

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра материаловедения, технологии
и управления качеством

ЭМИССИОННЫЕ СВОЙСТВА ПЛЁНОК СПЛАВОВ SiAl

АВТОРЕФЕРАТ МАГИСТЕРСКОЙ РАБОТЫ

студента магистратуры 2 курса 2291 группы
направления 22.04.01 «Материаловедение и технологии материалов»,
профиль «Нанотехнологии, диагностика и синтез современных материалов»
института физики

Наумова Данилы Андреевича

Научный руководитель,
доцент, к.ф.-м.н., доцент

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

А.А. Сердобинцев

инициалы, фамилия

Зав. кафедрой,
д.ф.-м.н., профессор

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

С.Б. Вениг

инициалы, фамилия

Саратов 2023

Введение. Актуальность данной работы заключается в универсальности и удобстве термографического метода измерений. Особо стоит подчеркнуть, что все измерения проводятся бесконтактно. Для реализации метода потребовался только тепловизор, нагревательная плитка и специальное ПО для тепловизора. Анализ результатов измерений показывает, что погрешность измерений минимальна, таким образом, возможно применение данного метода в научной и производственной деятельности, в том числе, к более сложным структурам, таким, как композитные материалы или тонкие пленки. Тонкие пленки же используются в качестве упрочняющих, светоотражающих, проводящих и диэлектрических покрытий, что тоже говорит о значимости данных исследований, особенно с учетом применимости к определению состава сплавов. В ходе наших исследований рассматривается влияние соотношения компонент сплава на его коэффициент эмиссии и возникновение различных физических эффектов. Фактически мы покажем, что с помощью тепловизора можно различить сплавы с большим и меньшим содержанием кремния, не прибегая к химическому анализу и использованию более сложных методик, например масс-спектрометрии. Если говорить конкретно про сплав SiAl, то данный сплав, является перспективным, его возможно использовать в качестве материала для защитного экранирования в оборудовании связи 4G.

Инфракрасная термография – способ получения термограммы, изображения в инфракрасных лучах, на котором видно распределение температурных полей. Тепловизоры позволяют обнаружить излучение в инфракрасном диапазоне электромагнитного спектра, и на основе этого излучения создается изображение, на котором можно определить перегретые или переохлажденные места [1].

Тепловизор – устройство для наблюдения за распределением температуры исследуемой поверхности [2]. Распределение температуры отображается на дисплее в виде цветной картинки, где разным температурам соответствуют разные цвета.

Цель работы – исследование эмиссионных свойств тонкоплёночных покрытий сплавов кремний-алюминий с помощью термографического анализа.

Задачами работы являются:

- 1) проведение обзора и анализа литературы на тему термографического анализа и распределения температуры на поверхности материалов;
- 2) ознакомление с методикой измерений, использующей программное обеспечение тепловизора;
- 3) измерение коэффициента эмиссии тонкоплёночных образцов сплавов металл-полупроводник по упомянутой методике;
- 4) определение поверхностного сопротивления упомянутых образцов;
- 5) сопоставление полученных результатов с составом исследованных образцов;
- б) проведение анализа результатов измерений и расчёт их погрешности.

Дипломная работа занимает 51 страницу, имеет 28 рисунков и 3 таблицы.

Литературный обзор составлен по 23 информационным источникам.

В первой, обзорной по характеру, главе излагается история возникновения и виды различных тонкоплёночных покрытий.

Во второй главе описаны физические основы магнетронного распыления и принцип распыления мишени.

В третьей главе подробно описано устройство тепловизора и теоретическая база по термографическому анализу.

В четвертной главе приведены три различных метода определения коэффициента излучения объектов.

В пятой главе представлены экспериментальные результаты измерений коэффициента излучения, поверхностного сопротивления и химического состава образцов тонких плёнок.

Научная новизна исследований заключается в том, что был предложен новый метод определения состава тонких плёнок SiAl с помощью коэффициента излучения материалов с дальнейшим сопоставлением результатов с удельным поверхностным сопротивлением образцов.

Положения, выносимые на защиту, заключаются в том, что эмиссионные свойства тонких плёнок SiAl позволяют определить химический состав их поверхности без применения более сложных методов, а также изучать эффекты сегрегации компонент в поверхностных слоях.

