

06

Влияние термической обработки на физико-механические свойства тонкопленочных мембранных Al-структур различной формы

© Н.А. Дюжев, Е.Э. Гусев, И.В. Кушнарев, В.А. Беспалов

Национальный исследовательский университет „МИЭТ“, Москва, Россия
E-mail: bubbledouble@mail.ru

Поступило в Редакцию 24 июня 2024 г.

В окончательной редакции 5 сентября 2024 г.

Принято к публикации 5 сентября 2024 г.

Впервые реализован и объяснен подход к модификации механических свойств за счет термических процессов рекристаллизации тонкопленочных структур алюминия в виде мембран квадратной, пятиугольной и круглой формы, полученных методом магнетронного осаждения. Эксперимент осуществлен по планарной кремниевой технологии. После термообработки при 450°C в течение 1 h в вакуумной атмосфере выявлено изменение механических свойств (например, для мембраны круглой формы критическое давление разрыва уменьшилось от 4.9 до 4.0 atm, среднее изменение величины критического давления разрыва уменьшилось от ± 1.5 до ± 0.9 atm, двухосный модуль упругости уменьшился на 24 GPa) за счет изменения структурных свойств материала (размер зерен увеличился почти в 2 раза, шероховатость увеличилась с 76 ± 4 до 4480 ± 90 nm). Дополнительная термообработка позволила создать более надежные Al-мембраны.

Ключевые слова: механические свойства, размер зерен, тонкие пленки, мембраны.

DOI: 10.61011/PJTF.2025.02.59549.20034

Актуальность данного исследования подтверждается частотой возникновения поломок микроустройств из-за низкой механической надежности микрокомпонентов [1]. Одной из наиболее частых внешних причин, изменяющих механические свойства, является тепловое воздействие [2]. Разогрев материала может произойти как преднамеренно в процессе формирования устройства, так и непроизвольно на стадии активной эксплуатации устройства в жестких условиях. Проблема отсутствия информации по точным механическим свойствам материалов мешает разработчикам новых устройств нано- и микросистемной техники подобрать соотношение между сроком эксплуатации микросхем, включающих в себя многослойные структуры, и верхними диапазонами параметров работы прибора.

Известен ряд факторов, влияющих на механические свойства: эффект уменьшения толщины единичного слоя в многослойных структурах (при сохранении общей толщины) [3], изменение атомного соотношения между элементами в сплаве [4], уменьшение поверхностных дефектов [5], легирование материала пленки атомами другого вещества, например кремнием [6], увеличение энергии связи пленка–подложка, радиационное воздействие на материал [7] (в том числе в процессе рентгеновской литографии, в космосе), влияние ориентации и размера зерен [8], влияние циклической нагрузки.

В настоящей работе рассмотрено влияние термической обработки и формы объекта исследований на механические свойства материала Al, который часто применяется для соединений элементов интегральных микросхем или в качестве мембраны сенсоров.

Известны работы по корректировке механических свойств за счет термической обработки как для других

материалов Ni–Co [2] или Cu [9], так и для Al [10]. Под воздействием температуры меняется модуль упругости [11], пленки становятся более плотными. Распределение механических напряжений по глубине изменяется от резкой „колоколообразной“ формы к мягкой „колоколообразной“ [12], средние остаточные напряжения незначительно снижаются (по модулю) с -5.84 до -4.98 GPa для пленок нитрида титана и нитрида алюминия [12].

В настоящей работе тонкие пленки сформированы магнетронным методом на Si-подложке с кристаллографической ориентацией (100) при температуре 180°C, уровень вакуума в рабочей камере составляет 0.2 mbar (установка МАГНА). Скорость напыления пленки алюминия равна 50 nm/min. Таким образом, на одной пластине групповым методом сформированы мембраны круглой, квадратной и пятиугольной формы равной площади. Диаметр круглой мембраны составляет 1095 μ m. Толщина мембраны алюминия равна 2200 ± 100 nm. Выбор данной величины диаметра обусловлен соотношением величины подаваемого давления, толщины мембраны и характеристик измерительного оборудования. Выбранное значение толщины мембраны, с одной стороны, обеспечивает возможность сформировать достаточно равномерную пленку, с другой — позволяет не переходить в область наноразмерных эффектов. На рис. 1, а представлено сравнение габаритов набора изготовленных кристаллов и монеты, а также приведено схематическое изображение исследуемой структуры. На рис. 1, б представлено полученное с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) изображение пленки алюминия в виде мембраны и локальной области мембраны.

