

Получение тонких пленок TiN и nACo® на кремнии и исследование их свойств

С.А. Дубинин, Д.А. Баклыков, С.В. Сидорова, К.М. Моисеев
Москва, МГТУ им.Н. Э. Баумана, 2-я Бауманская, 5
e-mail: serjio047@gmail.com

Статья кратко описывает методы получения покрытий TiN и nACo® и оборудование, позволяющее получить данные покрытия дуговым методом осаждения пленок. Проведены эксперименты по нанесению этих покрытий, измерены значения твердости и толщины пленок для каждого образца и сделаны выводы о влиянии толщины покрытия на твердость.

Obtaining of TiN and nACo® thin films on silicon and investigation of their properties. S.A. Dubinin, D.A. Balykov, S.V. Sidorova, K.M. Moiseev. The article briefly describes methods of forming TiN and nACo® coatings and equipment that allows one to obtain this coating by arc deposition of films. Experiments to obtain these coatings were carried out, the values of hardness and film thickness for each sample were measured and conclusions were drawn about the effect of the thin film thickness on hardness.

Введение

Нитрид титана – покрытие общего назначения, является одним из наиболее распространенных износостойких покрытий в мире. Покрытие TiN увеличивает стойкость инструмента для обработки резанием, давлением в 2–3 раза. Это покрытие применяется также для литейных форм (например, в качестве покрытия тигля для бескислородной плавки металлов) и снижения трения в деталях машин. Помимо этого, нитрид титана применяется в сфере микроэлектроники в качестве диффузионного барьера. Покрытие TiN имеет золотисто-желтый цвет и поэтому широко применяется в декоративных целях.

Нанокompозитная структура nACo® на базе Ti и Al представляет собой нанокристаллические зерна материала покрытия, внедренные в аморфную матрицу. Нанокompозитное покрытие обладает очень высокой твердостью. Уникальность материала заключается в том, что с увеличением твердости одновременно увеличивается и эластичность покрытия, хотя эти два параметра обычно являются взаимно исключающими. В результате покрытие одинаково хорошо работает и при высокопроизводительной обработке, и в обычных условиях.

Обзор методов получения покрытий TiN и nACo®

Существует большое количество методов получения тонких пленок в вакууме. Рассмотрим те методы, с помощью которых возможно получить пленки нитрида титана и нанокompозитные покрытия.

1) Метод осаждения тонких пленок в вакууме ионным распылением. Сущность метода заключается в выбивании (распылении) атомов вещества из поверхностных слоев мишени высокоэнергетичными ионами рабочего газа (обычно инертного Ar). Ионы образуются в газовом разряде при давлении $P_{p.r.} = 10^{-5} \cdot 10^{-2}$ Па и ускоряются до энергии 0,7–5 кэВ вследствие приложения к мишени отрицательного потенциала в 0,7–5 кВ. Распыленные из мишени атомы осаждаются в виде тонкой пленки на поверхности подложки [1].

Достоинствами метода осаждения тонких пленок ионным распылением являются универсальность (можно наносить металлы, сплавы, диэлектрики, магнитные композиции), регулируемая скорость осаждения V_0 и относительно простая конструкция. К недостаткам относится не высокая чистота осаждаемой пленки (из-за наличия рабочего газа), низкая и нерегулируемая энергия осаждаемых частиц E .

2) Метод осаждения тонких пленок путем испарения вещества взрывом. Сущность метода заключается в осаждении пленок при импульсном воздействии на него лазерного излучения или электронного пучка. Продукты взрыва с большой скоростью (энергия частиц E

составляет 1–10 эВ) переносятся к подложке (детали) и конденсируются на ее поверхности в виде тонкой пленки [1].

Достоинством метода является высокая скорость осаждения V_0 и хорошая адгезия тонкопленочного покрытия, однако его применение ограничено сложностью реализации и большой неравномерностью толщины пленки.

3) Метод осаждения тонких пленок дуговым разрядом. Сущность метода заключается в эрозии вещества в сильноточных дуговых разрядах, образовании ионизированной паровой фазы (20–100 % ионов), переносе ее с большой скоростью (энергия частиц E - до 10 эВ) и конденсации на поверхности подложки [1].

К достоинствам метода осаждения тонких пленок дуговым разрядом в вакууме относятся: практически неограниченная электрическая мощность; высокий коэффициент ионизации испаряемых частиц $K_{и}$; возможность получения пленок сплавов, окислов, нитритов, карбидов и т.п., причем, как путем использования мишеней из этих материалов, так и реактивным методом; отсутствие необходимости в дополнительном газе для ионизации; скорость осаждения V_0 - максимально возможная (ограничивается допустимым потоком энергии на поверхность конденсации). Недостатками являются наличие в потоке осаждаемого вещества капельной фазы, нерегулируемая энергия частиц E и относительная сложность конструкции дуговых источников.

