



<https://doi.org/10.22184/1993-8578.2025.18.12s.161.165>

МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПЛЕНОК MoSi_2 , СФОРМИРОВАННЫХ МАГНЕТРОННЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ, ДЛЯ СОЗДАНИЯ ТЕРМОСТАБИЛЬНЫХ МЭМС ИК-ИЗЛУЧАТЕЛЕЙ

Д.В.Горелов¹, ст. науч. сотр., ORCID: 0000-0002-0887-9406 / d.gorelov@tcen.ru

А.И.Новосельцев², инж., ORCID: 0009-0002-8009-0167

М.Чешков¹, мл. науч. сотр., ORCID: 0000-0003-3648-8717

А.М.Лавренова², лаб., ORCID: 0009-0006-4031-5519

А.И.Савицкий¹, к.т.н., нач. лаб., ORCID: 0000-0002-8137-4340

Аннотация. Тонкие пленки MoSi_2 , полученные магнетронным осаждением, являются подходящим излучающим покрытием с высокой температурной стабильностью для применения в МЭМС ИК-излучателях. Проведены исследования по оценке механических напряжений, а также адгезионных свойств структур из MoSi_2 на $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$. Для формируемых слоев характерны сильные сжимающие напряжения (более -500 МПа) и высокая адгезионная прочность (свыше 17 МПа). Полученные структуры демонстрируют устойчивость к термоциклированию при 500 °С. Предложены технологические пути, направленные на дальнейшее снижение механических напряжений и интеграцию покрытия в МЭМС-технологию.

Ключевые слова: механические напряжения, излучающие покрытия, силицид молибдена, магнетронное распыление, МЭМС-технология, адгезия пленок, ИК-излучатель

MECHANICAL CHARACTERISTICS OF MAGNETRON-SPUTTERED MoSi_2 FILMS FOR THERMAL-STABLE MEMS INFRARED EMITTERS

D.V.Gorelov¹, Senior Researcher, ORCID: 0000-0002-0887-9406 / d.gorelov@tcen.ru

A.I.Novoseltsev², Engineer, ORCID: 0009-0002-8009-0167

M.Cheshkov¹, Junior Research, ORCID: 0000-0003-3648-8717

A.M.Lavrenova², Chemical Analysis Assistant, ORCID: 0009-0006-4031-5519

A.I.Savitskiy¹, Cand. of Sci. (Tech), Head of laboratory, ORCID: 0000-0002-8137-4340

Abstract. Thin MoSi_2 films deposited by magnetron sputtering are a suitable emitting coating with high thermal stability for application in MEMS IR emitters. Studies were conducted to evaluate the mechanical stress and adhesion properties of MoSi_2 structures on $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$ substrate. The formed layers are characterized by high compressive stresses (exceeding -500 MPa) and high adhesive strength (above 17 MPa). The obtained structures demonstrate stability under thermal cycling at 500 °C. Technological pathways for further reduction of mechanical stresses and integration of the coating into MEMS technology are proposed.

Keywords: mechanical stress, emissive coatings, molybdenum silicide, magnetron sputtering, MEMS technology, film adhesion, IR emitter

¹ НПК "Технологический центр", Москва, Россия / Scientific-Manufacturing Complex "Technological Centre", Moscow, Russia

² Национальный исследовательский университет "МИЭТ", Москва, Россия / National Research University of Electronic Technology (MIET), Moscow, Russia



ВВЕДЕНИЕ

Современные МЭМС ИК-излучатели находят все более широкое применение в таких областях, как газоанализ, неразрушающий контроль, медицинская диагностика и др. [1, 2]. МЭМС ИК-излучатель работает по принципу нагрева тонкопленочного резистивного элемента до высоких температур (500–800 °С), который располагается на подвешенной мембране. Диэлектрическая мембрана является одним из ключевых элементов конструкции МЭМС ИК-излучателя. Она обеспечивает механическую опору для формируемых функциональных слоев, а также осуществляет тепловую и электрическую изоляцию активной области ИК-излучателя от Si-подложки (рамки). На рис.1 представлен эскиз поперечного сечения МЭМС ИК-излучателя с резистивным слоем. Благодаря применению в качестве слоев мембраны комбинации оксида кремния (SiO_2) и нитрида кремния (Si_3N_4) достигается ее низкая теплопроводность. Такая конструкция обеспечивает малую массу и тепловую емкость мембраны, что позволяет ей быстро нагреваться и остывать, обеспечивая модуляцию ИК-излучения.

