

УДК 539.216.2

1.3.8 – Физика конденсированного состояния (технические, физико-математические науки)

Получение и исследование плёнок нитрида алюминия

Р. М. Закирова¹, Н. А. Прошутин¹, И. В. Федотова¹, А. С. Алалыкин^{1,2}, П. Н. Крылов¹

¹ Удмуртский государственный университет, Россия, 426034, Ижевск, ул. Университетская, 1/1

² Удмуртский федеральный исследовательский центр УрО РАН, Россия, 426067, Ижевск, ул. Т. Барамзиной, 34

Аннотация. Проведено исследование пленок нитрида алюминия, полученных методом реактивного ВЧ магнетронного напыления с сопутствующей ионно-лучевой обработкой на подложках из кварца, стекла, алюминия и стали. Выявлено влияние интенсивности ионно-лучевой обработки на скорость роста пленок, оптические и механические свойства. Рентгенофазовый анализ полученных пленок показал, что пленки нитрида алюминия являются рентгеноаморфными. Пленки нитрида алюминия обладают высокой прозрачностью. Энергодисперсионный анализ пленок на подложках стали и алюминия показал рост концентрации азота с увеличением тока ионно-лучевой обработки.

Ключевые слова: пленки нитрида алюминия, реактивное магнетронное напыление, сопутствующая ионно-лучевая обработка.

✉ Раушания Закирова, e-mail: ies@udsu.ru

Production and investigation of aluminum nitride films

Raushaniya M. Zakirova¹, Nikolay A. Proshutin¹, Irina V. Fedotova¹, Alexander S. Alalykin^{1,2}, Petr N. Krylov¹

¹ Udmurt State University (1, Universitetskaya St., Izhevsk, 426034, Russian Federation)

² Udmurt Federal Research Center UB RAS (34, T. Baramzina St., Izhevsk, 426067, Russian Federation)

Summary. Aluminum nitride films were produced on substrates of quartz, glass, aluminum and steel by reactive RF magnetron sputtering and ion-beam processing. The thickness of aluminum nitride coatings decreases with increasing current of ion-beam processing from 1700 to 650 Å. According to the energy dispersive analysis of films on steel and aluminum substrates, the nitrogen concentration increases with increasing current of ion-beam treatment. The X-ray phase analysis of the resulting films has shown that aluminum nitride films are X-ray amorphous. Aluminum nitride films are highly transparent. An increase in the refractive index of the films from 1.74 to 1.80 (for wavelength $\lambda = 586$ nm) and band gap from 5.32 to 5.61 eV with increasing current of ion-beam treatment was revealed. The band gap and refractive index values correlate satisfactorily with the literature data for aluminum nitride. Electron and atomic force microscopy has shown that aluminum nitride films are homogeneous and smooth. Roughness decreases with the introduction of ion-beam processing. It is found that the microhardness of the films deposited on aluminum substrates has increased by a factor of 1.5, and a 2.2 fold increase has been observed for the microhardness of the films deposited on steel substrates t. The maximum increase in microhardness is observed at the current of ion-beam processing of 40 mA.

Keywords: aluminum nitride films, reactive magnetron sputtering, accompanying ion-beam processing, refractive index, band gap.

✉ Raushaniya Zakirova, e-mail: ies@udsu.ru

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время активно ведутся разработки фотоприемных устройств для различных областей спектра электромагнитного излучения. Огромное внимание при этом уделяется приемникам, чувствительным в ультрафиолетовой области. Основными материалами в оптоэлектронике для реализации подобных структур являются широкозонные нитриды и их твердые растворы, состав которых выбирается в зависимости от требуемого спектрального диапазона.

Нитрид алюминия (AlN) прямозонный полупроводник с шириной запрещенной зоны ~ 6 эВ, являющийся перспективным материалом для создания оптических устройств ультрафиолетового диапазона. Попытки создания многослойных фотоприемников (сэндвич структур) наталкиваются на ряд проблем, основными из которых являются обеспечение сплошности и однородности тонких пленок AlN на неориентированных подложках. Тем не менее, в последние время акцент исследований смещается в сторону многослойных структур, позволяющих реализовать активные фотоприемники с большим коэффициентом усиления при существенном упрощении их технологии [1].