Основное содержание работы

Напыление проводилось с помощью установки магнетронного распыления Angstrom Nextdep (Angstrom Engineering, Канада) с двумя 3-х дюймовыми магнетронными источниками. Тонкоплёночные образцы сплавов получались методом одновременного магнетронного распыления из двух источников. Один из магнетронов был укомплектован кремниевой мишенью, другой алюминиевой, так один магнетрон имеет источник питания постоянного тока, а другой переменного радиочастотного (13,56 МГц). Базовое давление внутри камеры составляло $1,3 \cdot 10^{-5}$ Торр, рабочее давление поддерживалось на уровне $1,3 \cdot 10^{-3}$ Торр. Аргон использовался в качестве рабочего газа.

Для измерений были взяты 22 различных образца из трех разных серий. В первой серии напыления проводили на подложках без дополнительного нагрева, во второй серии проводился нагрев подложки до 200°C, в третьей серии провели перестановку мишеней Al и Si, и поставили на магнетрон с питанием постоянным током Al, а на переменный Si, нагрев подложки не проводился.

В качестве оборудования для термографического анализа использовался тепловизор InfraTec VarioCam HD Head 880. Диапазон спектральной чувствительности данного прибора 7,5-14 мкм, разрешение по температуре 0,03°C при +30 °C. Лицензионная программа для мониторинга температуры исследуемого объекта с помощью тепловизора IRBIS 3.1 Plus. Нагревательная плитка с керамической рабочей поверхностью Ika C-MAG HP 10, необходимая для дальнейшего нагрева образцов и поддержания стабильной температуры.

Для проведения измерений необходимо учесть значение температуры окружающей среды [3]. На протяжении всего эксперимента значение было равно 26°C.

Для проведения эксперимента, была взята нагревательная плитка с керамической поверхностью, с помощью регулятора нагрева значение температуры было выставлено на 50°C , так как образцы необходимо подогреть выше комнатной температуры, вследствие чего изменения температуры в комнате, незаметны на фоне повышенной температуры образца, фактически таким путём мы уменьшаем случайные погрешности измерения истинной и измеряемой температуры. Для стабилизации температуры необходимо было подождать 5-7 минут. Затем брался образец, на который прикреплялся небольшой кусочек углеродного скотча, данный материал использовался в качестве температурного маркера для определения истинной температуры образца. В дальнейшем на каждый образец был прикреплен такой же маркер. После этого образец с маркером клался на нагретую керамическую плитку, после чего необходимо было дождаться нагрева и стабилизации температуры образца. Эмиссионная способность маркера принималась равной единице. Условность связана с тем, что в реальной жизни показателя единицы добиться невозможно [4-5]. Проверка стабилизации температуры образцов проверялась в программе IRBIS с помощью временного графика температуры, как только значение измеряемой температуры становилось постоянным, это означало, что температура образца стабильна, и можно проводить измерения.

Было проведено экспериментальное измерение коэффициента эмиссии тонкоплёночных образцов сплавов SiAl с помощью термографического метода измерений.

Пример измерения одного из образцов: истинная температура составила 77°C . На поверхности образца, наблюдаемая температура по 5 точкам составила 50°C . Среднее значение коэффициента эмиссии по значениям измерений было равно 0,432. Табличные значения коэффициентов эмиссии у алюминия – 0,11, кремния – 0,8 [3-5]. Стандартное отклонение равно 0,008. Доверительный интервал 0,007. Диапазон точности измеренного коэффициента эмиссии от минимума, до максимума равен 0,424-0,439. Дальнейшие измерения на остальных образцах проводились так же.

Содержание Al и Si в образцах определялось методом энергодисперсионного анализа с помощью сканирующего электронного микроскопа Tescan Mira II по пяти точкам на образце. Расчёты содержания алюминия и кремния проводились с помощью базового пакета программ Microsoft Office и Microsoft Excel. Далее находилось среднее значение состава пленки и сопоставлялось со значением коэффициента излучения.

С помощью четырехзондового метода [7] проводилось измерение поверхностного сопротивления каждого образца. Измерения проводились с помощью установки, состоящей из лабораторного блока питания от компании Tektronix PWS2326, лабораторного блока питания, микроамперметра Ф195, мультиметра Fluke 27II и лабораторной установки с вольфрамовыми зондами, расположенных в прямую линию на расстоянии 2 мм друг от друга.