Применяемые при создании МЭМС ИК-излучателя материалы обладают разными механическими свойствами. Критически важным фактором, влияющим на механическую надежность и эксплуатационные характеристики ИК-излучателя, являются внутренние (собственные) напряжения структуры. Помимо напряжений в самой диэлектрической мембране, критическое влияние на надежность оказывают механические характеристики формируемого на ней резистивного слоя. Сильные напряжения могут вызывать деформацию мембраны, приводящую к изменению объема воздушной полости под ней, и как следствие, ухудшению эффективности тепловой изоляции. Деформированная мембрана искажает диаграмму направленности ИК-излучения. Помимо этого, сильное коробление мембраны способствует нарушению адгезии функциональных слоев и приводит к ее полному разрушению при термических циклах.

В этой связи одним из ключевых требований к материалам для МЭМС ИК-излучателей, наряду с термостабильностью, является их механическая надежность в условиях многократного термоциклирования [3].

Дисилицид молибдена (MoSi_2) обладает комплексом свойств, делающих его перспективным кандидатом на роль излучающего покрытия инфракрасного диапазона. Для MoSi_2 характерны высокая излучательная способность, температура плавления [4], термостабильность и др. [5]. Однако интеграция MoSi_2 в МЭМС-структуры сопряжена с рядом

вызовов, в том числе связанных с управлением механическими характеристиками слоев.

Использование в качестве метода осаждения MoSi_2 магнетронного распыления позволяет ожидать высокой адгезии за счет образования смешанного слоя на границе раздела, что обусловлено высокой энергией распыляемых частиц. Однако данный подход может привести к возникновению значительных собственных напряжений в структуре. Таким образом, исследование механо-технологических характеристик пленок MoSi_2 – адгезии и внутренних напряжений, а также их термической стабильности – представляет собой актуальную задачу, решение которой направлено на повышение долговечности и надежности МЭМС ИК-излучателей.

МЕТОДИКА

Для исследования механических напряжений излучающих покрытий на основе MoSi_2 были сформированы структуры, повторяющие часть конструкции МЭМС-излучателя. В качестве пластин использовались подложки монокристаллического кремния марки КЭФ-4,5 (100) с односторонней полировкой. Диаметр и толщина Si-подложек составляли 100 мм и 460 ± 15 мкм соответственно. Перед напылением MoSi_2 на обеих сторонах Si-подложек формировались термический окисел (SiO_2) толщиной 0,5 мкм путем окисления в диффузионной печи при температуре 1000 °С и осажденный методом LPCVD из газовой смеси дихлорсилана и аммиака высокотемпературный нитрид кремния (Si_3N_4) толщиной 0,2 мкм. Выбранные толщины диэлектрических слоев соответствуют слоям, формируемым на МЭМС мембране, необходимой для температурной изоляции активной области нагрева от Si рамки.

Пленки MoSi_2 формировались методом магнетронного распыления мишени в вакууме. Осаждение производилось на установке Изовак ЭЛАТО-600 при остаточном давлении газа не хуже 5×10^{-4} Па. Поверхность подложек подвергалась предварительной бомбардировке ионами аргона с помощью ионного источника (ионный ток 50 мА, время обработки – 120 секунд). Распыление мишени MoSi_2 (диаметр мишени – 96 мм) производилось в газовой среде аргона при давлении 0,4 Па (расход газа составлял 45 см³/мин) с помощью ВЧ источника питания, работающего в режиме стабилизации мощности с возможностью измерения текущих значений напряжения и силы тока. Мощность распыления мишени составляла 200 Вт. Толщины пленок в рамках данного исследования составляли 130 нм. Скорость осаждения материала составила 0,09 нм/с. Толщина формируемых покрытий

контролировалась в процессе напыления с помощью кварцевого резонатора.

