

文章编号: 1004-0609(2004)08-1400-05

离子束增强沉积纳米金属薄膜的摩擦特性

张会臣, 高玉周, 孙昌国, 刘 莎, 严 立

(大连海事大学 材料工艺研究所, 大连 116026)

摘 要: 在原子力显微镜上对采用离子束增强沉积方法制备的 4 种纳米金属薄膜的摩擦特性进行了研究, 分析了载荷和滑动速度对金属薄膜摩擦特性的影响, 并对 4 种纳米金属薄膜的特性进行了比较。结果表明: 铜薄膜的摩擦力随着滑动速度的增加而基本保持不变, 镍薄膜的摩擦力随着滑动速度的增加而略有增加, 钛薄膜的摩擦力随着滑动速度的增加而显著增加, 而铝薄膜的摩擦力随着滑动速度的增加而减小; 4 种纳米薄膜的摩擦力均随着载荷的增大而增大, 并且都存在一个载荷值, 超过这个值, 接触刚度增大, 摩擦力急剧增加; 4 种薄膜中, 铜薄膜的摩擦力最小, 铝薄膜在载荷较大时的摩擦力最大; 4 种纳米金属薄膜摩擦特性的差异与薄膜的结构、形貌特征有关。

关键词: 纳米薄膜; 摩擦; 离子束增强沉积; 原子力/摩擦力显微镜

中图分类号: TG 115

文献标识码: A

Friction properties of nanometer metal coatings prepared by ion beam enhanced deposition

ZHANG Huì-chen, GAO Yù-zhou, SUN Chang-guo, LIU Sha, YAN Li

(Institute of Materials and Technology, Dalian Maritime University, Dalian 116026, China)

Abstract: The friction properties of four kinds of metal coatings prepared by ion beam enhanced deposition were studied by atomic force microscopy. Influences of load and sliding velocity on friction properties were analyzed. The differences among four coatings were discussed. The results indicate that the friction force of copper keeps invariable and the friction forces of nickel coating and titanium coating increase slightly and markedly respectively with increasing sliding velocity. However, with increasing sliding velocity, the friction force of aluminium coating decreases. The friction forces of all four kinds of coatings increase with increasing load. There exists a threshold, which friction forces increase sharply when load exceeds it. The phenomena can be explained by the concept of contact stiffness. The friction force of copper coating is the least and the friction force of aluminium is the largest. The differences among these four coatings can be explained by structure and topography of coatings.

Key words: nanometer coating; friction; ion beam enhanced deposition; atomic force microscope/ friction force microscope

静摩擦、摩擦和磨损是微电子机械系统中关系到其性能和耐久性而亟待解决的关键问题, 解决这一问题的方法主要包括在微零件表面沉积有机薄膜和进行表面改性^[1, 2]。有机薄膜中包括硅烷自组装膜^[3]、烯烃单分子膜^[4]和全氟有机膜^[5]等。在表面改性中, 采用各种沉积技术制备纳米金属薄膜^[6]、

纳米陶瓷薄膜^[7]和其它功能薄膜^[8]等。这些纳米薄膜可以改善和提高基体的强度、耐磨性和耐蚀性, 并满足微电子机械系统性能的需要, 使系统具有良好的摩擦学特性和动力学特性。

微加工技术的发展促进了纳米金属薄膜在微电子机械系统中的应用, 本文作者采用原子力显微镜

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50275015)

收稿日期: 2003-11-4; 修订日期: 2004-04-08

作者简介: 张会臣(1965-), 男, 教授, 博士。

通讯作者: 张会臣, 教授; 电话: 0411-84729613; E-mail: huichenz@mail.dlptt.ln.cn

对采用离子束增强沉积方法制备的几种纳米金属薄膜的摩擦特性进行了研究, 揭示了纳米尺度下金属薄膜的摩擦学特性。

1 实验

1.1 纳米金属薄膜的制备

采用离子束增强沉积的方法在硅基底上制备铜、镍、铝和钛纳米薄膜, 沉积前真空室的真空度为 3.0×10^{-3} Pa。首先进行辅助离子源溅射, 清洗硅基底表面, 以增强膜与基体的结合强度, 电压为 7 kV, 时间为 10 min; 然后开通离子溅射源, 溅射靶材, 电压为 2.5 kV, 产生金属原子沉积到硅基底表面。氩气流量为 $1.5 \text{ cm}^3/\text{s}$, 工作气压为 3.6×10^{-2} Pa, 沉积时间为 15 min。采用光干涉测量的方法得到纳米薄膜的厚度约为 100 nm, 通过适当调整灯丝电流和电压保证 4 种薄膜的厚度基本一致。

