



Получено: 2.07.2024 г. | Принято: 12.07.2024 г. | DOI: <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2024.17.6.372.381>

Научная статья

ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ ТОЛЩИНЫ ПОКРЫТИЯ НА ВЕЛИЧИНУ ОСТАТОЧНЫХ МЕХАНИЧЕСКИХ НАПРЯЖЕНИЙ В $\text{AL}_2\text{O}_3/\text{Si}$

С.В. Сидорова¹, к.т.н., доц., ORCID: 0000-0002-3002-1246 / sidorova@bmstu.ru

А.Д. Купцов¹, асп., ORCID: 0009-0002-3997-9722

О.В. Новикова², студ., ORCID: 0009-0002-7549-7309

И.В. Кушнарев², студ., ORCID: 0009-0000-8241-0553

А.А. Епихин², дир., ORCID: 0009-0008-1620-8283

Е.Э. Гусев², нач. лаб., ORCID: 0000-0002-2819-2599

Аннотация. Представлены результаты исследования влияния толщины тонкопленочных покрытий на величину остаточных напряжений в интерфейсе пленка–подложка. В процессе эксперимента использована Si-подложка с тонкой пленкой Al_2O_3 , сформированной магнетронным способом. Впервые показана взаимосвязь формы подложки и уровня остаточных напряжений в тонкопленочном покрытии. Применена модернизированная методика исследования остаточных напряжений в тонкопленочных покрытиях, позволяющая определять механические напряжения в локальных областях тонкой пленки.

Ключевые слова: механические напряжения, оксид алюминия, кремний, тонкопленочные покрытия, магнетронное распыление, толщина покрытия, шероховатость, оптический профилометр, радиус кривизны

Для цитирования: С.В. Сидорова, А.Д. Купцов, О.В. Новикова, И.В. Кушнарев, А.А. Епихин, Е.Э. Гусев. Оценка влияния толщины покрытия на величину остаточных механических напряжений в $\text{AL}_2\text{O}_3/\text{Si}$. НАНОИНДУСТРИЯ. 2024. Т. 17. № 6. С. 372–381. <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2024.17.6.372.381>.

Received: 2.07.2024 | Accepted: 12.07.2024 | DOI: <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2024.17.6.372.381>

Original paper

ASSESSMENT OF COATING THICKNESS EFFECT ON THE AMOUNT OF RESIDUAL MECHANICAL STRESSES IN $\text{AL}_2\text{O}_3/\text{Si}$

S.V.Sidorova¹, Cand. of Sci. (Tech), Associate Professor, ORCID: 0000-0002-3002-1246 / sidorova@bmstu.ru

A.D.Kouptsov¹, Post Graduate, ORCID: 0009-0002-3997-9722

O.V.Novikova², Student, ORCID: 0009-0002-7549-7309

I.V.Kushnarev², Student, ORCID: 0009-0000-8241-0553

A.A.Epikhin², Head of Centre, ORCID: 0009-0008-1620-8283

E.E.Gusev², Head of Laboratory, ORCID: 0000-0002-2819-2599

Abstract. The results of a study of the thickness of thin-film coatings at significant residual stresses at the film-substrate interface are presented. During the experiment, a Si substrate with a thin Al_2O_3 film formed by the magnetron method was used. For the first time, the relationship between the shapes of substrates and the levels of residual stresses in a thin-film coating is shown. A modern technique for studying residual stresses in thin-film coatings was used, which makes it possible to determine mechanical stresses in local zones of thin films.

¹ Московский государственный технический университет имени Н.Э.Баумана, Москва, Россия / Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russia

² Национальный исследовательский университет "МИЭТ", Зеленоград, Россия / National Research University "MIET", Zelenograd, Russia



Keywords: mechanical stresses, aluminum oxide, silicon, thin-film coatings, magnetron sputtering, coating thickness, roughness, optical profilometer, radius of curvature

For citation: S.V. Sidorova, A.D. Kouptsov, O.V. Novikova, I.V. Kushnarev, A.A. Epikhin, E.E. Gusev. Assessment of coating thickness effect on the amount of residual mechanical stresses in AL₂O₃/Si. NANOINDUSTRY. 2024. Vol. 17. No. 6. PP. 372–381. <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2024.17.6.372.381>.

ВВЕДЕНИЕ

Современные технологические решения в различных сферах машиностроения, робототехники, медицины и других областях промышленности невозможно представить без стремительно развивающейся области – наноинженерии, которая включает в себя технологию формирования тонкопленочных покрытий.

По функциональному назначению и областям использования выделяют разные типы тонких пленок. Например, проводящие слои формируют в печатных платах и силовой электронике для передачи и коммутации нагрузки между электротехническими деталями [1, 2]. Изоляционные слои служат для формирования барьерного участка, за пределами которого не происходит распространение электрической мощности [3]. Тонкие пленки, повышающие защитные, антифрикционные, смазочные и коррозионностойкие свойства деталей используются для осаждения на рабочие поверхности режущего инструмента, поверхности валиков и оборудования, которое эксплуатируется в агрессивных кислородсодержащих средах [4]. Оптические тонкопленочные покрытия – антибликовые, флуоресцентные, отражающие и т.д. – нашли свое применение в решении повседневных и проектных задач [5]. Также декоративные структуры активно применяются для создания уникальных рисунков и надписей [6].

Следует отметить практическое внедрение наноразмерных тонкопленочных покрытий, которое происходит благодаря размерному эффекту – эффекту усиления уровня физических параметров материала (электропроводности, магнитных, оптических и механических свойств) за счет преобладания поверхностной площади над внутренним объемом тонких пленок, зачастую имеющих толщину от единиц до десятков и сотен нанометров [7]. Для корректировки механических свойств тонких пленок и мембран на их основе применяют новую технологию управления ориентацией зерен материалов [8]. Известны работы по формированию тонкопленочных кремниевых мембран с последующим исследованием механических свойств материала Si [9].

