

В. В. Тульев, ст. преподаватель; И. С. Ташлыков, профессор; С. М. Барайшук, аспирант;
П. В. Уляшко, студент

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ТОПОГРАФИЯ ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНИЯ, МОДИФИЦИРОВАННОГО ИОННО-АССИСТИРОВАННЫМ ОСАЖДЕНИЕМ ПОКРЫТИЙ

The article is devoted to investigation of mechanical properties of silicon surface modified by means of self ion assisted deposition of C, Ti, Mo coatings. The nanoindentation data from coated systems were used for calculation of the hardness and elastic modulus. Atomic Force Microscopy surface observations were used to investigate the topography of modified surfaces.

Введение. Известно, что осаждение тонких пленок на кремниевые пластины представляет как научный, так и практический интерес для микроэлектронной промышленности, так как позволяет формировать изолирующие или проводящие слои, твердые или эластичные покрытия на поверхности изделий [1–3]. При этом для осаждения тонких покрытий успешно используются методы, включающие ассистирующее облучение ускоренными ионами [4, 5], которые обеспечивают «сшивание» на атомном уровне покрытия с подложкой. Кроме того, ионно-лучевая обработка может изменять такие механические свойства поверхности изделий, как, например, микротвердость, износостойкость поверхности, твердость, коэффициент трения и др. [6, 7]. Исследования особенностей и закономерностей процессов, происходящих при ионно-ассистируемом осаждении покрытий на различные подложки, позволяют устанавливать механизмы, ответственные за модифицирование прочностных свойств поверхности изделий. В частности, было установлено, что изменение микротвердости поверхности образцов из сталей марок Ст3, 45, 40Х, алюминий, сплав алюминия АЛ4 с покрытиями, нанесенными при ионном ассистировании связано с формированием в приповерхностных слоях карбидов и оксидов металлов, обеспечивающих твердорастворное упрочнение поверхности [7, 8]. При измерении микротвердости поверхности модифицированных образцов глубина проникновения индентора, как правило, превышает толщину осажденного покрытия на 1–2 порядка по величине [6, 7]. Поэтому при обсуждении изменения микротвердости исследуемых образцов можно говорить только о механических характеристиках структуры покрытие – подложка. Механические свойства самого покрытия и влияние его на механические свойства системы данным методом определить нельзя. Поэтому для изучения механических свойств самого покрытия нами проведены эксперименты по измерению нанотвердости покрытий, сформированных на кремнии ионно-ассистируемым осаждением. Используя атомно-силовую микроскопию, изучена топография поверхности исходного и

модифицированного кремния. Предварительные результаты этих исследований обсуждаются в настоящей работе.

Методика эксперимента. Покрытия на основе С, Ti, и Мо наносились на пластины (111)-Si *n*-типа с удельным сопротивлением 2 Ом·м при ионном ассистировании в условиях самооблучения. Для этого применяли способ нанесения покрытий с использованием резонансного ионного источника вакуумной ($p = 10^{-2}$ Па) электродуговой плазмы [9], который генерирует поток нейтральных атомов металла (углерода) и их ионов. Ускоряющий потенциал, подаваемый на держатель пластины, был 3 кВ. Осаждение покрытий происходило при интегральном потоке ассистирующих ионов $2 \cdot 10^{16}$ см⁻². Плотность потока ассистирующих ионов (*I*), которая составляла в наших экспериментах $\sim 1,6 \cdot 10^{12}$ см⁻²с⁻¹, определяли интегрированием тока ионов, натекающих на мишень известной площади из ионного источника за время проведения опыта. Плотность потока нейтральных атомов из ионного источника (*A*) измеряли по величине соответствующего сигнала при снятии спектров резерфордовского обратного рассеяния от образцов, на которые осаждались покрытия за известный период времени без подачи потенциала, т. е. без ионного ассистирования [10]. Экспериментально было определено, что отношение *I/A* составляло в опытах для разных материалов от 0,2 до 0,4, а скорость осаждения покрытий была от 0,3 до 0,4 нм/мин.

Измерение нанотвердости и модуля Юнга сформированных покрытий происходило на нанотвердомере «Fischer H100». Нагрузка на индентор изменялась в интервале от 0,4 до 20 мН. Температура при испытаниях на нанотвердость была ~ 22 – 23°C . Общее время нагружения индентора составляло 14,5 с. Данные силы нагрузки и глубина проникновения индентора измерялись с интервалом в 0,5 с. Для каждого образца было проведено 5 измерений в различных точках покрытия. После этого данные усреднялись по поверхности всего образца. Отметим, что первоначально измеренная твердость поверхности исходного кремния исполь-

зовалась для корректировки в измерениях твердости покрытий на кремнии. Топография поверхности исходного и модифицированного кремния изучалась с использованием многофункционального сканирующего атомно-силового микроскопа NT 206.