Формула для расчёта поверхностного сопротивления для тонкой пленки 1 мкм представлена ниже:

$$\rho = \left(\frac{V}{I}\right) \cdot \left(\pi \cdot \frac{w}{\ln 2}\right) = \rho_s \quad (1)$$

где I – сила тока, V – разность потенциалов, w – толщина пластины, ρ – удельное сопротивление, ρ_s – поверхностное сопротивление.

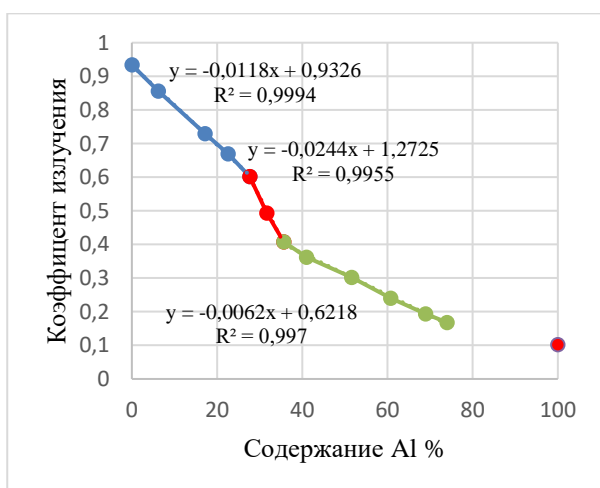


Рисунок 1 – График зависимости коэффициента излучения от содержания Al для 1-ой серии образцов

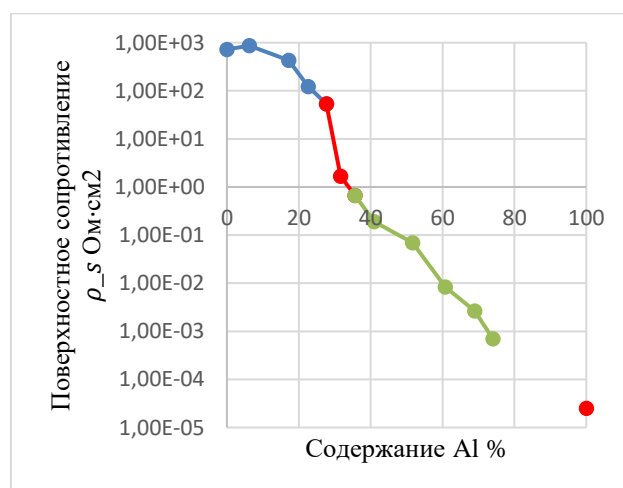


Рисунок 2 – График зависимости поверхностного сопротивления от содержания Al для 1-ой серии образцов

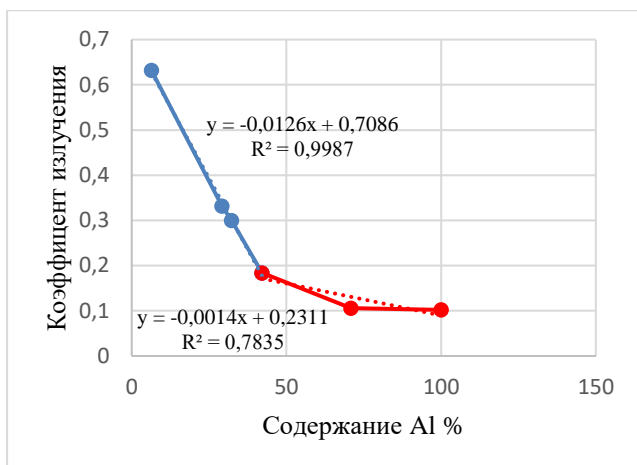


Рисунок 3 – График зависимости коэффициента излучения от содержания Al для 2-ой серии образцов

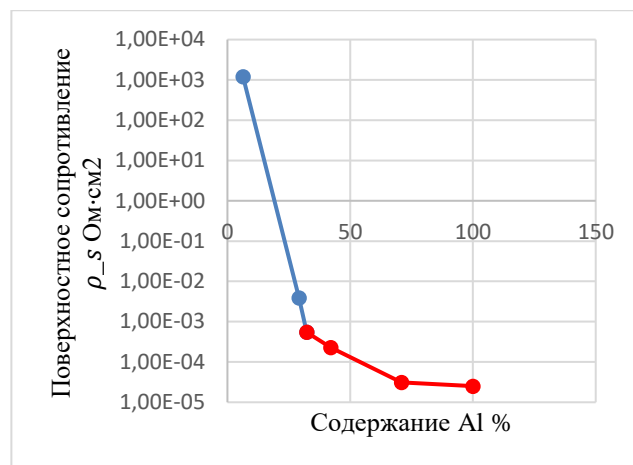


Рисунок 4 – График зависимости поверхностного сопротивления от содержания Al для 2-ой серии образцов