Следует отметить, что тонкопленочные покрытия из нитрида алюминия можно использовать в качестве упрочняющих износостойких покрытий для повышения срока службы режущего инструмента [2].

Развитие технологий нанoeлектроники предъявляет все более возрастающие требования к точности контроля толщины и структуры выращиваемых слоев в наногетероструктурах. Среди методов синтеза тонкопленочных покрытий AlN, таких как физическое и химическое осаждение, особого внимания заслуживают методы магнетронного распыления и азотирования поверхностей. Качественные тонкопленочные покрытия нитрида алюминия получают ВЧ магнетронным распылением.

Возможность получать тонкие пленки при низких температурах и проводить послойный синтез новых структур; варьировать энергию осаждаемых атомов, и, следовательно, их подвижность на поверхности, преимущественно отличает магнетронное осаждение от азотирования.

Добавление сопутствующей ионно-лучевой обработки в процесс создания пленок высокочастотным магнетронным напылением приводит к увеличению прочности и плотности пленок, уменьшению шероховатости поверхности. При таком процессе нанесения пленки практически гарантированно будут текстурированными. В них будет одновременно увеличиваться пропускание света и электропроводность.

Целью настоящей работы являлось получение пленок нитрида алюминия методом реактивного ВЧ магнетронного напыления с сопутствующей ионно-лучевой обработкой.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

За основу установки напыления пленок нитрида алюминия использовали камеру и откачной агрегат серийной установки вакуумного напыления УРМ с двумя смотровыми окнами, находящимися на одном уровне, что позволило вставить в одно смотровое окно – магнетрон, в противоположное окно – ионный источник Радикал М-100. Вертикально расположенные внутри вакуумной камеры подложкодержатели с помощью двигателя могут вращаться с регулируемой скоростью и, таким образом, проходить поочередно зоны разряда магнетрона и воздействия ионного источника.

Для создания вакуума использовали двухступенчатую систему откачки на базе форвакуумного и паромасляного насосов. Предельный вакуум в камере соответствовал $5.6 \cdot 10^{-3}$ Па.

Тонкие пленки нитрида алюминия получали ВЧ магнетронным распылением алюминиевой мишени чистотой 99.9 %. Питание магнетрона осуществляли ВЧ-генератором с рабочей частотой 13.56 МГц и выходной мощностью 300 Вт.

Нанесение пленок нитрида алюминия проводили в газовой смеси аргона с азотом. Процентное содержание азота (60 об. %) в газовой смеси контролировали посредством газовой панели блока управления подачи газа АВ-2201 "Avaks" и газовой панели АВ-4202 "Avaks". Давлением в камере управляли блоком управления откачкой АВ2107 "Avaks", системой измерения вакуума. Напуск рабочей смеси производили через ионный источник Радикал М-100. Ионный источник использовали для проведения дополнительной обработки ионами аргона и азота поверхности растущих плёнок.

Также ионный источник использовали для финишной очистки подложек перед напылением в рабочей смеси (аргона и азота) при давлении 10^{-1} Па, напряжении ионного источника 1.5 кВ и токе разряда 100 мА.

Подложкодержатели с подложками нагревали до 300 °С с помощью разработанной нагревательной системы, питание которой обеспечивали выпрямителем с пределом выходного тока 30 А. Температуру измеряли с помощью хромель-алюмелевой термопары, укрепленной на держателе образцов.

Подложками служили алюминий АМг5 (Al), сталь 12Х1МФ (Steel), кварц и стекло. В качестве подложек алюминия и стали использовали брусочки размерами 10×5×15 мм, поверхность которых шлифовали, полировали и травили. Механическую обработку

проводили на шлифовально-полировальном станке Полилаб.

Напыление тонких пленок нитрида алюминия проводили в 5 режимах, время процесса было постоянным 6 ч. Режимы получения покрытий нитрида алюминия методом реактивного ВЧ магнетронного напыления: падающая мощность 400 Вт, отраженная мощность 30 Вт, температура конденсации 300 °С. Режимы сопутствующей ионно-лучевой обработки: ток разряда ионного источника 10 мА (напряжение 350 В), 20 мА (400 В), 30 мА (500 В) и 40 мА (600 В). Также были приготовлены образцы при данных режимах без ионно-лучевой обработки.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Толщину свежесажженных покрытий нитрида алюминия на свидетеле-стекле определяли интерференционным методом (МИИ-4).