1.2 纳米金属薄膜的表征和摩擦力的测试

在室温 (22~ 25 °C) 和相对湿度为 40% ~ 45% 的条件下, 在 DI 公司 Nanoscope IIIa 原子力/摩擦

力显微镜 (AFM/FFM) 上对样品进行表征和摩擦特性测试。形貌观察时, 扫描速率为 2 Hz, 扫描面积为 $800 \text{ nm} \times 800 \text{ nm}$, 高度分辨率为 6 nm, 摩擦特性测量时, 扫描速率为 1~ 6 Hz, 法向载荷为 0~ 22.32 nN, 摩擦力的值为整个往复扫描曲线摩擦力的平均值。采用 Contact 模式, 测试时使用 Si_3N_4 探针, 其悬臂弹性系数为 0.06 N/m。

2 结果与讨论

2.1 纳米金属薄膜的形貌特征

将在 Si/SiO₂ 基体上制备的铜、镍、铝和钛等 4 种纳米金属薄膜, 在 AFM 上进行表征, 其结果如图 1 所示。由图 (a) ~ (d) 可以看出, 4 种纳米金属薄膜都具有均匀规则的几何形貌, 4 种纳米金属薄膜的形貌特征参数列于表 1。从表 1 可以看出, 镍薄膜的表面粗糙度最大, 其 R_a 值 0.355 nm, 其次是铝薄膜和铜薄膜, R_a 值分别为 0.217 nm 和 0.192 nm。钛纳米薄膜的表面最为平整, 其 R_a 值为 0.144 nm。由此可以看出, 镍薄膜最粗糙, 钛薄膜最光滑。

