

УДК 621.373

ИССЛЕДОВАНИЕ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ТОНКИХ ПЛЕНКАХ МОЛИБДЕНА В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ВРЕМЕНИ ОБЛУЧЕНИЯ АЗОТ-ВОДОРОДНОЙ ПЛАЗМОЙ

Чапланов А.М.¹, Щербакова Е.Н.²

¹Государственное научное учреждение «Физико-технический институт НАН Беларуси»
Минск, Республика Беларусь

²Белорусский национальный технический университет
Минск, Республика Беларусь

Введение. Методы обработки с использованием низко-температурной, в том числе химически активной плазмы широко используются для формирования материалов твердых и сверхтвердых материалов. Высокая твердость и низкая растворимость в покрытиях нитрида молибдена цветных металлов, таких как медь, делает их перспективными для нанесения упрочняющих покрытий на инструмент, применяемый для обработки цветных металлов и сплавов [1-2].

Кроме того, тонкие пленки нитридов тугоплавких металлов, в частности молибдена широко используются в микроэлектронике в качестве диффузионных барьеров, в том числе при замене традиционной алюминиевой металлизации на медную. Результаты измерения электрофизических параметров, проведенные четырехзондовым методом показали, что для металлизации на основе меди барьеры Mo_xN обеспечивают лучшую стабильность электрических параметров системы, чем барьерные слои молибдена [3]. Барьерные свойства пленок существенно зависят от способа их формирования. Поэтому разработка новых методов получения пленок нитрида молибдена, пригодных для использования в качестве диффузионных барьеров в интегральных схемах с высокой степенью интеграции, является в настоящее время весьма актуальной.

В данной работе проводилось исследование фазового состава пленок молибдена в зависимости от времени облучения азот-водородной плазмой с целью определения оптимальных режимов формирования нитрида молибдена.

Методика проведения исследований. Поликристаллические пленки молибдена толщиной 100 нм получали путем электронно-лучевого испарения в вакууме $4 \cdot 10^{-4}$ Па на свежесколотый кристалл NaCl при температуре подложки 100 °С. Затем пленки отделялись от кристаллов NaCl растворением последних в дистиллированной воде и помещались на молибденовые сеточки.

Полученные образцы подвергались обработке азот-водородной плазмой дугового разряда на установке УРМ3.279.026. Температура на поверхности пленок измерялась с помощью хромель-алюмелевой термопары с точностью ± 5 °С. Давление газа в рабочей камере контролировалось посредством вакуумметра ВИТ-2. Исследования фазового состава проводились на электронном микроскопе JEM-200 CX.

Для изучения закономерностей формирования нитрида молибдена в зависимости от времени плазменной обработки осуществляли облучение пленок молибдена при постоянных температуре 500 °С и давлении азот-водородной смеси 4,0 Па в течение 5, 10 и 15 минут.

Результаты исследований. Как показали исследования структуры и фазового состава, исходная пленка является поликристаллической и состоит из мелких зерен молибдена (рис. 1). Расчет электронограмм от пленок, облученных азот-водородной плазмой в течение 5 минут, свидетельствует о начале формирования фазы нитрида молибдена с малым содержанием азота $\gamma-Mo_2N$ (таблица 1). На электронограмме присутствуют кольца, принадлежащие как молибдену, так и Mo_2N .

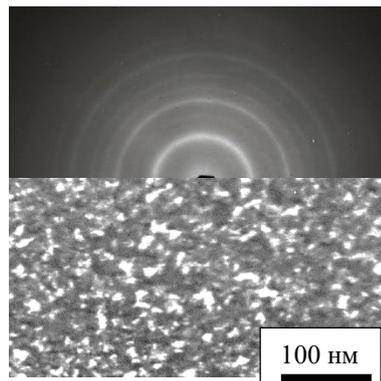


Рисунок 1 – Электронограммы и микрофотографии исходных пленок молибдена

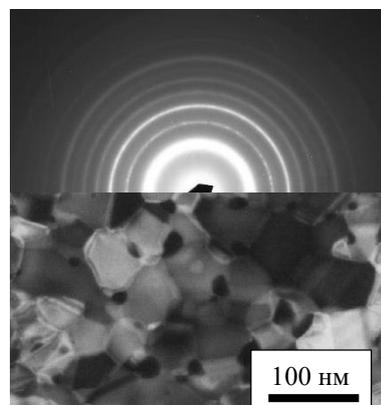


Рисунок 2 – Электронограммы и микрофотографии пленок молибдена после облучения азот-водородной плазмой в течение 10 минут при температуре 500 °С

