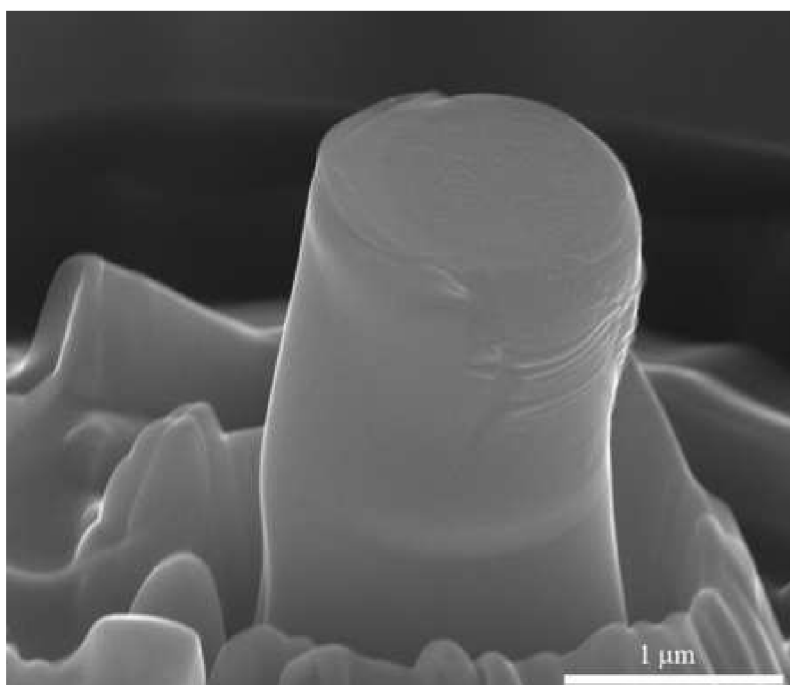
Všechny zmíněné hodnoty modulu pružnosti jsou uvedeny v tabulce 17 spolu s teoretickými hodnotami  $E_{teor}$ , kterým by v ideálním případě měly odpovídat  $E_{exp}$  z korekčního výpočtu. Z jejich vzájemného srovnání v posledních dvou sloupcích je patrný rozdíl. U vzorků M1 a S2 není však rozdíl výrazný (ani ne 10%), a tak lze shodu u obou hodnot považovat za poměrně dobrou. U vzorku M2 je hodnota  $E_{FEM}$  téměř o 20% vyšší než ideální hodnota  $E_{teor}$ . To může být způsobeno odlišnými vlastnostmi skutečného pilířku a uvažovaného modelu. U modelu se předpokládá struktura hliníkového krystalu, zatímco reálná vrstva obsahuje příměs mědi a dalších prvků. Navíc není známa přesnost experimentálního měření, která v menší míře také ovlivňuje získaná experimentální data.

Tab. 17. Výsledný odhad korigovaného modulu pružnosti v tahu stanoveného experimentálním měřením a parametry použité při korekčním výpočtu

Název vzorku	$E'_{exp}$ [GPa]	$E'_{FEM}$ [GPa]	$E_{FEM}$ [GPa]	$E_{exp}$ [GPa]	$E_{teor}$ [GPa]
M1	48,00	52,35	72,35	66,34	72,36
M2	45,60	56,30	72,22	58,49	72,14
S2	48,70	52,22	71,36	66,55	71,36

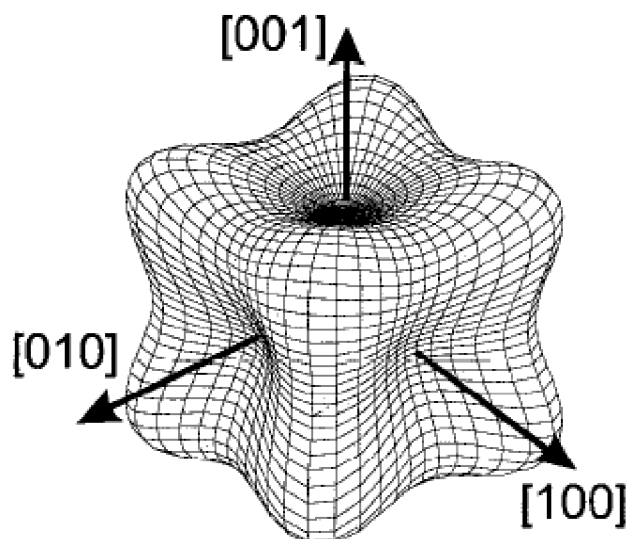
## 4.6 Výsledky a diskuze

V kapitole 4.4 bylo provedeno vyhodnocení záznamu z mikrokompresní zkoušky. Zatěžování a následné odlehčování vzorku bylo provedeno opakovaně za účelem potvrzení předpokladu, že odlehčující části křivky závislosti napětí-deformace popisují elastickou deformaci. Z tab. 2 je vidět, že hodnoty modulů pružnosti z jednotlivých odlehčovacích větví se liší, ačkoliv by se podle předpokladu měly sobě rovnat. Rozdíl pravděpodobně spočívá v tom, že při zatěžování dochází ke změně geometrických charakteristik pilířku (viz obr. 17), a tedy metodika stanovení  $E$  popsaná v kapitole 4.4 již přesně neodpovídá skutečnosti při opakovaném zatěžování/odlehčování. K přesnějšímu odhadu  $E$  z odlehčovacích částí křivky by byly zapotřebí podrobnější záznamy ze zkoušky, ty však není možné získat. Pro další výpočty byl využit modul pružnosti v tahu určený z první odlehčovací větve, který by měl odpovídat skutečnému modulu pružnosti pilířku nejlépe. Za skutečné hodnoty  $E$  studované hliníkové vrstvy je však považovat nelze, protože jsou ovlivněny kuželovitou geometrií pilířku a přítomností dalších materiálových fází.



Obr. 17 Fotografie pilířku po provedené kompresní zkoušce

V kapitole 4.5.1 byly pomocí simulace kompresní zkoušky na ideálním zkušebním tělese stanoveny teoretické hodnoty  $E$ . K výpočtu byly využity elastické konstanty kubického krystalu hliníku nalezené v literatuře [15]. Byl také vypočítán teoretický interval pro modul pružnosti v tahu hliníkové vrstvy v rozmezí 63,8 MPa pro krystalografický směr  $[1\ 0\ 0]$  až 75,2 MPa pro směr  $[1\ 1\ 1]$ . Tento interval kvalitativně popisuje chování kubických krystalů kovů, jak se můžeme přesvědčit na obrázku 18, tedy minimálních, resp. maximálních, hodnot je dosaženo ve směru  $[1\ 0\ 0]$ , resp.  $[1\ 1\ 1]$ . Tomu také kvalitativně odpovídají vypočítané hodnoty uvedené v této práci.



Obr.18 Typická závislost modulu pružnosti v tahu u kubických krystalů kovů na krystalografickém směru [16].

V kapitole 4.5.2 byla provedena numerická simulace mikrokompresní zkoušky na modelu reálného pilířku. Získané hodnoty modulu pružnosti v tahu, viz tab. 9, jsou nižší než experimentální data. Rozdíl lze vysvětlit faktem, že veškeré materiálové charakteristiky všech komponent byly čerpány z literárních zdrojů. Dá se předpokládat, že např. materiálové charakteristiky hliníkové vrstvy se mohou lišit od charakteristik pro kubický krystal hliníku. Dále víme, že vrstva není tvořena pouze hliníkem, ale jedná se o slitinu s 1,5% mědi a příměsí dalších prvků. V menší míře se na rozdílu podílí i neznalost přesných materiálových charakteristik wolframové mezivrstvy a křemíkového podkladu. Neznámá je také přesnost a detailní podmínky experimentálního měření, které lze, vzhledem k měřítku zkoušky a nemožnosti přímého sledování deformace zkušebního tělesa, definovat jen obtížně.

Kapitoly 4.5.3 až 4.5.5 pojednávají o vlivu substrátu, kuželovitosti vzorku a mezivrstvy mezi tenkou vrstvou a substrátem na modul pružnosti v tahu získaný z první odlehčovací větve závislosti napětí na deformaci pilířku. Je možné použít lineární elastickou mechaniku kontinua, a tak proporcionálně stanovit vliv jednotlivých faktorů na data získaná ze záznamu zkoušky.

Největší vliv na odezvu zatěžování pilířků má přítomnost substrátu. Ten způsobuje, že data ze zkoušky jsou o téměř 30% nižší než teoretické hodnoty stanovené za předpokladu, že substrát je dokonale tuhý. Tento rozdíl je dán tím, že substrát, tvořící nezanedbatelnou část pilířku se při zkoušce deformuje. Pro praktickou aplikaci mikrokompresní zkoušky je proto nutné provést korekci směrem k vyšším hodnotám a zohlednit tak vliv substrátu v záznamu experimentálního měření.

Technologicky nelze zajistit ideální válcovitý tvar pilířku (s rozumnou tolerancí lze však vyrábět stále stejné pilířky). Výsledky provedených simulací ukazují, že pokud jsou pilířky vyrobeny s cca 4° sklonem stěny od kolmice k podstavě, činí vliv kuželovitosti vzorku v záznamu zkoušky cca 5%. Pro další použití je podstatné, že tento vliv závisí pouze na míře kuželovitosti. To znamená, že při sklonu stěny pilířku 4° je možné u jakékoliv materiálové kombinace odstranit vliv kuželovitosti vynásobením experimentálních dat koeficientem 1,05.