При этом для повышения показателей надежности и быстродействия в изделиях применяют комбинирование слоев, общая структура которых состоит

INTRODUCTION

Modern technological solutions in various areas of mechanical engineering, robotics, medicine and other industrial fields cannot be imagined without rapidly developing field of nanoengineering, which includes the thin-film coating formation technology.

Different types of thin films are distinguished according to their functional purpose and areas of use. For example, conductive layers are formed in printed circuit boards and power electronics for load transfer and switching between electrical parts [1, 2]. Insulating layers serve to form a barrier area beyond which no electrical power propagation takes place [3]. Thin films that enhance protective, antifriction, lubrication and corrosion-resistant properties of parts are used for deposition on the working surfaces of cutting tools, roll surfaces and equipment that is operated in aggressive oxygen-containing environments [4]. Optical thin film coatings – anti-reflective, fluorescent, reflective, etc., have found their application in solving everyday and design problems [5]. Also, decorative structures are actively used to create unique patterns and inscriptions [6].

It should be noted that practical implementation of nanoscale thin film coatings, which occurs due to the dimensional effect – the effect of enhancing the level of physical parameters of the material (electrical conductivity, magnetic, optical and mechanical properties) due to predominance of the surface area over the thin films internal volume, often having a thickness from units to tens and hundreds of nanometres [7]. To adjust mechanical properties of thin films and membranes based on them, a new technology for controlling material grains orientation is used [8]. There are known works on formation of thin-film silicon membranes with subsequent study of mechanical properties of Si [9].

In this case, in order to improve reliability and performance of products, combination of layers is used, the overall structure of which consists of successively alternating thin metal-dielectric coatings [10]. However, such a multilayer cluster is affected by residual mechanical stresses, which are distributed both at the film-film and film-substrate interface and in thin-film structures thickness [11]. One of the ways to solve this problem is pretreatment of the surface with an ion beam.



из последовательно чередующихся тонких покрытий металл-диэлектрик [10]. Однако, такой многослойный кластер подвержен влиянию остаточных механических напряжений, которые распределяются как на границе раздела пленка-пленка и пленка-подложка, так и в толщине тонкопленочных структур [11]. Одним из способов решения данной проблемы является предварительная обработка поверхности ионным пучком.

Широкое применение тонкопленочные покрытия с низкой шероховатостью поверхности (единицы и доли нанометров) получили в сферах оптики, фотографии и вnanoэлектронике. В области лазерного приборостроения и гироскопии и, в частности, для производства транзисторов на гибкой подложке. В работах [12, 13] показано, что методами вакуумного осаждения возможно сформировать слои с параметрами шероховатости S_q менее 2,5 Å и R_a менее 1,0 нм.

Целью работы является оценка влияния толщины тонкопленочных покрытий, формы и топологии подложки на уровень остаточных напряжений.

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ

Остаточные механические напряжения являются многофакторным свойством тонкопленочных покрытий. Для расчетов величины остаточных напряжений зачастую применяют формулы Стоуни (Stoney) [14] для случаев малых толщин пленок без влияния внешних факторов процесса (1):

$$\sigma_f = \frac{E_s d_s^2}{6(1 - v_s)} \frac{1}{d_f} \left(\frac{1}{R_n} - \frac{1}{R_d} \right), \text{ Па}, \quad (1)$$

где σ_f – величина механических напряжений, Па; E_s – модуль Юнга материала пластины, Па; d_s – толщина пластины, м; v_s – коэффициент Пуассона материала пластины, б/р; d_f – толщина нанесенного слоя, м; R_n , R_d – радиус кривизны поверхности пластины после и до, м,

и [15] для моделей при осаждении покрытий с нагревом подложки (2):

$$\sigma_f = \frac{6E_s(\alpha_f - \alpha_s)d_s nT}{(1 - v_s)(3d_f - 4d_s)}, \text{ Па}, \quad (2)$$

где σ_f – величина механических напряжений, Па; E_s – модуль Юнга материала пластины, Па; α_f , α_s – температурный коэффициент расширения покрытия и пластины, 1/°C; d_s – толщина пластины, м; ΔT – температура осаждения, °C; v_s – коэффициент Пуассона материала пластины, м/м; d_f – толщина нанесенного слоя, м.

Thin-film coatings with low surface roughness (units and fractions of nanometres) are widely used in optics, photonics and nanoelectronics. In particular, the fields of laser instrumentation and gyroscopy and, in particular, for the production of transistors on flexible substrates. It was shown in [12, 13] that it is possible to form layers with roughness parameters S_q less than 2.5 Å and R_a less than 1.0 nm by vacuum deposition methods.

The aim of this work is to evaluate influence of thin film coating thickness, substrate shape and topology on the residual stress level.

RESIDUAL STRESS MEASUREMENT TECHNIQUE

Residual mechanical stresses are a multifactorial property of thin film coatings. To calculate residual stresses, the Stoney formulae [14] are often used for small film thicknesses without the influence of external process factors (1):

$$\sigma_f = \frac{E_s d_s^2}{6(1 - v_s)} \frac{1}{d_f} \left(\frac{1}{R_n} - \frac{1}{R_d} \right), \text{ Па}, \quad (1)$$

here σ_f – mechanical stress value, Pa; E_s – Young's modulus of the plate material, Pa; d_s – plate thickness, m; v_s – Poisson's ratio of the plate material; d_f – layer thickness, m; R_n , R_d – radius of curvature of the plate surface after and before, m, and [15] for models for coating deposition with substrate heating (2):

$$\sigma_f = \frac{6E_s(\alpha_f - \alpha_s)d_s nT}{(1 - v_s)(3d_f - 4d_s)}, \text{ Па}, \quad (2)$$

here σ_f – mechanical stress value, Pa; E_s – Young's modulus of the plate material, Pa; α_f , α_s – temperature coefficient of expansion of the coating and the plate, 1/°C; d_s – plate thickness, m; ΔT – deposition temperature, °C; v_s – Poisson's ratio of the plate material; d_f – layer thickness, m.