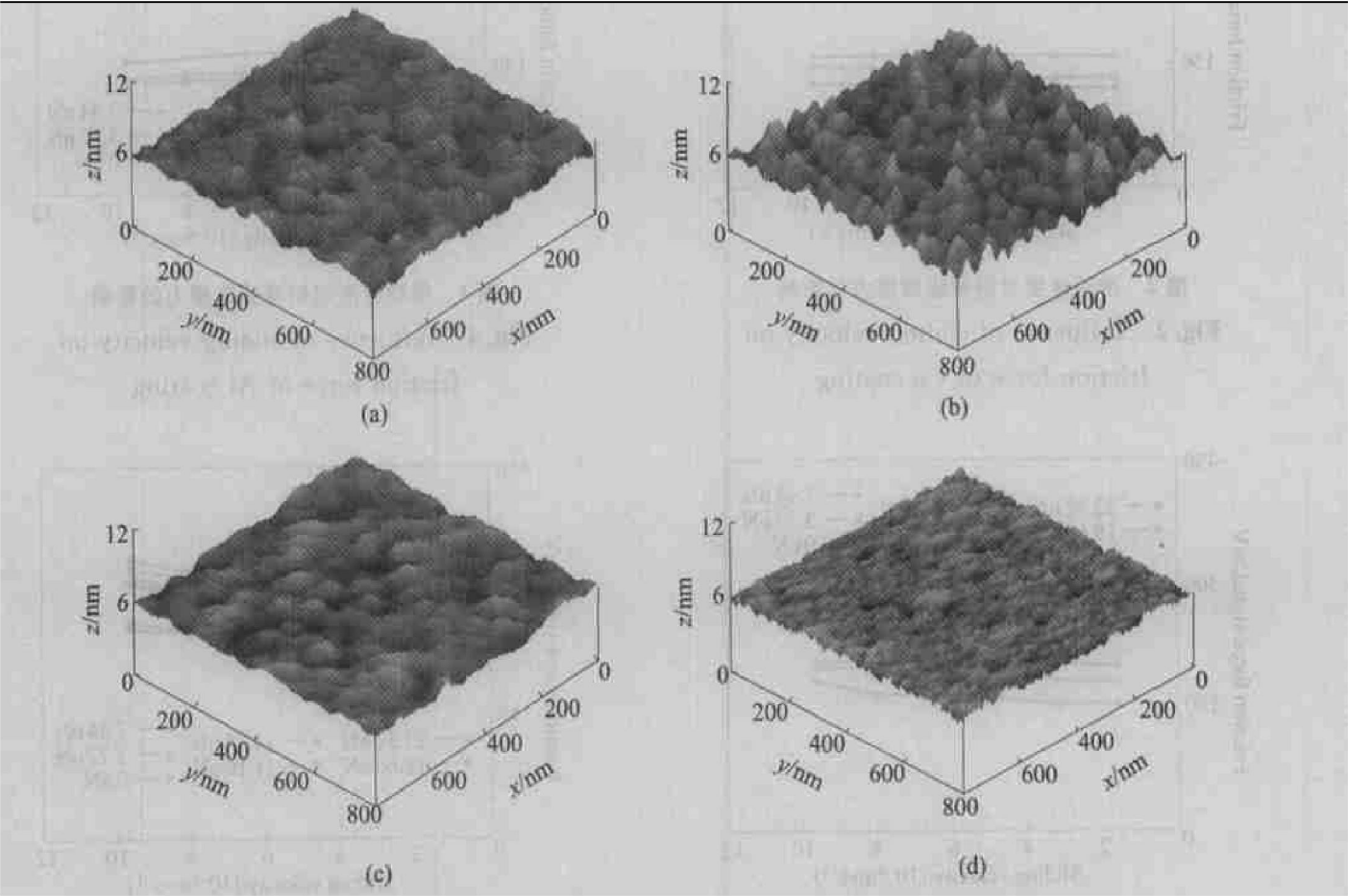


图 1 纳米金属薄膜的原子力像

Fig. 1 AFM images of nanoscale metal coatings
(a) —Cu coating; (b) —Ni coating; (c) —Al coating; (d) —Ti coating

表 1 纳米金属薄膜的表面粗糙度参数

Table 1 Surface roughness parameters of nanometer metal coatings

Sample	R_q /nm	R_a /nm	R_{max} /nm
Cu	0.243	0.192	2.211
Ni	0.451	0.355	3.814
Al	0.264	0.217	2.328
Ti	0.185	0.144	2.230

2.2 滑动速度对纳米金属薄膜摩擦力的影响

滑动速度对纳米金属薄膜摩擦力的影响如图 2~5 所示, 由图 2 可以看出, 在所研究的载荷范围内, 铜薄膜的摩擦力随着滑动速度的增加而基本保持不变。从摩擦力测量曲线看, 在各种载荷条件下, 铜薄膜表现出典型的粘-滑特征, 并且“粘着”和“滑动”的周期基本保持不变, 这表明原子力显微镜探针与铜纳米薄膜间的相互作用较弱。由图 3 可