Jako nejméně významná, z hlediska vlivu na odhad modulu pružnosti v tahu tenké vrstvy, se ukázala přítomnost mezivrstvy mezi tenkou vrstvou a substrátem. Ve studovaném případě ovlivňovala záznamová data cca z 1%. Pokud by mezivrstva měla stále stejně malou

tloušťku, zanedbatelnou v porovnání s tenkou vrstvou, je možné její vliv zahrnout odhadem nebo zcela zanedbat.

Vzhledem k předpokladu lineární teorie pružnosti je vliv jednotlivých faktorů proporcionální, a tak je možné stanovit hledaný modul pružnosti v tahu zkoušené tenké vrstvy prostým vynásobením příslušných koeficientů jednotlivých vlivů. Správnost navrženého postupu dokazuje chyba mezi teoretickou hodnotou modulu pružnosti v tahu krystalu hliníku tenké vrstvy a hodnotou získanou po numerické korekci dat (viz tab. 16). Je možno podotknout, že nejvíce se na této chybě podílí numerické chyby vzniklé při MKP výpočtu a zaokrouhlování.

Pokud je známo, jakými systematickými chybami je experimentální záznam zatížen, je možné provést jejich korekci a odhadnout tak skutečný (nebo minimálně dosti upřesněný) modul pružnosti v tahu. Protože jde o lineárně pružnou úlohu, skutečné  $E$  lze opět získat vynásobením záznamu zkoušky (první odlehčovací část) koeficienty popisující jednotlivé vlivy. Poznamenejme, že v našem případě bylo nutno zvýšit experimentální data o 30%. Porovnáním s výsledky prezentované v bakalářské práci [1] lze konstatovat, že navržený způsob zatěžování, kdy je použita menší síla, je vhodnější. Bylo dosaženo lepší shody mezi odhadem skutečného modulu pružnosti v tahu tenké hliníkové vrstvy a teoretickými hodnotami.

## 5 Bulge Test

Další z možností, jak zjišťovat mechanické vlastnosti tenkých vrstev je technika zvaná bulge test. Jde o namáhání tenké vrstvy tlakem, tak aby došlo k jejímu vydutí. Z naměřené závislosti aplikovaného tlaku na velikosti vydutí (průhybu) zkoumané vrstvy je pak možné stanovit její mechanické charakteristiky. Zde studovaným materiálem je vrstva  $\text{SiN}_x$ , která je napařena na křemíkový substrát. Vzorek pro testování se vyrábí pomocí anizotropního leptání, kdy je část substrátu odleptána tak, že vznikne čtvercové „okno“ vyplněné pouze  $\text{SiN}_x$  vrstvou.

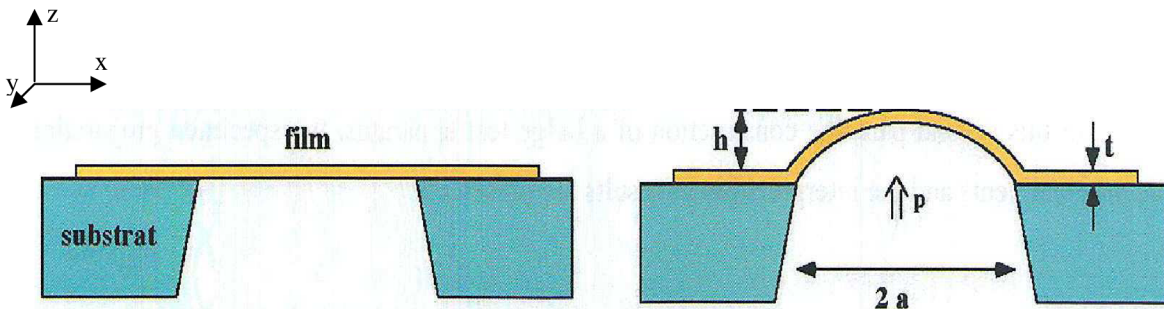
V důsledku napařování vzniká ve vrstvě reziduální napětí, které ovlivňuje měřená data. Použitá technologie odleptání substrátu sice v daném směru poměrně spolehlivě vytvoří požadovanou čtvercovou nebo obdélníkovou geometrii „okna“, i tak zde ale mohou vzniknout nepřesnosti vedoucí ke zkreslení měřeného záznamu při zkoušce. Na zkreslení se můžou podílet další vlivy jako např. přítomnost substrátu ve vzorku, který tvoří jeho podstatnou část, nebo třeba zvrásnění studované tenké vrstvy apod.

Nejprve je však třeba provést studium možností numerické simulace bulge testu. K dispozici byly pro účely diplomové práce dva záznamy testování, na jejichž základě lze provést simulaci dané metody zkoušení. Dalším krokem je numerické stanovení reziduálního napětí ve vrstvě  $\text{SiN}_x$ , jehož hodnoty jsou odhadnuty pomocí analytických vztahů. Po zvládnutí těchto úkolů lze přistoupit k podrobnějším numerickým studiím, které zkoumají faktory ovlivňující výsledky zkoušky, to však již není předmětem zkoumání této práce. Cílem je ukázat, zda je možné techniku bulge testu vůbec úspěšně modelovat.

Dobrá znalost mechanických charakteristik  $\text{SiN}_x$  vrstvy má ještě další důvod. Tato vrstva se při bulge testu používá v kombinaci s jinými křehčími vrstvami, u kterých by jinak při namáhání rychle došlo k poškození. Pokud jsou tyto vrstvy deponovány na  $\text{SiN}_x$  vrstvu jejíž vlastnosti jsou přesně známy, je možné stanovit také jejich elastické a případně i plastické charakteristiky.

## 5.1 Teoretické pozadí

Na obr. 19 je zobrazen princip bulge testu. Tloušťka zkoumané vrstvy, která se pohybuje řádově ve stovkách nanometrů, je výrazně (o několik řádů) menší než zbylé dva rozměry. Část vrstvy, která je zbavena substrátu, si tak lze představit jako membránu, na jejíž jednu stranu je přiveden tlak. V závislosti na aplikovaném tlaku je měřena hodnota průhybu membrány. Z takto získané závislosti je možné stanovit mechanické vlastnosti studované vrstvy. Vzhledem k tomu, že při namáhání dochází ke stavu dvojosé napjatosti, je interpretace naměřených dat komplikovanější než u jednoosých zkoušek. V této kapitole je ukázáno stručné odvození vztahů podle [17], pomocí kterých lze vyhodnotit modul pružnosti v tahu a reziduální napětí ve zkoumané vrstvě z experimentálně naměřených dat [6, 17].



Obr. 19 Schéma namáhání [6]

Zavedeme-li pravouhý souřadnicový systém os  $x$ ,  $y$ , a  $z$  podle obr. 19 a řekneme-li, že  $h = w$ , pak jsou přetvoření v membráně dána následovně [18] :

$$\begin{aligned}\varepsilon_x &= \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial w}{\partial x} \right)^2 \\ \varepsilon_y &= \frac{\partial v}{\partial y} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)^2 \\ \gamma_{xy} &= \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} + \frac{\partial w}{\partial x} \frac{\partial w}{\partial y}\end{aligned}\quad (3)$$

Vyjádření průhybu membrány zatížené stejnoměrným tlakem není snadné vzhledem k tomu, že při namáhání dochází k velkým deformacím membrány ve směru osy  $z$ , a jde tak o nelineární úlohu. Průhyb lze stanovit s využitím rovnic rovnováhy, Hookova zákona a vhodných okrajových podmínek, které vedou na řešení dvou nelineárních parciálních rovnic [18]. Řešení je odvozeno metodou minimalizace energetického funkcionálu, kdy předpokládáme, že pole posuvů membrány obsahuje několik neznámých parametrů a vyhovuje okrajovým podmínkám. Podle principu virtuálních prací jsou neznámé parametry určeny podmínkou, že celková potenciální energie systému je vzhledem k těmto parametrům minimální. Pole posuvů pro čtvercovou membránu o hraně  $2a$  aproximujeme pomocí následujících vztahů:

$$\begin{aligned}u &= A \frac{x}{a^5} (a^2 - x^2)(a^2 - y^2) \\ v &= A \frac{y}{a^5} (a^2 - x^2)(a^2 - y^2) \\ w &= w_0 \frac{1}{a^4} (a^2 - x^2)(a^2 - y^2) \left[ 1 + \frac{R}{a^2} (x^2 + y^2) \right],\end{aligned}\quad (4)$$

kde  $A$ ,  $w_0$  a  $R$  jsou neznámé parametry. Potenciální energie membrány pro izotropní materiál se rovná [18]:

$$V = \frac{Et}{2(1-\mu^2)} \iint (\varepsilon_x + \varepsilon_y + 2\mu\varepsilon_x\varepsilon_y + \frac{1}{2}(1-\mu^2)\gamma_{xy}) dx dy - \iint q w dx dy, \quad (5)$$

kde  $t$ ,  $E$  a  $\mu$  je tloušťka, modul pružnosti v tahu a Poissonovo číslo studované vrstvy a  $q$  je tlak působící na membránu. První člen rovnice (5) vyjadřuje energii napjatosti membrány, přičemž je zanedbán příspěvek od ohybu. Druhý člen představuje potenciální energii tlaku. Minimalizací rovnice (5) s ohledem na neznámé parametry  $A$ ,  $w_0$  a  $R$  získáme soustavu tří nelineárních rovnic, které lze snadno řešit. Průhyb ve středu membrány je pak dán následovně [17]:

$$w_0 = f(\mu) \left( \frac{qa^4(1-\mu)}{Et} \right)^{1/3}, \quad (6)$$

kde,  $f(\mu)$  je funkce Poissonova čísla, jejíž aproximaci lze zapsat  $f(\mu) \sim 0,8 + 0,062\mu$ . Tento výraz reprezentuje fakt, že při namáhání není stav dvojosé napjatosti v membráně rovnoměrný, ale mění se od rovnoměrného stavu ve středu membrány až k rovinné deformaci na okrajích membrány.

