

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ И ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ В АМОРФНО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ТОНКИХ ПЛЕНКАХ CrSi_2 , ПОЛУЧЕННЫХ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ

А.С.Драненко, Л.А.Дворина

Институт проблем материаловедения им. И.Н.Францевича НАН Украины

Украина, 252680 Киев – 142, ул. Кржижановского, 3

тел. (044)444-25-31, факс (044)444-21-31, e-mail: dvor@ipms.kiev.ua

С помощью электронной микроскопии, на просвет и компьютерного анализа изучено линейные, объемные конфигурационные параметры микроструктуры тонких аморфно-кристаллических пленок CrSi_2 , состоящих из кристаллической и аморфной фаз. С ростом толщины пленки линейные размеры кристаллитов, их объемная доля увеличиваются, а среднее межчастичное расстояние и удельное число частиц уменьшается. При этом происходит эволюция микроструктуры от матричного до матрично-статистического типа, обусловлена явлениями рекристаллизации в процессе осаждения пленки, коалесценции дискретных островков кристаллитов и "спекания" контактирующих части

Введение

В последнее время проявляется большой интерес к исследованию и применению пленок CrSi_2 , который является базовым объектом при изучении сложных систем и твердых растворов на основе силицидов переходных металлов [1-4].

Известно, что в пленках, полученных распылением силицидной мишени CrSi_2 на подложку с температурой $T_n > 100^\circ\text{C}$ сосуществуют две фазы – аморфная и кристаллическая, образуя таким образом аморфно-кристаллическую структуру [2,3]. Вопросам количественной оценки объемных и линейных параметров фазовых составляющих, их толщинной зависимости до настоящего времени не уделялось достаточно внимания. С этой целью в работе [4] применен метод когерентного оптического Фурье – анализа, что позволило определить средний размер структурных неоднородностей, параметр, характеризующий распределение структурных неоднородностей по объему материала и параметр позволяющий судить о направлении преимущественной ориентации структурных неоднородностей определенного размера. К сожалению, в работе не совсем понятен физический смысл термина «структурные неоднородности»; а приведенные на рис. 2 этой статьи зависимости результатов исследования не имеют количественных обозначений.

Целью настоящей работы является изучение методами электронной микроскопии и компьютерного анализа изображений толщинной зависимости объемных и линейных параметров микроструктуры аморфно-кристаллических тонких пленок CrSi_2 .

Основная часть

Образцы получали ионно-плазменным распылением мишени при температуре подложки $T_n = 300^\circ\text{C}$ на установке описанной в работе [2]. Мишень приготовлена методом порошковой металлургии с использованием вакуумной технологии [3]. Для определения структуры пленки напыляли на монокристалл NaCl , снимали их с подложки в воде и просвечивали в электронном микроскопе типа "Тесла -540" с

напряжением 120кВ. Анализ микроструктуры проводили на фотографиях с помощью специализированного материаловедческого комплекса анализа изображений структур "SIAMS", представляющего собой систему ввода в компьютер, обработки и анализа изображений. Для случая тонких пленок наиболее полно отражают особенности роста частиц и формирования микроструктуры следующие характеристики: D_f – диаметр Фере, который является средней величиной проекций частиц для 64° направлений $\pi k/64$, $k = 0 \dots 63$, на это направление; Θ – объемная доля, вычисляется как отношение общей площади частиц фазы к площади окна измерений: $\Theta = S_p / S_o$; N_Θ – удельное число частиц, рассчитывается как отношение числа частиц к площади окна измерений: $N_\Theta = N / S_o$; L – средняя хорда частиц, рассчитывается как отношение объемной доли Θ к удельной поверхности частиц $L = 4\Theta/S_p$; t – среднее межчастичное расстояние, которое определяется выражением $t = 4(1-\Theta)/S_p$; F_c – фактор формы частиц определяется, как отношение периметра эквивалентного по площади круга к периметру частицы: $F_c = 2(\pi S)^{1/2} / P$, где S – площадь, P – периметр частицы. В работе приведено компьютерное изображение типичных микроструктур тонких пленок CrSi_2 различной толщины. Структура исследуемых пленок состоит из аморфной и кристаллической фазы. Кристаллическая фаза изображена черным цветом, аморфная – белым. При толщине пленки $d = 10\text{нм}$ отдельные кристаллиты беспорядочно распределены, а величины среднего диаметра Фере и средней эффективной хорды составляют соответственно $D_f = 20\text{ нм}$, $L = 15\text{ нм}$. В этом случае структурное состояние пленок можно характеризовать как ультрадисперсное. На рис. 1 приведены статистические гистограммы распределения диаметров Фере кристаллитов по размерам для пленок различной толщины. Увеличение толщины пленки приводит к появлению крупных кристаллитов, образованию цепочек, что на рис. 1 выглядит как вытягивание правой части гистограмм распределения. Толщинная зависи-

