

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ТОНКИХ КРЕМНИЙУГЛЕРОДОСОДЕРЖАЩИХ ПОКРЫТИЙ

А.В. Калмыков, П.А. Тополянский

В работе производились измерения комплексного сопротивления кремнийуглеродосодержащих пленок толщиной более 3 мкм на основе анализа электротехнической схемы замещения, включающей емкость и сопротивление. Было получено, что определяемые экспериментально параметры эквивалентной схемы позволяют судить о толщине пленки при ее изменении от 3 мкм в большую сторону. При этом измерения на частотах выше 100 кГц позволяют определить только емкостную составляющую impedance, в то время как на более низких частотах отмечалось влияние активного компонента, связанного скорее всего с наличием карбида кремния в материале пленки. Показано, что для проведения подобных экспериментов с более тонкими покрытиями необходимо использовать датчик, покрытый диэлектриком с высоким значением диэлектрической проницаемости.

ВВЕДЕНИЕ

В современной практике упрочнения изнашиваемых поверхностей деталей машин и инструмента особое место занимают безвакуумные плазменные технологии нанесения покрытий, в частности технология финишного плазменного упрочнения [1]. Получаемые этим методом тонкие пленки имеют размер наносимых частиц на 3—4 порядка ниже, чем характерная толщина самих пленок (единицы микрометров). Пленки состоят из карбида кремния SiC и оксида кремния с некоторым отклонением стехиометрического состава от SiO₂, содержание карбида кремния составляет 20—30 ат. % [2].

Толщина пленок определяется в основном технологическим временем обработки и зависит от ряда параметров. Максимальная толщина напыляемых покрытий ограничивается величиной, характеризующейся достижением эффекта упрочнения при минимальном времени обработки, необходимостью в ряде случаев учета поправок на размерную обработку и физическими эффектами нарушения сплошности, выражающимися в образовании трещин. Практически максимальная толщина пленок составляет порядка 3 мкм. Минимальная толщина физически ограничивается переходными зонами на поверхности пленки и на ее границе с металлом-основой. Суммарная толщина таких зон составляет около 1 мкм.

Качество покрытий как параметр, обеспечивающий эффективное применение финишного плазменного упрочнения, можно определить как максимальную сплошность пленки при ее высокой адгезии к основному металлу. Экспериментально доказано, что качество покрытий зависит от целого ряда факторов, основными из которых являются состояние поверхности металла и режим самого процесса нанесения покрытия. Можно считать, что качество покрытия определяется также отсутствием в покрытии кремнийсодержащих соединений в виде ультрадисперсных включений с размерами частиц $\geq 10^{-2}$ мкм.

Существующее оборудование для финишного плазменного упрочнения не содержит в своем составе приборов или устройств, контролирующих качество покрытий, что делает актуальной задачу оснащения основного оборудования прибором для контроля качества покрытий неразрушающим способом. Эта проблема является технически сложной как в силу малой характерной толщины пленки и малого же диапазона ее изменения, так и в силу целого ряда усложняющих факторов (влияние поверхности, режима обработки, сложной структуры самого покрытия). Анализ существующих способов неразрушающего контроля [3] показывает, что единственным

практически реализуемым решением является измерение электрических характеристик пленок. Отсутствие необходимых экспериментальных данных требует проведения дополнительных исследований с целью "привязки" измеряемых характеристик к физическим параметрам покрытия [3].

Задача данной работы состояла в создании электротехнической модели покрытия, позволяющей рассчитывать основные характеристики пленки, и проведении экспериментов по их определению.

ЭКВИВАЛЕНТНАЯ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКАЯ СХЕМА ИМПЕДАНСА ПЛЕНКИ И МЕТОДИКА РАСЧЕТА ЕЕ КОМПОНЕНТОВ

Состав покрытия позволяет определить импеданс пленки как емкость с потерями, причем емкость пленки C_s определяется ее толщиной и диэлектрической проницаемостью образующего пленку материала. Потери в пленке описываются ее сопротивлением r_s . Существование потерь связано с наличием значительного количества SiC, являющимся в общем случае полупроводником. Исследования электрических свойств подобных объектов наиболее корректно проводить на переменном токе, причем в достаточно широком диапазоне условий, что позволяет свести к минимуму погрешности эксперимента. Рис. 1 поясняет схему эксперимента. На этом же рисунке приведены эквивалентные электрические схемы замещения.