Измерения механических напряжений и коробления Si-подложек осуществлялись с помощью неразрушающего метода посредством оптического профилометра MicroProf 100 по рабочей стороне подложки путем анализа изгиба подложки. Данный способ позволяет измерять прогиб подложек с точностью ± 5 мкм. Определение отклонения от плоскостности происходит по интерференционной картине, сформированной светом, отраженным от поверхности исследуемой пластины. Измерения проводятся при движении оптической плоскости относительно исследуемой поверхности, чтобы отличить выпуклость от вогнутости, а также измерить величину наибольшего отклонения от плоскостности. Для каждой пластины осуществлялось по 8 сканирований в пределах рабочего поля ($\varnothing 80$ мм) со смещением плоскости сканирования на угол 25° относительно предыдущего измерения. По итогу измерений для каждого сканирования определяются профили механических напряжений и прогиба пластины.

После контроля механических напряжений подложки разделялись на кристаллы. Исследование адгезионной прочности пленок MoSi_2 к материалам мембраны проводили на образцах с габаритными размерами (Д \times Ш) 10×15 мм методом прямого отрыва с использованием электронного динамометра Мегеон 03020. Для этого к поверхности слоя MoSi_2 с помощью цианоакрилатного клея COSMO CA-500.200 приклеивался диск с предварительно припаянной к нему измерительной консолью из никелевой проволоки 0,5 мм. Затем подготовленный образец помещался в специальную измерительную ячейку и закреплялся при помощи прижимной планки. Консоль крепилась к электронному динамометру, который постепенно увеличивал нагрузку до момента отрыва консоли от образца и автоматически фиксировал значение силы отрыва. Для расчета удельного значения адгезионной прочности бралось отношение силы отрыва к площади приклеиваемого диска.

Исследования температурной стабильности осуществлялись на образцах с габаритными размерами (Д \times Ш) 3×15 мм. Для измерения температуры нагрева в режиме реального времени использовался измерительный стенд с ИК-камерой Optiris PI 640 со спектральным диапазоном от 8 до 14 мкм и температурным разрешением 40 мК.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Для получения представления о деформациях и механических напряжениях в пленках MoSi_2 , измерения прогиба и внутренних напряжений

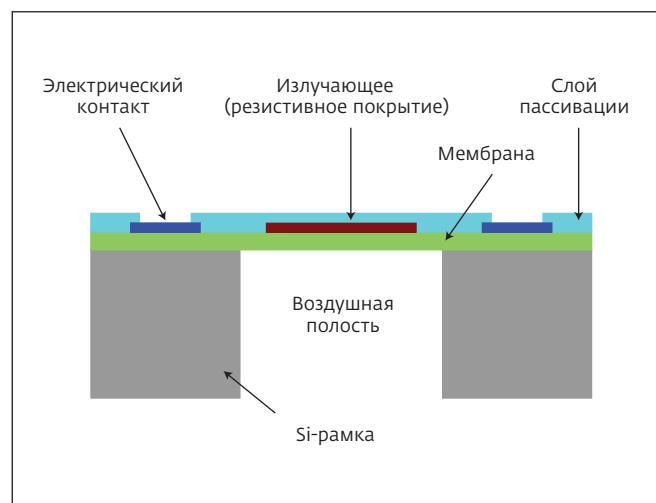


Рис.1. Эскиз поперечного сечения МЭМС ИК-излучателя

на подложках были выполнены для трех разных стадий формирования структуры: а – исходной Si-подложки; б – после формирования пары слоев $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$; с – после осаждения слоя MoSi_2 . Полученные значения приведены в табл.2. На рис.2а, б, с приведены характерные профили прогиба поверхности пластин для трех этапов соответственно, которые имеют аналогичный вид для остальных линий сканирования.