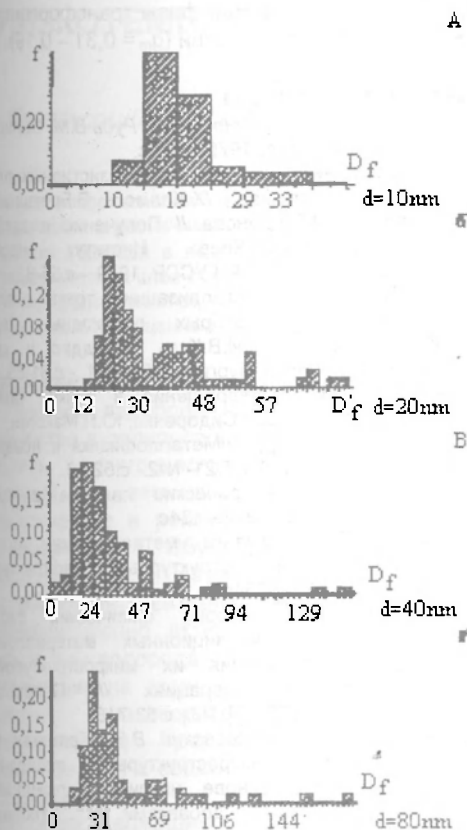


Рис.1. Статистические гистограммы распределения диаметров Фере для CrSi_2 пленок толщиной: а – $d = 10$ нм; б – $d = 20$ нм; в – $d = 40$ нм; г – $d = 80$ нм.

мость ряда других объемных и линейных параметров микроструктуры тонких пленок CrSi_2 приведена на рис. 2. Видно, что с ростом толщины пленки линейные размеры (средний диаметр Фере, средняя хорда) кристаллитов, их объемная доля увеличиваются, а среднее межчастичное расстояние и удельное число частиц уменьшаются. Укрупнение зерна происходит, по-видимому, вследствие рекристаллизации в процессе осаждения пленки, явления коалесценции (слияния) дискретных островков кристаллитов и "спекания" двух контактирующих друг с другом частиц [5,6]. При этом изменяется топология поверхности раздела фаз, что хорошо видно на изменении формы статистических гистограмм распределения фактора формы частиц, проявляющееся в вытягивании левой части гистограмм с увеличением толщины пленки.

Согласно структурной классификации, приведенной в работе [7], гетерофазные системы с точки зрения микроструктуры подразделяются на две большие группы: регулярные (упорядоченные) и нерегулярные (разупорядоченные). Топология поверхности раздела фаз определяет системы со структурой матричного и статистического (каркасного) типа.

Матричные и статистические структуры могут сосуществовать в каждой из этих групп. Реаль-

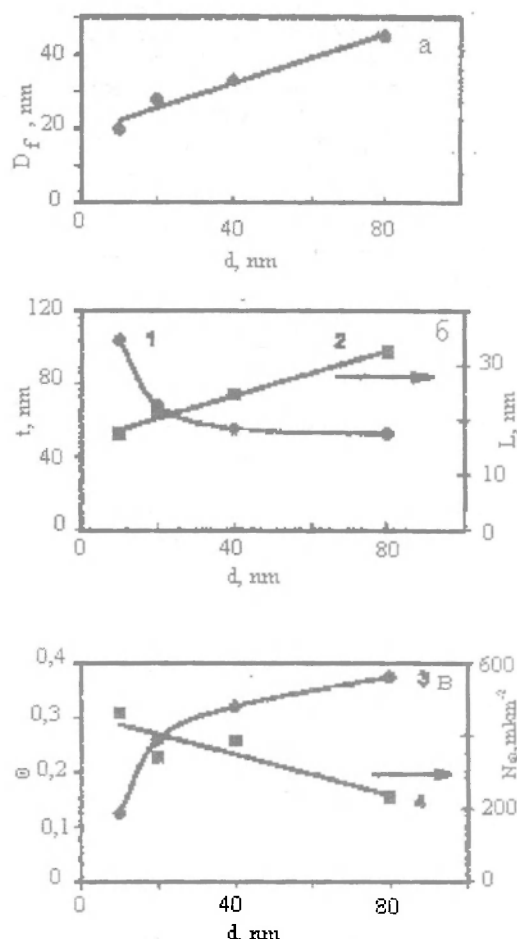


Рис.2. Зависимость параметров микроструктуры от толщины пленки: а – диаметр Фере; б – среднее межчастичное расстояние (кривая 1) и средняя хорда частиц (2); в – объемная доля частиц (кривая 3) и удельное число частиц (4).