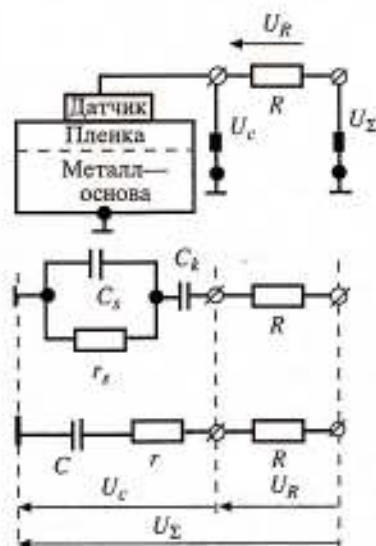


Рис. 1. Схема эксперимента и эквивалентные схемы замещения импеданса пленки: U_Z , U_R , U_C — амплитуды напряжений входного, на нагрузке R и на датчике соответственно; R — сопротивление нагрузки; C_k — контактная емкость; C_s , r_s — соответственно емкость пленки и ее сопротивление; C , r — пересчитанные компоненты импеданса пленки.

Эквивалентная схема включает емкость пленки C_s и ее сопротивление r_s , соединенные параллельно. Величины C_s и r_s являются усредненными линейными характеристиками и не учитывают вклад в импеданс переходных слоев.

Переходный слой металл—пленка характеризуется содержанием металла до 50 % при толщине около 0,5 мкм. В нашем случае он не вносит заметного вклада в комплексное сопротивление.

Второй переходный слой (на границе со средой) имеет сложную структуру, характеризующуюся резкими колебаниями химического состава пленки. Однако его вкладом в импеданс можно пренебречь во всех практически важных случаях вследствие малой толщины неоднородного участка (~0,4 мкм) [2]. На рис. 1 C_k — контактная емкость датчика, значение которой определяется конструкцией датчика и отличием соприкасающихся поверхностей датчик—пленка от идеальных плоскостей.

Элементы эквивалентной схемы C_k , C_p , r , рассчитывались по результатам анализа зависимостей измеряемых величин U_c и U_R от значений частоты $f = \omega/2\pi$ и сопротивления нагрузки R . Величина U_c в процессе всех измерений поддерживалась неизменной. Расчеты проводились по следующим известным формулам:

$$\frac{U_c}{U_c} = \frac{\sqrt{r^2 + \left(\frac{1}{\omega C}\right)^2}}{\sqrt{(R+r)^2 + \left(\frac{1}{\omega C}\right)^2}}; \quad \frac{U_R}{U_c} = \frac{R}{\sqrt{r^2 + \left(\frac{1}{\omega C}\right)^2}}, \quad (1)$$

где

$$\alpha = r_p \omega C_p; \quad r = r_p / (1 + \alpha^2); \quad C = \left(\frac{1}{C_k} + \frac{\alpha^2}{C_p(1 + \alpha^2)} \right)^{-1}.$$

Параметр α описывает отношение сопротивления пленки r , к чисто емкостному импедансу $1/\omega C_p$. Параллельно-последовательная цепочка C_k , C_p , r , может быть сведена к двум последовательно соединенным элементам r и C , уже частотно-зависимым.

С целью определения точности измерений проводились расчеты емкости калибровочных конденсаторов, подключаемых к генератору вместо образцов. В диапазоне 100—500 пФ расчетные значения емкости отличались не более чем на 5 пФ от измеренных прямым способом. Диапазон изменения значений f и R определялся из метрологических соображений. Следует отметить, что аналогичные способы, основанные на анализе электротехнических схем замещения импеданса, используются для изучения объектов, не позволяющих обеспечить прямые измерения, например, так называемых приэлектродных слоев газового разряда [4, 5].