The analysis of the formulas shows possibility of obtaining empirical values of mechanical stresses by measuring the curvature radius of the plate, as well as obtaining data by means of analytical calculation on the thermal stresses influence.

There is a variety of factors for appearance of mechanical stresses in thin films, which depend on the film structures thickness [16], on the temperature regimes of formation [17], on the methods of formation (magnetron sputtering [18, 19], atomic layer deposition by ion assisted deposition [20]).



Анализ формул показывает возможность получения эмпирических значений механических напряжений при измерении радиуса кривизны пластины, а также получение данных с помощью аналитического расчета о влиянии термических напряжений.

Существует многообразие факторов появления механических напряжений в тонких пленках, которые зависят от толщины пленочных структур [16], от температурных режимов формирования [17], от методов формирования (магнетронное распыление [18, 19], атомно-слоевое осаждение с ионным асистированием [20]).

Основным недостатком наличия напряжений является состояние релаксации, в результате которого образуются дефекты структуры тонкой пленки. В качестве таких дефектов выделяют: растрескивание и сегментацию (напряжения растяжения), отслоение и коробление (как напряжения растяжения, так и сжатия), гофрирование (напряжения сжатия), а также деформационный рельеф (как напряжения растяжения, так и сжатия) [21].

Выделяют следующие причины образования остаточных напряжений в структурах: несоответствие решетки и моноэпитаксиальных слоев пленки (из-за релаксации структуры); поверхностное натяжение островковых зерен (появление сжимающих напряжений); коалесценция островков (появление растягивающих напряжений); диффузионная подвижность адатомов; появление и аннигилирование дефектов (из-за вакансий, дислокаций); фазовые превращения (из-за легирования, внедрения примесей) [22, 23].

На рис.1 показана особенность формирования напряжений в тонкой пленке на толстой кремниевой подложке. Поверхностные эффекты вносят сжимающие (отрицательные) механические напряжения на границе подложка/пленка $\sigma_{\text{гр}}$. Затем в объеме пленки формируются положительные механические напряжения $\sigma_{\text{объем}}$, причем общее напряжение в пленке $\sigma_{\text{пленки}}$ – это сумма $\sigma_{\text{гр}}$ и $\sigma_{\text{объем}}$. Так как система подложка/пленка находится в состоянии покоя, то $\sigma_{\text{пленки}} = -\sigma_{\text{пластины}}$.

ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Формирование тонкопленочных покрытий проводят на установке МВТУ-11-1МС (рис.2), расположенной на кафедре "Электронные технологии в машиностроении" МГТУ имени Н.Э.Баумана [24].

Цилиндрическая металлическая камера объемом 22 л с двухступенчатой системой откачки позволяет проводить очистку и подготовку подложек с последующим формированием функциональных слоев в едином вакуумном цикле, что обеспечивает бездефектное качество структур.

Магнетронная система с размером мишени 50,8 мм работает от источника питания

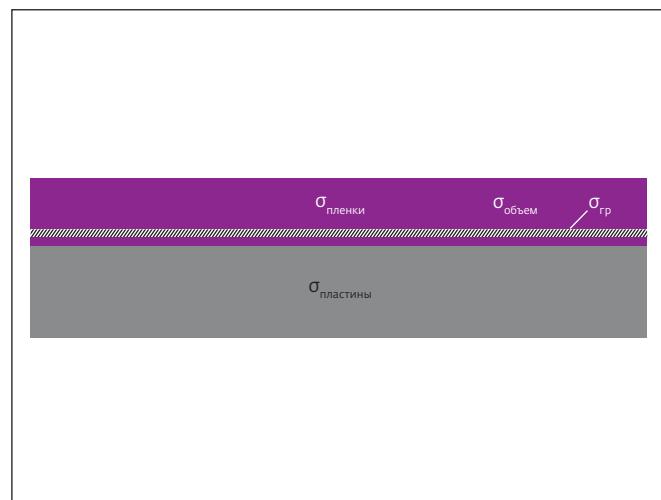


Рис.1. Схематичное представление механических напряжений в системе подложка/пленка

Fig.1. Schematic representation of mechanical stresses in the substrate/film system

The main disadvantage of presence of stresses is relaxation state, which results in formation of defects in the thin film structure. Such defects include: cracking and segmentation (tensile stresses), delamination and warping (both tensile and compressive stresses), corrugation (compressive stresses), and deformation relief (both tensile and compressive stresses) [21].

The following reasons for residual stresses formation in structures are identified: mismatch between the lattice and monoepitaxial film layers (due to relaxation of the structure); surface tension of island grains (appearance of compressive stresses); coalescence of islands (appearance of tensile stresses); diffusion mobility of adatoms; appearance and annihilation of defects (due to vacancies, dislocations); phase transformations (due to doping, introduction of impurities) [22, 23].

Figure 1 shows peculiarity of stress formation in a thin film on a thick silicon substrate. Surface effects introduce compressive (negative) mechanical stresses at the substrate/film boundary $\sigma_{\text{гр}}$. Positive mechanical stresses $\sigma_{\text{объем}}$ are then generated in the film volume, with the total stress in the film $\sigma_{\text{пленки}}$ being the sum of $\sigma_{\text{гр}}$ and $\sigma_{\text{объем}}$. Since the substrate/film system is at rest, $\sigma_{\text{пленки}} = -\sigma_{\text{пластины}}$.

PROCESS EQUIPMENT

Formation of thin film coatings is carried out on the MVTU-11-1MS unit (Fig.2) located at the Department of Electronic Technologies in Mechanical Engineering of Bauman Moscow State Technical University [24].



Рис.2. Технологическое оборудование

Fig.2. Technological equipment

с устройством автоматического согласования на режиме высокочастотной плазмы (13,56 МГц). Система ионно-лучевой обработки состоит из цилиндрического источника ионов с холодным катодом, диаметр пучка которого 23 мм, и источника питания, работающего в режиме стабилизации тока.

Установка обеспечивает требования современных лабораторий: безмасляный высокий вакуум, гибкая система управления, малое время холостых ходов и откачки.

АНАЛИТИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

В качестве измерительного оборудования используется оптический профилометр WYKO NT9300 (рис.3), предназначенный для бесконтактного измерения параметров шероховатости поверхности, линейной топографии вдоль осей x, y и z на диаметре подложки до 200 мм с относительной погрешностью $\pm 2\%$ с перепадами высоты до 10 мм и трехмерной визуализации поверхности твердотельных объектов с коэффициентом отражения более 1% оптическим методом, основанным на интерференции световых пучков, отраженных от зеркала и от исследуемого образца. Предельное вертикальное разрешение профилометра составляет 0,1 нм.

Исследования проводились в режиме VSI (Vertical Scanning Interferometry) в белом свете.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Технологический маршрут работы технологического и аналитического оборудования показан на рис.4.

Технологический цикл создания структуры начинается с предварительной жидкостной очистки подложки в ультразвуковой ванне. Пьезоэлементы, обеспечивающие возбуждение ультразвуковой волны,

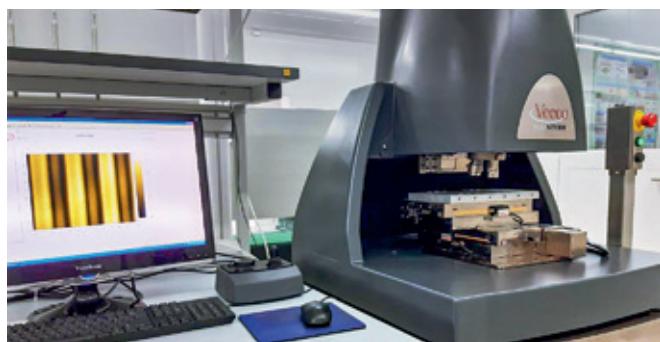


Рис.3. Аналитическое оборудование

Fig.3. Analytical equipment

и оптическая система позволяют проводить измерения на диаметре до 200 мм с точностью $\pm 2\%$.

The magnetron system with a target size of 50.8 mm operates from a power supply with an automatic matching device in the high-frequency plasma mode (13.56 MHz). The ion-beam processing system consists of a cylindrical ion source with a cold cathode, with a beam diameter of 23 mm, and a power supply operating in current stabilisation mode.

The machine fulfils the requirements of modern laboratories: oil-free high vacuum, flexible control system, short idle and pumping times.

ANALYTICAL EQUIPMENT

As measuring equipment we use optical profilometer WYKO NT9300 (Fig.3), designed for non-contact measurement of surface roughness parameters, linear topography along x, y and z axes on the substrate diameter up to 200 mm with a relative error of $\pm 2\%$ with height differences up to 10 mm and three-dimensional visualisation of solid objects surface with reflection coefficient more than 1% by optical method based on interference of light beams reflected from the mirror and from the sample under study. The ultimate vertical resolution of the profilometer is 0.1 nm.

The studies were carried out in VSI (Vertical Scanning Interferometry) mode in white light.

EXPERIMENTAL PROCEDURE

The technological route of technological and analytical equipment operation is shown in Fig.4.

The technological cycle of the structure forming starts with preliminary liquid cleaning of the substrate in an ultrasonic bath. Piezoelements that provide excitation of the ultrasonic wave operate at a frequency of 120 kHz. The bath is also equipped with the possibility of heating the cleaning solution,

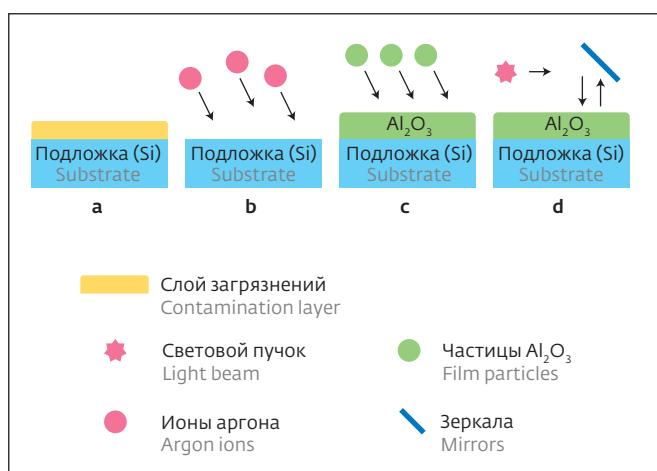


Рис.4. Технологический маршрут измерения механических напряжений структуры: а – исходная подложка перед технологическим циклом; б – финишная очистка ионным пучком; в – осаждения покрытия оксида алюминия; д – измерения структуры оптическим профилометром

Fig.4. Technological route for measuring mechanical stresses of the structure: a – initial substrate before the technological cycle; b – final cleaning with an ion beam; c – deposition of an aluminum oxide coating; d – measurements of the structure with an optical profilometer

работают на частоте 120 кГц. Также ванна оборудована возможностью нагрева раствора очистки, контроля и поддержания заданных параметров. Предварительное химическое обезжиривание происходит в аммиачном растворе $H_2O_2:NH_4OH:H_2O$ (2:1:10) воздействием кавитации ультразвуковой ванны при температуре 40 °C в течение 4 мин. Для обезвоживания поверхности подложки происходит очистка в изопропиловом спирте особой чистоты 99.8% в течение 2 мин.

Финишная очистка и подготовка подложек к осаждению структур происходит в вакуумной камере, откачиваемой до давления $9.0 \cdot 10^{-3}$ Па. Затем подложка обрабатывается высокогенеретическим пучком ионов рабочего газа (аргона) при ускоряющем напряжении до 3000 В и токе разряда 30 мА при давлении вакуума $1.1 \cdot 10^{-1}$ Па.

Методом магнетронного распыления при частоте напряжения 13,56 МГц и мощности тлеющего разряда 60 Вт формируется покрытие из цельно-композитной мишени Al₂O₃. Толщина пленки Al₂O₃ оценивается и контролируется по поперечному сколу образца-свидетеля на сканирующем электронном микроскопе.