Из рис.2а хорошо видно, что профиль подложки имеет вогнутую форму, что может свидетельствовать о наличии предварительных растягивающих напряжений в исходной пластине. Из рис.2б следует, что прогиб подложки для второго этапа практически не отличается от прогиба исходной Si пластины (см. рис.2а), поскольку сформированная комбинация $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$ с обеих сторон компенсирует внутренние напряжения. Среднее значение прогиба на этом этапе составило 6,2 мкм. После формирования на рабочей стороне слоя MoSi_2 профиль пластины сильно изменился, приобретая форму "волны" (см. рис.2с), а для некоторых участков поверхности даже изменился знак кривизны с отрицательного на положительный. При этом значение прогиба (между выгнутой и вогнутой частями) уменьшилось до 1,6 мкм. Такие изменения свидетельствуют о возникновении в пленке сильных сжимающих напряжений.

На рис.3а, б показаны характерные профили механических напряжений пластин после формирования комбинации слоев $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$ и осаждения MoSi_2 соответственно.

Максимальное значение механических напряжений после осаждения на рабочую сторону слоя MoSi_2 составило -584,048 МПа (рис.3б). Данное

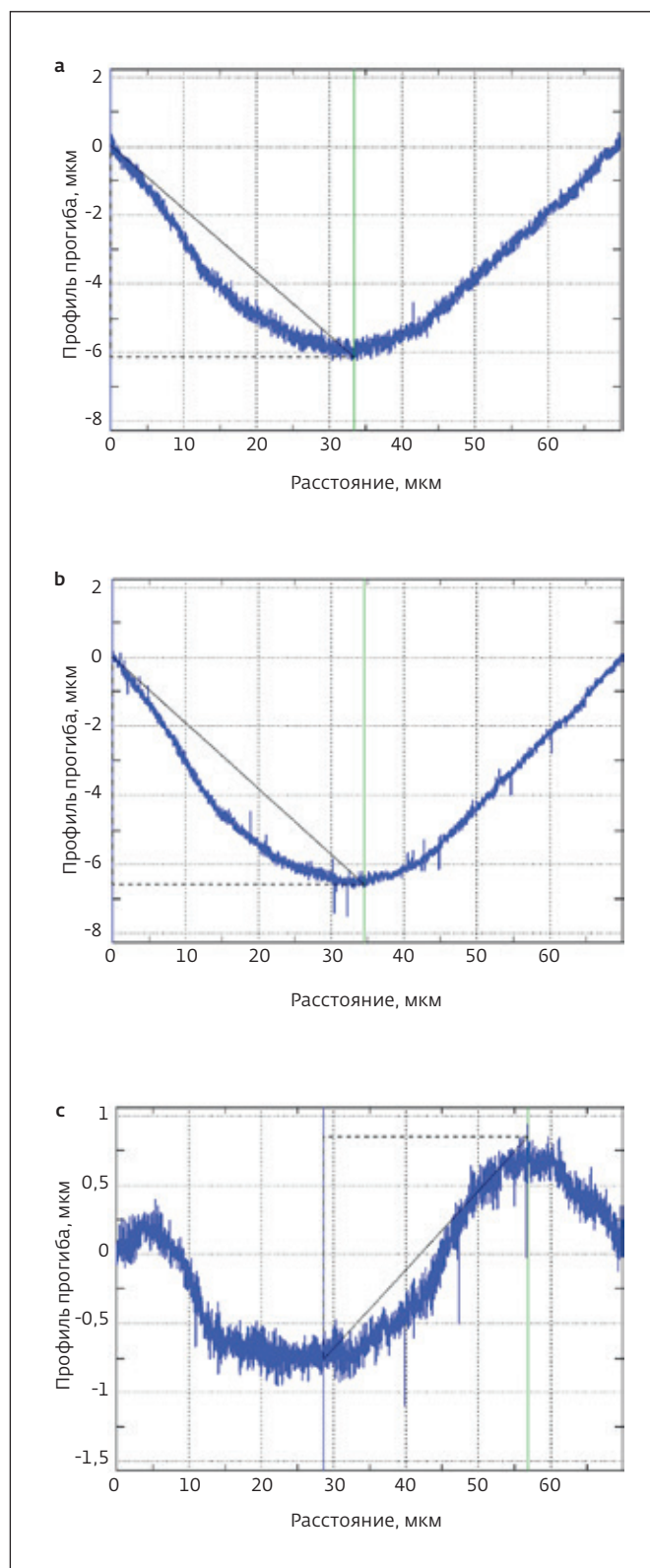


Рис. 2. Измеренные профили прогиба структуры на различных стадиях формирования: а – исходная Si-подложка; б – подложка со слоями $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$ (0,5 мкм/0,2 мкм) по обеим сторонам; с – после осаждения MoSi_2 (0,13 мкм) с рабочей стороны

Таблица 2. Значения прогиба и механических напряжений структуры на разных этапах формирования

