

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  $450^{\circ}\text{C}$  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  $\pm 1.5$  до  $\pm 0.9$  atm, двухосный модуль упругости уменьшился на 24 GPa) за счет изменения структурных свойств материала (размер зерен увеличился почти в 2 раза, шероховатость увеличилась с  $76 \pm 4$  до  $4480 \pm 90$  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.

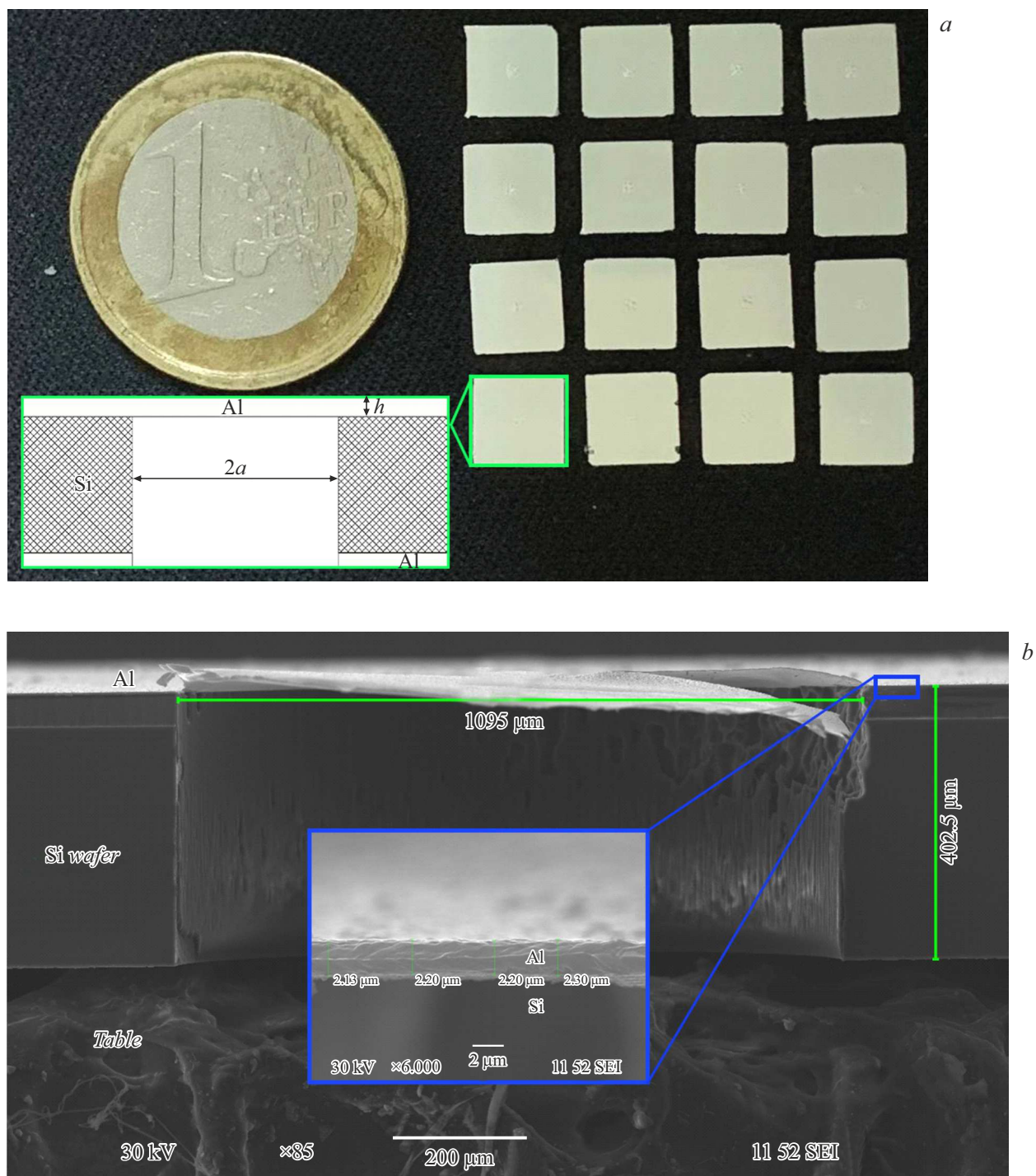
Известен ряд факторов, влияющих на механические свойства: эффект уменьшения толщины единичного слоя в многослойных структурах (при сохранении общей толщины) [3], изменение атомного соотношения между элементами в сплаве [4], уменьшение поверхностных дефектов [5], легирование материала пленки атомами другого 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  $180^{\circ}\text{C}$ , 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  $\mu\text{m}$ . Толщина мембраны алюминия равна  $2200 \pm 100$  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, а 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 среднее квадратичное 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-