Таблица 1 – Зависимость фазового состава пленок молибдена от времени обработки азот-водородной плазмой

d, нм	hkl	Исходные пленки	Время обработки, минут		
			5	10	15
0,240	111	-	-	Mo ₂ N	Mo ₂ N
0,223	110	Mo	Mo	-	-
0,209	200	-	Mo ₂ N	Mo ₂ N	Mo ₂ N
0,157	200	Mo	Mo	-	-
0,147	220	-	Mo ₂ N	Mo ₂ N	Mo ₂ N
0,128	211	Mo	Mo	-	-
0,126	311	-	-	Mo ₂ N	Mo ₂ N
0,120	222	-	Mo ₂ N	Mo ₂ N	Mo ₂ N
0,111	220	Mo	Mo	-	-
0,104	400	-	-	Mo ₂ N	Mo ₂ N
0,099	310	Mo	Mo	-	-
0,096	331	-	-	Mo ₂ N	Mo ₂ N
0,092	420	-	Mo ₂ N	Mo ₂ N	Mo ₂ N

Примечание: hkl – индексы Миллера; d – межплоскостные расстояния

Увеличение времени обработки до 10 минут приводит к формированию монофазной пленки нитрида молибдена (рис. 2). Дальнейшее увеличение времени облучения до 15 минут не вызывает изменения фазового состава пленок (таблица 1).

Таким образом, облучение тонких пленок молибдена азот-водородной плазмой при температуре 500 °С, давлении азот-водородной смеси 4,0 Па и времени воздействия плазмы 10-15 минут приводит к формированию монофазных пленок нитрида молибдена Mo₂N. Это вызвано диффузией и активным взаимодействием с молибденом ионов азота, образовавшихся в плазме в результате диссоциации молекул.

Роль ионов водорода сводится к подавлению окисления. Благодаря их присутствию компенсируется влияние на фазовый состав пленок кислорода, адсорбированного пленкой молибдена при осаждении и содержащегося в остаточных газах.

В условиях эксперимента энергетически возможна диссоциация азота в результате диссоциативной рекомбинации молекулярных ионов азота и прямой диссоциации молекул азота электронным ударом. Поэтому у поверхности облучаемых образцов наряду с ионами присутствуют также атомы и молекулы азота N и N₂ и, по-видимому, также вносят свой вклад в образование нитрида молибдена. Однако роль нейтральных частиц не является определяющей в условиях эксперимента. Это объясняется тем, что скорость диффузии ионов азота в тугоплавких металлах на порядок выше скорости диффузии атомов. Диффузия ионов и атомов азота происходит преимущественно по границам зерен, так как исходные пленки являются мелкодисперсными.

Выводы. В результате проведенных исследований было установлено, что оптимальным режимом для формирования пленок нитрида молибдена Mo₂N является 10-минутное облучение азот-водородной плазмой при температуре 500 °С и давлении азот-водородной смеси 4,0 Па.

Полученные результаты свидетельствуют о перспективности использования низкотемпературной азот-водородной плазмы дугового разряда для формирования тонких пленок нитрида молибдена Mo₂N.

Литература

1. Василенко Н.А., Гончаров В.В. Улучшение поверхностных механических характеристик прокатного инструмента методом ионной имплантации// Международный научный журнал «Интернаука». – 2017. – № 5 (27). – С. 67–70.
2. Шулаев В.М., Андреев А.А. Высокотвердые наноструктурные Mo-N покрытия / Вестник Харьковского национального университета. – 2006. – № 33. – С. 57–59.
3. Diffusion barrier performances of direct current sputter-deposited Mo and Mo_xN films between Cu and Si / Y. He [et al.] // J of Crystal Growth. – 2004. – Vol. 263, № 1–4. – P. 203–207.

615.47:616.074

ИССЛЕДОВАНИЕ МОРФОЛОГИИ И ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА МОЧЕВЫХ КАМНЕЙ В ОРГАНИЗМЕ ЧЕЛОВЕКА

Анисович А.Г.¹, Залесский В.Г.¹, Маркевич М.И.¹, Малышко А.Н.¹, Щербакова Е.Н.²

¹Государственное научное учреждение «Физико-технический институт НАН Беларуси»

Минск, Республика Беларусь

²Белорусский национальный технический университет

Минск, Республика Беларусь

Введение. Разработка новых методов лечения (химическое или механическое воздействие) мочекаменной болезни основывается на знании состава и структуры камней [1, 2]. Специфика строения мочевого камня требует исследования элементного состава не только камня в целом, но и отдельных его областей и участков.

Цель работы – проведение комплексного исследования состава и строения почечных

камней с использованием современных физических методов.

Методика проведения исследований. Исследование морфологии поверхности мочевого камня было произведено на сканирующем электронном микроскопе MIRA 3 LMN, оснащенный катодом Шоттки высокой яркости в качестве источника электронов (разрешение (In-Beam SE) – 1 нм при 30 кВ, 2 нм при 3 кВ, разрешение (SE