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве метода исследования и оценки величины механических напряжений используется

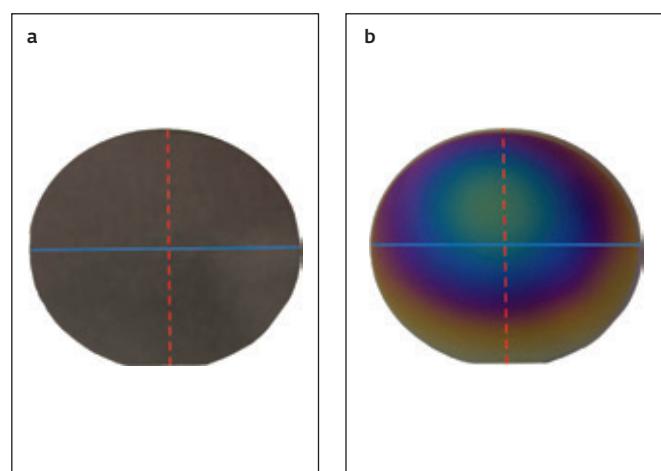


Рис.5. Кремниевая подложка без покрытия (а) и со слоем Al₂O₃ (б). Линиями показаны направления измерений параллельно (сплошная) и перпендикулярно (штрихпунктирная) базовому срезу

Fig.5. Uncoated silicon substrate (a) and with an Al₂O₃ layer (b). The lines show the measurement directions parallel (solid) and perpendicular (dashed) to the base section

controlling and maintaining the set parameters. Preliminary chemical degreasing is carried out in ammonia solution $H_2O_2:NH_4OH:H_2O$ (2:1:10) by cavitation of the ultrasonic bath at 40 °C for 4 minutes. To dehydrate the substrate surface, it was cleaned in isopropyl alcohol of 99.8% purity for 2 minutes.

Final cleaning and preparation of substrates for deposition of structures takes place in a vacuum chamber pumped to a pressure of $9.0 \cdot 10^{-3}$ Pa. Then the substrate is treated with a high-energy ion beam of the working gas (argon) at an accelerating voltage of up to 3000 V and a discharge current of 30 mA at a vacuum pressure of $1.1 \cdot 10^{-1}$ Pa.

A coating of all-composite Al₂O₃ target is formed by magnetron sputtering method at a voltage frequency of 13.56 MHz and 60 W glow discharge power. The thickness of the Al₂O₃ film is evaluated and controlled by cross-sectional chipping of the witness sample on a scanning electron microscope.

RESEARCH METHODOLOGY

The algorithm [25], which is based on Stoney's formula (1), is used as a method to study and estimate the magnitude of mechanical stresses by calculating the curvature radius of the substrate before and after coating formation.

The 76 mm diameter monocrystalline silicon substrate is measured with an optical profilometer midway along the base slice of the substrate and across before (Fig.5a) and after deposition of the Al₂O₃ coating (Fig.5b).