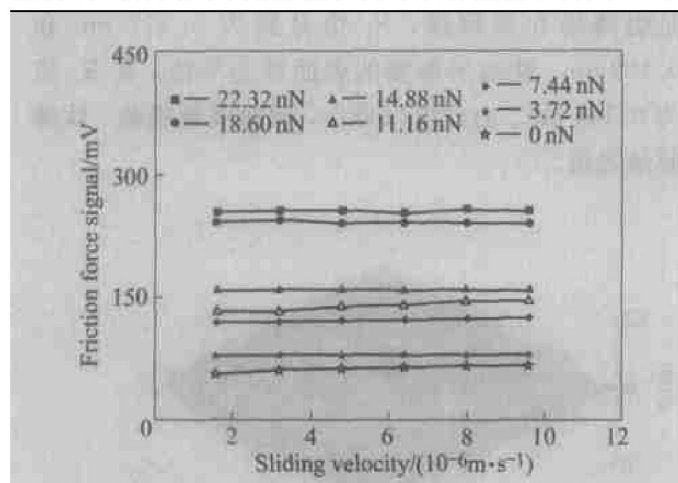


图 2 滑动速度对铜薄膜摩擦力的影响

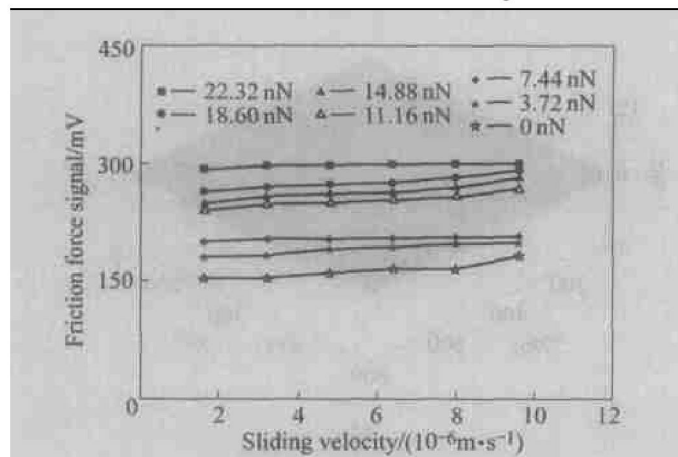
Fig. 2 Influence of sliding velocity on friction force of Cu coating

图 3 滑动速度对镍薄膜摩擦力的影响

Fig. 3 Influence of sliding velocity on friction force of Ni coating

以看出, 镍薄膜的摩擦力随着滑动速度的增大而略有增加的趋势。从摩擦力测量曲线看, 在低载荷条件下, 镍薄膜粘-滑的周期较小, 而高载荷条件下, 镍薄膜粘-滑的周期增大, 这表明原子力显微镜探针与镍纳米薄膜间的相互作用比与铜纳米薄膜间的相互作用要强。这与在 mN 量级薄膜摩擦特性的研究结果相一致^[9]。由图 4 可以看出, 随着滑动速度的增加, 铝纳米薄膜的摩擦力逐渐下降, 特别是对于载荷较大的情形, 摩擦力急剧降低。从摩擦力曲线看, 铝在低载荷时摩擦力曲线表现出周期性的粘-滑特征, 而在高载荷时则失去了粘-滑特征, 表明形成了较为牢固的粘着, 这表明原子力显微镜探针与铝纳米薄膜间具有较强的粘着作用。由图 5 可以看出, 随着滑动速度的增加, 钛薄膜的摩擦力逐渐增大, 钛薄膜在所研究的载荷和滑动速度范围内都未表现出周期性的粘-滑特征, 这表明钛薄膜的摩擦阻力较大。

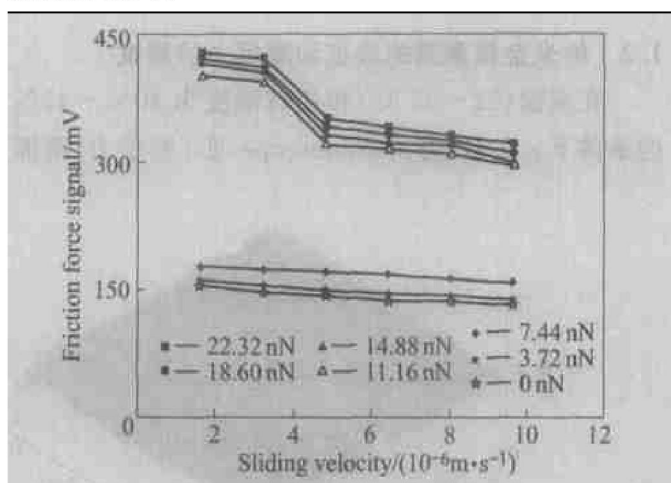


图 4 滑动速度对铝薄膜摩擦力的影响

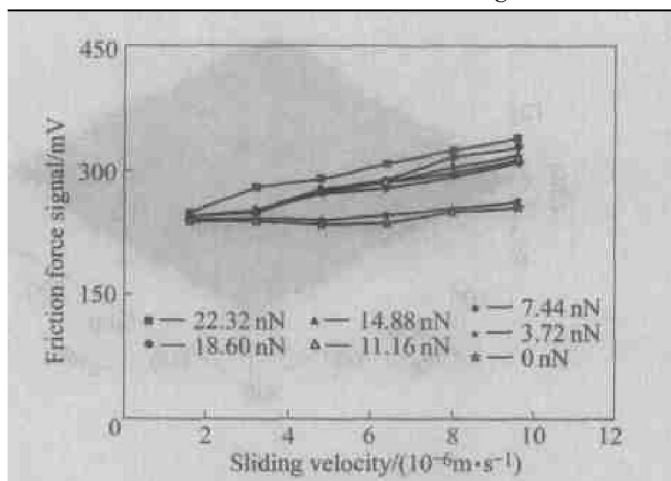
Fig. 4 Influence of sliding velocity on friction force of Al coating