Do tohoto bodu jsme předpokládali, že v membráně nejsou reziduální napětí. Přítomnost reziduálního napětí může výrazně ovlivnit průhyb membrány, tudíž jej nelze zanedbat. Předpokládejme, že tlak můžeme rozdělit na dvě složky  $q_1$  a  $q_2$  tak, že složka  $q_1$  odpovídá reziduálnímu napětí v membráně a složka  $q_2$  natažení membrány. Výraz pro složku  $q_1$  můžeme vyjádřit v závislosti na průhybu ve středu membrány takto [19]:

$$q_1 = \frac{\sigma_0 t \pi^3}{16 a^2 w_0} \left[ \sum_{n=1,3,5}^{\infty} \frac{(-1)(n-1)}{2n^3} \left( 1 - \frac{1}{\cosh\left(\frac{n\pi b}{2a}\right)} \right) \right]^{-1} = c_1 \frac{\sigma_0 t}{a^2} w_0. \quad (7)$$

A složka  $q_2$  je vyjádřena pomocí rovnice (6). Vztah pro závislost tlak – průhyb v případě membrány zatížené tlakem je [17]:

$$q = q_1 + q_2 = c_1 \frac{\sigma_0 t}{a^2} w_0 + c_2 \frac{Et}{a^2(1-\mu)} w_0^3, \quad (8)$$

kde  $c_2$  odpovídá  $f(\mu)$ . A  $c_1$  je funkce poměru velikosti hran membrány. Pro náš případ čtvercové membrány platí  $c_1 = 3,393$  [17].

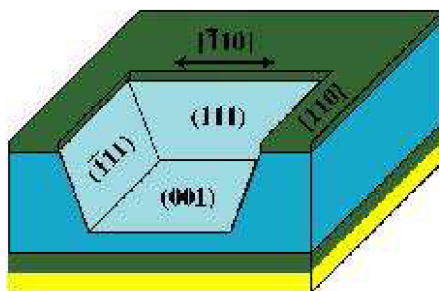
Pro doplnění je také uveden příspěvek od ohybové složky, který je dále při výpočtech využit, ačkoliv je možné jej zanedbat, protože průhyb je výrazně větší než tloušťka vrstvy [17].

$$q_3 = \frac{Ewt^3}{0,01512a^4(1-\mu^2)} \quad (9)$$

## 5.2 Princip bulge testu

V této kapitole je popsána příprava zkušebního vzorku ke zkoušce a princip vlastního testování.

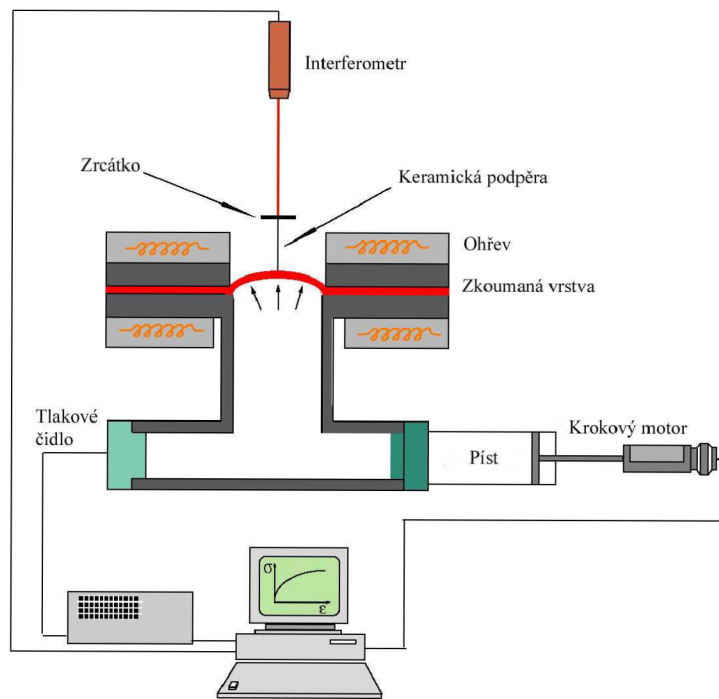
Předmětem zkoumání byla tenká vrstva vyrobená z  $\text{SiN}_x$ . Příprava zkušebního vzorku probíhá v několika krocích. Nejprve je  $\text{SiN}_x$  vrstva za nízkého tlaku chemicky napařena (LPCVD) na obě strany křemíkového monolitického substrátu. Dalším důležitým krokem je využití anizotropního leptání, které zajistí odleptání materiálu v potřebném směru. Princip je zobrazen na obr. 20, kde modrá část představuje substrát a zelené vrstvy představují  $\text{SiN}_x$ . V tomto případě bylo k vytvoření čtvercového okna (membrány) v substrátu použito hydroxidu draselného. Tato práce se zabývá pouze analýzou testování vrstvy  $\text{SiN}_x$ , tzn., že tímto bodem příprava vzorku končí. Často je však na  $\text{SiN}_x$  napařena další křehčí vrstva, jejíž mechanické vlastnosti jsou předmětem zkoumání (viz žlutá vrstva na obr. 20). Neboť pokud jsou známy mechanické vlastnosti  $\text{SiN}_x$  vrstvy, lze ji kombinovat s dalšími vrstvami, a tak stanovit i jejich charakteristiky. Poznamenejme, že tyto vrstvy nemohou být zkoušeny samostatně, protože po zatížení v nich rychle dochází k defektu a porušení.



Obr. 20 Princip anizotropického leptání [6]

Takto připravený vzorek je upnut do speciálního testovacího přístroje. Schéma takového přístroje, který byl navržen a sestaven na EPFL ve Švýcarsku, je na obrázku 21. Vzorek je připevněn na konec trubky, ve které se nachází plyn nebo kapalina. Stlačením tekutiny, což je zajištěno pomocí pístu napojeného na vysoce přesný stejnosměrný krokový motor, je přiveden tlak na jednu stranu membrány, který způsobí její vyboulení. Během celého procesu zkoušky je měřena hodnota tlaku a výška vydutí (průhybu) membrány. Tvar membrány a její průhyb jsou zaznamenávány za pomoci dvou laserových interferometrů, z nichž jeden měří maximální vydutí uprostřed membrány a druhý umožňuje pozorování celého vorku. Takto je také detekován tvar membrány před namáháním, aby bylo zajištěno, že testování probíhá na perfektně ploché vrstvě [6,17].





Obr. 21 Schéma testovacího přístroje pro bulge test [10]

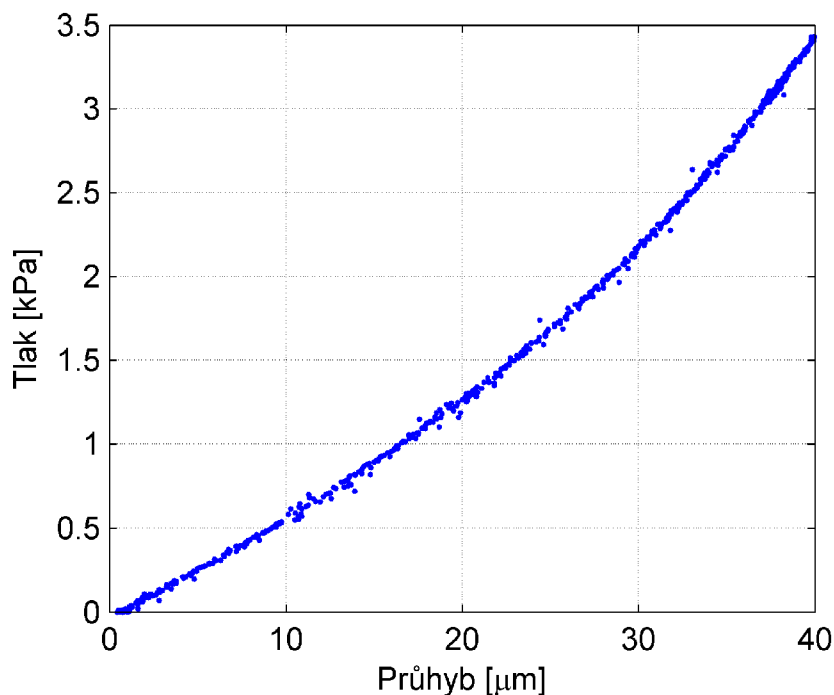
### 5.3 Vyhodnocení naměřeného záznamu

K dispozici byly pro účely předložené diplomové práce dva záznamy z bulge testu prováděného na vrstvě SiN<sub>x</sub>. Data z obou experimentů byla poskytnuta prof. Mgr. Tomášem Krumlem z Ústavu fyziky materiálů AV ČR, v. v. i. První experiment a jeho vyhodnocení bylo provedeno v rámci disertační práce [20]. Druhé měření proběhlo na EPFL a jeho výsledky byly převzaty z článku [21].

