

УДК 539.216.2:539.319

О ТЕМПЕРАТУРНОЙ ЗАВИСИМОСТИ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ
 В ПЛЕНКАХ НА ПРИМЕРЕ КОНДЕНСАТОВ БЕРИЛЛИЕВОЙ БРОНЗЫ

Т.Г. Белейчева

При создании приборов и структур, использующих не отделенные от подложек пленки, необходимо принимать во внимание действующие в такой системе макронапряжения, которые могут влиять на характеристики устройств [1], быть причиной растрескивания приборов при эксплуатации, потери адгезии. Важную роль внутренние напряжения могут играть, в частности, в пленочных электромеханических конструкциях, поскольку натяг мембран в них обычно целиком определяется макронапряжениями, возникшими при изготовлении мембран. Величина напряжений зависит от физико-технологических условий препарирования. Наибольшее влияние на величину и знак напряжений оказывает температура подложки [2].

В настоящей работе исследуется зависимость внутренних напряжений в конденсированных пленках сплава $Cu - Be$ от температуры подложки t_n . Делается попытка оценить относительный вклад термической, структурной и фазовой составляющей макронапряжений в различных температурных интервалах. Для расчета объемных изменений при фазовых превращениях проводится исследование структуры пленок в том же диапазоне t_n и обсуждаются её особенности.

1. Постановка эксперимента. Конденсаты $Cu - Be$ толщиной $(1,7 - 2) \mu k$ получены одновременным осаждением паров Cu и Be из молибденового тигля в вакууме $(7-9) \cdot 10^{-6}$ тор. Конденсация проводилась со скоростью $0,14$ мк/мин на стеклянные подложки с подслоем CaF_2 , расположенные на медном кольце, вдоль которого создавался градиент температур.

Напряжения определялись рентгенографически методами перпендикулярной съемки [3] и многократных наклонных съемок [4] путем точечной регистрации отражения (ЗП) α -твердого раствора в K_{α} -излучении на дифрактометре УРС-50 ИМ. Для определения параметра решетки образца, свободного от напряжений, пленка отделялась от подложки после растворения CaF_2 в 10% солянокислом гидролизине.

Из-за размытия линий точность определения внутренних напряжений в α -фазе по перпендикулярной съемке - ± 4 кг/мм², по рентгеногензометрическому методу - ± 3 кг/мм².

Пределы погрешностей измерения периодов решетки по линии (ЗП) α -фазы - $\pm 0,0005\text{Å}$, по линии (100) γ -фазы - $\pm 0,001\text{Å}$.

Интенсивность линий γ -фазы измерялась с точностью 10% при записи их самописцем.

Величина термических макронапряжений оценивалась по формуле [5]:

$$\sigma_T = \frac{E}{1-\mu} \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta t,$$

где E и μ - соответственно модуль Юнга и коэффициент Пуассона; $\Delta\alpha = \alpha_k - \alpha_n$ - разница коэффициентов термического расширения материалов конденсата и подложки; Δt - разность температур подложки во время конденсации и измерения.

Использованы значения упругих констант, полученные в [6] на пленках Cu , а именно: $E = 1,4 \cdot 10^4$ кг/мм²; $\mu = 0,30$. Вносимая при этом абсолютная ошибка не сказывается на общем ходе температурных кривых. В данной работе $\alpha_k = 17,6 \cdot 10^{-6}$ 1/град., $\alpha_n = 8 \cdot 10^{-6}$ 1/град. [3].

2. Результаты и обсуждение. На рис. 1 (а, б) приведены результаты измерения внутренних напряжений в пленках $Cu - Be$ двумя рентгеновскими методами в интервале t_n (100-350)°C (* - $\nu = 0,14 \mu/\text{мин}$; • - $\nu = 0,42 \mu/\text{мин}$). Во всех случаях напряжения растягивающие. Изменение их с температурой немонотонно. Сложный характер кривых говорит о суммарном действии ряда независимых механизмов. Такими механизмами в пленках могут быть структурный, термический, фазовый [2].

Рассмотрим роль каждого из них в различных интервалах температур конденсации.

