УДК 539.12.043 : 539.211

ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СТРУКТУР AlN/Si

© А.А. Дмитриевский, Н.Ю. Ефремова, П.А. Косырев, В.В. Коренков, А.В. Шуклинов, M. Badylevich, Y.G. Fedorenko

Ключевые слова: тонкие пленки; нитрид алюминия; микро- и наноиндентирование; сканирующая электронная микроскопия.

Методом динамического микро- и наноиндентирования исследованы механические свойства структур AlN/Si. Методом сканирующей электронной микроскопии проведен мониторинг отпечатков индентора глубиной от 100 нм до 3 мкм.

ВВЕДЕНИЕ

Тонкие пленки традиционно используются в различных датчиках, системах магнитной и оптической записи и хранения информации, МЭМС/НЭМС, триботехнике, защите от коррозии и высоких температур и в других областях. Одним из наиболее перспективных материалов в опто- и микроэлектронике является нитрид алюминия [1–3], тонкие пленки которого выращивают на кремниевой подложке. Появление дополнительных внутренних границ может внести существенные изменения в механические свойства и поведение материала при локальном нагружении [4]. В связи с этим настоящая работа была посвящена получению информации о механических свойствах (микро- и нанотвердость) структур AlN/Si и визуализации отпечатков индентора, полученных на разных масштабных уровнях.

МЕТОДИКА

В работе исследовались образцы, представляющие собой композицию аморфной пленки AlN толщиной 90 ÷ 100 нм на кремниевой подложке (100). Условия выращивания исследуемых структур были аналогичны [5]. Тестирование твердости осуществлялось с использованием микрозондовой системы NanoIndentr G200 (фирма MTS NanoInstruments), позволяющей регистрировать *P*–*h*-диаграммы и мгновенные значения твердости в процессе внедрения индентора. В качестве индентирующего элемента использовался запатентованный алмазный зонд Берковича, имеющий эффективный радиус острия 20 нм. Изображения отпечатков индентора получали с использованием высокоразрешающего двухлучевого электронно-микроскопического комплекса *Neon40* (фирмы Carl Zeiss). Срезы отпечатков индентора, трещин и отслоений получали сфокусированным ионным пучком (*Neon40*). Каждая точка на графиках является усреднением данных, полученных с 10 отдельных отпечатков.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

При индентировании образцов AlN/Si максимальная глубина внедрения индентора h_{max} варьировалась в пределах от 50 нм до 3 мкм. Характерный вид регистрируемых в процессе индентирования AlN/Si (h_{max} ~ 500 нм) *P*–*h*-диаграмм и зависимостей мгновенной твердости H_m от текущей глубины внедрения индентора *h* представлены на рис. 1. Для сравнения, на том же рисунке, приведены *P*–*h*-диаграмма и зависимость $H_m(h)$, полученные на монокристаллах Si (100).

Видно, что наличие аморфной пленки AlN на поверхности Si (100) приводит к упрочнению ΔH = $= H_m$(AlN/Si) – H_m(Si). Наиболее существенные различия зависимостей $H_m(h)$ наблюдаются при $h < 100$ нм. При увеличении глубины внедрения индентора величина ΔH уменьшается, приближаясь к нулю при $h \approx 400$ нм, когда определяющую роль в формировании числа твердости начинает играть материал подложки. В связи с этим наибольший интерес вызывает область малых значений *h*, к сожалению, ограниченная «снизу» эффективным радиусом острия индентора. Известно, что при уменьшении глубины тестируемого слоя (в области, где проявляются размерные эффекты) для большинства материалов наблюдается рост числа твердости (рис. 1, кривая 4). Кроме того, поскольку для надежного измерения величины твердости пленки необходимо, чтобы ее толщина превышала глубину внедрения индентора в 7–10 раз [4], полученное при h ~ 50 нм