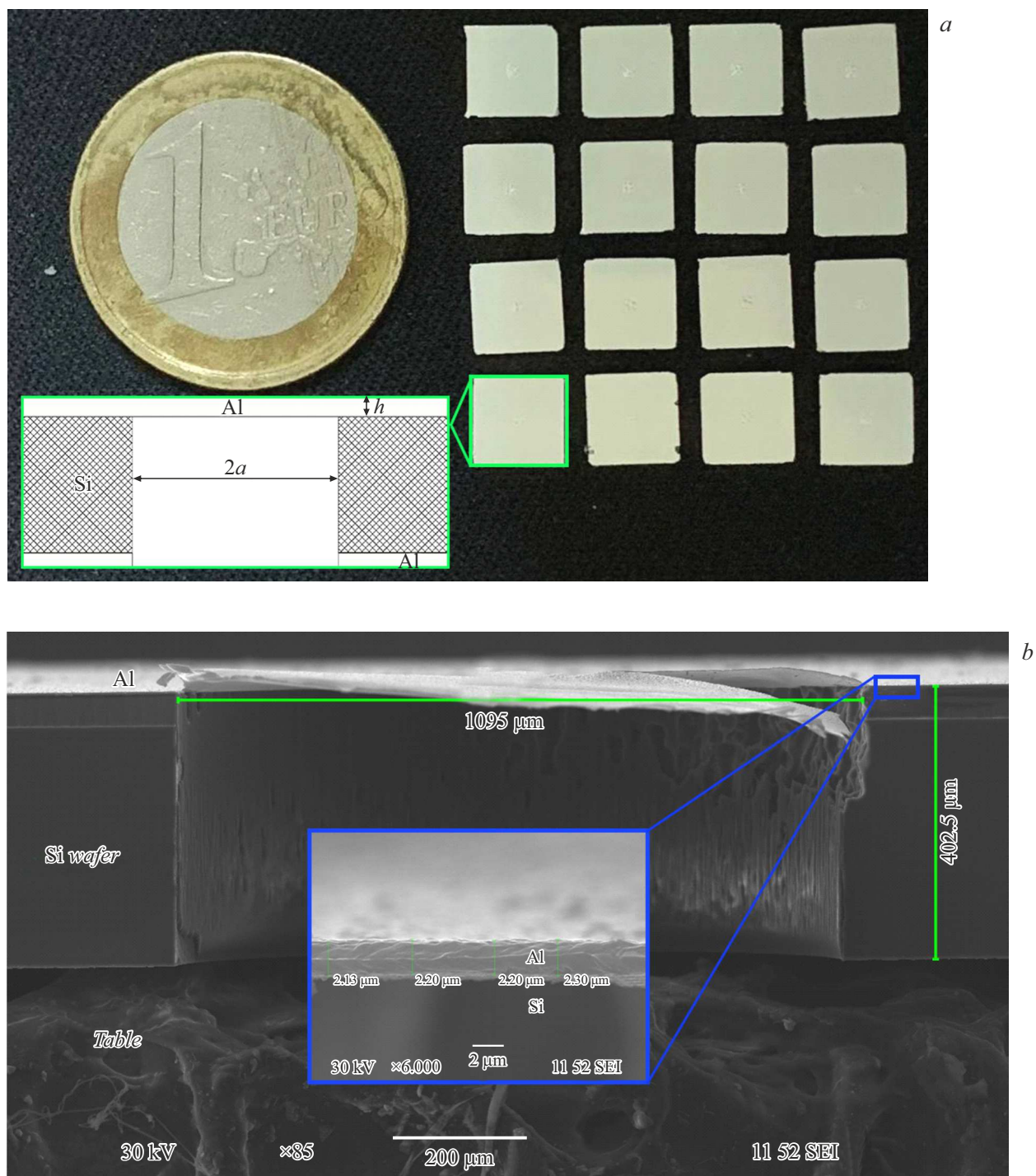


Рис. 1. Исследуемые структуры. *a* — схематическое изображение структуры (вид сбоку); *b* — РЭМ-изображение пленки алюминия.