Морфологию поверхности покрытий из нитрида алюминия и элементный состав исходного алюминия и стали, полученных пленок нитрида алюминия на Al и стали исследовали на сканирующем электронном микроскопе, оснащенный энергодисперсионным спектрометром (FEI Inspect S50).

Рентгенофазовый анализ проводили на установке ДРОН-6. Дифрактограммы получены методом съемки по точкам с использованием $\text{Co-K}\alpha$ излучения ($\lambda = 1.7902 \text{ \AA}$) в диапазоне брэгговских углов $20 - 155^\circ$ с шагом сканирования 0.1° и временем набора импульсов в точке 5 с.

Получение спектров пропускания и отражения пленок на кварцевых подложках проводили в диапазоне 190 – 1100 нм (спектрофотометр СФ-56).

Шероховатость поверхности полученных покрытий AlN на стеклянных подложках определяли методом атомно-силовой микроскопии (исследовательский комплекс Centaur U HR). Съемку вели при сканировании в полуконтактном режиме на воздухе, в условиях комнатной температуры. В результате были получены изображения поверхности с размером площади сканирования (скана) 10×10 мкм. Компьютерную обработку АСМ-изображений, определение статических величин параметров поверхности проводили с помощью программы Gwiddion.

Микротвердость образцов алюминия и стали с покрытиями из нитрида алюминия определяли методом Виккерса (ПМТ-3) по восстановленному отпечатку от индентора. Время выдержки под нагрузкой составляло 10 с. Измерения диагоналей отпечатков осуществлялось не менее 4 раз с помощью фотоэлектрического окулярного микрометра. Микротвердость и диагонали отпечатков определялись при нагрузках, прикладываемых к индентору, в пределах 1.0 ... 10.0 Н.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Наибольшая толщина пленок нитрида алюминия (табл. 1) получена без ионно-лучевой обработки – 1700 Å. С возрастанием интенсивности ионного пучка толщина пленки уменьшается. Это можно связать с увеличением скорости травления растущей пленки ионами азота и аргона при увеличении интенсивности ионного пучка.

Таблица 1. Режимы ВЧ реактивного магнетронного напыления пленок нитрида алюминия

Table 1. Modes of high-frequency reactive magnetron sputtering of aluminum nitride films

№	I , mA	d , Å
1	0	1700
2	10	1550
3	20	1150
4	30	900
5	40	650

I – ток ионной обработки / ion treatment current;
 d – толщина пленок нитрида алюминия / aluminum nitride film thickness

Сканирующая электронная микроскопия. На рис.1 и 2 представлены микроизображения морфологии поверхности пленок нитрида алюминия на подложках из алюминия и стали.