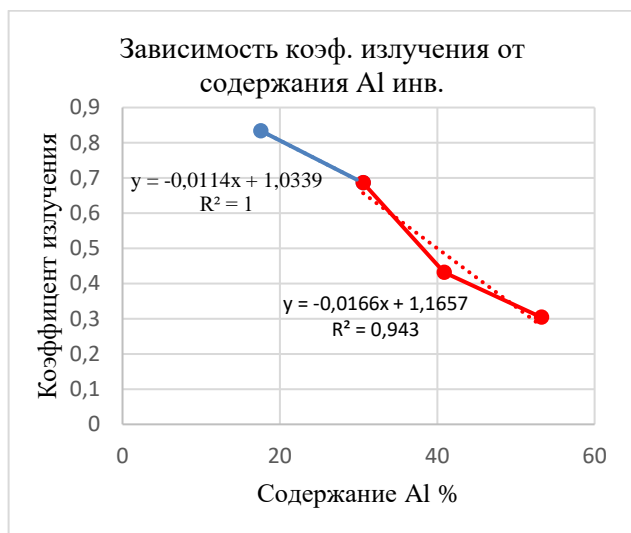


Рисунок 5 – График зависимости коэффициента излучения от содержания Al для 3-ей серии образцов

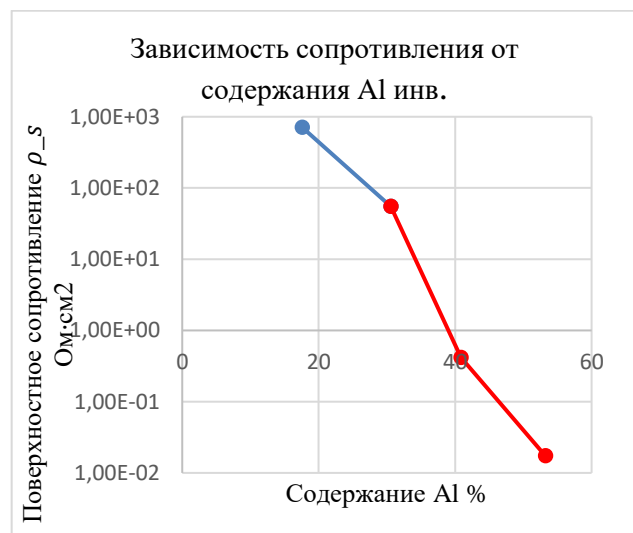


Рисунок 6 – График зависимости поверхностного сопротивления от содержания Al для 3-ей серии образцов

Во всех трех сериях в качестве исследуемых характеристик образцов были выбраны: коэффициент излучения, среднее содержание Al и поверхностное сопротивление пленки. На основе этих характеристик для всех серий были составлены графики зависимостей коэффициента излучения от среднего содержания алюминия представленные на рисунках 1, 3 и 5. Так же

были составлены графики зависимостей поверхностного сопротивления от содержания Al, представленные на рисунках 2, 4 и 6.

В первой серии образцов удалось найти линейную зависимость коэффициента излучения от содержания Al. Как видно из рисунка 1, коэффициент эмиссии линейно убывает, доходя до значений чистого алюминия. На участке, обозначенном синим цветом, плёнки, скорее всего, имеют однородное распределение атомов двух материалов. На данном графике есть участок переходного процесса, обозначенный красным цветом, что говорит нам о возможной сегрегации компонент материала [8]. Данный эффект связан с увеличением количества осаждающихся атомов Al [8]. На зелёном участке, скорее всего, произошёл процесс полной сегрегации компонент. Количество атомов Al ещё увеличилось за счёт увеличения мощности магнетрона, то же самое произошло с его содержанием в плёнке, вследствие чего образовался тонкий металлический слой, а атомы кремния, скорее всего, образовали плёнку под металлическим слоем на поверхности подложки. Поверхностное сопротивление образцов постепенно уменьшается и доходит до показателей проводящего покрытия [11], что можно наблюдать на графике, представленном на рисунке 2. Все участки на данном графике сопоставлены с данными графика, изображенного на рисунке 1.