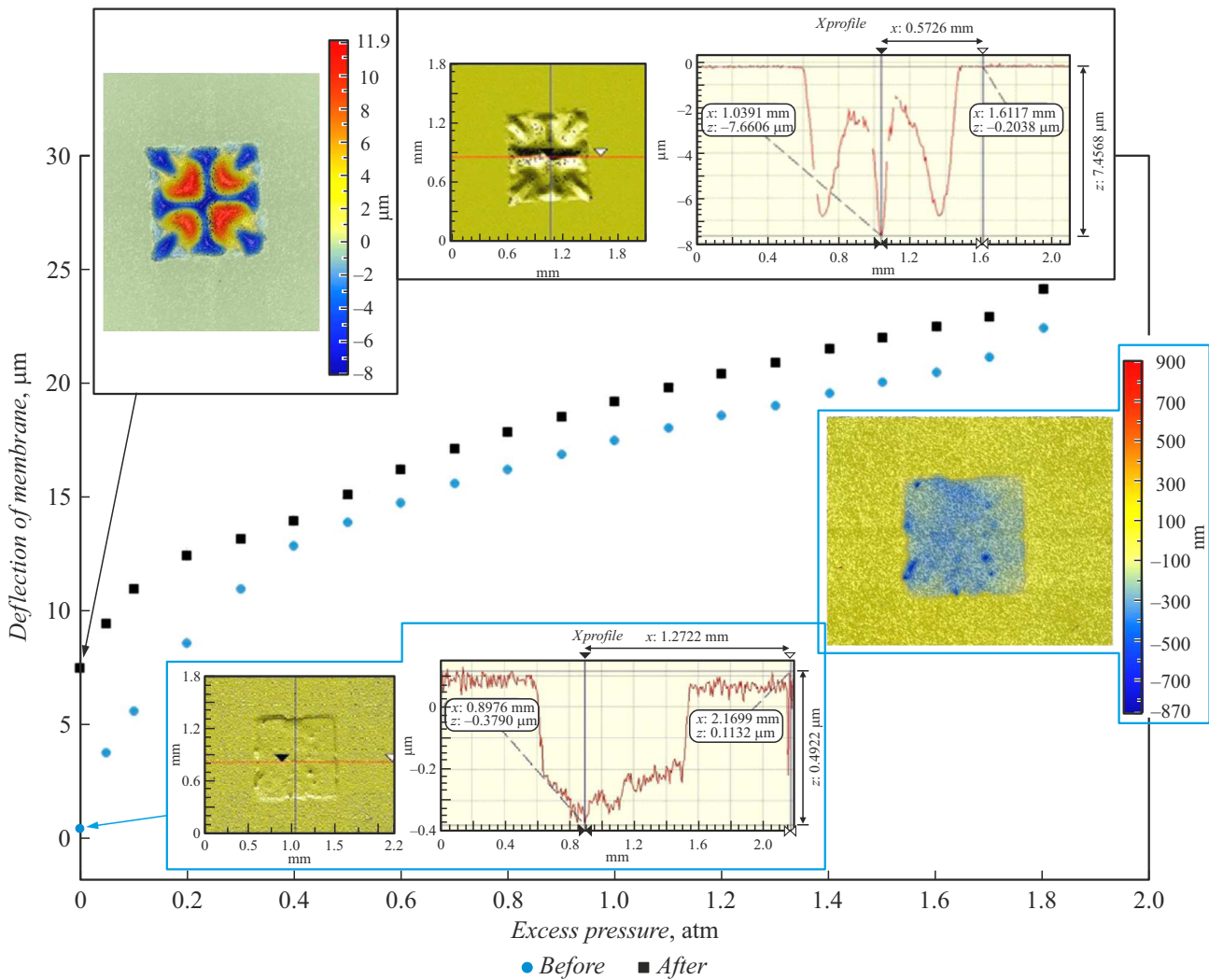


Рис. 2. Зависимость прогиба квадратной мембраны от избыточного давления до и после термообработки.

