

АНАЛИЗ МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ МИКРОРЕЛЬЕФА ПОКРЫТИЙ НА СТЕКЛЕ, НАНЕСЕННЫХ ИОННО-АССИСТИРОВАННЫМ ОСАЖДЕНИЕМ

Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники
г. Минск, Республика Беларусь

Богдевич П.С., Мойсейчик Е.С., Пшеничный Д.С., Холупко И.С.

Ташлыкова-Бушкевич И.И. – к.ф.-м.н., доцент

В настоящей работе были проведены исследования поверхностей тонких пленок сплава Al-1.0 ат. % Cr, полученных методом ионно-ассистированного осаждения. В процессе работы был разработан метод исследования данных образцов инструментами АСМ и алгоритм анализа конечных данных. Разработанный алгоритм был успешно применен для анализа изменения топографии поверхности образцов в зависимости от условий их получения.

Изучение структуры поверхности играет важную роль в понимании механизмов формирования свойств металлов и их сплавов. Так как поверхностный слой металлов имеет особое физико-химическое состояние, то его свойства (макро- и микроскопические) могут иметь значительные отличия в сравнении со свойствами его объемного образца. В связи с этим, всё больший интерес проявляется к исследованиям поверхностных свойств материалов, практическая значимость которых заключается в дальнейшей возможности получать материалы, свойствами поверхности которых можно управлять.

Исследование характеристик микроструктуры поверхности металла, особенно характеристик, определяемых вдоль вертикальной оси, требует соответствующих методов. Одним из перспективных вариантов является метод сканирующей зондовой микроскопии [1].

Основой метода сканирующей зондовой микроскопии является анализ топографии поверхности образца механическим зондом с размером острия порядка 10 нм. Выделяют три типа сканирующей зондовой микроскопии, имеющие свойственные им типы взаимодействия [1]:

- сканирующая туннельная микроскопия (электрическое взаимодействие);
- атомно-силовая микроскопия (механическое взаимодействие);
- магнитно-силовая микроскопия (магнитное взаимодействие).

В данной работе методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) исследовались особенности морфологии поверхности тонких пленок сплава Al-1.0 ат. % Cr, сформированных ионно-ассистированным осаждением. Универсальность метода АСМ, современного и высокоточного метода оценки качества поверхности изделий, достигается путем возможности наблюдения микроструктуры поверхности в естественных условиях эксплуатации: на воздухе и в жидкостях, а также метод АСМ является надежным инструментом для оценки шероховатости поверхности материалов, расширяя диапазон измерений до субнанометрового масштаба [1].

Эксперименты по ионно-ассистированному осаждению металлических пленок на стекло проводились с использованием вакуумного резонансного плазменно-дугового источника ионов при отсутствии ускоряющего напряжения и при $U=3$ кВ (вакуум 10^{-2} Па) [2]. В качестве электродов в установке использовался сплав Al-1.0 ат. % Cr. Время осаждения покрытий составляло 3, 6 и 9 ч (при $U=0$) и 10 ч (при $U=3$ кВ). Расчетная скорость осаждения покрытий составляла $\sim 0,1$ нм/мин. В соответствии с методикой предложенной Р. Sigmund [3] скорость «кристаллизации» (охлаждения каскадов) составила $10^{12}-10^{13}$ К/с.

Изучение топографии поверхности образцов и определение ее шероховатости было выполнено на атомно-силовом микроскопе NT-206 с использованием зондов CSC-38. Значение шероховатости поверхности (R_a) определялось по усредненным данным, полученным с 7 площадок размером 20×20 мкм², выбранных произвольным образом. Для типичных 2D-АСМ изображений фольг было выполнено построение профиля поверхности вдоль 11 горизонтальных линий, расположенных на расстоянии 2 мкм друг от друга, используя программу Surface Explorer [4] и были построены 11 соответствующих гистограмм распределения элементов рельефа поверхности по высоте. Далее по результатам усреднения для каждого 2D-АСМ изображения была построена результирующая гистограмма распределения структурных элементов поверхности по высоте и определена средняя высота неровностей профиля.

В качестве параметров, характеризующих шероховатость поверхности образца, были выбраны три величины: два «высотных» – R_a (среднеарифметическая шероховатость) и R_z (высота неровностей профиля) – и один «шаговый» параметр S (среднее значение шага между выступами) [5]. Для унифицированной оценки неоднородности твердой поверхности был рассчитан коэффициент $k = R_z/S$.

Как видно на рисунке 1а, все полученные гистограммы распределения средних измеренных высот и впадин рельефа поверхности исследуемой тонкой пленки унимодальны – имеют ярко выраженный максимум, обладают положительной асимметрией (большая доля рельефа приходится на выступы), связанной с островковым механизмом роста покрытия [6], и по форме практически повторяют гауссово распределение.