Во второй серии образцов к подложке был применён дополнительный нагрев до 200°C. В данном случае, скорее всего, удалось добиться сегрегации компонент при меньшем содержании Al в образце [9]. В первом образце данной серии полной сегрегации достичь не удалось, скорее всего это связано с концентрацией атомов Al, она оказалась слишком низкой [9]. Возможно, при дополнительном нагреве, осаждённые атомы Al начали ускоренную миграцию по поверхности подложки. Эффект сегрегации можно наблюдать из графиков, представленных на рисунках 3 и 4. На рисунке 3 можно наблюдать, как образцы довольно быстро приблизились к коэффициенту излучения чистого алюминия. В это время поверхностное сопротивление подложек уменьшилось, и плёнки стали обладать проводящими свойствами [11]. В последнем образце

произошёл «скачок», и он приблизился по своим показателям к чистому алюминию, этот факт говорит о том, что произошла полная сегрегация компонент [9]. Последний образец из первой и второй серии практически равны по содержанию Al, коэффициенту излучения и порядку поверхностного сопротивления, что говорит об одинаковых эффектах, прямая корреляция двух методов видна из графиков на рисунках 3 и 4.

В третьей серии образцов была проведена инверсия магнетронных мишеней. На переменный ток поставили кремний, а на постоянный алюминий. При этом напыление проводили на подложку с температурой 25°C. В данном случае добиться полной сегрегации компонент не удалось.

На рисунке 5 присутствует два участка, на первом (обозначен синим цветом), судя по значениям коэффициента эмиссии и поверхностного сопротивления (рисунок 6), распределение атомов Al и Si равномерное по всей глубине плёнки [10]. Далее идёт переходный участок, обозначенный красным цветом, коэффициент эмиссии так же линейно убывает, как и поверхностное сопротивление, что можно заметить из графиков, представленных на рисунках 5 и 6. В данном случае интересно то, что последний образец схож с одним из образцов первой серии параметры которого практически идентичны. В образец из первой серии при содержании Al 51.62% коэффициент излучения был равен 0,304, а в данной серии содержание Al составило 53.24% и коэффициент эмиссии 0,302. Поверхностное сопротивление имеет одинаковый порядок, что говорит нам о прямой корреляции данных.

Таким образом, по результатам проведенных исследований, можно сказать, что эмиссионные свойства покрытий SiAl, изученные с помощью бесконтактного термографического метода измерений с помощью тепловизора, дают возможность изучить состав материала подложек с тонкими плёнками. Сопоставление результатов говорит нам о линейном характере изменений данных характеристик. Поверхностное сопротивление образцов, полученное в ходе экспериментов, свидетельствует о той же линейной динамике изменений в составе подложек. Как видно из графиков поверхностного сопротивления всех

трёх серий образцов, изображенных на рисунках 2, 4, 6, имеется прямая корреляция полученных значений коэффициента излучения и поверхностного сопротивления, которая является подтверждением взаимосвязи.

Заключение. Таким образом, был предложен оригинальный подход к контролю состава тонкоплёночных покрытий сплавов SiAl, полученных одновременным распылением из двух разных источников, с помощью коэффициента излучения материала, определённого бесконтактно, путём измерений с помощью тепловизора.

В ходе выполнения работы были получены следующие результаты:

1) выполнен обзор и анализ литературы на тему термографического анализа и распределения температуры на поверхности материалов;

2) проведено ознакомление с методикой измерений, использующей программное обеспечение тепловизора;

3) выполнено измерение коэффициента эмиссии тонкоплёночных образцов сплавов металл-полупроводник по упомянутой методике;

4) выполнено измерение поверхностного сопротивления упомянутых образцов;

5) полученные результаты сопоставлены с составом исследованных образцов;

6) проведен анализ результатов измерений и расчёт их погрешности;

7) исходя из полученных результатов, можно сказать, что взятый за основу термографический метод измерения оптимально подходит для измерения коэффициента эмиссии и температуры поверхности тонких плёнок сплавов, с его помощью была изучена зависимость между коэффициентом эмиссии и составом материала, что позволяет изучить эффекты сегрегации, а в дальнейшем станет возможным определять состав без применения других более сложных и дорогих методов измерения.

Таким образом, все задачи выполнены, а цель работы достигнута в полном объёме.