Na základě konzultace s odborníky bylo zjištěno, že při namáhání nedochází ve vrstvě k plastické deformaci. Naměřená závislost tlaku na průhybu membrány by měla odpovídat výhradně elastické deformaci. V kapitole 5.1 byly odvozeny vztahy, pomocí nichž lze závislost tlaku na průhybu membrány vyjádřit rovnicí (10). Na základě této rovnice byly stanoveny dva parametry – modul pružnosti v tahu  $E$  a reziduální napětí ve vrstvě  $\sigma_0$ .

$$p = C_1 \frac{\sigma_0 t w}{a^2} + C_2 \frac{E t w^3}{a^4 (1 - \mu)} + \frac{E w t^3}{0,01512 a^4 (1 - \mu^2)} \quad (10)$$

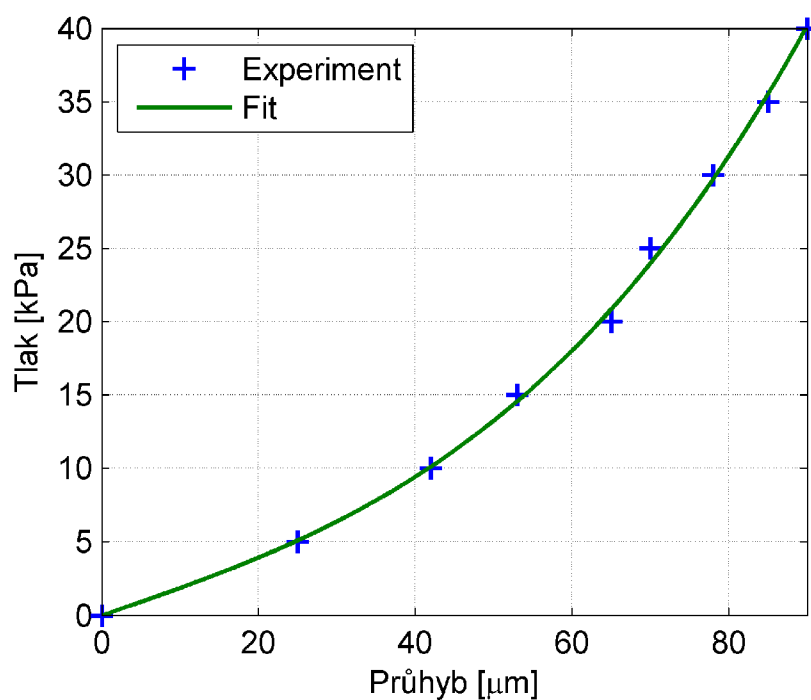
Naměřená závislost tlaku na průhybu membrány z prvního experimentu je zobrazena na obrázku 22. Hodnoty modulu pružnosti a reziduálního napětí, stanovené pomocí proložení závislosti zatěžujícího tlaku na průhybu membrány za pomoci metody nejmenších čtverců do rovnice (10), jsou spolu s dalšími parametry potřebnými pro vyhodnocení zkoušky uvedeny v tabulce 18. Z pořadí druhého experimentálního měření byla zaznamenána závislost tlaku na průhybu tak, jak je uvedeno na obr. 23. Naměřená data byla vyhodnocena stejně jako v předchozím případě, přičemž nyní byl zanedbán ohybový člen této rovnice, tj. poslední člen rovnice (10). Parametry využití při výpočtu jsou spolu s takto stanovenými hodnotami modulu pružnosti v tahu a reziduálního napětí uvedeny v tab. 19.



Obr. 22 Naměřená závislost tlaku na průhybu membrány z prvního experimentu [20]

Tab. 18. Parametry využívané při vyhodnocení a výsledné hodnoty modulu pružnosti v tahu a reziduálního napětí

$t$	250 nm
$a$	1,5 mm
$\mu$	0,25
$C_1$	3,393
$C_2$	1,8
$E$	164 GPa
$\sigma_0$	145 MPa



Obr. 23 Naměřená závislost tlaku na průhybu membrány z druhého experimentu [21]

Tab. 19. Parametry využívané při vyhodnocení a výsledné hodnoty modulu pružnosti v tahu a reziduálního napětí

$t$	465 nm
$a$	2 mm
$\mu$	0,25
$C_1$	3,393
$C_2$	1,8
$E$	225 GPa
$\sigma_0$	227 MPa

## 5.4 Výsledky numerických simulací a výpočtů

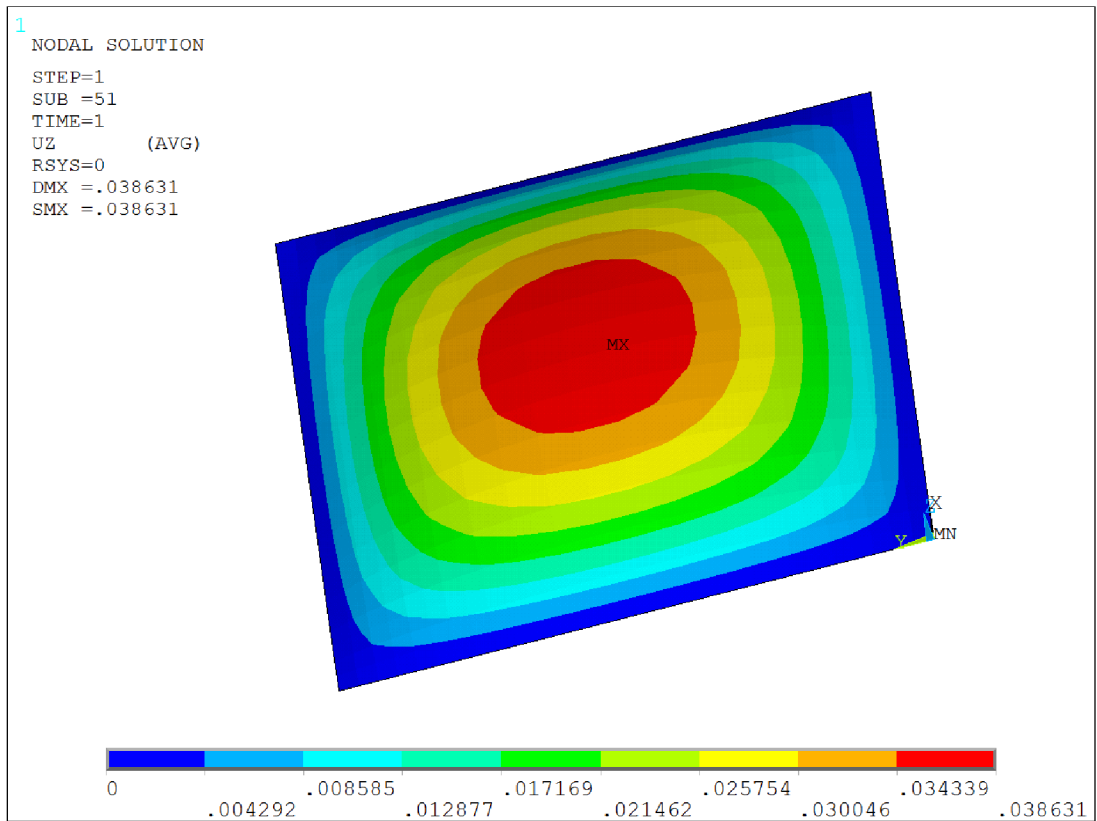
### 5.4.1 Simulace bulge testu

V programu Ansys byla provedena simulace zkoušení technikou bulge test, jejímž cílem bylo ověřit výsledky obou experimentálních měření z kapitoly 5.3. Byl vytvořen model čtvercové membrány odpovídající tzv. „oknu“ ve zkušební vzorku, jehož geometrické i materiálové charakteristiky jsou uvedeny v tabulce 18, resp. 19. Pro vytvoření konečnoprvkové sítě modelu byl použit element shell 181. Okrajové podmínky byly nastaveny tak, že bylo na všech stranách čtverce zamezeno posuvu a rotacím ve všech směrech. Tyto podmínky by měly modelovat skutečnou situaci během testování, kdy daleko masivnější substrát nedovolí posunutí okrajů membrány během zatěžování. Z naměřené závislosti tlaku na průhybu membrány bylo vybráno deset hodnot tlaku. Tlak o těchto velikostech byl následně aplikován na horní plochu modelu membrány. Výpočet tedy proběhl pro oba dva případy desetkrát, přičemž výstupem z každého výpočtu byla hodnota průhybu ve středu membrány. Požadovaným výsledkem je pak závislost tlaku na průhybu membrány, která byla srovnána s experimentálními daty.