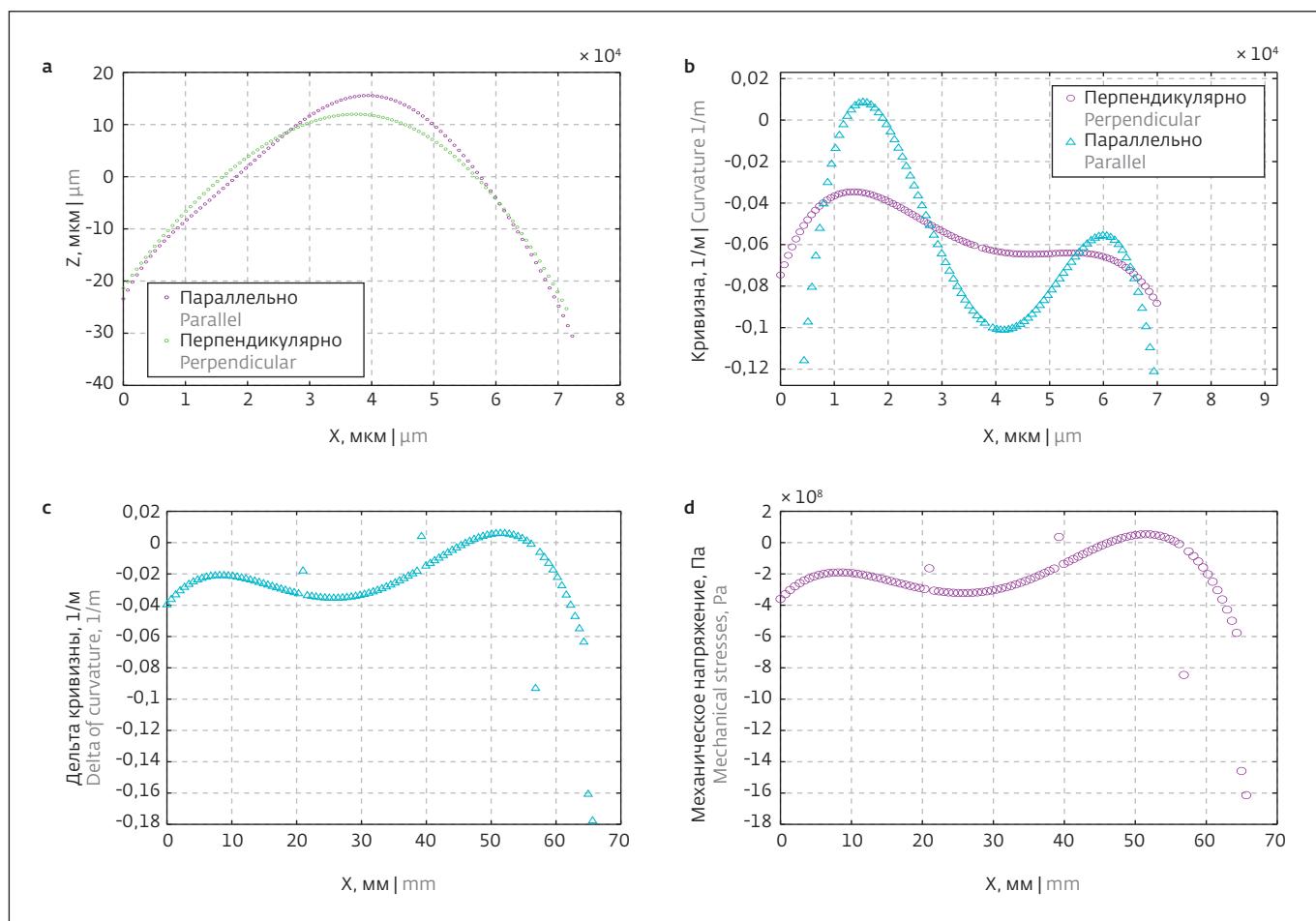


Рис.6. Результат расчета значений механических напряжений: а – рельеф подложки; б – кривизна подложки; в – привнесенная кривизна подложки после осаждения пленки; г – распределение напряжений

Fig.6. The result of calculating the values of mechanical stresses: a – relief of the substrate; b – curvature of the substrate; c – introduced curvature of the substrate after film deposition; d – stress distribution

алгоритм [25], в основу которого взята формула Стони (1) – расчет радиуса кривизны подложки до и после формирования покрытия.

Оптическим профилометром измеряется подложка монокристаллического кремния диаметром 76 мм посередине вдоль базового среза подложки и поперек до (рис.5а) и после осаждения покрытия Al_2O_3 (рис.5б).

В ходе измерений формируется картина рельефа подложки из множества точек (рис.6а), которая пересчитывается в кривизну подложки (рис.6б). Аналогичные измерения происходят после вакуумного осаждения пленки. Для адекватности расчета учитывается привнесенная кривизна подложки (рис.6в), пересчитываемая в средние значения по двум направлениям измерений распределения напряжения по подложке (рис.6г).

The measurements generate a pattern of substrate topography from multiple points (Fig.6a), which is converted to substrate curvature (Fig.6b). Similar measurements take place after vacuum deposition of the film. For the adequacy of the calculation, the introduced substrate curvature (Fig.6c) is taken into account, which is recalculated into the average values along the two measurement directions of the stress distribution across the substrate (Fig.6d).

The uniqueness of this calculation method lies in calculation of mechanical stresses in the local region of the plate.

These studies qualitatively evaluate the shape of the substrates used. It is revealed that polished and prepared substrates have convex and concave shapes, which should also be taken into account in the development of technology for thin film coatings deposition.



Уникальность данного метода расчета заключается в расчете механических напряжений в локальной области пластины.

Данные исследования качественно оценивают форму используемых подложек. Выявлено, что полированные и подготовленные подложки имеют выпуклую и вогнутую формы, что также необходимо учитывать при разработке технологии по осаждению тонкопленочных покрытий.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В результате цикла экспериментального исследования формируется зависимость механического напряжения в пленке от толщины слоя Al_2O_3 (рис.7).

Для экспериментального исследования использовались монокристаллические подложки кремния (рис.7, a-d) толщиной $370 \pm 10 \text{ мкм}$. Анализ профилограмм позволил разделить подложки на группы по форме: выпуклую и вогнутую. Заметно, что с увеличением толщины пленки степень влияния исходной формы поверхности кремниевой подложки уменьшается.

Отрицательные значения величин напряжений свидетельствуют о напряжениях сжатия. Данные коррелируются с работами [26, 27], в которых показаны результаты измерения механических напряжений при формировании диэлектрических структур.

Анализ результатов измерений показывает, что поверхностные эффекты вносят сжимающие (отрицательные) механические напряжения на границе "подложка – пленка". Затем в объеме пленки формируются положительные механические напряжения. Данный характер зависимости совпадает с тенденциями, полученными в других работах для тонкопленочного алюминия и молибдена [8].

В результате анализа тонкопленочной структуры с применением предварительной ионной очистки было выявлено, что шероховатость (рис.8) кремния уменьшается с $12,6 \pm 0,1$ до $9,5 \pm 0,1 \text{ нм}$, а шероховатость структуры $\text{Si}-\text{Al}_2\text{O}_3$ уменьшается с $17,8 \pm 0,2$ до $13,9 \pm 0,2 \text{ нм}$.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Оценка механических напряжений позволяет выявить некоторые ключевые особенности, закономерности и сформировать рекомендации по технологии вакуумного осаждения тонкопленочного покрытия Al_2O_3 . В результате работы апробирован метод минимизации шероховатости поверхности за счет предварительной обработки поверхности высокоенергетическим ионным пучком. Представлено распределение механических напряжений в тонкой пленке оксида алюминия по кремниевой пластине. При исследовании поверхности на оптическом профилометре было выявлено, что у структуры с ионной очисткой

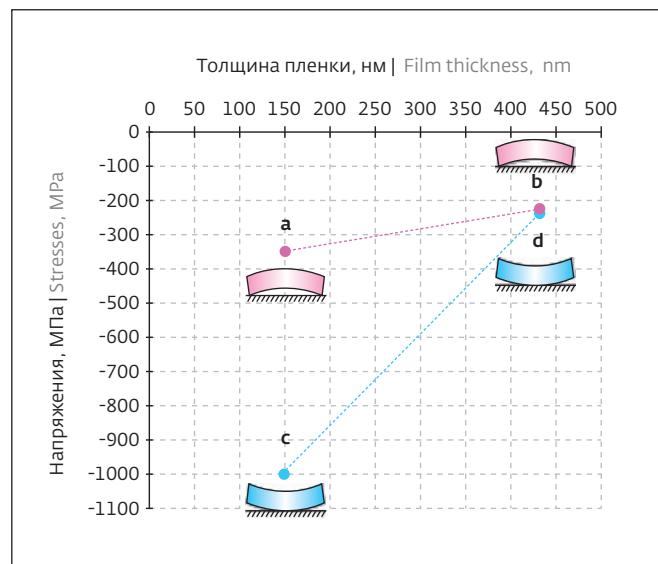


Рис.7. Зависимость механических напряжений от толщины пленки Al_2O_3 на кремниевых подложках выпуклой (a, b) и вогнутой (c, d) формы

Fig.7. Dependence of mechanical stresses on the thickness of the Al_2O_3 film on Si substrates of convex (a, b) and concave (c, d) shapes

RESULTS AND DISCUSSION

As a result of experimental study cycle, the dependence of the mechanical stress in the film on the Al_2O_3 layer thickness is formed (Fig.7).