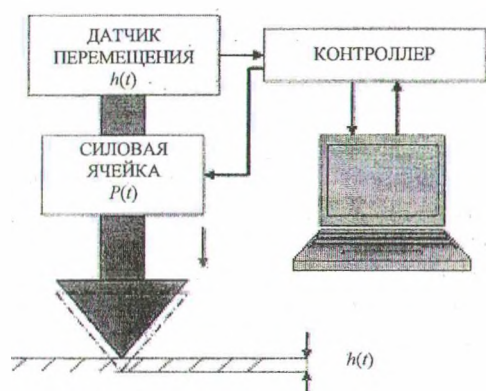


Рис. 1. Принципиальная схема нанотестирования поверхности образцов

Результаты и обсуждение. Метод наноиндентирования благодаря удобству, гибкости, отсутствию жестких требований к образцу и окружающей среде приобрел большую популярность в последнее время. Он позволяет приблизиться к условиям, возникающим в реальных микро- и наноконтактах, и смоделировать при хорошо контролируемых условиях процессы в областях, сильно деформированных высокой локальной нагрузкой. Современные нанотестеры имеют разрешение в канале измерения силы около 1 нН, а по перемещению ~ 1 нм. Нанотестеры позволяют также варьировать в широких пределах длительность воздействия треугольных импульсов нагрузки (от 1 мс до 1000 с), осуществлять нагружение с постоянной скоростью относительной деформации, проводить микроконтактные усталостные испытания (путем многократно повторяющегося нагружения одной и той же области образца).

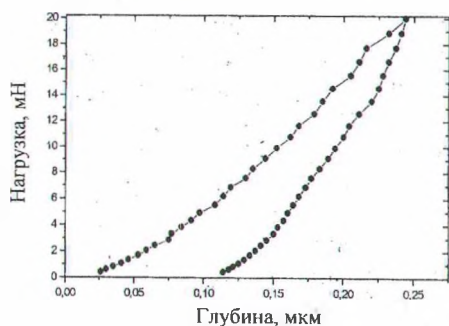


Рис. 2. Кривая зависимости глубины проникновения наноиндентора h от нагрузки P , полученная для покрытия на основе Ti

Сочетание перечисленных выше методик дает возможность исследовать в совокупности комплекс динамических свойств, недоступный квазистатическим методам. Сущность метода состоит в программируемом приложении малых или ультрамалых усилий к индентору (в качестве индентора в наших исследованиях использовалась четырехгранная алмазная пирамидка Виккерса) и непрерывной регистрации зависимости силы сопротивления P от глубины погружения h (рис. 1). Типичная запись диаграммы нагрузки и разгрузки для поверхности кремния, модифицированной осаждением покрытия на основе Ti, показана на рис. 2.

Таблица

Нанотвердость и модуль Юнга покрытий на основе С, Мо, Ti, нанесенных на кремний методом ионно-ассистированного осаждения

Основа покрытия	H , ГПа	\bar{E}_{eff} , ГПа	\bar{E} , ГПа
Исходный	$13,20 \pm 4,35$	106,7	106,8
Углерод	$12,89 \pm 0,41$	99,8	103,1
Молибден	$13,64 \pm 7,32$	105,3	105,1
Титан	$12,86 \pm 2,61$	101,7	100,8

По экспериментально полученным диаграммам нагрузки – разгрузки (рис. 2), используя расчетные формулы [11], были рассчитаны нанотвердости (H) и модуля Юнга (E) сформированных покрытий. Результаты представлены в таблице. Анализ результатов измерений показал, что нанотвердость покрытий на основе углерода, молибдена, титана сравнимы с нанотвердостью поверхности исходного кремния. Усредненные значения нанотвердости этих покрытий лежат в одних пределах.

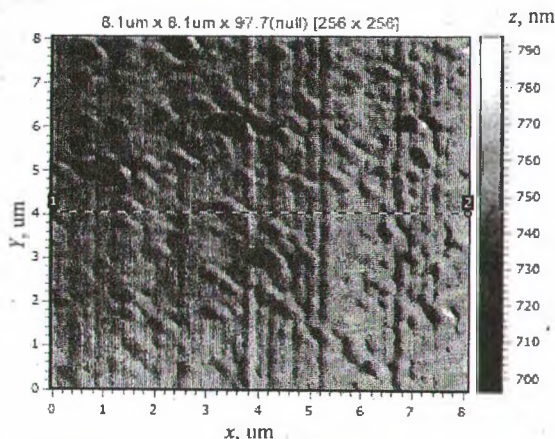


Рис. 3. AFM изображение топографии и профиль сечения поверхности исходного кремния

Наименьший модуль Юнга наблюдается у покрытий на основе углерода. Необходимо отметить, что нанотвердость покрытия на основе

углерода имеет разброс значений ~ 3%. Для остальных образцов разброс значений составляет ~ 30–70%. Можно сделать вывод, что покрытие на основе углерода имеет более однородную с точки зрения механических свойств структуру.