Список использованных источников

1 Термография [Электронный ресурс] // WIKIPEDIA [Электронный ресурс] : отраслевая энциклопедия / текст доступен по лицензии Creative Commons Attribution-ShareAlike; Wikimedia Foundation, Inc, некоммерческой организации. – Электрон. Дан. (1916023 статья, 7689001 страниц, 243436 загруженных файлов). – Wikipedia®, 2012-. – URL: <https://ru.wikipedia.org/wiki/Термография> (дата обращения: 15.05.2023). – Загл. с экрана. – Последнее изменение страницы: 17:05, 14 Августа 2022 года. – Яз. рус.

2 Тепловизор [Электронный ресурс] // WIKIPEDIA [Электронный ресурс]: отраслевая энциклопедия / текст доступен по лицензии Creative Commons Attribution-ShareAlike; Wikimedia Foundation, Inc, некоммерческой организации.– Электрон. Дан. (1916023 статья, 7689001 страниц, 243436 загруженных файлов). – Wikipedia®, 2012-. – URL: <https://ru.wikipedia.org/wiki/Тепловизор> (дата обращения: 15.05.2023). – Загл. с экрана. – Последнее изменение страницы: 17:05, 14 Августа 2022 года. – Яз. рус.

3 Rivindra, N. M. Emissivity Measurements and Modeling of Silicon-Related Materials: An Overview / N. M. Rivindra, B. Sopori, O. H. Gokse, S. X. Cheng, A. Shenoy, L. Jin, S. Abedrabbo, W. Chen, Y. Zhang // International Journal of Thermophysics. – 2001. – V. 22, № 5. – P. 1603.

4 Цветков, В. Б. Методика измерений оптических характеристик непрозрачных и полупрозрачных твердых тел в диапазоне температур до 1600°C / В. Б. Цветков, В. Ф. Серегин, А. А. Вебер, Ю. Н. Пырков, С. Я. Русанов // Труды института общей физики им. А. М. Прохорова. – 2014. – Т. 70. – С. 51.

5 Колючкин, В. Я. Тепловизионные приборы и системы / В. Я. Колючкин, Г. М. Мосягин. – М. : МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2000. – С. 15.

6 Таблица излучательной способности для различных материалов [Электронный ресурс] // Астена [Электронный ресурс] : [сайт]. – URL: astena.ru/izl.html (дата обращения: 25.06.2022). – Загл. с экрана. – Яз. рус.

7 Бурлаков, Р. Б. К вопросу об измерении удельного сопротивления проводящих слоёв четырехзондовым методом / Р. Б. Бурлаков, В. С. Ковивчак // Вестник Омского университета / Ом. гос. университет им Ф.М. Достоевского. – Омск, 2014. – № 2. – С. 59-68.

8 Serdobintsev, A. Atomic Segregation In Co-deposited Si-Al Coatings / A. Serdobintsev, A. Starodubov, V. Galushka, I. Kozhevnikov, A. Pavlov, N. Ryskin // 7-th Int. Congr. Of Energy Fluxes Radiat. Eff., IEEE. – 2020. – P. 533-537.

9 Serdobintsev, A. A. Gradient magnetron co-sputtered μ m-thick Al-Si films on dielectric substrates for operation in the millimeter-wave band / A. A. Serdobintsev, V. V. Galushka, I. O. Kozhevnikov, A. M. Pavlov, A. V. Starodubov // Appl. Phys. Lett. – 2021. – V. 119, № 161906. – P. 1-6.

10 Serdobintsev, A. A. Controlled autocrystallization in magnetron co-sputtered Si-Al films / A. A. Serdobintsev, V. V. Galushka, L. D. Volkovoynova, I. O. Kozhevnikov, E. S. Prokhozhenko, D. I. Artyukhov, N. V. Gorshkov, A. M. Pavlov, A. V. Starodubov // Vacuum. – 2022. – V. 203, № 111304. – P. 1-5.

11 Карташова, А. М. Зависимость электрического сопротивления плёнок сплавов алюминий-кремний от соотношения мощностей и типа питания магнетронных источников / А. М. Карташова, А. А. Сердобинцев, А. В. Стародубов, И. О. Кожевников, В. В. Галушка // Взаимодействие сверхвысокочастотного, терагерцового и оптического излучения с полупроводниковыми микро- и наноструктурами, метаматериалы и биообъектами : сборник статей девятой Всероссийской научной школы-семинара / под ред.: Ал. В. Скрипаля. – Саратов : Издательство «Саратовский источник», 2022. – С. 140-144.