На рис. 2 представлена зависимость прогиба мембраны квадратной формы от избыточного давления. Сравнивая (при отсутствии внешнего давления) рельеф поверхности квадратных мембран (вид сверху) до и после термообработки, можно видеть, что на границе мембрана/подложка рельеф значительно изменился, что свидетельствует об изменении внутренних механических напряжений.

Первоначально определено критическое давление разрыва мембран на стенде методом подачи избыточного давления воздуха. Описание комплектующих стенда приведено в работе [8]. Рассчитано среднеквадратичное отклонение (СКО) величины критического давления разрыва P_{cr} . Затем измерена зависимость прогиба мембраны от избыточного давления, проведена термообработка образцов при $T = 450^\circ\text{C}$ в течение 1 h в вакуумной атмо-

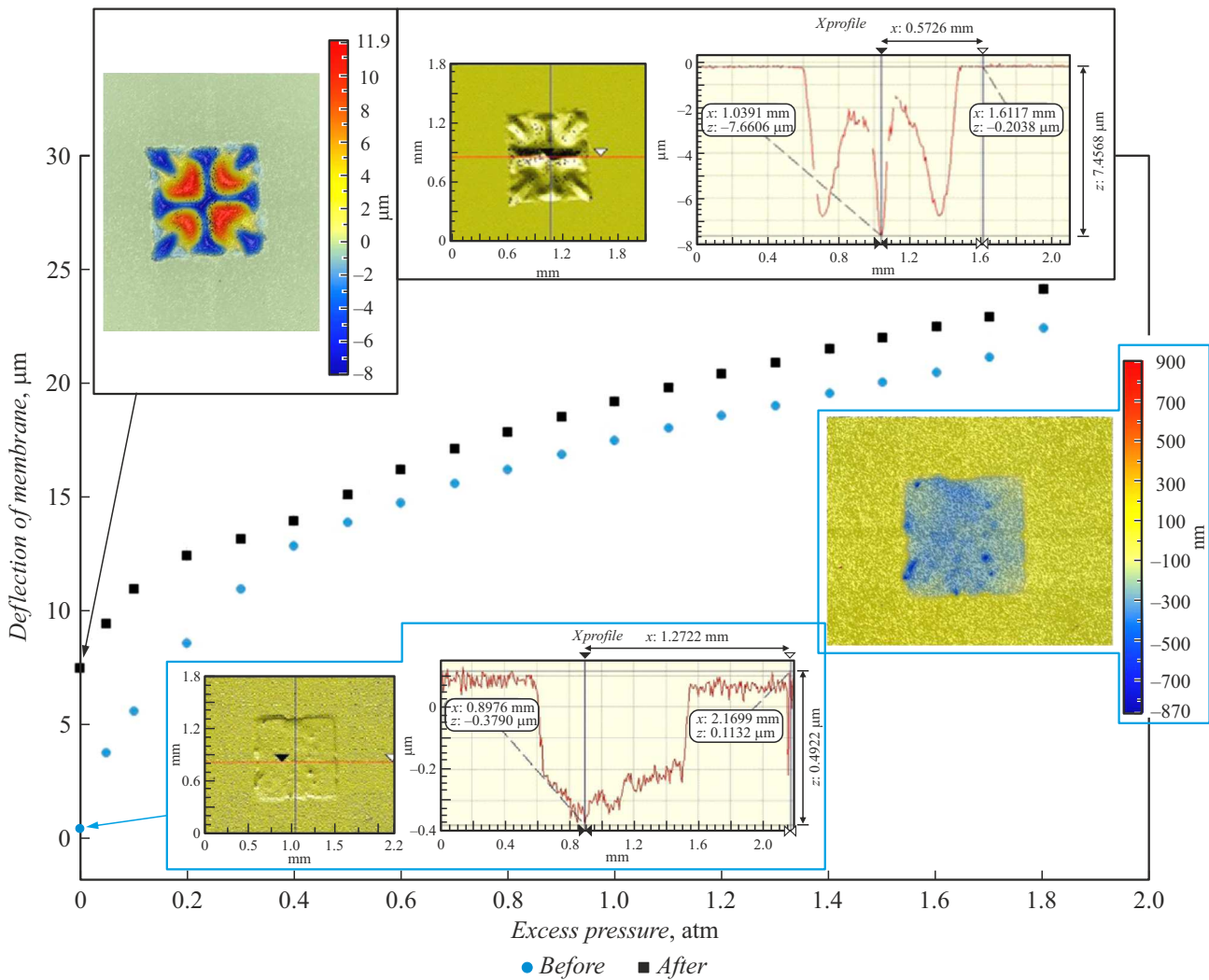


Рис. 2. Зависимость прогиба квадратной мембраны от избыточного давления до и после термообработки.

сфере. Выбранная температура обработки соответствует температуре рекристаллизации чистого алюминия [13]. После этого повторно проведены измерения и расчеты параметров (см. таблицу).

Как следует из данных таблицы, после термической обработки материал мембраны стал менее прочным, но более надежным для применения в устройствах на основе тонкопленочных мембран (акселерометры, датчики давления). Причиной изменения механических свойств является изменение структурных свойств: размера зерен материала мембран и шероховатости. Известно, что механизм роста зерен зависит от температуры и длительности воздействия [14]. В процессе термообработки начиная с температуры рекристаллизации зерна начинают расти, за счет этого расстояние между зернами уменьшается, энергия границ зерен снижается, атомы диффундируют через межзеренные границы из области с большей концентрацией в область с меньшей концентрацией, количество зерен уменьшается вследствие объ-