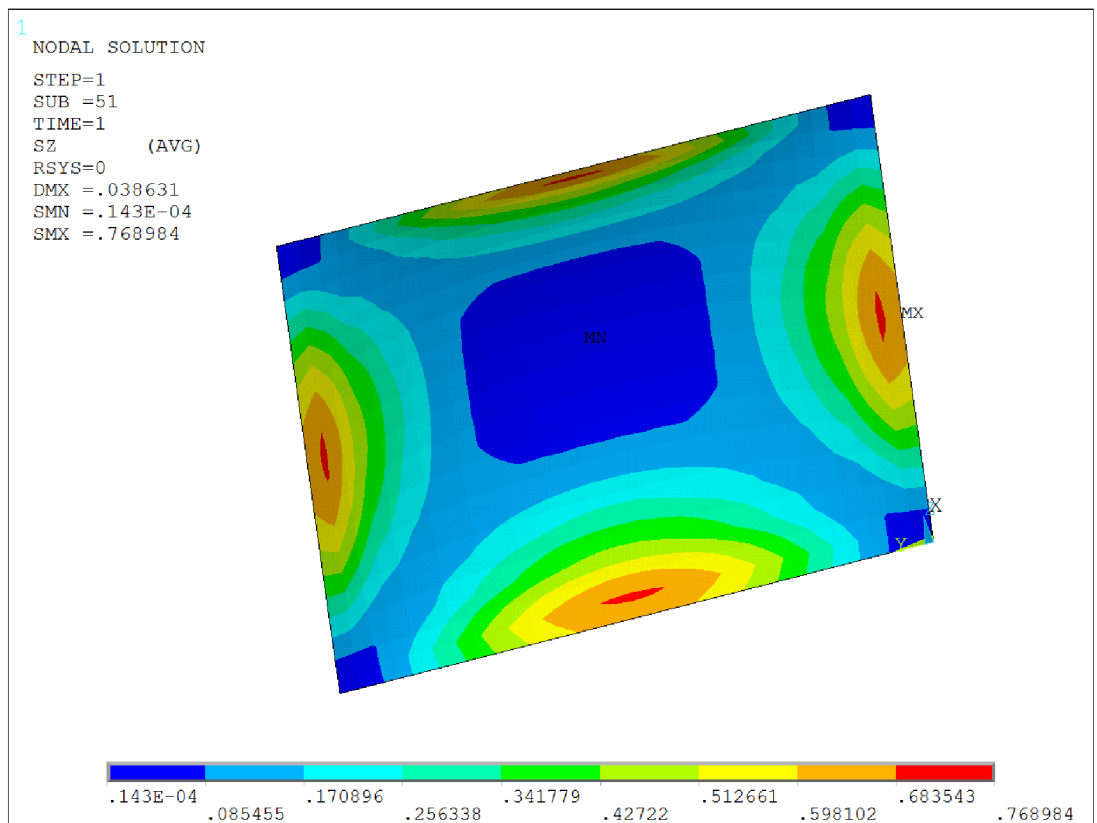
Při tvorbě modelu je nezbytné uvažovat také reziduální napětí ve vrstvě. Celý model membrány byl ochlazen o 207,5 °C pro případ první (model odpovídající vzorku z prvního experimentu) a 236,5 °C v druhém případě, tak aby bylo dosaženo odpovídající velikosti reziduálního napětí uvedeného v tabulce 18, resp. 19. Přičemž velikost teplotní roztažnosti  $\text{SiN}_x$  činila  $3,2 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  [15]. Poznamenejme, že simulované ochlazení nemá souvislost se skutečnou teplotou zkoušky, ale slouží pouze k vyvolání patřičných reziduálních napětí v membráně.

Ačkoliv se předpokládá, že při namáhání nedochází v membráně k trvalým deformacím, jde o nelineární úlohu. Nelinearita plyne z velkých deformací membrány ve směru normály její střednicové plochy, ke které dochází během experimentu.

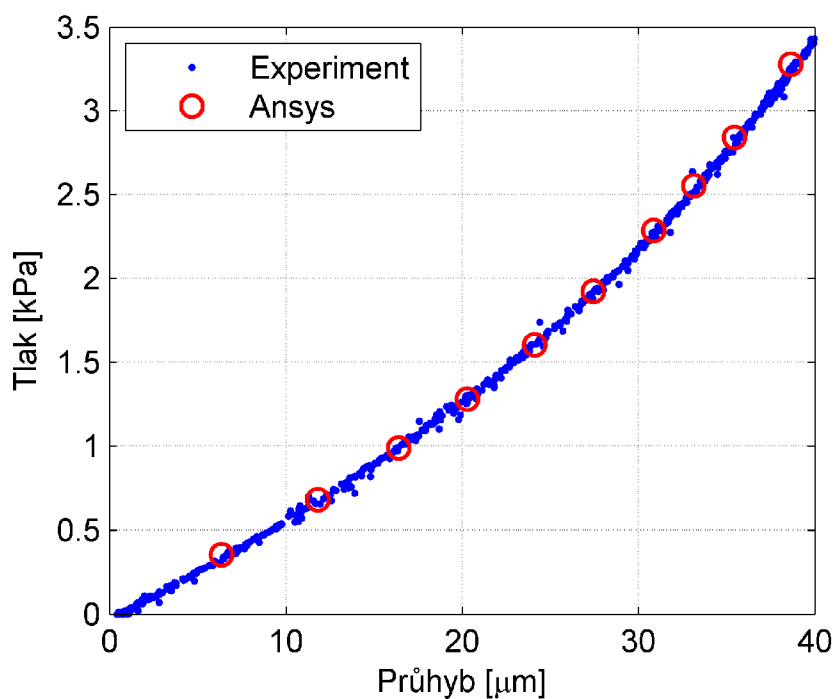
Výsledky z numerické simulace jsou ukázány na obrázcích 24 a 25. Jsou to výsledná deformace, resp. výsledné napětí, v ose kolmé na plochu membrány pro hodnotu tlaku 3,3 kPa pro případ prvního experimentu a 40 kPa pro případ druhý. Výsledné závislosti tlaku na simulací stanoveném průhybu jsou vykresleny na obrázcích 26 pro první experiment a 27 pro druhý provedený experiment. Grafy jsou pro porovnání doplněny také o závislosti naměřené během obou experimentů (viz kap. 5.3).



Obr. 24 Výsledná deformace v ose kolmé na střednicovou plochu membrány

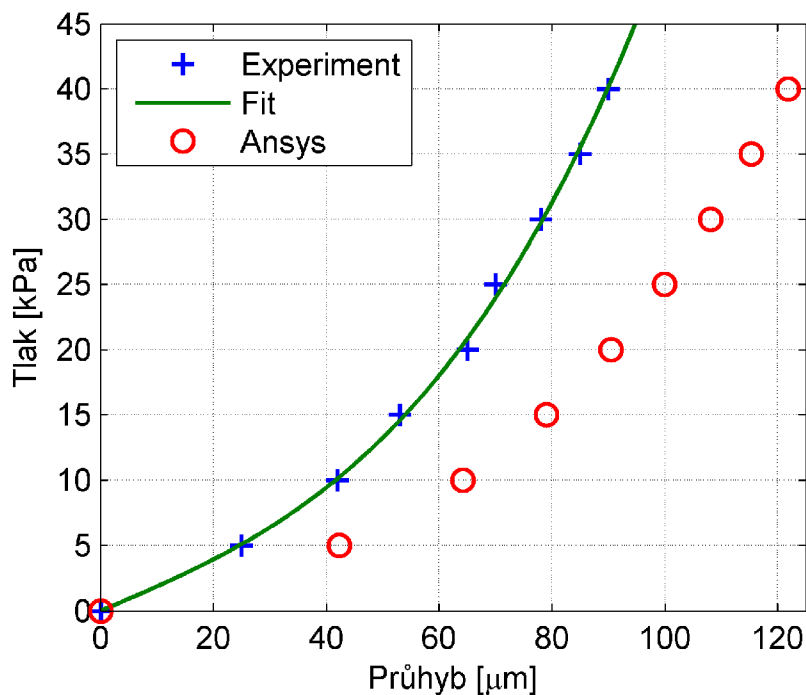


Obr. 25 Výsledné napětí v ose kolmé na střednicovou plochu membrány



Obr. 26 Závislosti tlaku na průhybu membrány pro první experiment

Z porovnání experimentálních dat s numerickými (obr. 26) je patrné, že data vykazují velmi dobrou shodu. Lze tak konstatovat, že simulace byla navržena správně a analytický vztah (10) dobře vyjadřuje závislost tlaku na průhybu.



Obr. 27 Závislosti tlaku na průhyb membrány pro druhý experiment. Zelená křivka označená jako „Fit“ představuje proložení experimentálních dat metodou nejmenších čtverců

Z porovnáním výsledků simulace s naměřenými daty během druhého experimentu je vidět, že při stejné velikosti tlaku je hodnota průhybu zjištěná na základě simulace téměř dvakrát větší (viz obr. 27). Vzhledem k tomu, že v předchozím zkoumaném případě se numericky stanovená závislost tlaku na průhybu dobře shodovala s naměřenou závislostí, dá se usuzovat, že buď došlo k chybě při vyhodnocování záznamu experimentu nebo při samotném měření.