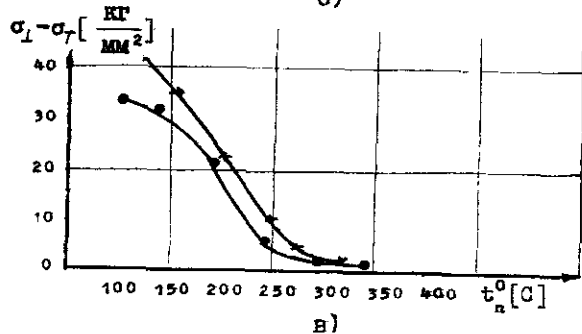
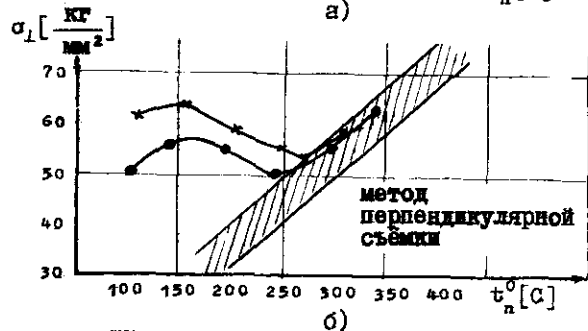
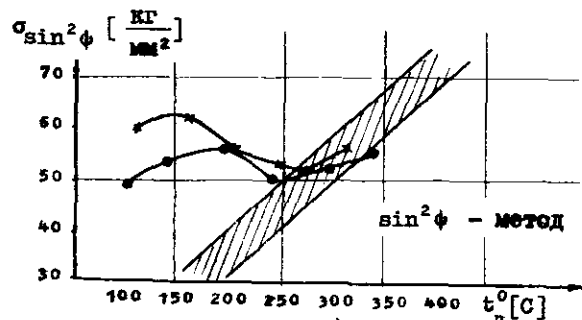


Рис. 1

а) параметра решетки α -твердого раствора в свободных от напряжений пленках;

б) весовой концентрации Be в α -твердом растворе, определенной по Вегарду;

в) максимума интенсивности линии (100) γ -фазы. В интервале $t_n \sim (100-200)^\circ\text{C}$ параметр решетки α -твердого раствора α_α (рис. 2, а) незначительно возрастает. В окрестности

Заштрихованные области на графиках - изменение с t_n рассчитанных по (I) термических напряжений σ_T с учетом погрешности измерения температуры $\pm 20^\circ\text{C}$ при напылении.

Разность экспериментально найденных значений напряжений и σ_T дает зависимость, изображенную на рис. 1, в. Видно, что выше $t_n \sim 250^\circ\text{C}$ действует один термический механизм. Для выяснения вклада структурной и фазовой составляющих в макронапряжения обратимся к анализу фазового состава пленок.

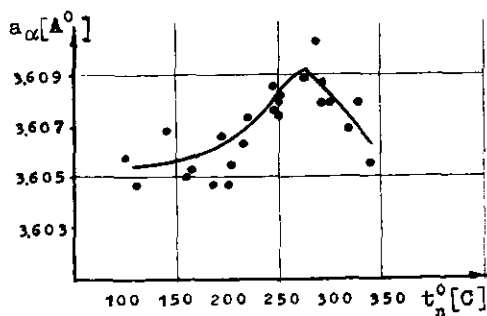
На рис. 2 приведены зависимости от t_n :

а) параметра решетки α -твердого раствора в свободных от напряжений пленках;

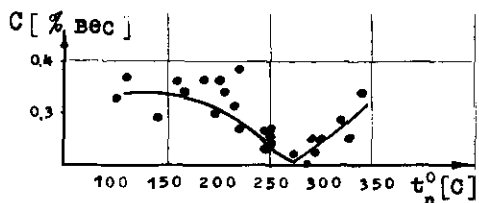
б) весовой концентрации Be в α -твердом растворе, определенной по Вегарду;

в) максимума интенсивности линии (100) γ -фазы.

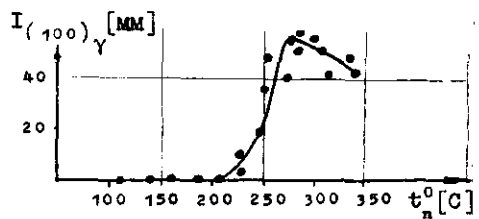
В интервале $t_n \sim (100-200)^\circ\text{C}$ параметр решетки α -твердого раствора α_α (рис. 2, а) незначительно возрастает. В окрестности



а)



б)



в)

Рис. 2

интенсивно по мере роста t_n . С другой стороны, имеется тенденция к уменьшению параметра в результате увеличения растворимости Be в Cu с ростом t_n . Полученное состояние фиксируется при комнатной t_n в результате быстрого охлаждения. Зависимость интенсивности линий γ -фазы от t_n подтверждает такое объяснение.

220°C рентгенографически отмечено появление линий γ -фазы. Дальнейшее повышение t_n приводит к интенсивному увеличению количества γ -фазы (рис.2,в) и вызывает существенное возрастание α_α до $t_n \sim 270^\circ C$. При $t_n > 270^\circ C$ α_α и интенсивность линий γ -фазы снижаются.

Растворимость Be в Cu с ростом температуры увеличивается [7]. Если бы при каждой t_n достигалось равновесное состояние, то следовало ожидать монотонного убывания α_α при возрастании t_n . Данные настоящего эксперимента противоречат этому. По-видимому, немонотонность изменения параметра вызвана наложением двух конкурирующих процессов. С одной стороны, в процессе конденсации образуется пересыщенный α -твердый раствор, который распадается все более

Предположим, что общее содержание Be в пленках не зависит от t_n , а в момент конденсации весь бериллий находится в α -фазе. В этом случае объемные изменения, сопровождающие распад пересыщенного α -твердого раствора, будут пропорциональны количеству выделившейся γ -фазы, и, следовательно, зависимость фазовых напряжений от t_n будет коррелировать с аналогичной зависимостью α_α . Поскольку изменения напряжений на рис.1,в носят совершенно иной характер, основной вклад в напряжения на участке до $t_n \sim 250^\circ C$, по-видимому, вносит структурный механизм, а не фазовый. Чтобы окончательно убедиться в этом, оценим максимально возможную величину фазовых напряжений, вычислив изменения объема при фазовых превращениях в системе медь-бериллий при $t_n \approx 270^\circ C$ (см.рис.2,а).