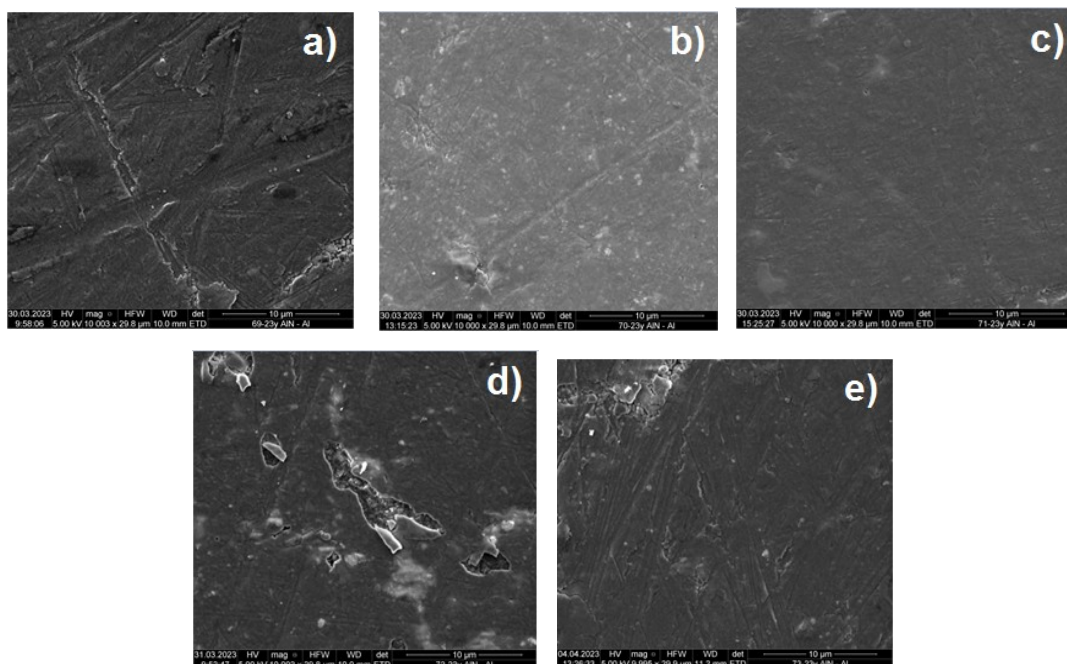


Рис. 1. Микроизображения морфологии поверхности AlN/Al при токе ионной обработки:
a – 0 мА, b – 10 мА, c – 20 мА, d – 30 мА, e – 40 мА

Fig. 1. Microimages of AlN/Al surfaces at ion treatment current: a – 0 mA, b – 10 mA, c – 20 mA, d – 30 mA, e – 40 mA

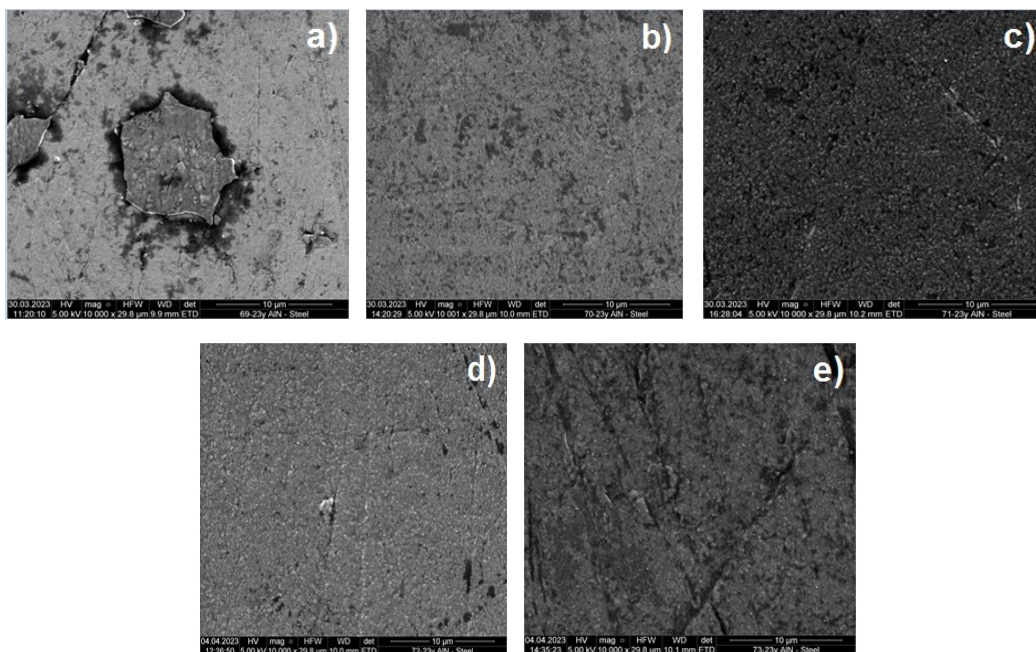


Рис. 2. Микроизображения морфологии поверхности AlN/Steel при токе ионной обработки:
a – 0 мА, b – 10 мА, c – 20 мА, d – 30 мА, e – 40 мА

Fig. 2. Microimages of AlN/Steel surfaces at ion treatment current: a – 0 mA, b – 10 mA, c – 20 mA, d – 30 mA, e – 40 mA

Морфология поверхности пленок нитрида алюминия на подложке из алюминия, полученных при токе ионно-лучевой обработки 10, 20 и 30 мА, имеет мелкодисперсный характер с неоднородностями в сотни нанометров, крупных включений не обнаружено.