图 5 滑动速度对钛薄膜摩擦力的影响

Fig. 5 Influence of sliding velocity on friction force of Ti coating

由此可知, 不同的金属薄膜, 其摩擦力对滑动速度的响应不同。在纳米尺度, 原子力显微镜探针与纳米金属薄膜间的相互作用除了两者的受力变形外, 还包括如下几个方面: 毛细管力、范德华力和静电力。在大气环境下, 毛细管力和范德华力都具有重要影响。毛细管力与纳米金属薄膜的表面形貌和表面能相关, 而范德华力与纳米金属薄膜的结构相关^[10]。在研究的 4 种纳米金属薄膜中, 铜薄膜具有较小的吸附热, 因此表现出较低的化学活性, 使得原子力显微镜探针与铜薄膜间的毛细管力降低, 从而使摩擦力降低。镍薄膜的吸附热比铜薄膜大, 因此摩擦力稍大。铝薄膜在低载荷时也表现出较小的摩擦力, 这是因为铝的表面能较低, 毛细管力较小的缘故。铝薄膜的摩擦力随着滑动速度的增加而降低, 这是由于滑动速度的增加, 使得原子力探针与铝薄膜的作用时间缩短, 从而不易产生牢固结合的粘着。钛薄膜由于表面粗糙度较低, 表面光滑, 吸附热也较大, 从而产生较大的毛细管力, 同时由于钛的 d 电子质量分数小, 也产生较大的摩擦阻力^[11], 这导致了钛薄膜在低载荷时的摩擦力也很高。

2.3 载荷对纳米金属薄膜摩擦力的影响

载荷对纳米金属薄膜摩擦力的影响如图 6~ 9 所示(为图线清晰起见, 图中给出了几个滑动速度下的摩擦力曲线, 其它滑动速度下, 与此具有相同的趋势)。可以看出, 4 种纳米金属薄膜的摩擦力均随着载荷的增大而增大, 并且都存在一个载荷值, 当超过这个值以后, 摩擦力急剧增大。对于铜, 载荷为 14.88 nN, 对于镍和铝载荷为 7.44 nN, 对于钛载荷为 3.72 nN。摩擦力的急剧增大表明, 在此载荷条件下原子力显微镜探针与纳米金属薄膜的接触面积增大, 从而使摩擦力增大。

在纳米尺度接触刚度对摩擦特性具有重要影响。原子力显微镜探针与纳米金属薄膜间的接触可用如下模型描述^[12]:

$$\frac{dF}{dx} = \left[\frac{1}{k_{\text{lever}}} + \frac{1}{k_{\text{contact}}} \right]^{-1} \quad (1)$$

式中 F 为摩擦力; x 为位移; k_{lever} 为原子力显微镜探针悬臂的刚度; k_{contact} 为接触刚度, 其表达式为:

$$k_{\text{contact}} = 8G^* a \quad (2)$$

式中 a 为接触面积; $G^* = [(2 - \nu_1)/G_1 + (2 - \nu_2)/G_2]^{-1}$; G_1 、 G_2 和 ν_1 、 ν_2 分别为探针悬臂和纳米金属薄膜的剪切模量和泊松比。