#### 5.4.2 Simulace bulge testu na základě nového vyhodnocení experimentu

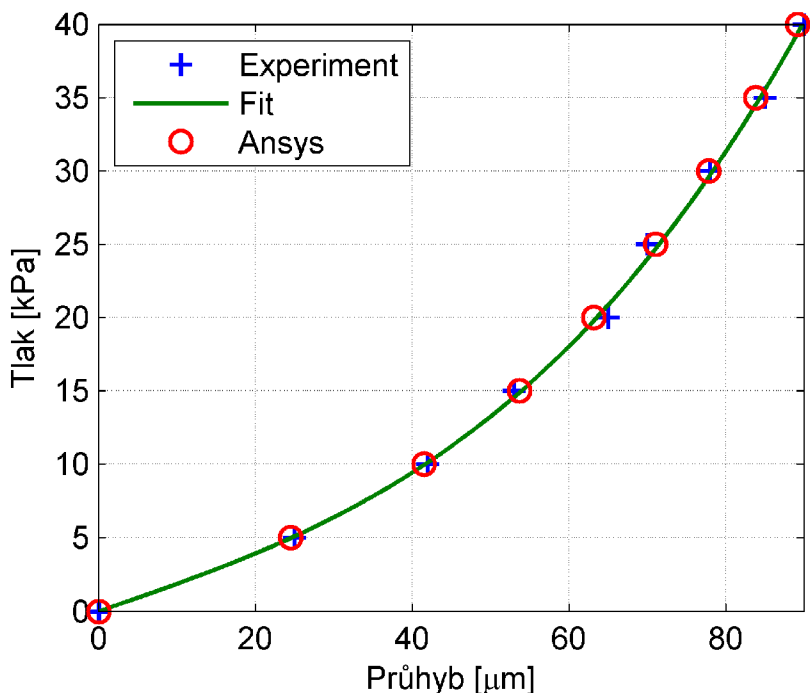
V minulé kapitole byl zjištěn významný rozdíl v porovnání výsledků simulace bulge testu s naměřeným záznamem během tohoto experimentu. Vzhledem k tomu, že se dá vyloučit chyba v navržení samotné simulace (velmi dobrá shoda v porovnání obou dat pro první měření), je třeba hledat chybu v článku [21], z něhož byly data pro simulaci čerpány. Nepřesnost může být v uvedených rozměrech zkušební vzorku, ve vyhodnocení modulu pružnosti v tahu a reziduálního napětí z naměřených dat nebo v samotném měření. Jediným z těchto faktorů, který bylo možné ověřit je právě stanovení modulu pružnosti a reziduálního napětí z experimentálně zjištěné závislosti tlaku na průhybu. Protože se nepodařilo získat kompletní naměřený záznam z provedené zkoušky, byl pro účely této práce použit graf naměřené závislosti uvedený v [21]. Z grafu bylo odečteno několik bodů, které se následně využily v lineární regresi a stanovení obou hledaných parametrů podle vztahu (10), přičemž poslední ohybový člen rovnice byl zanedbán. Takto zjištěné výsledky jsou uvedeny v tab. 20. Poznamenejme, že tlak se ve vztahu (10) mění se třetí mocninou průhybu. Zavedením vhodné substituce lze však využít lineární regresi.

Tab. 20. Nově stanovené hodnoty modulu pružnosti v tahu a reziduálního napětí

$E$	465 GPa
$\sigma_0$	466 MPa

Nyní byla znovu provedena simulace bulge testu na stejném modelu jako pro případ druhého experimentu (kap. 5.4.1), přičemž byly použity nově zjištěné hodnoty modulu pružnosti  $\text{SiN}_x$  vrstvy a reziduálního napětí v této vrstvě. Výsledky ze simulace jsou uvedeny na obr. 28 spolu se závislostí odměřenou z obrázku experimentálního záznamu.

Je vidět, že obě křivky se poměrně dobře shodují. A tedy lze konstatovat, že hodnoty modulu pružnosti v tahu a reziduálního napětí byly v článku [21] uvedeny nepřesně.



Obr. 28 Závislost tlaku na průhybu membrány. Zelená křivka označená jako „Fit“ představuje proložení experimentálních dat metodou nejmenších čtverců

### 5.4.3 Reziduální napětí

Z rešeršní činnosti provedené na webových stránkách různých výrobců studovaných tenkých vrstev bylo zjištěno, že teploty, kterých se při chemickém napařování za nízkého tlaku (LPCVD) dosahuje, se pohybují v rozsahu 750 - 900 °C. Při následném ochlazení vzorku a odleptání části substrátu dochází ke vzniku reziduálního napětí v tenké vrstvě vlivem rozdílných hodnot teplotní roztažnosti u masivního křemíkového substrátu a zkoumané tenké vrstvy  $\text{SiN}_x$ .

Reziduální napětí ve vrstvě byly v kap. 5.3 stanoveny pomocí analytického vztahu pro průhyb membrány (10). Porovnáním výsledků z výše uvedených simulací a experimentálních měření je vidět, že tento analytický vztah (10) poměrně dobře popisuje chování vrstvy při namáhání. Bylo by však zajímavé ukázat i jiným způsobem, jestli takto stanovená reziduální napětí odpovídají skutečnosti. Poznamenejme, že jejich hodnota vychází z extrapolace za pomoci metody nejmenších čtverců a získané hodnoty reziduálních napětí jsou značně vysoké, mající významný vliv na vyhodnocení experimentu. Proto byla provedena simulace přípravy vzorku, tedy chemického napařování  $\text{SiN}_x$  vrstvy na křemíkový substrát a následného odleptání části substrátu. Cílem je ověření hodnot reziduálních napětí v tenké vrstvě stanovených na základě obou výše vyhodnocených experimentů. Bohužel nebylo možné zjistit přesné teploty, při kterých byly vzorky pro oba experimenty připraveny. Jako odhad této teploty byla určena hodnota 820 °C, která bude dále využita při simulaci přípravy vzorku. Koeficienty teplotních roztažností byly stanoveny dle [15]:  $\alpha_{\text{Si}} = 2,49 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  a  $\alpha_{\text{SiN}_x} = 3,20 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ .

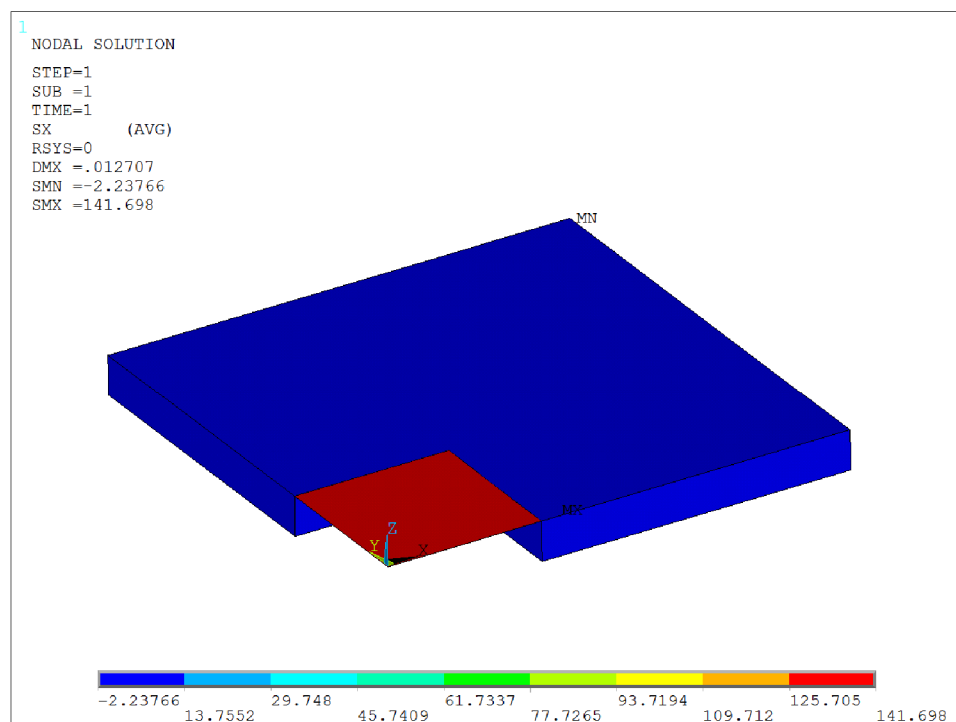
Díky dvojité symetrii zkušební vzorku je geometrie modelu vzorku vytvořena jako jeho jedna čtvrtina. Tvar obou modelů by měl odpovídat jednotlivým zkušebním vzorkům. U vzorku připraveného pro první experiment nebyly známy jeho celkové rozměry, a tak byly



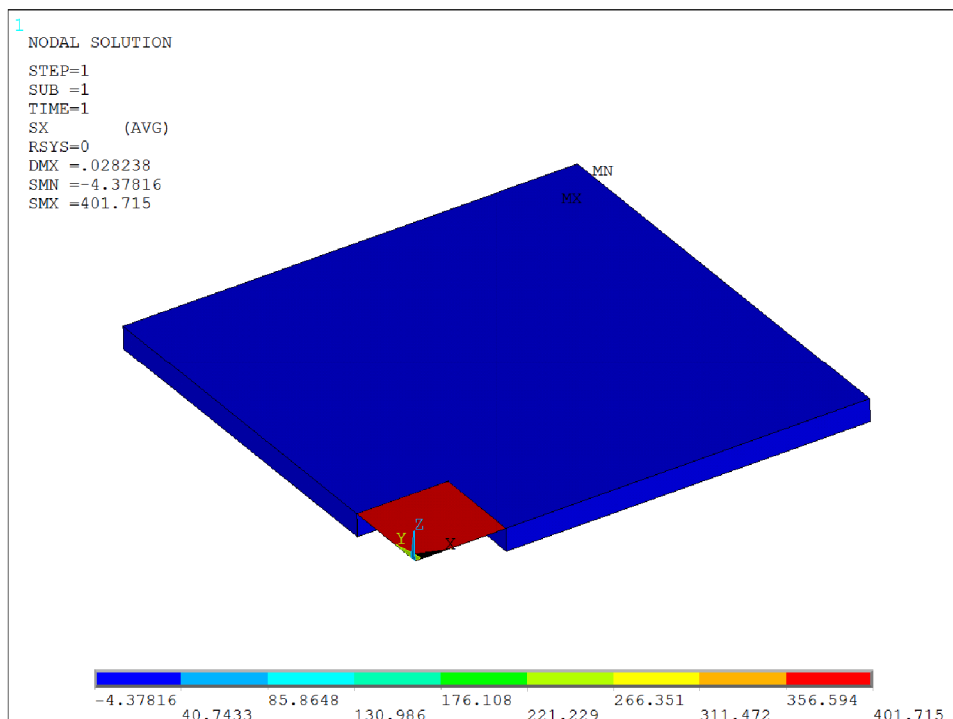
odhadnuty jako  $9 \times 9 \text{ mm}^2$ . Rozměry druhého zkoumaného vzorku jsou  $20 \times 20 \text{ mm}^2$ . Další potřebné rozměry pro hranu čtvercové membrány a tloušťku studované vrstvy byly vzaty z tab. 18 (parametry  $a$  a  $t$ ), tloušťka substrátu se rovná  $0,38 \text{ mm}$  pro vzorek z prvního experimentu a  $0,5 \text{ mm}$  pro vzorek z druhého experimentu.