Морфология поверхности пленок, полученных без ионно-лучевой обработки и при максимальном токе ионно-лучевой обработки, без особенностей, повторяющая топографию поверхности подложки. Небольшие разрывы наблюдаются при токе ионно-лучевой обработки 40 мА.

На подложках из стали относительная сплошность пленок нитрида алюминия наблюдается только на образцах, полученных при токе ионно-лучевой обработки 10 и 20 мА, наибольшие разрывы и островковый характер – у пленок, полученных без обработки и с максимальным током ионно-лучевой обработки (0 и 40 мА соответственно). Появление неоднородностей и разрывов можно связать с наличием на исходной поверхности подложек из легированной стали и сплава алюминия различных включений.

Элементный анализ, проведенный на поверхности пленок нитрида алюминия, подтвердил наличие азота. Это коррелирует с работой [3], согласно которой формирование стехиометрического нитрида алюминия происходит при концентрациях азота порядка 40 % в газовой среде.

Анализ элементного состава покрытий нитрида алюминия показал, что с увеличением тока ионно-лучевой обработки количество азота растет. Без ионно-лучевой обработки в пленках на стальных образцах азота не обнаружено.

Кроме того в пленочных покрытиях обнаружено незначительное количество кислорода. Сравнительный анализ количественного содержания кислорода позволяет утверждать, что содержание кислорода больше в пленках нитрида алюминия, чем в материалах подложек. Наличие кислорода, вероятнее всего, связано с межоперационным окислением поверхности мишени и необходимостью более тщательной очистки мишени перед процессом распыления. Кроме того, согласно [4] в поверхностных слоях пленок наблюдалось присутствие кислорода, что, по-видимому, связано с наличием адсорбированного воздуха.

В пленках на поверхности стали выявлено присутствие Fe и Si. Состав образца в местах разрыва пленки соответствует стали марки 12Х1МФ.

Следует отметить, что образцы, полученные без ионно-лучевой обработки и при максимальном токе ионно-лучевой обработки 40 мА, имеют повышенное содержание углерода, это вероятно также определяет островковый характер этих структур.

Рентгеновская дифракция. Фазовый анализ пленок нитрида алюминия, осажденных на стеклянные подложки, показал, что пленки являются рентгеноаморфными – наблюдается только широкое гало.

Фазовый анализ образцов нитрида алюминия на подложках алюминия и стали показал наличие только алюминия и α -железа соответственно, дифракционных максимумов, принадлежащих нитриду алюминия, выявлено не было. На дифрактограммах пленок AlN на алюминиевой подложке появляется небольшой пик около 40 градусов по 2θ (перед первым дифракционным максимумом алюминия). Идентифицировать его не удалось. Предположительно, его можно отнести к нитриду примеси сплава, который использовали в качестве подложки.

Методом экстраполяции к $\theta = 90^\circ$ функцией Нельсона-Райли [5] были определены параметры решетки алюминия и α -железа (табл. 3, 4). С увеличением тока ионно-лучевой обработки при получении покрытий нитрида алюминия параметр решетки алюминия a уменьшается. Ток ионно-лучевой обработки при напылении пленок нитрида алюминия на параметр решетки a α -железа никак не повлиял.

Используя формулу Селякова-Шеррера [6], оценили средние размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) для дифракционного отражения от плоскости (111) алюминия и (110) α -железа (табл. 2, 3).

Средние размеры ОКР алюминия с ростом тока ионно-лучевой обработки увеличиваются, а размеры ОКР железа – уменьшаются по сравнению с исходным образцом при всех значениях тока, кроме значения 20 мА.