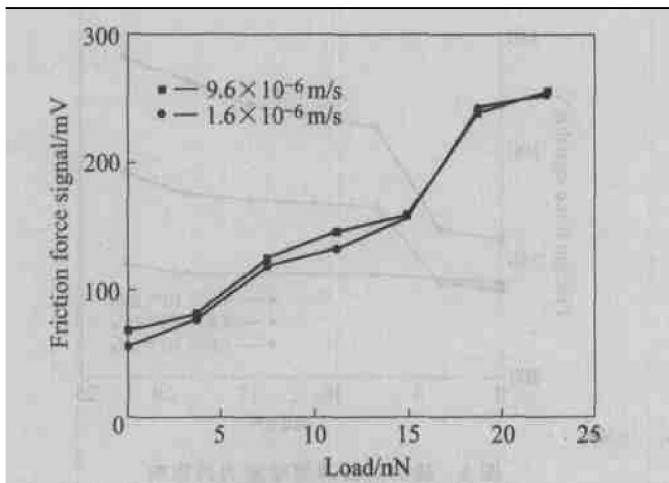


图 6 载荷对铜薄膜摩擦力的影响

Fig. 6 Influence of load on friction force of Cu coating

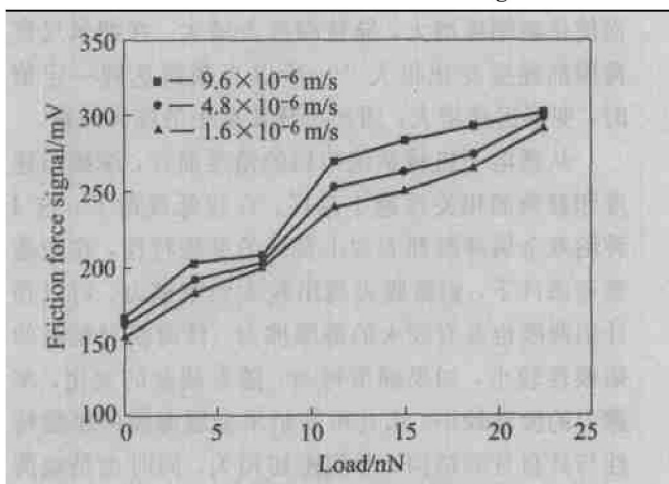


图 7 载荷对镍薄膜摩擦力的影响

Fig. 7 Influence of load on friction force of Ni coating

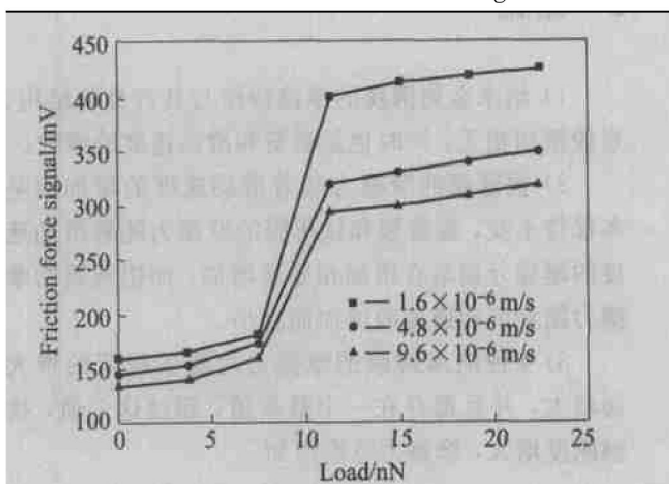


图 8 载荷对铝薄膜摩擦力的影响

Fig. 8 Influence of load on friction force of Al coating

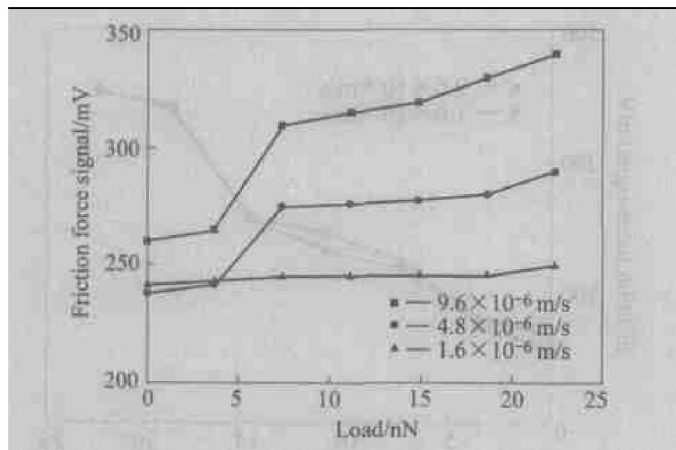


图9 载荷对钛薄膜摩擦力的影响

Fig. 9 Influence of load on friction force of Ti coating

可以看出,当载荷增大时,接触面积增大,从而使接触刚度增大,导致摩擦力增大。在纳米尺度薄膜的硬度变化很大^[13],所以当载荷达到一定值时,变形迅速增大,因而出现实验中的临界载荷。