При данной температуре спектральный анализ обнаруживает в пленках 7,882 ат.% Be . При расчете предполагалось, что эта концентрация Be C_1 первоначально находилась в α -твердом растворе (соответствующее значение параметра, определенное по Вегарду, $\alpha_{\alpha 1} = 3,5824 \text{ \AA}$), а затем произошел распад при конденсации и образовался α -раствор с $C_2 = 1,39$ ат.% Be ($\alpha_{\alpha 2} = 3,6092 \text{ \AA}$) и γ -фаза с $\alpha_\gamma = 2,694 \text{ \AA}$ (экспериментальные данные).

После несложных выкладок, используя вышеприведенные значения $\alpha_{\alpha 1}$, $\alpha_{\alpha 2}$, α_γ , C_1 и C_2 , получаем, что в результате распада объем уменьшился на

$$\varepsilon_v = \frac{(C_2 - 50) \cdot \alpha_{\alpha 1}^3 - (C_1 - 50) \cdot \alpha_{\alpha 2}^3 - 2 \cdot \alpha_\gamma^3 (C_2 - C_1)}{\alpha_{\alpha 1}^3 \cdot (C_2 - 50)}$$

Линейная деформация ε_ℓ соответственно составляет

$$\varepsilon_\ell = \frac{1}{3} \varepsilon_v \approx 0,013 \%$$

а вызванные ею растягивающие напряжения не превышают 5 кг/мм².

Итак, фазовые напряжения действительно пренебрежимо малы. Характер кривой (рис.1,в) обусловлен только структурным механизмом.

Для выяснения влияния скорости конденсации на уровень макронапряжений в пленках партия, обозначенная точками на рис.1,в, напылена со скоростью, втрое превышающей скорость напыления других партий. Рисунок показывает, что кривые, полученные при различных скоростях напыления, близки по характеру изменения.

Видимо, скорость конденсации мало влияет на уровень макронапряжений.

Приведенные результаты позволяют сделать вывод о том, что зависимость макронапряжений от температуры конденсации в пленках бериллиевой бронзы обусловлена суммарным действием структурного и термического механизмов. Структурная составляющая напряжений важна до $t_n \sim 250^\circ\text{C}$, выше этой t_n проявляется действие только одного термического механизма. Роль фазовых напряжений мала во всем диапазоне t_n . Найдено, что скорость конденсации мало влияет на уровень макронапряжений и их температурную зависимость.

Автор благодарен Л.П.Шипиловой за предоставление результатов спектрального анализа и В.Ю.Пчелкину - за приготовление образцов.

Л и т е р а т у р а

1. SUGANO T., KAKEMOTO K. Mechanical stresses and strains in Si-SiO₂ interface and its influence on transistor's characteristics. - In: Mikroelektronik 2, Vortrage der 2 Mikroelektronik-Tagung des "Internationalen Elektronik-Arbeitskreises eV" (INEA), Munchen, R.Oldenbourg Munchen und Wien, 1966, Bd 24, N 26, S.311-343.

2. ФУКС М.Я. О механизме образования внутренних макронапряжений в вакуумных конденсатах. - "Изв. АН СССР, сер. физ.", 1967, т. 31, № 3, 422.

3. ГОФФМАН Р.У. Механические свойства тонких конденсированных пленок. - В кн.: Физика тонких пленок. т.3, М., "Мир", 1968, с.225-289.

4. ФУКС М.Я., ГЛАДКИХ Л.И. О некоторых особенностях рентгенографического метода измерения упругих напряжений. - "Заводская лаборатория", 1965, т. 31, № 8, с. 978.

5. ФУКС М.Я., БЕЛОЗЕРОВ В.В., БОЙКО Ю.Ф. О роли разных механизмов возникновения внутренних напряжений в конденсированных пленках. - "Физика металлов и металловедение", 1972, т.33, № 3, с. 571.

6. ФУКС М.Я., ПАЛАТНИК Л.С., ИЛЬИНСКИЙ А.И., БЕЛОЗЕРОВ В.В. Рентгенотензометрическое исследование анизотропии кристаллов. - "Физика твердого тела", 1967, т.9, № 3, с.761.

7. ХАНСЕН М., АНДЕРКО К. Структуры двойных сплавов. т. I, М., "Гос. научно-техн. изд-во литературы по черной и цветной металлургии", 1962, 608 с.

Поступила в ред.изд.отд.

28 декабря 1973 г.