Согласно данным АСМ, нанесение пленки Al-1.0 ат. % Cr в беспотенциальном режиме ($U=0$) в течение трех часов приводит к увеличению значения R_a до 8.9 нм, что в 3.5 раза больше по сравнению с шероховатостью исходной стеклянной подложки. Увеличение времени нанесения покрытия с 3 до 9 ч приводит к росту шероховатости уже сформированной пленки до 21.6 нм при том, что на гистограммах мы наблюдаем снижение величины максимума и более равномерное распределение высот и впадин. Это объясняется тем, что на этапе $t = 3$ ч поверхность пленки характеризуется наличием мелких «островков» –

участков с большой высотой, но маленькой площадью, между которыми находятся участки с низкой высотой, рис.1а. К моментам времени $t = 6$ ч и $t = 9$ ч островки уменьшаются за счет заполнения пленкой участков между ними с увеличением высоты последних. Анализируя данные рисунка 1а, полученные при $U=3$ кВ, на этапе $t = 10$ ч ($R_a=19.8$ нм) установлено, что при подаче ускоряющего потенциала степень неоднородности поверхности значительно уменьшается при практически неизменном R_a , что хорошо согласуется с данными на рисунке 1б. Указанному режиму получения пленки соответствует минимальное значение параметра $k = 0.011$. Обнаруженное снижение величины параметра k в зависимости от условий ОПАСИ (режима и времени осаждения покрытий) свидетельствует, что параметр R_a не является в достаточной степени информативным, чтобы давать количественную оценку изменения высотных характеристик микрорельефа (топографии) поверхности в продольном направлении при осаждении покрытий.

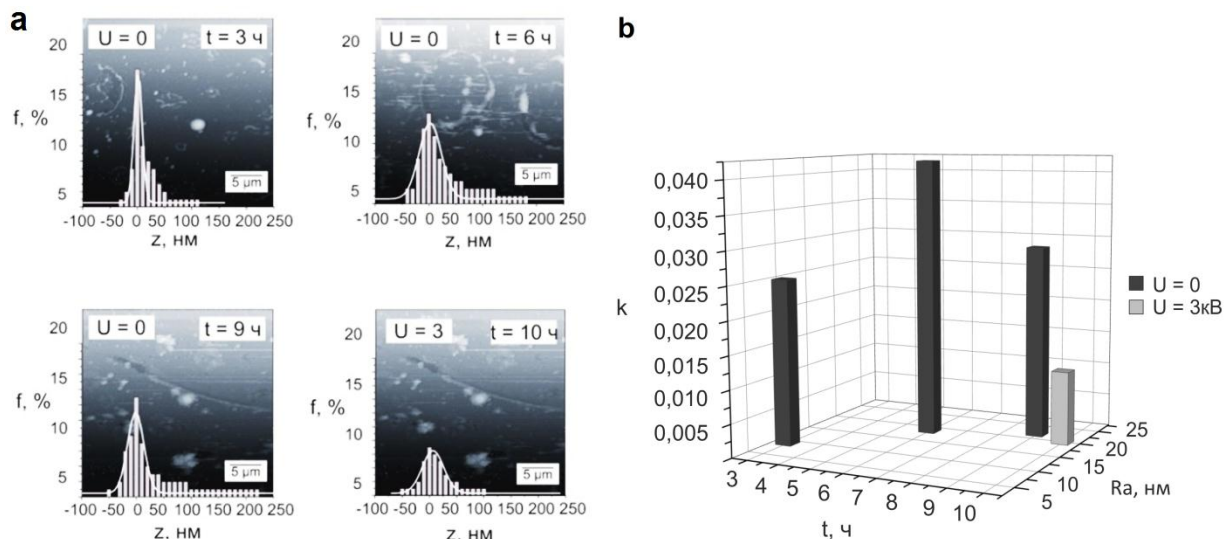


Рис. 1 – 2D - АСМ изображения топографии поверхности пленок сплава Al-1.0 ат. % Cr, нанесенных на стекло, в зависимости от условий осаждения и соответствующие гистограммы распределения высот и впадин рельефа поверхности (а); зависимость значений коэффициента k от параметра R_a и времени осаждения покрытия (б)

Рассчитанный нами параметр k как отношение R_z/S позволяет сразу же дать качественную оценку эволюции морфологических неоднородностей поверхности в зависимости от условий формирования покрытия и получить данные о количественном соотношении поперечной и продольной шероховатости изучаемого микрорельефа. Последнее имеет важное практическое значение для условий эксплуатации изделия. Поскольку шероховатость во многом определяет смачивающие свойства материалов, то важно знать, какая доля жидкой фазы в случае гидрофильных образцов проникает в углубления поверхности. Таким образом, можно сделать вывод, что коэффициент k является дополнительной количественной мерой степени неоднородности поверхности и может быть использован для контроля морфологических особенностей поверхности материалов с заданными служебными характеристиками.

Авторы благодарны Яковенко Ю. С. (БГПУ) за помощь при проведении экспериментов с использованием АСМ.

Список использованных источников:

1. Миронов, В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии / под ред. В. Л. Миронова. - Нижний Новгород: Институт физики микроструктур РАН, 2004. - 114 с.
2. Ташлыков, И. С., Белый, И. М. Патент РБ №2324. 1С1 ВУ, С23 С4/12. С4/18, С14/16. Офиц. бюл. гос. пат.ведом. 1, 30 (1999).
3. Sigmund, P. Energy density and time constant of heavy-ion-induced elastic-collision spikes / P. Sigmund // Appl. Phys. Lett. - 1974. - Vol. 25. - P. 169-171.
4. Официальный сайт ОДО «Микротестмашины». [Электронный ресурс]. – SurfaceExplorer. – Режим доступа: <http://microtm.com>. – Дата доступа: 20.03.2018.
5. Калинин, Б. А. Измерение топографии модифицированной поверхности материалов: Лабораторная работа / Б. А. Калинин, Н. В. Волков. - М.: МИФИ, 2008. - 32 с.
6. Фельдман, Л., Майер, Д. Основы анализа поверхности тонких пленок. – М.: Мир, 1989. – 344 с.