

ISSN 1683-0377



Белорусского
государственного
технологического
университета

Т
Р
У
Д
Ы

Серия VI

ФИЗИКО-МАТЕМАТИЧЕСКИЕ
НАУКИ И ИНФОРМАТИКА

ВЫПУСК XIV

Минск 2006

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-ассистированном 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-ассистированным 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-

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

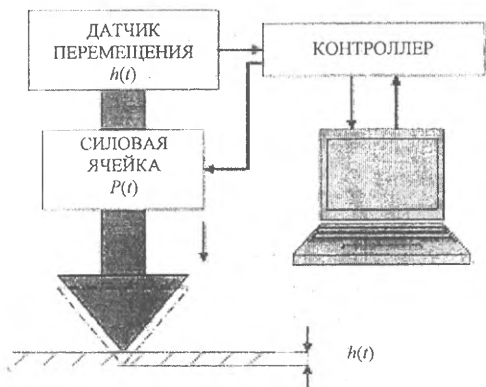


Рис. 1. Принципиальная схема нанотестирования поверхности образцов

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).

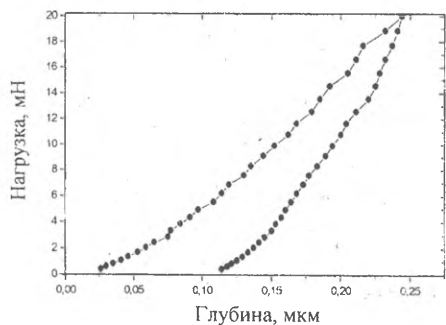


Рис. 2. Кривая зависимости глубины проникновения наноиндентора h от нагрузки P , полученная для покрытия на основе Ti

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.

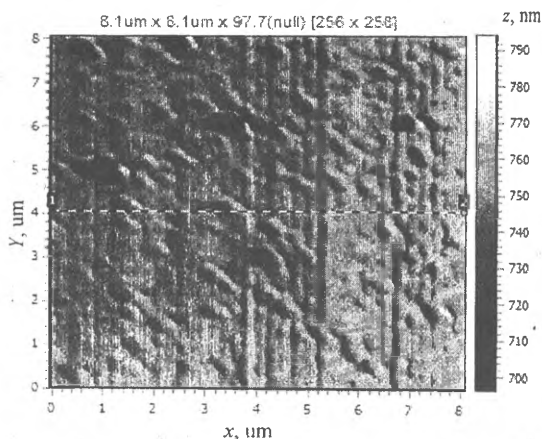


Рис. 3. AFM изображение топографии и профиль сечения поверхности исходного кремния

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