Таблица 2. Значения параметра решетки a и $\langle D \rangle$ для исходного и напыленных образцов AlN/Al

Table 2. Values of the lattice parameter a and $\langle D \rangle$ for the initial and sprayed AlN/Al samples

I , mA	a , Å	$\langle D \rangle$, nm
подложка	4.064	55
0	4.063	50
10	4.062	55
20	4.062	65
30	4.062	65
40	4.061	65

Таблица 3. Значения параметра решетки a и $\langle D \rangle$ для исходного и напыленных образцов AlN/Steel

Table 3. The values of the lattice parameter a and $\langle D \rangle$ for the initial and sprayed AlN/Steel samples

I , mA	a , Å	$\langle D \rangle$, nm
подложка	2.870	50
0	2.870	50
10	2.870	40
20	2.870	55
30	2.870	40
40	2.870	45

I – ток ионной обработки / ion treatment current;
 a – параметр решетки / lattice parameter;
 $\langle D \rangle$ – средние размеры ОКР / average crystallite sizes

Алюминий по сравнению со сталью мягкий, пластичный, легкоплавкий материал. Поэтому легче подвергается воздействию, в том числе воздействию ионов. Вполне возможно, что происходит внедрение ионов азота в решётку алюминия, что влияет на изменение параметров решетки алюминия и средних размеров ОКР.

Средние размеры ОКР железа с введением ионно-лучевой обработки немного уменьшаются. Общеизвестный факт, что уменьшение размеров кристаллитов приводит к упрочнению сталей.

Оптическая спектроскопия. Типичные спектры отражения и пропускания пленок нитрида алюминия на кварцевых подложках представлены на рис. 3, 4. По спектрам отражения с учетом того, что пленки нитрида алюминия в исследуемой области света являются прозрачными ($n^2 \gg k^2$), определяли первое приближение значения показателя преломления $n(\lambda)$ согласно формуле:

$$n = \frac{1 + \sqrt{R}}{1 - \sqrt{R}}.$$

Коэффициент поглощения $\alpha(\lambda)$ рассчитывали с учетом однократного отражение [7, 8]:

$$\alpha = \frac{1}{d} \ln \frac{(1 - R)}{T}.$$

Полученные значения n использовали для расчета теоретических коэффициентов пропускания и отражения [9]:

$$T = \frac{(1 - R_1)(1 - R_2)e^{-2\alpha d}}{(1 - R_1)e^{-2\alpha d}},$$

$$R = R_1 + \frac{R_2(1 - R_2)^2 e^{-2\alpha d}}{1 - R_1 R_2 e^{-\alpha d}}.$$

Здесь $R_1 = \left(\frac{n-1}{n+1}\right)^2$, $R_2 = \left(\frac{n-n_2}{n+n_2}\right)^2$, где n и n_2 – показатели преломления пленки и подложки.

Теоретические спектры сравнивали с экспериментальными (рис. 3, 4). Определяли функцию невязки по всем длинам волн.

$$\sum (T_{exp} - T)^2.$$

Функция невязки была много меньше 1. Это свидетельствовало о том, что вычисленные значения показателя преломления и показателя поглощения были определены удовлетворительно.

Экспериментальные спектры полученных пленок почти идеально укладываются на теоретические спектры, что свидетельствует о корректности полученных значений. Результаты по вычислению показателя преломления удовлетворительно согласуются с литературными данными. Для длины волны λ равной 586 нм значения показателя преломления с ростом тока ионно-лучевой обработки увеличиваются от 1.74 до 1.80 (табл. 5). Согласно работе [10], значение показателя преломления n лежит в диапазоне 1.8 – 2.1 (при $\lambda = 550$ нм).

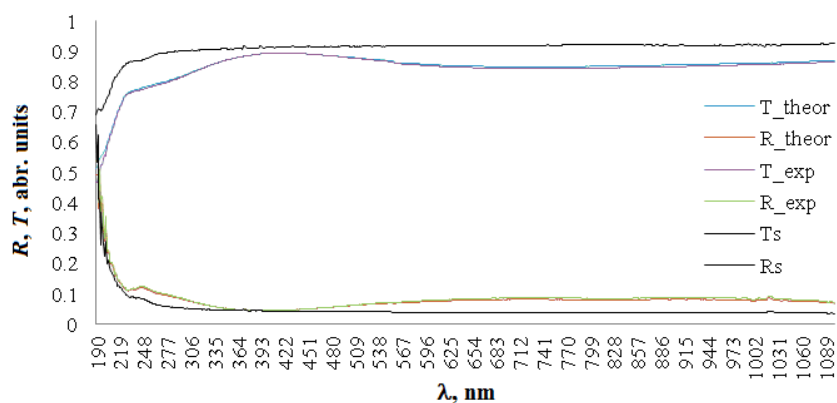


Рис. 3. Теоретические и экспериментальные спектры пропускания и отражения пленки AlN, полученной без ионно-лучевой обработки