Single-crystalline silicon substrates (Fig.7a-d) with thickness of $370 \pm 10 \text{ \mu m}$ were used for experimental study. The analysis of the profilograms allowed us to divide the substrates into groups according to their shape: convex and concave. It is noticeable that with increasing film thickness, the degree of influence of the initial shape of the silicon substrate surface decreases.

Negative values of stress values indicate compressive stresses. The data correlate with [26, 27], which show the results of measuring mechanical stresses during dielectric structures formation.

Analysis of the measurement results shows that surface effects introduce compressive (negative) mechanical stresses at the substrate/film boundary. Then positive mechanical stresses are formed in the film volume. This character of dependence coincides with the trends obtained in other works for thin film aluminium and molybdenum [8].

The analyses of the thin film structure using preliminary ion cleaning revealed that the roughness (Fig.8) of silicon decreases from 12.6 ± 0.1 to $9.5 \pm 0.1 \text{ nm}$ and roughness of $\text{Si}-\text{Al}_2\text{O}_3$ structure decreases from 17.8 ± 0.2 to $13.9 \pm 0.2 \text{ nm}$.

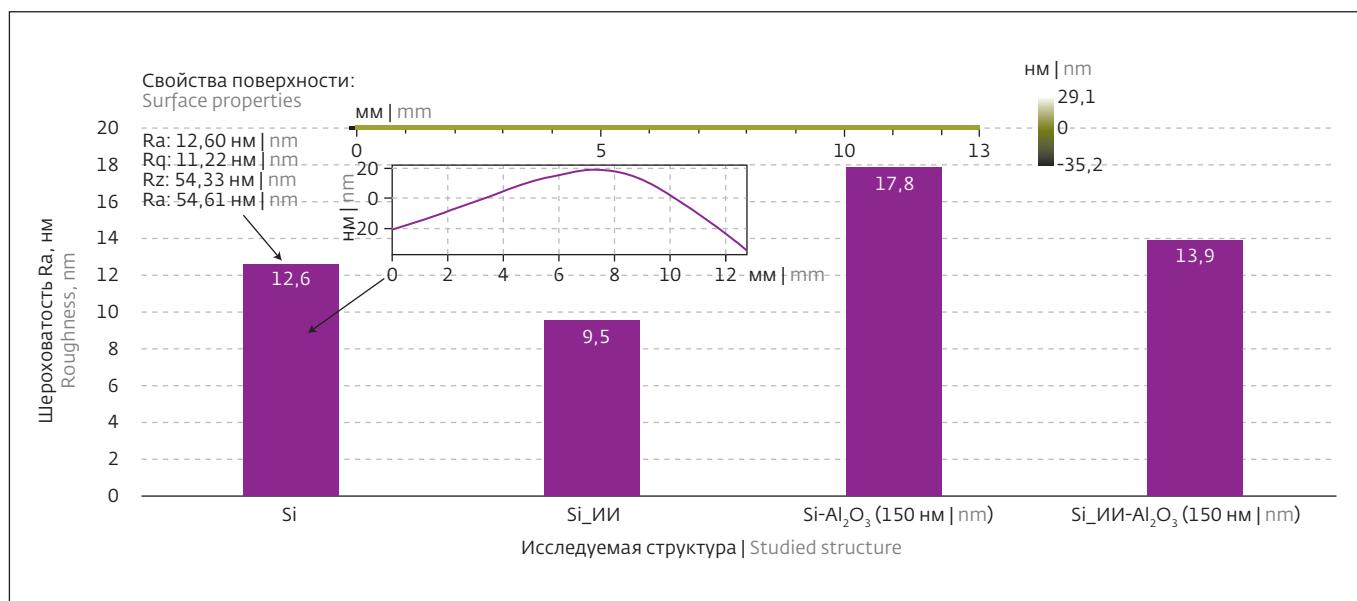


Рис.8. Шероховатость структур Si, Si-Al₂O₃ без ионной очистки и с ионной очисткой
Fig.8. Roughness of Si, Si-Al₂O₃ structures without ion purification and with ion purification

значение шероховатости уменьшается. С увеличением толщины пленки степень влияния исходной формы поверхности подложки кремния снижается.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при финансовой поддержке Российской Федерации в лице Министерства науки и высшего образования (соглашение № 075-15-2021-1350 от 5 октября 2021 года, внутренний номер 15.СИН.21.0004).

ИНФОРМАЦИЯ О РЕЦЕНЗИРОВАНИИ

Редакция благодарит анонимного рецензента (рецензентов) за их вклад в рецензирование этой работы, а также за размещение статей на сайте журнала и передачу их в электронном виде в НЭБ eLIBRARY.RU.

Декларация о конфликте интересов. Авторы заявляют об отсутствии конфликтов интересов или личных отношений, которые могли бы повлиять на работу, представленную в данной статье.

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

- Комаровская В.М., Иващенко С.А. Оптимизация режимов ионной обработки поверхности неметаллических материалов // Упрочняющие технологии и покрытия. 2013. № 3. С. 23–27.
- Сахно Э.А. и др. Применение технологий тонких пленок и наноструктурированных материалов при изготовлении теплонагруженных печатных плат // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. 2011. № 3. С. 20–22.

CONCLUSIONS

Evaluation of mechanical stresses allows to reveal some key features, regularities and to form recommendations on the technology of vacuum deposition of Al₂O₃ thin film coating. As a result of the work, the method of surface roughness minimisation by means of surface pretreatment with a high-energy ion beam has been tested.

