# ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ ТОНКИХ ПЛЕНОК СПЛАВА Al-1.0 ат. % Cr ПРИ ИОННО-АССИСТРОВАННОМ ОСАЖДЕНИИ НА СТЕКЛО

<sup>1</sup>Ташлыкова-Бушкевич И.И.\*, <sup>2</sup>Яковенко Ю.С., <sup>1</sup>Мойсейчик Е.С., <sup>1</sup>Бейда А.И.

<sup>1</sup>Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, ул. П. Бровки, 6, 220013, Минск, РБ

<sup>2</sup>Минский государственный профессионально-технический колледж легкой промышленности и бытового обслуживания населения, ул. Казинца, 89, 220108, Минск, РБ

\* iya.itb@bsuir.by

### Введение

Для управления свойствами тонкопленочных металлических покрытий при их осаждении на подложку необходима диагностика микроструктуры поверхности системы покрытие/подложка. В последнее время тонкие пленки алюминия и его сплавов активно исследуются при разработке покрытий структурных составляющих солнечных батарей, в частности для лицевого контакта солнечных элементов, а также в качестве материалов для полупроводниковой микроэлектроники [1]. В данной работе на примере тонких пленок сплава Al-1.0 ат. % Сг, характеризующегося высокой термической стабильностью, обсуждаются экспериментальные результаты исследования изменения микроструктуры тонких металлических пленок, полученных методом ионно-ассистированного осаждения (ОПАСИ), в зависимости от условий формирования покрытий.

# Методика эксперимента

Эксперименты по ионно-ассистированному осаждению металлических пленок на стекло проводились с использованием вакуумного резонансного плазменно-дугового источника (вакуум 10<sup>-2</sup> Па) [2] в двух режимах: при отсутствии ускоряющего потенциала и при U=3 кВ. В качестве электродов установки использовался сплав Al-1.0 ат. % Сг. Время осаждения покрытий составляло 3, 6, 9 ч (U=0) и 10 ч (U=3 кВ, сила тока I=100 мА, плотность тока 5.1 мA/см<sup>2</sup>) при скорости осаждения покрытия ~ 0.1 нм/мин. В соответствии с методикой, предложенной Р. Sigmund [3], скорость «кристаллизации» (охлаждения каскадов) составляла  $10^{12}$ - $10^{13}$  K/c.

Изучение топографии поверхности образцов и определение ее шероховатости было выполнено на атомно-силовом микроскопе (ACM) NT-206 с использованием зондов CSC-38. В качестве параметров, характеризующих шероховатость поверхности образца, были выбраны три величины, определяемые с помощью программы Surface Explorer: два «высотных» - $R_{a}$  (среднеарифметическая шероховатость) и  $R_{z}$  (высота неровностей профиля) – и один «шаговый» параметр S (среднее значение шага между выступами). Для унифицированной оценки неоднородности поверхности пленок был рассчитан коэффициент  $k = R_z/S$ . Дополнительно микроструктура поверхности образцов была изучена с применением растрового электронного микроскопа (РЭМ) марки LEO-1455 VP. Для количественного рельефа анализа структурных элементов использовался стандартный метод стереометрической металлографии – метод случайных секущих. По результатам статистической обработки РЭМ изображений были измерены средний диаметр D<sub>cp</sub>, удельная поверхность *S* и объемная доля *V* микрокапельной фракции.

## Результаты и их обсуждение

На рис. 1, *а* и  $\delta$  представлены типичные ACM изображения поверхности исследуемых тонких пленок при отсутствии ускоряющего потенциала (*a*) и при U=3 кВ ( $\delta$ ) с

соответствующими гистограммами распределения средних измеренных высот и впадин рельефа поверхности. Все построенные гистограммы унимодальны: имеют ярко выраженный максимум, обладают положительной ассиметрией, объясняемой островковым механизмом роста покрытия [4], и по форме удовлетворительно описываются распределением Гаусса.



Рисунок 1. АСМ изображения топографии поверхности тонких пленок сплава Al-1.0 ат. % Сг в зависимости от условий осаждения и соответствующие гистограммы распределения высот и впадин рельефа поверхности (*a*, *б*); зависимость значений коэффициента *k* и параметра *R*<sub>a</sub> от времени и режима осаждения покрытия (*в*)

Согласно данным АСМ при U=0 увеличение времени нанесения покрытия с 3 до 9 ч приводит к росту шероховатости пленки от 8.9 до 21.6 нм при том, что величина максимума гистограммы снижается при более равномерном распределении высот и впадин. Это объясняется тем, что на этапе t=3 ч поверхность пленки характеризуется наличием мелких «островков» – участков с большой высотой, но маленькой площадью, между которыми находятся участки с низкой высотой, рис. 1, *а*. С увеличением времени нанесения покрытия (6 и 9 ч) островки уменьшаются за счет заполнения пленкой участков между ними с ростом высоты последних. Анализируя данные, полученные при U=3 кВ, на этапе t=10 ч ( $R_a=19.8$  нм) установлено, что при подаче U степень неоднородности поверхности значительно уменьшается при практически неизменном  $R_a$ , рис. 1, *в*. Указанному режиму получения пленки соответствует минимальное значение параметра k = 0.011.