единения зерен, наконец, высота зерен может достигнуть величины толщины пленки.

Причины изменения свойств материала мембраны после термообработки позволяет объяснить рис. 3, на котором представлены схематическое распределение механических напряжений по мембране и результат анализа размера зерен в программе ImageJ до и после термообработки, а также сравниваются данные по шероховатости поверхности алюминия до и после термообработки. Известно, что максимальные напряжения возникают на границе мембрана/подложка [3]. Причиной уменьшения СКО критического давления разрыва является уменьшение разброса механических напряжений после термообработки вдоль граничной области мембрана/подложка. Уменьшение критического давления разрыва (механической прочности) объясняется ростом размера зерен согласно прямому соотношению Холла–Петча для Al-пленок с размером зерен более 50 nm.

Проведено сравнение полученных результатов с данными других работ. В [15] механическая прочность

Изменение физико-механических свойств материала мембраны после термообработки

Параметр	Круг		Пятиугольник		Квадрат	
	до термо-обработки	после термо-обработки	до термо-обработки	после термо-обработки	до термо-обработки	после термо-обработки
Критическое давление P_{cr} , atm	4.9	4	4.3	3.1	4	2.8
Среднее изменение величины критического давления разрыва, atm	± 1.5	± 0.9	± 0.74	± 0.7	± 0.78	± 0.59
СКО P_{cr}	0.751	0.441	0.404	0.332	0.269	0.139
Двухосный модуль упругости $E/(1-\mu)$, GPa	92	68	101	73	112	85
Размер зерен, nm	594	1126	535	1024	573	1011
Шероховатость, nm	72	4560	80	4485	77	4390