K modelování bylo využito prvku shell 181 pro část modelu představující  $\text{SiN}_x$  vrstvu a prvku solid 186 pro část modelu tvořící substrát. Materiálové vlastnosti vrstvy byly vzaty z tab. 18, resp. 20, pro odpovídající model, pro křemíkový substrát pak:  $E_{\text{Si}} = 129 \text{ GPa}$  a  $\mu_{\text{Si}} = 0,28$  [15]. Okrajové podmínky byly nastaveny tak, aby odpovídaly co možná nejvíce skutečnosti. V místech osy symetrie bylo zabráněno posuvům ve směru kolmém na boční plochy, resp. hrany. Na spodní hraně bylo zabráněno posuvům ve směru osy  $z$ , tedy ve směru normály spodní plochy. Takto připravený model byl ochlazen o  $820^\circ\text{C}$ .

Výsledkem ze simulace je napětí v rovině membrány, tedy napětí v ose  $x$  a  $y$ . Výsledná napětí udávající zjišťované reziduální napětí jsou zobrazeny na obrázcích 29, resp. 30, pro model prvního vzorku, resp. druhého vzorku. V tabulce 21 jsou pak uvedeny numericky vypočítané hodnoty spolu s analyticky stanovenými hodnotami k porovnání.



Obr. 29 Výsledné reziduální napětí pro případ 1. vzorku



Obr. 30 Výsledné reziduální napětí pro případ 2. vzorku

Tab. 21. Hodnoty reziduálního napětí stanovené na základě simulace a na základě proložení experimentálního měření

	$\sigma_{0,Num}$ [MPa]	$\sigma_{0,Exp}$ [MPa]
1. experiment	141	145
2. experiment	401	466

Porovnáním výsledků simulací s výsledky experimentu lze konstatovat velmi dobrou shodu u prvního vzorku vzhledem k faktu, že teplota napařování nebyla přesně známa. U druhého případu se hodnoty reziduálních napětí liší více, nicméně i tento rozdíl se dá vysvětlit neznámou teplotou napařování, která mohla být reálně vyšší než ta, použitá při výpočtu. Menší vliv na přesnost dat může mít také fakt, že napětí stanovené analyticky bylo zjištěno z dat odměřených z grafu závislosti tlaku na průhybu, tedy je zde i v tomto ohledu možná chyba v rozsahu do cca 5%.

## 5.5 Diskuze

Z vyhodnocení dvou různých experimentálních měření (kap. 5.3) byly známy všechny parametry potřebné pro numerickou simulaci bulge testu. Účelem této simulace bylo sestrojení závislosti tlaku na průhybu membrány tvořené  $\text{SiN}_x$  vrstvou pro oba případy testování. V kap. 5.4.1, zabývající se tvorbou modelů pro simulaci a jejím vyhodnocením, byly tyto závislosti porovnány s odpovídajícím naměřeným záznamem. V případě prvního experimentu se naměřená data velmi dobře shodovala s daty stanovenými na základě simulace. Velmi malá odchylka mezi oběma křivkami je patrně způsobena numerickými chybami při MKP výpočtech, dále není známa přesnost experimentálního měření, což se také může na zmíněném rozdílu podílet.

Výsledky pro případ druhého experimentu ukazují, že naměřená data jsou zhruba dvakrát menší než numericky stanovená data. Vzhledem k výborné shodě závislostí v prvním případě je rozdíl mezi daty pravděpodobně způsoben buď chybou při měření jak během zkoušky, tak při přípravě zkušební vzorku, nebo nepřesným stanovením modulu pružnosti v tahu  $\text{SiN}_x$  vrstvy a reziduálního napětí z naměřené závislosti. V kapitole 5.4.2 byl proto naměřený záznam vyhodnocen, přičemž byly zjištěny jiné hodnoty modulu pružnosti a reziduálního napětí ( $E = 465 \text{ GPa}$  a  $\sigma_0 = 466 \text{ MPa}$ ). Nové materiálové parametry byly následně využity při opětovné simulaci bulge testu, jejíž výsledky dobře odpovídají experimentálnímu záznamu. Zanedbatelný rozdíl mezi oběma křivkami lze vysvětlit stejně jako u prvního případu.

Jednou z možností, jak ověřit vysoké hodnoty reziduálního napětí ve studované vrstvě je simulace procesu přípravy zkušební vzorku pomocí MKP. V kap. 5.4.3 byla provedena simulace napařování zkoumané  $\text{SiN}_x$  vrstvy na křemíkový substrát a odleptání části substrátu tak, aby došlo k vytvoření čtvercové membrány tvořené  $\text{SiN}_x$  zhruba uprostřed vzorku. Reziduální napětí ve vrstvě bylo takto zjištěno pro oba zkušební vzorky a srovnáno s analyticky stanovenou hodnotou. V obou případech se hodnoty dobře shodovaly, obzvláště vzhledem k faktu, že nebylo možné zjistit přesnou teplotu napařování, lze dosažený souhlas výsledků považovat za velmi dobrý.

## 6 Závěr

První část diplomové práce navazuje na výsledky a závěry bakalářské práce [1], která se zabývala problematikou vyhodnocení záznamu mikrokompresní zkoušky tenké hliníkové vrstvy. Zkušební těleso, tzv. pilířek, které je vyrobeno pomocí fokusovaného iontového svazku v tenké vrstvě, se skládá ze tří materiálových vrstev: zkoumané tenké hliníkové vrstvy, wolframové mezivrstvy a křemíkového substrátu, na kterém jsou vrstvy napařeny. Naměřená data jsou ovlivněna přítomností těchto materiálových fází a dále také geometrií pilířku. Toto všechno značně komplikuje stanovení mechanických vlastností zkoumané tenké vrstvy.

Na základě výsledků bakalářské práce bylo formulováno doporučení pro způsob experimentálního zatěžování. Pro účely diplomové práce byly k dispozici tři nové vzorky podrobené mikrokompresní zkoušce, které byly vyhodnoceny. Cílem této práce tak bylo ověření metodiky vyhodnocení experimentálních dat ze zkoušky a zpřesnění výsledků uvedených v předcházející bakalářské práci.

Byla provedena simulace zatížení pilířku tlakem a získané hodnoty porovnány s experimentálními daty. Byla studována problematika vlivů kuželovitosti pilířku, přítomnosti mezivrstvy a substrátu na mechanické vlastnosti tenké hliníkové vrstvy a pomocí numerických výpočtů byly experimentální výsledky, závislost zatížení na deformaci, oproštěny o vliv těchto faktorů. Bylo ověřeno, že naměřený záznam nejvíce ovlivňuje přítomnost substrátu. Zvýšením směrnice lineární závislosti napětí na deformaci při odlehčování o cca 30% lze dosáhnout přesnější hodnoty modulu pružnosti studované vrstvy. Toto platí pro dané materiálové složení pilířku. Vliv kuželovitosti (typicky je sklon stěny pilířku  $86^\circ$ ) lze eliminovat zvýšením směrnice lineární závislosti napětí-deformace z odlehčování vzorku o cca 5% hodnotu. Výsledky práce ukázaly, že vliv mezivrstvy mezi tenkou vrstvou a substrátem je zanedbatelný, přítomnost tužší mezivrstvy zvyšuje modul pružnosti v tahu o cca 1%.

Bylo ukázáno, že průběh zatěžování a odlehčování pilířku podle doporučení vede k přesnějšímu vyhodnocení experimentálního záznamu. Bylo ověřeno, že metodika odhadu přesnějšího modulu pružnosti tenké hliníkové vrstvy, formulovaná v bakalářské práci [1], byla správně navržená.

Druhá část předložené práce se zabývá numerickým modelováním další z možných způsobů zkoušení tenkých vrstev s příznačným názvem bulge test. Studovaným materiálem je v tomto případě vrstva  $\text{SiN}_x$ , na jejíž jednu stranu je pomocí kapaliny nebo plynu aplikován známý tlak tak, aby došlo k vyboulení vrstvy. Výstupem z měření je závislost tlaku na vyboulení vrstvy, resp. průhybu membrány. Při namáhání dochází ve vrstvě ke stavu dvojosé napjatosti, což komplikuje vyhodnocení mechanických vlastností, jako modul pružnosti v tahu nebo reziduální napětí ve vrstvě, z naměřeného záznamu. Cílem této části diplomové práce bylo ukázat, zda-li je možné proces testování spolehlivě numericky modelovat a ověřit publikovaná experimentální data. Byla provedena simulace bulge testu pro dva případy provedení experimentu, přičemž požadovaným výsledkem bylo porovnání numericky stanovené závislosti tlaku na průhybu membrány s experimentálně zjištěnou závislostí. V obou případech bylo dosaženo velmi dobré shody mezi křivkami závislosti.