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В качестве объектов исследования использовались цилиндрические образцы из стали X12M диаметром 25 мм и высотой 30 мм. Кремнийуглеродосодержащее покрытие наносилось на одну из торцевых поверхностей. Качество обработки поверхности соответствовало Rz 1,6, отклонение от плоскости не контролировалось. Датчиком служил металлический магнит кольцевой формы с площадью контакта $S = 2,9$ см², контактная поверхность полировалась. Использование магнитного материала обеспечивало постоянство прижимной силы (в нашем случае — эквивалента массы 100 г) и исключало ее влияние на величину C_k в процессе эксперимента. Контроль электрического сопротивления на постоянном

токе показал отсутствие утечки в цепи датчик—металл при толщине пленки $d \geq 3$ мкм. Для более тонких пленок электрическое сопротивление датчик—металл составляло $\sim 10^6$ Ом для прижимной силы 50 г и резко падало с ее увеличением (на 2—3 порядка при изменении прижимной силы в несколько раз), что может быть объяснено “прокалыванием” пленки на выступах металла. Сказанное являлось причиной выбора образцов со значением $d = 3$ мкм. Основные эксперименты проводились с двумя образцами: № 1 — $d = 3$ мкм и № 2 — с заведомо более высоким d . На первом этапе экспериментов не ставился вопрос точности расчета толщины пленки d , зависящей от значения диэлектрической проницаемости материала ϵ (точная величина ϵ неизвестна), поэтому для образца № 2 измерение d независимым способом не производилось.

Из (1) нетрудно заметить, что точность расчетов характеристик пленки C_s и r_s возрастает с увеличением C_k и резко зависит от ее значения. В ряде случаев с целью повышения стабильности измерений контактирующие поверхности датчик—образец смазывались трансформаторным маслом. Отметим, что эта методика применима и для тонких пленок при использовании датчика, покрытого диэлектриком с высоким значением диэлектрической проницаемости.

Изменение фазового сдвига между сигналами U_R и U_C показало, что на высоких частотах $f > 100$ кГц импеданс пленки чисто емкостной. На низких частотах отмечался сдвиг фаз, указывающий на наличие активной составляющей импеданса. В пользу предположения о связи сопротивления потерь с наличием карбида кремния в составе материала пленки свидетельствовали результаты измерений электрических характеристик при нагреве образца. Для исследуемых образцов отмечалось падение U_C на несколько процентов при нагреве от комнатной температуры до порядка 200 °С. Отмеченное снижение сигнала объясняется уменьшением r_s , что качественно подтверждает предположение о природе указанного эквивалентного сопротивления потерь. Известно, что SiC — полупроводник, характеризующийся отрицательным температурным коэффициентом сопротивления.

Экспериментальные значения $\frac{U_C}{U_\Sigma}$ и $\frac{U_R}{U_C}$ были получены в диапазоне

частот $f = 20$ —120 кГц при значениях R , изменяющихся в пределах 5—100 кОм. Анализ полученных результатов позволил сделать вывод о применимости предложенной электротехнической схемы замещения. Значения C_s , r_s и C_k определялись подбором по наилучшему соответствию экспериментальных данных с расчетными зависимостями. В начальном приближении C_s , C_k можно было оценить из следующих соотношений:

$$(C_d)_1 = (C_d)_2; (C_s)_1 = 2(C_s)_2;$$

$$\frac{1}{(C_r)_2} - \frac{1}{(C_r)_1} = \frac{1}{(C_r)_2}; \frac{1}{C_k} = \frac{1}{(C_r)_2} - \frac{1}{(C_s)_2}, \quad (2)$$

полученных из (1) в предположении, что толщина пленки второго образца вдвое превышает толщину пленки первого и $\alpha \gg 1$, то есть частота достаточно высокая. Индексы за скобками здесь и далее указывают номер образца. Начальные значения r_s оценивались аналогично по предельному переходу соотношений (1) для низкой частоты ($\alpha \ll 1$).

Сделанные оценки дают значения $C_k \approx 500$ пФ, $C_s \approx 1000$ пФ, $r_s \approx 1000$ Ом, использованные как начальные при машинном расчете. На рис. 2 пред-

ставлены экспериментальные данные $\frac{U_c}{U_\Sigma}$ и $\frac{U_R}{U_c}$, полученные для образца № 2 при значении $R = 7,1$ кОм для разных частот f . На том же рисунке (с целью оценки точности) приведены результаты расчетов при оптимальных значениях C_b , C_r , r , и при параметрах, описывающих импе-