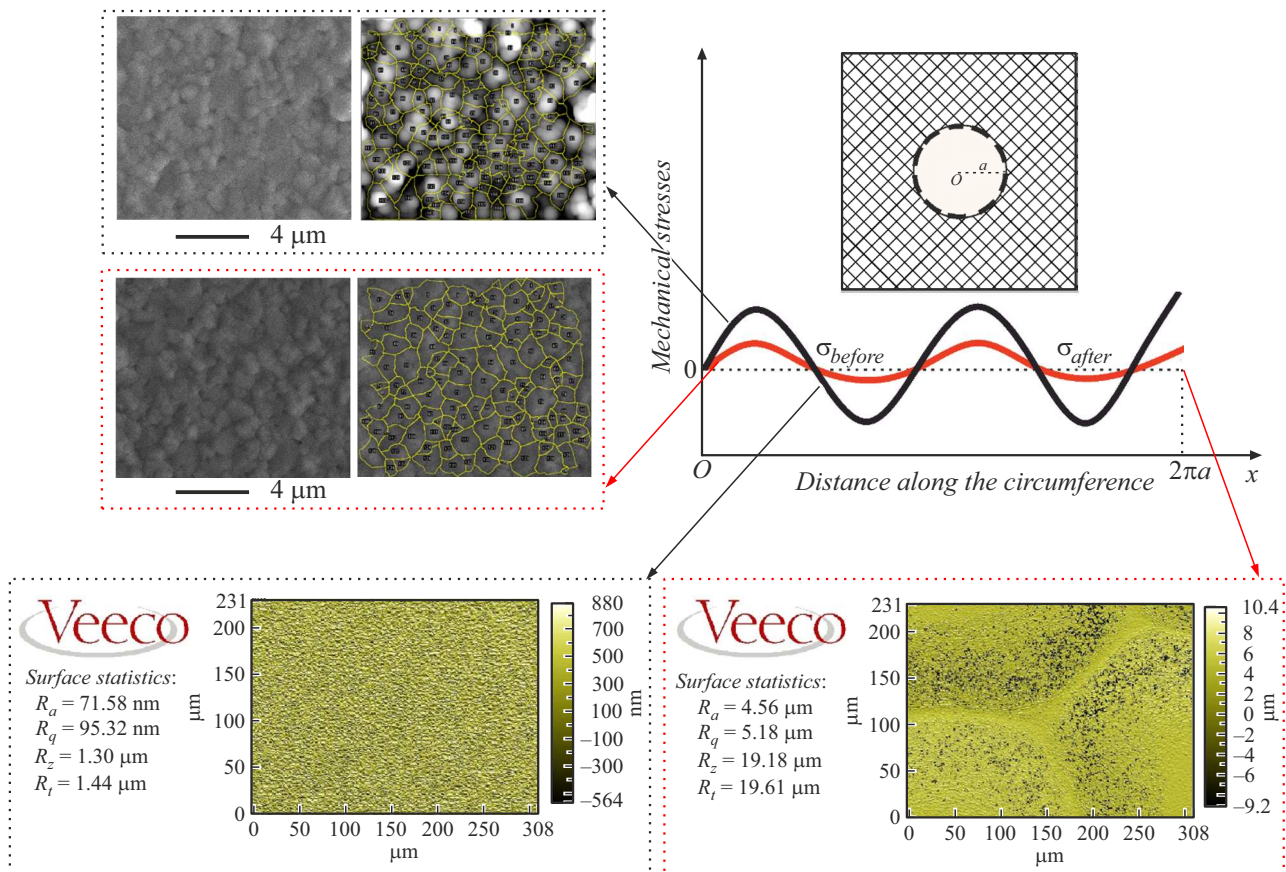


Рис. 3. Пояснение эффекта изменения механических свойств: схематическое распределение механических напряжений по мембране до и после термообработки, результат анализа размера зерен в программе ImageJ, измерение шероховатости поверхности до и после термообработки.

круглой мембраны больше прочности квадратной в 1.64 раза. Экспериментальное значение $E/(1-\mu)$ для алюминия тоже хорошо коррелирует с результатами других исследователей. Величина $E/(1-\mu)$ составляет 106 GPa при коэффициенте Пуассона тонкопленочного материала алюминия $\mu = 0.34$ и модуле Юнга $E = 70 \text{ GPa}$ [7,10]. Размер зерен в тонких пленках увеличивается с повы-

шением температуры термообработки [16], также размер зерен растет с увеличением толщины пленок [9]. Формирование мембраны за счет локальной полости в подложке позволяет значительно увеличить эффект термообработки даже по сравнению со случаем стеклянных подложек [16] из-за теплопроводности материала и окружающей атмосферы. С повышением температуры

при термической обработке шероховатость поверхности увеличивается [17].