Исходя из проведенного обзора методов нанесения покрытий в вакууме и требований к ним, делаем вывод, что для наших исследований наиболее подходящим является метод осаждения покрытий дуговым разрядом. Этот метод является наиболее подходящим из-за следующих преимуществ:

- Практически неограниченная электрическая мощность.
- Высокий коэффициент ионизации испаряемых частиц $K_{и}$.
- Возможность получения пленок сплавов, окислов, нитритов, карбидов и т.п.
- Скорость осаждения V_0 - максимально возможная (ограничивается допустимым потоком энергии на поверхность конденсации).

Однако, этот метод имеет недостатки:

- Наличие в потоке осаждаемого вещества капельной фазы.
- Нерегулируемая энергия частиц E .
- Относительная сложность конструкции дуговых источников.

Данный метод возможно реализовать на установке Platit $\pi 80$. Одним из главных преимуществ данной установки, по заявлению завода-изготовителя и исходя из шероховатости получаемых покрытий, является наименьшая капельная фаза (практически ее отсутствие), что позволяет получать более однородные покрытия данным методом.

Описание установки Platit $\pi 80$

Установка PLATIT $\pi 80$ предназначена для нанесения покрытий при помощи метода дугового испарения, который, в основном, применяется для нанесения упрочняющих и износостойких покрытий на инструментальные и быстрорежущие стали, а также твердые сплавы. Материалы наносимых покрытий: TiN, SuperTiN, UniversAl[®], TiAlN, TiCN, Ti2N, AlTiN, AlTiN, ZrN, CrN, CrTiN, AlCrN, TIALCN, CROMVIC[®], GRADVIC[®], nACo[®], nACRo[®], nACVlc[®] [2].

Установка (рис. 1) представляет собой единую конструкцию, все элементы которой собраны на раме.



Рис. 1. Основные элементы: 1 – вакуумная камера, 2 – катод с крышкой, 3 – компрессор, 4 – подвод воды, 5 – форвакуумный пластинчато-роторный насос, 6 – баллоны с газом (Ar , N_2), 7 – монитор, клавиатура оператора, 8 – вентилятор бокового канала, 9 – кнопка экстренного отключения.

Камера (рис. 2) установки имеет коробчатую форму с фронтальной дверью на петлях. В камере расположена карусель, осуществляющая планетарное вращение образцов. Имеющаяся система нагрева обеспечивает необходимую температуру в процессе нанесения (до $550\text{ }^{\circ}\text{C}$). Осаждение покрытий осуществляется двумя цилиндрическими дуговыми испарителями, оснащенными заслонками. Управление установкой происходит посредством системы управления в полностью автоматическом или ручном режимах.



Рис. 2. Внутренние элементы камеры: 1 – нагреватель, 2 – карусель, 3 – держатель храповиков, 4 – система охлаждения катода, 5 – ударник, 6а – катод 1, 6б – катод 2, 7 – приводы заслонки.

Проведение исследований и обсуждение результатов

Нанесение покрытий производили на кремниевые подложки размером 20x20 мм. Перед каждым таким процессом производилась очистка камеры и образца, необходимая для получения качественного результата. Параметры технологического процесса приведены в таблице 1.

Таблица 1. Параметры процесса

Параметр\Материал	nACo®		TiN	
	Толщина пленки, мкм	0,75	1,1	0,125
Загрузка подложек, мин	1			
Создание рабочего вакуума (10 ⁻¹ Па), мин	15			
Рабочая температура внутри камеры, °С	475	475	450	450
Нагрев до рабочей температуры, мин	27	27	25	25
Очистка подложек ионным травлением, мин	5			
Очистка мишеней (катодов), мин	5			
Нанесение покрытия, мин	30	50	15	45
Охлаждение вакуумной камеры(40 °С) , мин	45			
Разгерметизация камеры и выгрузка образца, мин	7			

Измерение твердости проводили на микротвердомере ПМТ-3М методом вдавливания в испытуемый материал алмазного наконечника Виккерса. Однако этот метод имеет ограничения, определяемые толщиной покрытия. Покрытие должно быть не менее чем в 10 раз толще глубины отпечатка. В связи с этим применяли способ определения твердости покрытий согласно патенту [4]. Сущность предлагаемого способа: определяют толщину покрытия, измеряют твердость материала основы по известному методу измерения твердости, измеряют твердость композиции (основы с покрытием), для чего прикладывают нагрузку, продавливают покрытие, измеряют диагональ отпечатка (рис. 3) и рассчитывают твердость. Далее рассчитывают твердость покрытия по формуле:

$$HV_{\text{ПОК}} = \frac{HV_{\text{КОМ}} - (1-n)HV_{\text{ПОК}}}{n}, \text{ где } n = \frac{h_{\text{ПОК}}}{0,14d}$$

$h_{\text{ПОК}}$ – толщина покрытия, d – диагональ отпечатка,

$HV_{\text{КОМП}}, HV_{\text{ПОК}}, HV_{\text{ОСН}}$ – соответственно, твердость композиции, покрытия и основы.