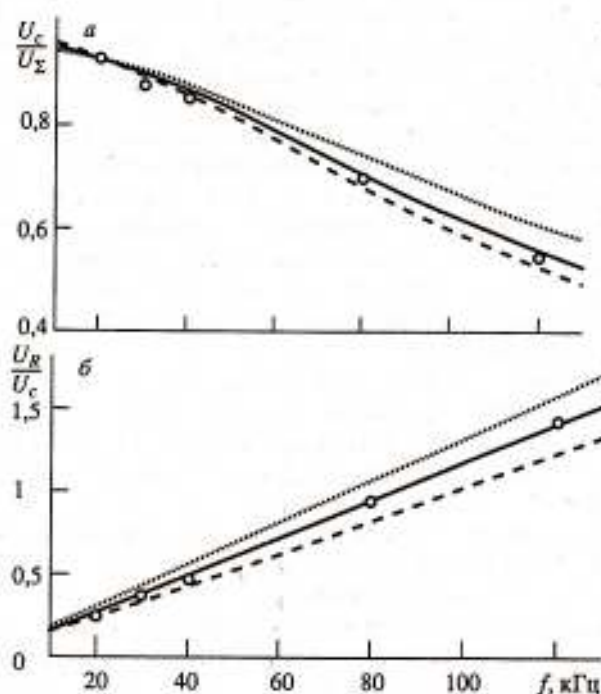


Рис. 2. Частотные зависимости $\frac{U_c}{U_\Sigma}$ и $\frac{U_R}{U_c}$ для образца

№ 2, $R = 7,1$ кОм:

непрерывная линия — расчет при $C_1 = 650$ пФ, $C_2 = 450$ пФ, $r_1 = 50$ кОм;
 пунктирная линия — расчет при $C_1 = 650$ пФ, $C_2 = 540$ пФ, $r_1 = 50$ кОм (а);
 штрих-пунктирная линия — расчет $C_1 = 650$ пФ, $C_2 = 540$ пФ, $r_1 = 40$ кОм при
 $C_1 = 650$ пФ, $C_2 = 360$ пФ (б), $r_1 = 50$ кОм (а), $C_1 = 650$ пФ, $C_2 = 360$ пФ,
 $r_1 = 60$ кОм (б); экспериментальные данные обозначены символом \circ .

данс покрытия, на 20 % отличающихся от оптимальных. Отметим, что для обоих образцов влияние r_1 значительно слабее влияния C_b , C_r на поведение расчетных кривых.

Расчетные значения характеристик исследованных покрытий

Образец	C_b , пФ	C_r , пФ	r_1 , кОм	d , мкм	ϵ
№ 1	550	1200	11	3*	1,43
№ 2	650	450	50	8	1,43*

В таблице приведены расчетные значения C_b , C_r , r_1 , полученные для исследуемых образцов.

Приведенные в той же таблице значения толщины покрытия d и ϵ определялись с помощью известной формулы для емкости C плоского конденсатора

$$C = 0,0866\epsilon \frac{S}{d}, \quad (3)$$

где C — емкость, пФ; $S = 2,9 \text{ см}^2$ (площадь контактной поверхности датчика), а ϵ — диэлектрическая проницаемость пленки; d — измеряется в см. Знаком * отмечены величины, значение которых считаются известными: $(d)_1 = 3 \text{ мкм}$ по результатам независимых измерений. Определенное по формуле (3) значение $(\epsilon)_1 = 1,43$ использовалось для расчета толщины пленки образца № 2. Соотношения между характеристиками пленки d и r_s для исследованных образцов находятся в приемлемом соответствии с экспериментальными данными.

Отличие в полученных расчетных значениях C_k для различных образцов объясняются дефектами контактирующих поверхностей датчик—образец. Принимались меры по увеличению C_k путем заполнения зазора датчик—образец трансформаторным маслом. При этом для первого образца C_k увеличивается в 1,5 раза.

Для подтверждения применимости электротехнической модели замещения производился подбор C_k , C_r и r_s путем сравнения экспериментальных данных и расчетных зависимостей $\frac{U_c}{U_\Sigma}$ и $\frac{U_R}{U_c}$ от сопротивления R при фиксированной частоте f .