	Исходная Si-подложка	После формирования $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$	После осаждения MoSi_2
Средняя величина толщин структуры, мкм	474	474,9	475,03
Средняя величина прогиба, мкм	6,1	6,2	1,6
Средняя величина механических напряжений, МПа	–	11,4	-584,0

значение является высоким и нежелательным для МЭМС-изделий, т.к. такие сжимающие напряжения могут привести к потере механической устойчивости структуры.

Известно, что внутренние напряжения снижают адгезионную прочность материала [6]. Это связано с тем, что запасенная упругая энергия напряжений высвобождается при расслоении и вычитается из работы, необходимой для разрушения адгезионной связи. Однако, несмотря на полученные высокие значения сжимающих напряжений, отслоения осажденной пленки MoSi_2 с подложки не наблюдалось. Более того, измерения адгезионной прочности показали, что сила отрыва слоя MoSi_2 с поверхности Si_3N_4 превышает 17 МПа, т.к. для всех образцов происходило отрывание клея от слоя MoSi_2 , а не отрыв диоксида кремния от нитрида или разрушение образца. Следовательно, реальная адгезия пленки MoSi_2 больше зафиксированного значения, что превышает типичные требования для тонкопленочных структур [7]. Высокая адгезионная прочность MoSi_2 указывает на образование в процессе осаждения химической связи на границе раздела фаз, что способствует сдерживанию большой запасенной энергии упругой деформации. Данное свойство слоя позволяет рассчитывать на стабильную работу излучающих МЭМС-структур в условиях воздействия термических напряжений.

Исследования температурной стабильности пленок MoSi_2 подтверждают высокую адгезионную прочность слоя и устойчивость структуры к термоциклированию. В процессе измерений все образцы нагревались до температуры 500 °С.