ные системы могут иметь промежуточный характер между матричным и статистическим. Для характеристики таких систем введен структурный параметр как степень (доля) матричности – g_m . Рассматриваемые в работе пленки CrSi_2 могут быть модельным объектом для апробации этих теоретических представлений как случай двумерного квазикристаллического образца.

По указанной классификации микроструктура рассматриваемой аморфно-кристаллической тонкой пленки соответствует случаю двумерной модели двухфазной статистической смеси [7]. При этом если объемная доля 1 фазы в смеси $\Theta_1 \leq 0,14$, что соответствует микроструктуре пленки CrSi_2 толщиной $d=10$ нм статистическая смесь в преобладающей степени будет иметь матричный характер (фаза 1 – изолированное включение,

фаза 2 - физически непрерывная матрица). Автор отмечает, что при $\Theta_1 \geq 0,43$ система с вероятностью близкой к единице, приобретает структуру двух случайных взаимно-проникающих каркасов. При $0,14 < \Theta_1 < 0,43$ что в нашем случае имеют пленки в области толщин $d = (20 - 80)$ нм смесь носит промежуточный характер между матричным и каркасным. Количественно степень матричности определяется относительной долей межфазной поверхности и полной поверхности частиц выбранной фазы, например, кристаллической и зависит от параметров микроструктуры - объемной доли фаз Θ и соотношения размеров кристаллитов и аморфной фазы D_k/D_a [8]:

$$g_m = \Theta_k(1 - D_k/D_a) / (\Theta_k + \Theta_a D_k/D_a) \quad (1)$$

В качестве среднего размера аморфной фазы D_a приняты значения среднего эффективного межчастичного расстояния. Рассчитанные по (1) значения степени матричности близки между собой и лежат в диапазоне 0,31 - 0,19 для пленок толщиной $d = (20 - 80)$ нм соответственно.

Заключение

Таким образом, с ростом толщины пленки линейные размеры кристаллитов их объемная доля увеличиваются, а среднее межчастичное расстояние и удельное число частиц уменьшаются. В области малых толщин ($d = 10$ нм) микроструктура имеет матричный характер, а с увеличением толщины пленки в

направлении $20 \rightarrow 80$ нм характер распределения частиц кристаллической фазы трансформируется в матрично-статистический ($g_m = 0,31 - 0,19$).

Список литературы

1. Самсонов Г.В., Дворина Л.А., Рудь Б.М. Силициды. - М.: Металлургия, 1979. - 272с.
2. Изготовление и свойства резистивных пленок силицида хрома. /Х.Хелмс. В.Бретшнайдер, Г.Беддис. П.Богданова // Получение и свойства тонких пленок.-Киев: Институт проблем материаловедения АН УССР., 1979. - с.55-62.
3. Особенности кристаллизации тонких пленок дисилицидов некоторых переходных металлов./Л.А.Дворина. И.В.Кудь. Г.Беддис и др. // Порошковая металлургия.-1987.-№1. - с.81-85.
4. Структурные превращения в тонких пленках системы Cr-Si. / С.И.Сидоренко, Ю.Н.Макогон, В.А. Мохорт и др. //Металлофизика и новейшие технологии. - 1999. - Т.21- №2.- с.52-56.
5. Чопра К.Л. Электрические явления в тонких пленках.-М.: Мир.1972.- 434с.
6. Комник Ю.Ф. Физика металлических пленок. Размерные и структурные эффекты.-М.: Атомиздат, 1979.-264с.
7. Скороход В.В. Теория физических свойств пористых и композиционных материалов и принципы управления их микроструктурой в технологических операциях // Порошковая металлургия.- 1995.-№1/2.- с.53-718.
8. Скороход В.В. Петровский В.Я., Гетьман О.И. Особенности микроструктуры проводящих композитов на основе нитридов алюминия и кремния с добавками тугоплавких металлоподобных соединений переходных металлов//Modern ceramic materials and materials testing methods.-Krakow, 1996.-p.17-26.

DETERMINATION OF PARAMETERS AND EVOLUTION OF MICROSTRUCTURE IN CrSi_2 AMORPHOUS-CRYSTALLINE THIN FILMS, PRODUCTION BY ION-PLASMA SPUTTERING

A.S.Dranenko, L.A.Dvorina

Frantsevich Institute for materials Science Problems, Academy of science of Ukraine 3, Krzivanovsky str., Kiev, Ukraine Phone (044)444-25-31, Fax 444-0181, E-mail: Dvor@ipms.kiev.ua

Linears, volumes and configuration parameters of crystalline and amorphous phase of microstructure production on transmission electron microscope of CrSi_2 thin films are studied using computers analysis of image. Linears dimension of crystalline phase and its specific number are decrease with the growth of films thickness. Evolution of microstructure from matrix to matrix - statistic type is happen stipulate recrystallization effect in the process of film setting, coalescence isolated standing by crystalline and "caking" of contacting particles.