Финансирование работы

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

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] W. Zhou, J. He, P. Peng, L. Chen, K. Cao, in *Reliability and maintenance. An overview of cases*, ed. by L. Kounis (IntechOpen, 2020). DOI: 10.5772/intechopen.86754
- [2] S.J. Kim, H.W. Jung, M.W. Lee, Y.J. Kim, Y.H. Huh, J.H. Park, *Mech. Adv. Mater. Struct.*, **26** (10), 1589 (2018). DOI: 10.1080/15376494.2018.1444217
- [3] N.A. Dyuzhev, E.E. Gusev, M.A. Makhaboroda, *Mech. Solids*, **57** (5), 1044 (2022). DOI: 10.31857/S0572329922050063
- [4] J.H. Liu, J.X. Yan, Z.L. Pei, J. Gong, C. Sun, *Surf. Coat. Technol.*, **404**, 126476 (2020). DOI: 10.1016/j.surfcoat.2020.126476
- [5] M.G. Mueller, M. Fornabaio, G. Žagar, A. Mortensen, *Acta Mater.*, **105**, 165 (2016). DOI: 10.1016/j.actamat.2015.12.006
- [6] K. Nakamura, H. Ohashi, Y. Enta, Y. Kobayashi, Y. Suzuki, M. Suemitsu, H. Nakazawa, *Thin Solid Films*, **736**, 138923 (2021). DOI: 10.1016/j.tsf.2021.138923
- [7] N.A. Dyuzhev, E.E. Gusev, E.O. Portnova, M.A. Makhaboroda, *Mech. Solids*, **59** (1), 20 (2024). DOI: 10.1134/S0025654423601040
- [8] Н.А. Дюжев, Е.Э. Гусев, И.В. Кушнарв, М.А. Махборода, Д.А. Доброхотов, В.А. Беспалов, Письма в ЖТФ, **50** (9), 10 (2024). DOI: 10.61011/PJTF.2024.09.57561.19833 [N.A. Djuzhev, E.E. Gusev, I.V. Kushnarev, M.A. Makhaboroda, D.A. Dobrokhотов, V.A. Bespavol, *Tech. Phys. Lett.*, **50** (5), 8 (2024). DOI: 10.61011/TPL.2024.05.58412.19833].
- [9] S. Du, Y. Li, *Adv. Mater. Sci. Eng.*, first published: 09 March 2015. DOI: 10.1155/2015/969580
- [10] Y.Y. Lim, M. Chaudhri, Y. Enomoto, *J. Mater. Res.*, **14** (6), 2314 (1999). DOI: 10.1557/JMR.1999.0308
- [11] M. Laleh, E. Sadeghi, R.I. Revilla, Q. Chao, N. Haghadi, A.E. Hughes, W. Xu, I. De Graeve, M. Qian, I. Gibson, M.Y. Tan, *Prog. Mater. Sci.*, **133**, 101051 (2023). DOI: 10.1016/j.pmatsci.2022.101051, 2022
- [12] Y. Yang, S. Zhao, J. Gong, X. Jiang, C. Sun, *J. Mater. Sci. Technol.*, **27** (5), 385 (2011). DOI: 10.1016/S1005-0302(11)60079-0
- [13] Y. Zhao, L. Li, Z. Lu, G. Teng, S. Liu, Z. Hu, A. He, *Mater. Res. Express*, **8** (4), 046515 (2021). DOI: 10.1088/2053-1591/abf3e3
- [14] Z. Huda, M. Saufi, Shaifulazuar, *J. Ind. Technol.*, **15** (2), 127 (2006).
- [15] A. Berns, U. Buder, E. Obermeier, A. Wolter, A. Leder, *Sensors Actuators A*, **132** (1), 104 (2006). DOI: 10.1016/j.sna.2006.04.056
- [16] K.M. Wibowo, M.Z. Sahdan, M.T. Asmah, H. Saim, F. Adriyanto, Suyitno, S. Hadi, *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, **226**, 012180 (2017). DOI: 10.1088/1757-899X/226/1/012180
- [17] B.N.K. Reddy, N.K. Udayashankar, *Surf. Interfaces*, **5**, 62 (2016). DOI: 10.1016/j.surfin.2016.09.007