Distribution of mechanical stresses in a thin film of aluminium oxide over a silicon wafer is presented. By examining the optical profilometer surface, it was found that the roughness value decreases for the ion-cleaned structure. As the film thickness increases, the degree of influence of the initial surface shape of the silicon wafer decreases.

ACKNOWLEDGEMENTS

The work was financially supported by the Russian Federation represented by the Ministry of Science and Higher Education (agreement No. 075-15-2021-1350 dated 5 October 2021, internal number 15.SIN.21.0004).

PEER REVIEW INFO

Editorial board thanks the anonymous reviewer(s) for their contribution to the peer review of this work. It is also grateful for their consent to publish papers on the journal's website and SEL eLibrary eLIBRARY.RU.

Declaration of Competing Interest. The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.



3. Groner M.D. et al. Electrical characterization of thin Al₂O₃ films grown by atomic layer deposition on silicon and various metal substrates // Thin solid films. 2002. Vol. 413. No. 1-2. PP. 186-197.
4. Семенов Э.И. и др. Контроль параметров тонких пленок, защитных покрытий и технологического процесса их нанесения в вакууме // Упрочняющие технологии и покрытия. 2006. № 6. С. 46-56.
5. Li H. et al. Silicon waveguide integrated with germanium photodetector for a photonic-integrated FBG interrogator // Nanomaterials. 2020. Vol. 10. No. 9. P. 1683.
6. Бессмертный В.С. и др. Получение защитно-декоративных покрытий на изделиях на основе древесины методом плазменного напыления // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. 2011. № 12. С. 101-101.
7. Тавгер Б.А., Демиховский В.Я. Квантовые размерные эффекты в полупроводниковых и полуметаллических пленках // Успехи физических наук. 1968. Т. 96. № 9. С. 61-86.
8. Дюжев Н.А., Гусев Е.Э., Кушнарев И.В., Махибограда М.А., Доброхотов Д.А., Беспалов В.А. Особенности влияния ориентации и размера зерен на механические свойства тонкопленочных мембран Al/Mo // Письма в ЖТФ. 2024. Т. 50. Вып. 9. С. 10-15.
9. Lychev S. et al. Deformations of Single-Crystal Silicon Circular Plate: Theory and Experiment // Symmetry. 2024. Vol. 16. No. 2. P. 137.
10. Hah D. et al. Mechanically tunable optical filters with a microring resonator // Applied Optics. 2011. Vol. 50. No. 22. PP. 4320-4327.
11. Азаров В.В., Оглоблин М.С., Фокин В.В. и др. Атомно-слоевое осаждение метод модификации оптических поверхностей / // Контенан. 2020. Т. 19. № 6-2. С. 1-8.
12. Han C.Y., Tang W.M., Lai P.T. High-mobility pentacene organic thin-film transistors achieved by reducing remote phonon scattering and surface-roughness scattering // Applied Surface Science. 2021. Vol. 544. P. 148656.
13. Костырко С.А. и др. Влияние поверхностной диффузии на морфологическую устойчивость поверхности многослойного пленочного покрытия // Процессы управления и устойчивость. 2015. Т. 2. № 1. С. 190-195.
14. Stoney G.S. Proc. Royal Soc. Ser. A. 1990. Vol. 82. NA553. PP. 172-175.
15. Касимов Ф.Д. и др. Расчет упругих механических напряжений в неоднородных полупроводниковых структурах // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. 2002. № 2. С. 13-14.
16. Достанко А.П. и др. Интегрированные технологии функциональных микро- иnanoструктур : монография / Под ред. акад. НАН Беларуси А.П. Достанко. Минск: Бестпринт, 2013. 216 с.
17. Hyun S. et al. Thickness and temperature dependence of stress relaxation in nanoscale aluminum films // Applied Physics Letters. 2003. Vol. 83. No. 21. PP. 4411-4413.
18. Thornton J.A. Ann. Rev. Mater. Sci. 1997. Vol. 7. P. 239.
19. Adams D.P., Parfitt L.J., Biello J.C., Yalisove S.M., Rek. Z.U. Thin Solid Films, Vol. 266. No. 52 (1995). [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(95\)00603-6](https://doi.org/10.1016/0040-6090(95)00603-6)
20. Fu J.K., Atanassov G., Dai Y.S. et al. Single films and heat mirrors produced by plasma ion assisted deposition // Journal of Non-Crystalline Solids. 1997. Vol. 218. PP. 403-410.
21. Шугуров А.Р. Влияние кривизны границы раздела пленка/подложка на закономерности деформации и разрушения тонких металлических пленок и керамических покрытий при внешних воздействиях: Автореф. дис. ... к.т.н. Ин-т физики прочности и материаловедения СО РАН, 2016.
22. Горбунов Р. и др. Влияние параметров роста на механические напряжения в пленках GaN, выращенных методом HVPE. 2010. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.29901.49129>
23. Nix W.D. et al. Crystallite coalescence: A mechanism for intrinsic tensile stresses in thin films // Journal of materials research. 1999. Vol. 14. No. 8. PP. 3467-3473.
24. Kouptsov A.D. Vasilev D.D., Sidorova S.V., Moiseev K.M., Kouptsov A.D. et al. Design of a liquid-phase magnetron sputtering small-sized source for the vacuum coating system MVTU-11-1MS. Journal of Physics: Conference Series : 27, Saint Petersburg, Saint Petersburg, Virtual, 2021. P. 012016. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1799/1/012016>
25. Дюжев Н.А. и др. Методика измерения механических напряжений в тонких пленках на пластине с помощью оптического профилометра // Известия высших учебных заведений. Электроника. 2016. Т. 21. № 4. С. 367-372.
26. Новак А.В. и др. Зависимость механических напряжений в пленках нитрида кремния от режимов плазмохимического осаждения // Известия высших учебных заведений. Электроника. 2017. Т. 22. № 2. С. 138-146.
27. Рубцевич И.И. и др. Исследование свойств пленок нитрида и оксида кремния, полученных методом плазмохимического осаждения на кремниевую подложку // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. 2011. № 4. С. 29-32.