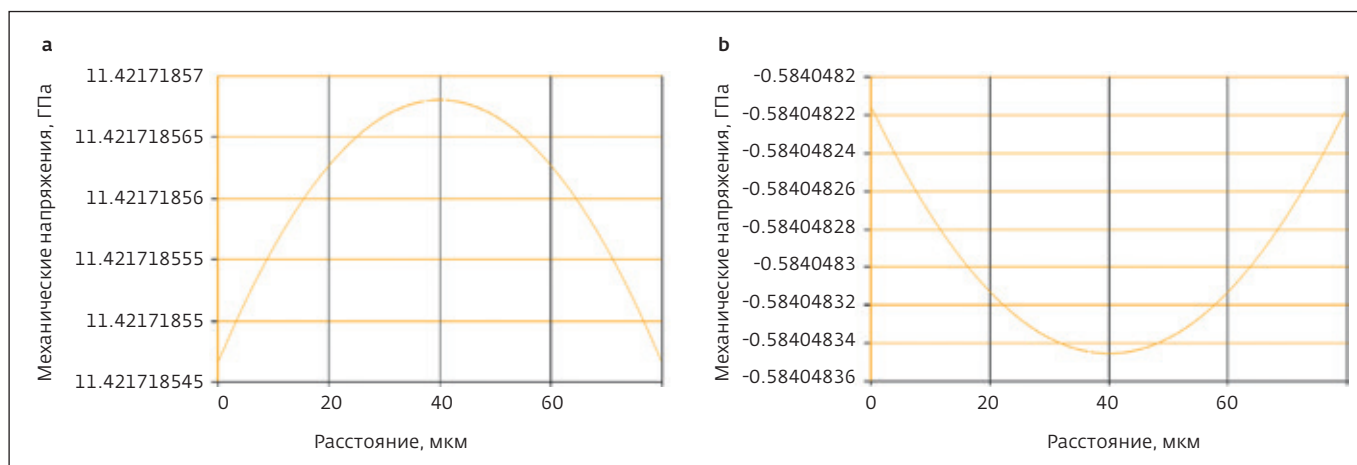


Рис. 3. Измеренные профили механических напряжений структур: а – после формирования $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$; б – после осаждения MoSi_2

После этого при постоянном заданном потенциале осуществлялся контроль температуры в течение 10 мин. Экспериментальные временные зависимости показали высокую температурную стабильность всех образцов. Среднее значение снижения температуры нагрева для всех кристаллов не превышало 1,5%.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Дисилицид молибдена является технологически перспективным материалом в качестве излучающего покрытия для ИК-диапазона. Слои MoSi_2 , полученные методом магнетронного распыления, обладают хорошей адгезией (более 17 МПа), которая позволяет частично компенсировать сильные сжимающие напряжения, обеспечивая стабильную работу при температуре разогрева 500 °С. Однако для полноценной интеграции данного материала в МЭМС-технологии необходимо снижение сжимающих напряжений в формируемых слоях, которое может быть достигнуто множеством способов: оптимизацией параметров осаждения (давления, мощности, температуры подложки), проведением постотжига, изменением соотношения толщин диэлектрических слоев в мембране в пользу обладающего растягивающими напряжениями Si_3N_4 и др. Решение данной задачи позволит приблизиться к созданию перспективных термостабильных отечественных МЭМС-излучателей инфракрасного диапазона.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках выполнения НИР FNRМ-2025-0009.

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

1. Argiris N. et al. IR Sensors, Related Materials, and Applications. Sensors. 2025. Vol. 25. P. 673.
2. Qirui Z. et al. Development of MEMS Thermal Emitters Applicable in NDIR Gas Sensors: A Review. IEEE Sensors Journal. 2025. Vol. 25. No. 10. PP. 16562–16574.
3. Mao J. et al. Preparation and investigation of MoSi_2/SiC coating with high infrared emissivity at high temperature. Surface & Coatings Technology. 2019. Vol. 358. PP. 873–878.
4. Gokhale A.B., Abbaschian G.J. The Mo-Si (molybdenum-silicon) system. J. Phase Equilib. 1991. Vol. 12. PP. 493–498.
5. Zhang Y. et al. Microstructure and mechanical properties of MoSi_2 coating deposited on Mo substrate by hot dipping processes. Journal of Nanoelectronics and Optoelectronics. 2019. Vol. 14. No. 12. PP. 1680–1685.
6. Зимон А.Д. Адгезия пленок и покрытий. Москва : Химия, 1977.
7. Gromov D.G. et al. Formation of Planar Field-Emission Devices Based on Carbon Nanotubes on Co-Nb-N(O) Alloy. Semiconductors. 2022. Vol. 56. No. 13. PP. 493–501.