从微电子机械系统应用的角度而言,摩擦与速度的相关性越小越好。在较低载荷下,这4种纳米金属薄膜都表现出良好的摩擦特性,在较高载荷条件下,铝薄膜表现出较大的摩擦力,可以预计铝薄膜也具有较大的静摩擦力。钛薄膜对载荷的依赖性较小,如果润滑得当,随着载荷的变化,摩擦力的波动较小。由此可知纳米金属薄膜的摩擦特性与其自身的结构、形貌密切相关,同时也是载荷和滑动速度的函数。因此,在微电子机械系统中应用这些薄膜时应综合考虑上述因素。

3 结论

1) 纳米金属薄膜的摩擦特性与其自身的结构、形貌密切相关,同时也是载荷和滑动速度的函数。

2) 铜薄膜的摩擦力随着滑动速度的增加而基本保持不变,镍薄膜和钛薄膜的摩擦力随着滑动速度的增加分别略有增加和显著增加,而铝薄膜的摩擦力随着滑动速度的增加而减小。

3) 4种纳米薄膜的摩擦力均随着载荷的增大而增大,并且都存在一个载荷值,超过这个值,接触刚度增大,摩擦力急剧增加。

REFERENCES

- [1] Liu H W, Bhushan B. Nanotribological characterization of molecularly thick lubricant films for applications to MEMS/ NEMS by AFM[J]. Ultramicroscopy, 2003, 97 (1-4): 321-340.
- [2] Ravi K. MEMS fabrication perspectives from the MIT microengine project[J]. Surface and Coatings Technology, 2003, 163-164: 273-280.
- [3] Jun Y, Zhu X Y. Alkoxyl monolayers as antistiction coatings in Si-based MEMS devices[J]. Journal of Adhesion Science and Technology, 2003, 17(4): 593-601.
- [4] Ashurst W R, Yau C, Carraro C, et al. Alkene based monolayer films as antistiction coatings for polysilicon MEMS[J]. Sensors and Actuators(A): Physical, 2001, 90(3): 239-248.
- [5] Lee S H, Kwon M J, Park J G, et al. Preparation and characterization of perfluoro-organic thin films on aluminum[J]. Surface and Coating Technology, 1999, 112 (1-3): 48-51.
- [6] Kim J K, Yuen M F, Lebbai M. Effects of dimple and metal coating on interfacial adhesion in plastic packages [J]. Journal of Electronic Materials, 2003, 32(6): 564-573.
- [7] Ledermann N, Baborowski J, Muralet P, et al. Sputtered silicon carbide thin films as protective coating for MEMS applications[J]. Surface and Coatings Technology, 2000, 125(1): 246-250.
- [8] Camposeo A, Puccini N, Fuso F, et al. Laser deposition of shape memory alloy for MEMS applications[J]. Applied Surface Science, 2003, 208-209: 518-521.
- [9] Esteve J, Zambrano G, Rincon C, et al. Mechanical and tribological properties of tungsten carbide sputtered coatings[J]. Thin Solid Films, 2000, 373: 282-286.
- [10] Israelachvili J N. Intermolecular and Surface Forces [M]. San Diego: Academic Press, 1991.
- [11] Boettcher C, Bell T, Dong H. Surface engineering of timet 550 with oxygen to form a rutile-based, wear-resistant coating[J]. Metall Mater Trans A, 2002, 33A: 1201-1211.
- [12] Carpick R W, Ogletree D F, Salmeron M. Lateral stiffness: a new nanomechanical measurement for the determination of shear strengths with friction force microscopy[J]. Appl Phys Lett, 1997, 70(12): 1548-1550.
- [13] Beegan D, Chowdhury, Laugier M T. A nanoindentation study of copper films on oxidized silicon substrates [J]. Surface and Coatings Technology, 2003, 176: 124-130.

(编辑 李向群)