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.

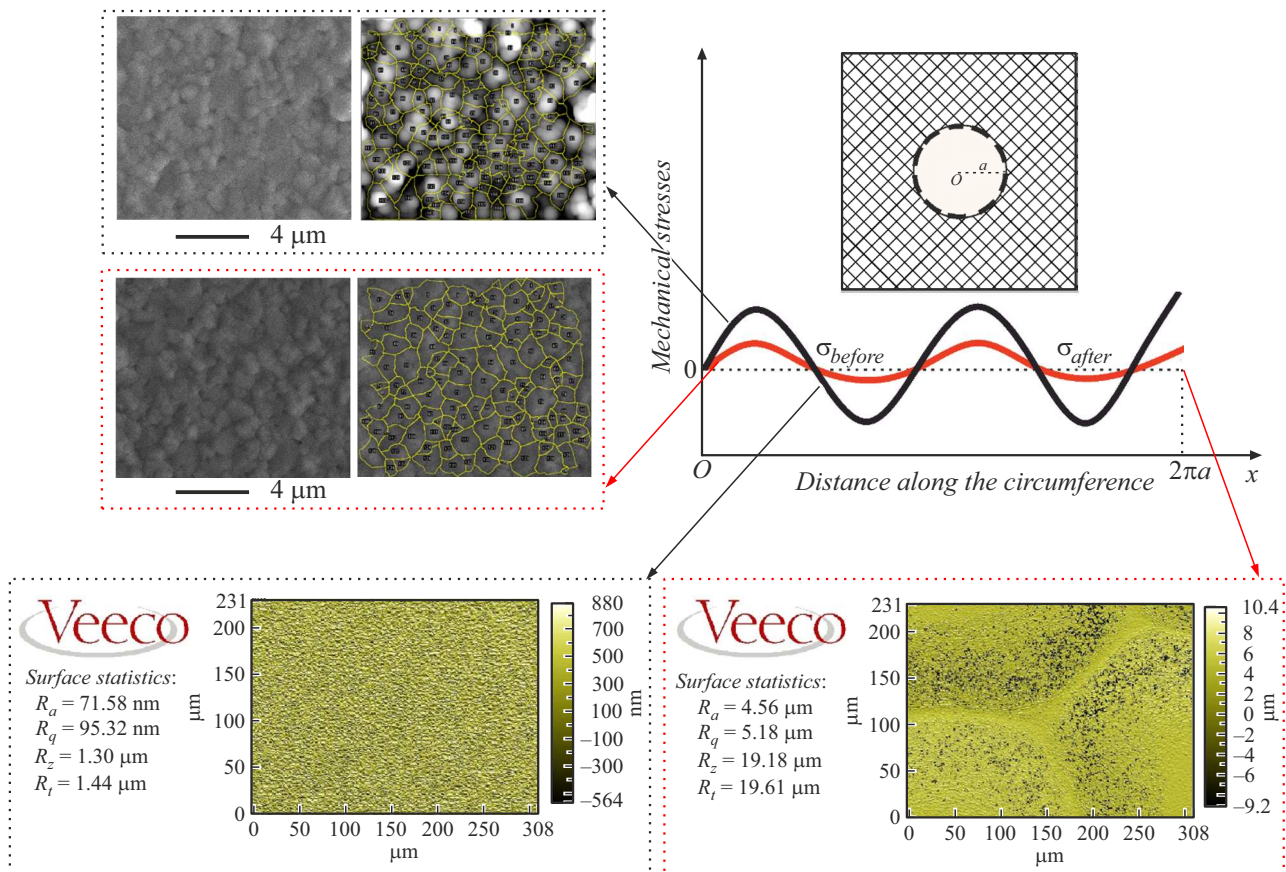
Причины изменения свойств материала мембраны после термообработки позволяет объяснить рис. 3, на котором представлены схематическое распределение механических напряжений по мембране и результат анализа размера зерен в программе ImageJ до и после термообработки, а также сравниваются данные по шероховатости 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	$\pm 1.5$	$\pm 0.9$	$\pm 0.74$	$\pm 0.7$	$\pm 0.78$	$\pm 0.59$
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  $E = 70$  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. Кушнарев, М.А. Махихорода, 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