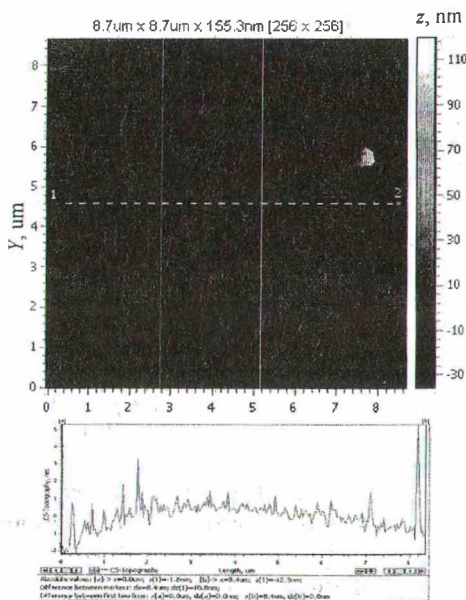


Рис. 4. AFM изображение топографии и профиль сечения поверхности кремния, модифицированного нанесением титана

Топография поверхности исходного кремния и кремния, модифицированного нанесением покрытий на основе титана, изображена на рис. 3 и 4. Как следует из данных, приведенных на этих рисунках, средняя шероховатость весьма мала и изменяется от ~ 0,2 нм на поверхности исходного кремния до 1,1 на поверхности кремния с титановым покрытием.

Выводы. В настоящей работе представлены результаты экспериментальных и теоретических исследований механических свойств и топографии поверхности кремния, модифицированного ионно-ассистированным в условиях самооблучения нанесением покрытий на основе углерода, титана, молибдена. В экспериментах по измерению нанотвердости получены кривые зависимости смещения индентора от подаваемой на него нагрузки. В результате обработки кривых рассчитаны значения нанотвердости и модуль Юнга модифицированной поверхности кремния. Предварительный анализ показывает, что полученные значения сопоставимы с соответствующими характеристиками исходного кремния. В исследованиях топографии поверхности образцов с применением атомно-силовой микроскопии установлено, что шероховатость исходного кремния совсем незначительна и составляет

0,17 нм, увеличиваясь при нанесении покрытий на основе С до 0,31 нм и титана до 1,1 нм.

Литература

1. Witke T., Schuelke T., Berthold J., Meyer C. F., Schultrich B. Deposition of hard amorphous carbon coatings by laser and arc methods // Surf. Coat. Technol. – 1999. – V.116–119. – P. 609–613.
2. Gotoh Y., Kagamimori K., Tsuji H., Ishikawa J. Ion beam assisted deposition of tantalum nitride thin films for vacuum microelectronic devices // Surf. Coat. Technol. – 2002. – V. 58–159. – P. 729–731.
3. Ueda M., Lepienski C. M., Rangel E. C., Cruz N. C., Dias F. G. Nanohardness and contact angle of Si wafers implanted with N and C and Al alloy with N by plasma ion implantation // Surf. Coat. Technol. – 2002. – V. 156. – P. 190–194.
4. Orfert M., Richter K. Plasma enhanced chemical vapor deposition of SiN films for passivation of three-dimensional substrates // Surf. Coat. Technol. – 1999. – V. 116–119. – P. 622–628.
5. Картер Г., Коллигон Д., Ташлыков И. С. Простая теория и экспериментальное исследование ионно-ассистированного нанесения покрытий кобальта на кремний // Перспективные материалы. – 1999. – № 1. – С. 5–10.
6. Тульев В. В., Ташлыков И. С. Микротвердость структур покрытие – сталь, сформированных ионно-ассистированным осаждением // Взаимодействие излучения с твердым телом: Материалы 6-й Междунар. науч. конференции / БГУ. – Мн., 2005. – С. 270–272.
7. Тульев В. В. Ионно-ассистированное осаждение покрытий на Fe, Al и сплавы сталь 45, сталь 40X, АЛ4: Автореф. дис... канд. физ.-мат. наук. – Мн.: БГУ, 2004. – 23 с.
8. Тульев В. В., Ташлыков И. С. Изучение состава покрытий, полученных ионно-ассистированным осаждением хрома на подложки из алюминия, стали и кремния, ядерно-физическими методами и компьютерным моделированием // Физика и химия обработки материалов. – 2005. – № 3. – С. 54–57.
9. Патент РБ № 2324. IC1 BY, C23 C4/12, C4/18, C14/16. Способ нанесения покрытий / И. С. Ташлыков, И. М. Белый; Заявл. 1998; Оpubл. 1999; офиц. бюл. гос. пат. ведом. РБ № 1.
10. Ташлыков И. С., Веш В., Вендлер Э. Ионно-ассистированное осаждение тонких пленок на основе С, Ti, Zr, Mo на кремний // Физика и химия обработки материалов. – 2004. – № 3. – С. 30–33.
11. Tsui T. Y., Oliver W. C., Pharr G. M. Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation // Mater. Res. – 1996. – M. 11. – V 3. – P. 752–767.