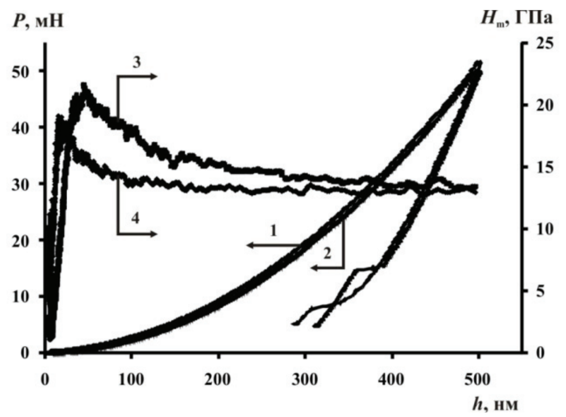

Рис. 1. Характерные *P*–*h*-диаграммы (1, 2) и зависимости мгновенной твердости H_m от текущей глубины внедрения индентора *h* (3, 4), полученные при индентировании структур AlN/Si – 1, 3 и монокристаллов Si – 2, 4

значение H_m(AlN/Si) ≈ 21 ГПа (рис. 1, кривая 3) не следует однозначно связывать с твердостью аморфного AlN. Тем не менее, остается очевидным, что разница ΔH, достигающая 4 ГПа при h ~ 50–100 нм, определяется механическими свойствами аморфной пленки AlN.

На рис. 2 приведены изображения отпечатков индентора различной глубины, а также трещин и отслоений на срезах (выполненных сфокусированным ионным пучком), полученные методом сканирующей электронной микроскопии (SEM). При внедрении индентора на глубину h_{max} ~ 100 нм формируется ровный отпечаток без видимых нарушений структуры пленки (рис. 2а). Увеличение глубины внедрения индентора до h_{max} ~ 500 нм приводит к появлению радиальных трещин и растрескиванию пленки внутри (на гранях) отпечатка (рис. 2б). Дальнейшее увеличение h_{max} сопровождается ростом радиальных трещин и появлением отслоений материала.

На рис. 2 в приведено SEM-изображение отпечатка глубиной h ~ 3 мкм с ярко выраженными отслоениями. Нарушения структуры аморфной пленки AlN наиболее отчетливо видны на срезе, выполненном внутри отпечатка глубиной h_{max} ~ 1 мкм (рис. 2г). Образующиеся трещины преимущественно упорядочены – параллельны плоскости исходной поверхности – пленка «разрывается» при внедрении индентора. Срез, выполненный на краю отпечатка (рис. 2д), позволяет убедиться в отсутствии каких-либо нарушений структуры пленки в неискаженной индентором области материала. Следует отметить, что под отпечатком трещины в кремнии отсутствуют (рис. 2г). Радиальные трещины «возникают» в углах отпечатка (рис. 2д), что полностью согласуется с литературными данными. На рис. 2е приведено SEM-изображение среза в области пересечения радиальной трещины и трещины, приведшей к отслоению материала. Видно, что отслаивается не аморфная пленка AlN, а слой кремния толщиной ~ 500 нм.