Poznamenejme, že při studiích této problematiky bylo zjištěno, že v článku [21] jsou uvedeny nepřesné hodnoty modulu pružnosti v tahu  $\text{SiN}_x$  vrstvy a reziduálního napětí. Na základě experimentálního záznamu bylo zjištěno, že správné hodnoty pro studovanou  $\text{SiN}_x$  vrstvu jsou následující:  $E = 465 \text{ GPa}$  a  $\sigma_0 = 466 \text{ MPa}$ .

Metodika stanovení reziduálního napětí z naměřených dat byla sice potvrzena, nicméně stále se jedná o analytický odhad. Reziduální napětí ve studované vrstvě vznikají

během přípravy zkušební vzorku, kdy dochází k chemickému napařování  $\text{SiN}_x$  vrstvy na křemíkový substrát a anizotropickému odleptání části substrátu. Účelem simulace přípravy vzorku bylo ukázat, zda-li hodnoty reziduálního napětí ve vrstvě zjištěné analyticky, mohou odpovídat skutečnosti. Bylo zjištěno, že je-li uvažována teplota napařování  $820\text{ }^\circ\text{C}$ , dojde během přípravy vzorku ke vzniku reziduálního napětí o velikosti  $141\text{ MPa}$  pro případ prvního experimentu, resp.  $466\text{ MPa}$  pro případ druhého experimentu. Poznamenejme, že teplota napařování u jednotlivých vzorků nebyla přesně známa, takže použitá hodnota  $820\text{ }^\circ\text{C}$  byla odhadnuta na základě rešerše. Vzhledem k tomuto faktu lze konstatovat, že numericky zjištěné hodnoty se dobře shodují s analyticky stanovenými hodnotami reziduálního napětí a že tenká vrstva  $\text{SiN}_x$  je skutečně vystavena vysokým hodnotám reziduálních napětí.

K této části práce lze tedy formulovat dva závěry. Za prvé, že je možné úspěšně modelovat tento typ testování, a za druhé, že metodika vyhodnocení (navržená v [17]) vede k dobrým výsledkům. Takto byl položen základ pro další výzkum v oblasti zkoušení za pomoci bulge testu, kdy bude možné např. podrobněji zkoumat vliv geometrických nepřesností vzorků vzniklých při jeho přípravě na zkreslení naměřených dat nebo používat k testování membrány jiného tvaru než čtvercového. To však již nebylo tématem této diplomové práce.

Vzhledem k tomu, že neexistuje jediná standardizovaná metoda zkoušení tenkých vrstev, dochází tak k rozvoji hned několika technik. V předložené práci byly studovány dvě techniky testování tenkých vrstev. V obou případech jde o poměrně náročný způsob testování, z nichž každý má svoje specifické komplikace a také odlišné možnosti uplatnění. Například mikrokompresní zkoušení pilířku se využívá v podstatě pouze pro zjišťování tvrdosti materiálu nebo modulu pružnosti v tahu studovaného materiálu. Oblast využití bulge testu je podstatně širší. Díky tomuto typu testování je možné určit jak elastické, tak plastické vlastnosti a navíc také reziduální napětí ve zkoumaných vrstvách, což je další důležitý faktor při výrobě a použití mikroelektronických a jiných zařízeních. Bulge test také umožňuje zkoušení více vrstev deponovaných na sobě, což přináší výhodu ohledně zjišťování mechanických vlastností křehkých vrstev, které by hned v počáteční fázi zatěžování samy o sobě praskly.

Nevýhodou bulge testu je na druhé straně dosti složité odvození vztahu pro vyhodnocení naměřených dat, kde věc komplikuje stav dvojosé napjatosti v membráně a velké průhyby membrány ve směru její normály vedoucí k nelinearitám. V případě kompresní zkoušky, kdy jde ideálně o jednoosou napjatost, je např. vztah pro stanovení modulu pružnosti dán Hookovým zákonem pro prostý tah. Jak však bylo ukázáno v této práci, naměřený záznam je výrazně zkreslen, což vyhodnocení požadovaných parametrů značně ztěžuje.

Jako poslední významný rozdíl mezi oběma studovanými metodami lze uvést náročnost vybavení a cenu. Pro realizaci mikrokompresní zkoušky i pro přípravu pilířku je zapotřebí nákladných a velmi přesných přístrojů (scanovací elektronové mikroskopy vybavené iontovým dělem, nanoindentor), zatímco přístroj pro bulge test si může pracoviště, které takové testování provádí, zkonstruovat samo. Pro přípravu zkušební tělesa také není třeba tak nákladných zařízení.

Závěrem lze konstatovat, že všechny vytyčené cíle diplomové práce byly splněny. Výsledky zde prezentované mohou přispět k rozvoji v oblasti zkoušení tenkých vrstev.

## 7 Použitá literatura

- [1] Petráčková K.: Zkouška mikrokompresního vzorku: numerická analýza. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011. 39 s. Vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Luboš Náhlík, Ph.D.
- [2] Brotzen F. R., Rosenmayer C. T., Gale R. J.: Mechanical behavior of aluminum and Al-Cu (2%) thin films. *Thin Solid Films* 166 (1988) str. 291.
- [3] Nix W. D., Greer J. R., Feng G., Lilleodden E. T.: Deformation at the nanometer and micrometer length scales: Effect of strain gradients and dislocation starvation, *Thin Solid Films* 515 (2007) str. 3152.
- [4] Uchic J. M. D., Dimiduk D. M.: A methodology to investigate size scale effects in crystalline plasticity using uniaxial compression testing, *Mat. Sci. Eng A* 400-401 (2005), str. 268.
- [5] Uchic M. D., Dimiduk D. M., Florando J. N., Nix W. D.: Sample dimension influence strength and crystal plasticity, *Science* 305 (2004), str. 986.
- [6] Kruml T.: Mikrostrukturní studium mechanismů plastické deformace: zkrácená verze habilitační práce. Vědecké spisy Vysokého učení technického v Brně. Habilitační a inaugurační spisy, 1213-418X ; sv. 279. Brno: VUTIUM, 2008, str. 25.
- [7] Nix W. D.: Mechanical properties of thin-films. *Metall. Trans. A20* (1989), str. 2217.
- [8] S.M. Spearing: Materials issues in microelectromechanical systems (MEMS). *Acta Mater.* 48, str. 179.
- [9] Vinci R.P., Vlassak J.J.: Mechanical behavior of thin films. *Ann. Rev. Mater. Sci.* 26 (1996), str. 431.
- [10] Kuběna I.: Vývoj metodiky nanoobrábění při studiu mechanických vlastností tenkých vrstev pomocí fokusovaných iontových svazků. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2008. Vedoucí diplomové práce prof. Mgr. Tomáš Kruml, CSc, str. 54.
- [11] Kuběna I., Hutař, P., Náhlík, L., Kruml T.: Měření mechanických vlastností tenkých vrstev pomocí nanokompresí, *Sborník konference Engineering Mechanics 2009*, str. 767-773, Svratka, 2009.
- [12] Kuběna I., Kruml T.: Nanocompression of oriented pillars from Al thin film, *CD-ROM sborník konference Engineering Mechanics 2010*, str. 1-8, Svratka, 2010.
- [13] Vodárek V.: Moderní metody strukturně fázové analýzy a jejich aplikace v materiálovém inženýrství, str. 1-3, *Metal 2006*, 2006.
- [14] Hirth J., Lothe J.: *Theory of dislocations*, Krieger Publishing Company, Malabar, Florida, 1982, str. 857.
- [15] MatWeb™, Internetová databáze materiálových vlastností uvedená na: [www.matweb.com](http://www.matweb.com), 20.4. 2013.
- [16] Gnäupel-Herold T., Brand P.C, Prask H.J.: Accessing the elastic properties of cubic materials with diffraction methods, *AXA Vol. 42 - ICDD*, 2000, str. 464-570.

- [17] Vlassak J. J., Nix W. D.: A new bulge test technique for the determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films, *Journal of Materials Research*, Volume 7, Issue 12 (1992), str. 3242-3249.
- [18] Timoshenko S., Woinowsky-Krieger: *Theory of Plates and Shells*, McGraw-Hill, New York, 1959, str. 345.
- [19] Timoshenko S.: *Theory of Elasticity*, McGraw-Hill, New York, 1970, str. 608.
- [20] Hemel A.: *Propriétés mécaniques de membranes d'épaisseur nanométriques: construction et mise au point d'un essai de gonflement*. Nancy: Institut National Polytechnique de Lorraine, 2010. Vedoucí disertační práce: Alain Jacques, str. 221.
- [21] Karimi A., Shojaei O.R., Kruml T., Martin J. L.: Characterisation of TiN thin films using the bulge test and the nanoindentation technique, *Thin Solid Films*, Volumes 308–309, 1997, str. 334–339.
- [22] *Ansys Reference Manual*, 2013.

## **8 Vlastní publikované práce zabývající se studovanou problematikou**

1. Petráčková K., Kuběna I., Truhlář M., Náhlík L., Kruml T.: Estimation of mechanical properties of thin Al surface layer, 14<sup>th</sup> International Conference Applied Mechanics 2012, str. 117-120.
2. Truhlář M., Kruml T., Kuběna I., Petráčková K., Náhlík L.: Determination of mechanical properties from microcompression test, 18<sup>th</sup> International Conference Engineering Mechanics 2012, str. 1435-1440.
3. Petráčková K., Náhlík L., Truhlář M., Kuběna I., Kruml T.: Application of FEM to estimate mechanical properties of thin layers: rozšířený abstrakt, 15<sup>th</sup> International Conference Applied Mechanics 2013.