Методом РЭМ определено, что тонкие пленки сплава Al - 1.0 ат. % Cr, нанесенные на стекло, содержат микрокапельную фракцию осаждаемого покрытия, размер и плотность которой зависит от режима и времени нанесения. Как видно на рис. 2, распределение средних измеренных диаметров микрокапельной фракции по размерным группам имеет преимущественно бимодальный характер и может быть описано суперпозицией двух гауссовых распределений. Найдено, что средний измеренный диаметр микрокапельной фракции для пленок, полученных при U=0, возрастает в диапазоне от 0.35 мкм до 0.57 мкм при увеличении времени осаждения покрытия с 3 до 9 часов, рис. 2,  $\partial$ , и составляет 0.55 мкм для пленок, осажденных за 10 ч при U=3 кВ.

Рисунки 1, в и 2, д и е наглядно демонстрируют эволюцию микроструктуры пленки. Первоначально при увеличении времени осаждения покрытия мы наблюдаем рост параметра  $R_a$ , но при дальнейшем росте времени t (для U=0) и при приложении U=3 кВ происходит его снижение параметра при практически неизменном значении  $D_{cp}$ . Обнаруженные закономерности позволяют сделать вывод, что наличие микрокапельной фракции не является основным фактором, определяющим величину шероховатости пленок. Обнаруженное уменьшение S при росте среднего диаметра микрокапельной фракции свидетельствует о снижении плотности выделений при увеличении t: действительно, мы также наблюдаем и уменьшение параметра V, рис. 2, e.



Рисунок 2. РЭМ изображения поверхности тонких пленок сплава Al-1.0 ат. % Сг и соответствующие гистограммы распределения частиц микрокапельной фракции в зависимости от условий осаждения по размерным группам (*a-г*); зависимость значений параметров *D<sub>cp</sub>*, *R<sub>a</sub>* (*d*) и *V*, *S* (*e*) от времени и режима осаждения покрытия

#### Заключение

Исследована эволюция микроструктуры тонких пленок сплава Al - 1.0 ат. % Cr, нанесенных на стеклянную подложку методом ОПАСИ, в зависимости от условий их формирования. Установлено, что с увеличением времени нанесения покрытия с 3 до 9 ч шероховатость поверхности увеличивается от 8.9 до 21.6 нм при U=0 и составляет 19.8 нм при U=3 кВ (t=10 ч). Для поверхности пленок характерно гауссово распределение высот и впадин. Для всех режимов получения пленки характерно наличие микрокапельной фракции из материала осаждаемого покрытия, геометрические размеры которой определяются величиной приложенного потенциала и временем осаждения. Полученное распределение средних диаметров микрокапельной фракции по размерным группам измеренных имеет преимущественно бимодальный характер и удовлетворительно описывается суперпозицией двух гауссовых распределений. Рассчитанный коэффициент *k* позволяет дать количественную оценку изменения высотных и продольных характеристик микрорельефа поверхности осажденной пленки в зависимости от условий формирования покрытия.

Работа финансировалась в рамках ГПНИ на 2016-2020 г. "Физическое материаловедение, новые материалы и технологии" (подпрограмма "Материаловедение и технологии материалов", задание 1.40, № ГР 20161123)). Авторы благодарны Бобровичу О.Г. (БГТУ) за помощь при проведении экспериментов по ионно- асситированному осаждению покрытий. Литература

[1] Н.В. Холодкова, И.В. Холодков. Электронная обработка материалов, 52(5), 75 (2016). [2] И.С. Ташлыков, И.М. Белый.ПатентРБ №2324. 1С1 ВУ, С23 С4/12. С4/18, С14/16. Офиц. бюл. гос. пат. ведом. 1, 30 (1999).

[3] P. Sigmund. Appl. Phys. Lett. 25, 169 (1974).

[4] Л. Фельдман, Д. Майер. Основы анализа поверхности тонких пленок, Мир, М. (1989). 344 с.