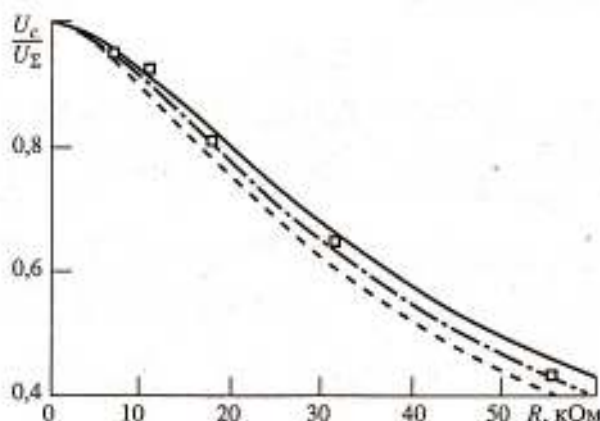


Рис. 3. Зависимости $\frac{U_c}{U_\Sigma}(R)$ для образца № 1, $f = 20 \text{ кГц}$,

где экспериментальные данные обозначены символом \square :
 штрих-пунктирная линия — расчет при $C_k = 350 \text{ пФ}$, $C_r = 1200 \text{ пФ}$, $r_s = 11 \text{ кОм}$;
 непрерывная линия — расчет при $C_k = 320 \text{ пФ}$, $C_r = 1200 \text{ пФ}$, $r_s = 11 \text{ кОм}$;
 пунктирная линия — расчет при $C_k = 380 \text{ пФ}$, $C_r = 1200 \text{ пФ}$, $r_s = 11 \text{ кОм}$.

На рис. 3 представлены экспериментальные данные и расчетные зависимости $\frac{U_c}{U_\Sigma}(R)$ при различных значениях C_k . В диапазоне частот $f = 20\text{—}100 \text{ кГц}$ наблюдалось хорошее соответствие расчетных и экспериментальных данных при значениях C_r и r_s , соответствующих приведен-

ным в таблице. Оптимальная величина C_k на 200 пкФ отличалась от приведенной в таблице в меньшую сторону. Причина этого, как уже отмечалось, связана с тем, что эксперименты производились при отсутствии масла в зазоре образец—датчик.

С целью выяснения возможности расширения использования предложенной методики производились расчеты по формулам (1) для датчика уменьшенной площади $S = 0,5 \text{ см}^2$, обеспечивающей как лучший контакт, так и более высокое разрешение по поверхности. Значения C_k и C_s пересчитывались согласно (3) с использованием приведенных в таблице результатов для первого образца. Проведенные оценки для толщины пленки $d = 0,75 \text{ мкм}$ ($C_k = 300 \text{ пФ}$, $C_s = 800 \text{ пФ}$, $r_s = 16,5 \text{ кОм}$) в частотном диапазоне $f \leq 20 \text{ кГц}$ показали, что изменение C_s , r_s на 20 % вызывают изменение значений $\frac{U_c}{U_x}$ на 5 %.

Сказанное позволяет сделать вывод о возможности определять импеданс пленок с толщиной $1 \text{ мкм} \leq d \leq 4 \text{ мкм}$ при соответствующей точности измерений.

ВЫВОДЫ

1. Предложена методика измерения толщины кремнийуглеродосодержащих пленок путем измерения комплексного сопротивления.
2. Анализ экспериментальных и расчетных данных показал их хорошее соответствие и пути усовершенствования метода для исследования более тонких, толщиной менее 3 мкм, пленок.

Санкт-Петербургский государственный
технический университет

Поступила в редакцию
21 января 2003 г.

ЛИТЕРАТУРА

1. Соснин Н.А., Тополянский П.А., Вичик Б.Л. Плазменные покрытия (технология и оборудование).— СПб.: О-во "Знание" России, СПб ДНТИ, 1992.— 28 с.
2. Башенко В.В., Соснин Н.А. Поверхностное упрочнение стали с нанесением тонких пленок плазменной струей при атмосферном давлении. II Международная конференция по электроннолучевым технологиям. ЭЛТ-88.— Варна (Болгария), 1988, с. 823—828.
3. Приборы для неразрушающего контроля материалов и изделий. Под ред. В.В. Клюева. — М.: Машиностроение, 1976, в 2-х томах, т. 2.— 326 с.
4. Калмыков А.В., Смирнов А.С. Исследование электрических характеристик приэлектродных слоев емкостного ВЧ-разряда с внешними электродами.— ЖТФ, 1989, т. 59, № 4, с. 38—44.
5. Калмыков А.В., Смирнов А.С., Установщиков А.Ю. Исследование комплексного сопротивления емкостного ВЧ-разряда с внешними электродами.— ЖТФ, 1991, т. 61, № 3, с. 53—58.