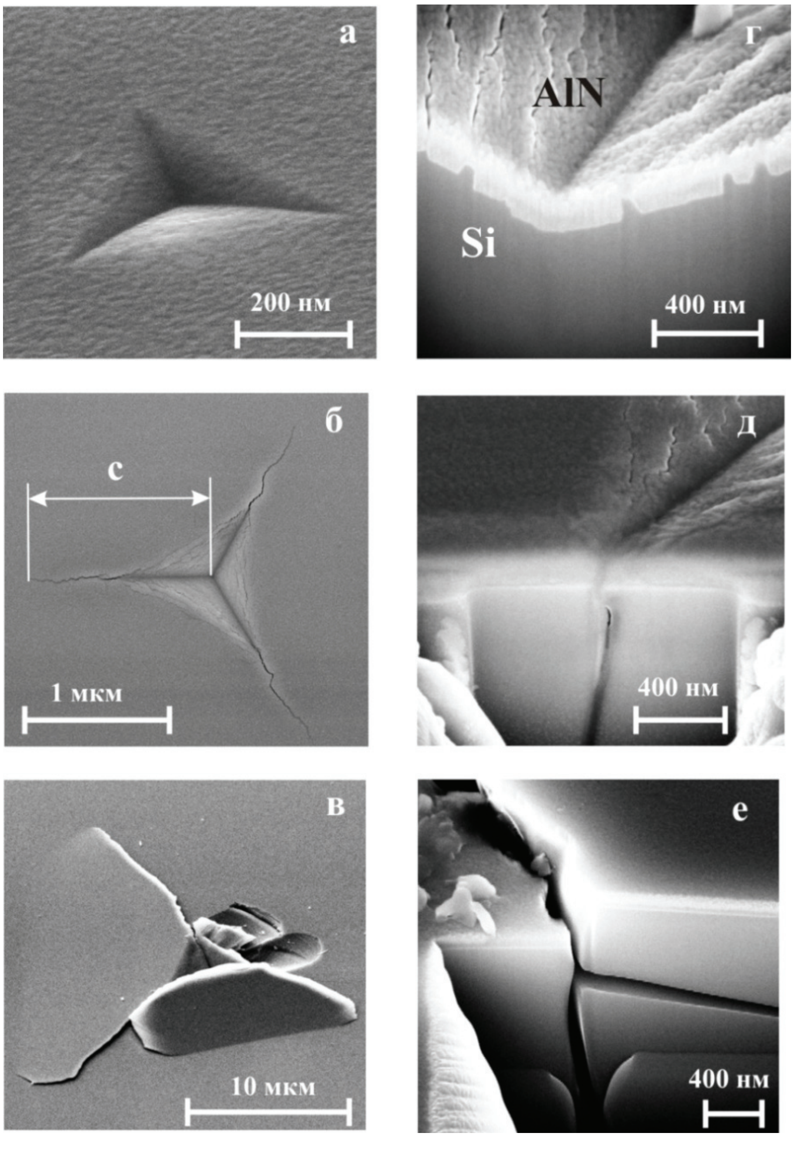

Рис. 2. SEM-изображения отпечатков индентора глубиной ~ 100 нм – а), ~ 500 нм – б), ~ 3 мкм – в) и срезов (полученных сфокусированным ионным пучком) внутри отпечатка глубиной ~ 1 мкм – г), радиальной трещины в вершине отпечатка глубиной ~ 1 мкм – д), отслоения за пределами отпечатка глубиной ~ 3 мкм структур AlN/Si

Таким образом, в работе на разных масштабных уровнях проведены феноменологические исследования механических свойств структур, состоящих из аморфной пленки нитрида алюминия на кремниевой подложке. Методом сканирующей электронной микроскопии получены изображения отпечатков индентора, а также срезов, выполненных на трещинах и отслоениях.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Nakamura S., Senoh M., Nagahama Sh., Iwasa N., Yamada T., Matsushita T., Kiyoku H., Sugimoto Y., Kozaki T., Umemoto H., Sano M., Chocho K.* // Jpn. J. Appl. Phys. 1998. V. 37. Part 2. P. L309.
2. *Miskys C.R., Garrido J.A., Nebel C.E., Hermann M., Ambacher O., Eickhoff M., Stutzmann M.* // Appl. Phys. Lett. 2003. V. 82. P. 290.
3. *Andrei A., Krupa K., Jozwik M., Delobelle P., Hirsinger L., Gorecki C., Nieradko L., Meunier C.* // Sensors and Actuators A. 2008. V. 141. P. 565.
4. *Головин Ю.И.* // ФТТ. 2008. Т. 50. №. 12. С. 2113.
5. *Badylevich M., Shamuilia S., Afanas'ev V.V., Stesmans A., Fedorenko Y.G., Zhao C.* // J. Appl. Phys. 2008. V. 104. P. 093713.