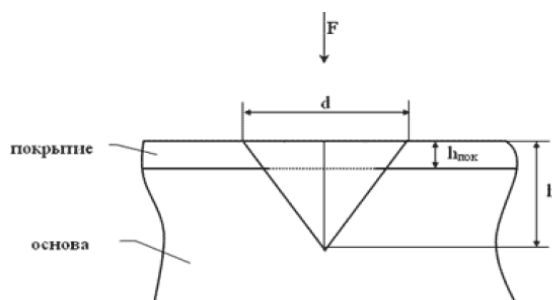


Рис. 3. Схема деформации композиции.

Измерение толщины покрытия проводили с помощью портативного измерителя шероховатости TR220. В таблице 2 приведены средние значения результатов измерений толщины и твердости [5].

Таблица 2. Результаты измерений

Материал	Толщина, мкм	Твердость, HV
nACo®	0,75	1584
nACo®	1,1	2234
TiN	0,125	4810
TiN	1,05	1741

На основании полученных результатов измерений можно сделать вывод о том, что единой зависимости между толщиной пленки и твердостью не обнаружено – она не одинакова для разных материалов, что также подтверждается работой других авторов [3, 4]. Также сделано предположение, что в рамках проведенного эксперимента, помимо погрешности измерения, весомый вклад внес способ определения твердости покрытий по патенту [4].

В ходе данной работы проведен обзор методов получения покрытий TiNi pAlCo®, установки PLATIT π80, реализуемого на ней метода дугового испарения, и некоторых ее особенностей. Нанесены и исследованы покрытия TiN и pAlCo® на подложки из кремния.

В дальнейшем планируется продолжение исследования покрытий различных материалов, получаемых на установке, и поиск подходящих режимов нанесения пленок с точки зрения требований по твердости, шероховатости, адгезии, толщине покрытий.

Литература

1. Панфилов Ю. В. Нанесение тонких пленок в вакууме // Технологии в электронной промышленности. 2007. № 3. С. 76–80.
2. Руководство по эксплуатации Platitπ80, 2003-2011.
3. Быков Ю. А., Карпучин С. Д., Бойченко М. К., Чепцов В. О. Способ определения твердости покрытия: пат. 2222801 Российская Федерация. 2004.
4. Усеинов А., Кравчук К., Масленников И. Индентирование. Измерение твердости и трещиностойкости покрытий // Наноиндустрия Сер. Контроль и измерение. 2013. № 7. С. 48–56.
5. Дубинин С. А., Баклыков Д. А. Формирование тонкопленочных покрытий на установке PLATIT π80. [Электронный ресурс] // Всероссийская научно-техническая конференция «Студенческая научная весна: Машиностроительные технологии»: материалы конференции, 4 – 7 апреля, 2017, Москва, МГТУ им. Н.Э.Баумана. – М.: ООО «КванторФорм», 2017.– № гос. регистрации 0321701287.– URL: studvesna.ru?go=articles&id=1896 (дата обращения: 30.05.2017).

Получение металлических пленок различной структуры на установке УВН-1М

М.А. Пронин, С.В. Сидорова, Ю.В. Панфилов
МГТУ им Н. Э. Баумана, Москва, 2-ая Бауманская, д.5
e-mail: mr.mikle2207@mail.ru

Рассмотрены и проанализированы варианты конструкции рабочей вакуумной камеры для лабораторной малогабаритной установки. Проведен обзор получения тонкопленочных покрытий разной структуры и различными методами вакуумного нанесения. Приведены рекомендации по выбору режимов формирования тонкопленочных покрытий различной структуры.

Obtaining of metal films of different structures on the UNV-1M set-up. M.A. Pronin, S.V.Sidorova, Yu.V. Panfilov. The vacuum chambers design options for laboratory equipment are viewed and analyzed. A review of thin-film coatings of different structures and different methods of vacuum application is presented. Recommendations for choosing modes of thin-film coatings formation of various structures are given.

Введение

Тонкопленочное покрытие или тонкая плёнка—слой материала, толщина которого находится в диапазоне от долей нанометра (моноатомного слоя) до нескольких микрометров [1]. Область применения в зависимости от материала тонкой пленки распространяется от микроэлектроники, оптики, машиностроения до биологии, медицины и декоративных целей [2].