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 09-02-97541).

Поступила в редакцию 20 ноября 2009 г.

Dmitrievskiy A.A., Efremova N.Yu., Kosirev P., Korenkov V.V., Shuklinov A.V., Badylevich M., Fedorenko Y.G. Electronic microscopy and mechanical properties of AlN/Si structures.

Mechanical properties of AlN/Si structures were investigated by the dynamic micro- and nanoindentation method. Monitoring of imprints with the depth from 100 nm to 3 mkm were carries out by the method of scanning electronic microscopy.

Key words: thin foils; aluminium nitride; micro- and nanointending; scanning electronic microscopy.

УДК 539.21:539.12.04

ПОЛЗУЧЕСТЬ МАТЕРИАЛОВ В НАНОШКАЛЕ И МЕТОДЫ ЕЕ ДИАГНОСТИКИ

© А.А. Дмитриевский, В.М. Васюков, М.Ю. Синегубов, А.В. Шуклинов, Р.А. Столяров, Е.Ю. Исаева, К.В. Тихомирова

Ключевые слова: ползучесть; тестирование ползучести; ползучесть в наношкале.

Изучены механические свойства материалов, в частности, ползучесть и пластическая деформация. Отлажена установка и разработана методика диагностики механизмов ползучести в наношкале. Получены первые результаты.

При производстве деталей и узлов машин и конструкций из различных материалов (кристаллических, аморфных, полимерных) наиболее существенными являются их механические свойства – прочность, твердость, пластичность, износостойкость и пр. Именно благодаря комплексу этих свойств они получили столь широкое практическое применение. Особый интерес вызывают механизмы ползучести и пластической деформации в нанообъемах, т. к. они дают наиболее полную и комплексную информацию о связи «структура-свойства» неразрушающим методом.

Ползучесть – медленное деформирование тела под действием постоянной нагрузки или постоянного напряжения. Адаптация атомной решетки макроскопически проявляется как деформация. Зависимость такой деформации от времени называется кривой ползучести. Эта кривая характеризуется (в зависимости от температуры и напряжения) одной, двумя, а иногда и тремя стадиями ползучести (рис. 1).

Первая стадия, на которой после первоначальной мгновенной деформации скорость ползучести со временем падает, называется стадией первичной или неустановившейся ползучести (1 на рис. 1). Вторая стадия (2 на рис. 1) – стадия установившейся, или вторичной ползучести – ее скорость постоянна. Наконец, на третьей стадии (3 на рис. 1) скорость ползучести со временем возрастает. Третья стадия ползучести завершается разрушением [1].

Описанные выше стадии хорошо согласуются с экспериментальными данными в макро- и микрообъемах. Но механические свойства материалов в наношкале (при характерных размерах объекта или элементов его структуры $R \leq 1$ мкм) не могут быть выведены путем простой экстраполяции из макро- или микрообласти [2].

В УИЦ «Нанотехнологии и наноматериалы» ГОУ ВПО «Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина» разработана и создана линейка универсальных динамических нанотестеров (УДНТ), предназначенных для проведения исследований физико-механических параметров различных материалов в субмикрообъемах и тонких приповерхностных слоях. УДНТ позволяют реализовывать такие виды испытаний как определение модуля Юнга, нанотвердости, коэффициента трения, ползучести, абразивного износа и др.

Тестирование ползучести осуществлялось на УДНТ-07-2. Для отладки установки предварительно проводилась калибровка прибора. Осуществляли калибровки датчика смещения, силы и жесткости пружин подвеса штока.

Тестирование осуществлялось следующим образом: сначала нагрузка на индентор в течение 15 минут составляла 50 мН, затем увеличили нагрузку до 500 мН и после 2 часов выдержки разгрузили образец до 50 мН.

На рис. 2 представлена зависимость прироста глубины внедрения индентора в образец от времени выдержки под постоянной нагрузкой, величина которой составляла 500 мН.