Fig. 3. Transmission and reflection spectra of AlN without ion-beam treatment

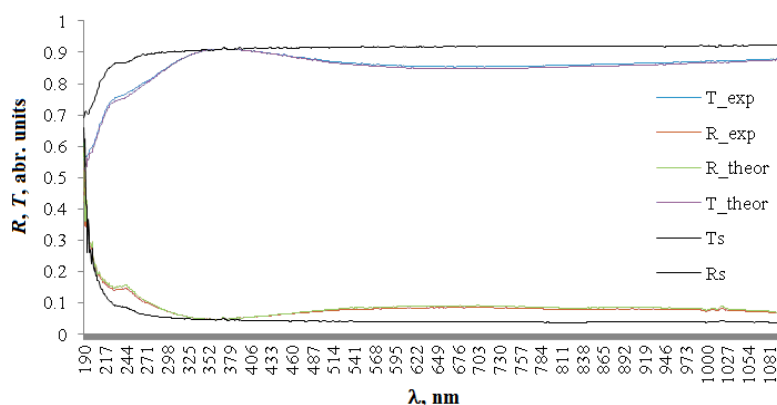


Рис. 4. Теоретические и экспериментальные спектры пропускания и отражения пленки AlN, полученной при токе ионно-лучевой обработки 30 мА

Fig. 4. Transmission and reflection spectra of AlN at ion beam processing current 30 mA

Оптическую ширину запрещенной зоны определяли по методу Тауца из спектральной зависимости коэффициента поглощения линейной экстраполяцией зависимости $\alpha(h\nu)^{1/2}$ от $h\nu$ (табл. 4). Значение ширины запрещенной зоны пленок нитрида алюминия с ростом тока ионно-лучевой обработки увеличивается.

Таблица 4. Значения ширины запрещенной зоны и показателя преломления пленок AlN

Table 4. Values of the band gap width and refractive index of films of AlN

I , mA	E_g , eV	n , (for 586 nm)
0	5.32	1.74
10	5.41	1.77
20	5.50	1.78
30	5.54	1.80
40	5.61	1.80

I – ток ионной обработки / ion treatment current;
 E_g – ширина запрещенной зоны / band gap width;
 n – показатель преломления / refractive index

Известное в настоящее время значение ширины запрещенной зоны нитрида алюминия, полученное для монокристаллических тонких пленок и монокристаллов, составляет 6.2 эВ (при температуре 5 К – 6.28 эВ) [10].

Изменение показателя преломления и ширины запрещенной зоны пленок нитрида алюминия можно связать с влиянием ионно-лучевой обработки. В работе [11] указывают, что в технологических процессах получения аморфнокристаллических композитов, в частности, аморфных нанопленок на кристаллических подложках, часто сталкиваются с таким явлением, как отслаивание фаз (зарождение и рост несплошностей на межфазных границах).

На спектрах поглощения (и/или пропускания и отражения) на длине волны 245 нм (~ 5 эВ) наблюдается полоса поглощения. Согласно [10] характерная полоса поглощения при 4.5 – 4.8 эВ связывается с наличием в пленках кислорода.

Характер зависимости коэффициента преломления от длины волны обычно связывается либо с примесью кислорода, либо со структурой тонких пленок. Поскольку в полученных покрытиях AlN присутствует кислород, что характерно для нитрида алюминия, синтезированного большинством известных методов, то в принципе нельзя исключить его влияние на оптические свойства. Однако, согласно большинству работ, более существенное влияние на оптические свойства оказывает структура пленок.

Атомно-силовая микроскопия. Топографию пленок нитрида алюминия на стеклянных подложках смотрели методом атомно-силовой микроскопии, с помощью сканирующего зондового микроскопа исследовательского комплекса Centaur U HR (рис. 5).

При исследовании топографии поверхности пленок AlN сравнивали такой параметр поверхностной геометрии, как средняя шероховатость R_a , которая характеризует среднее арифметическое отклонение профиля от средней линии на площади оценки, и среднеквадратичную шероховатость R_{ms} , которая характеризует среднеквадратичное отклонение профиля от средней линии.

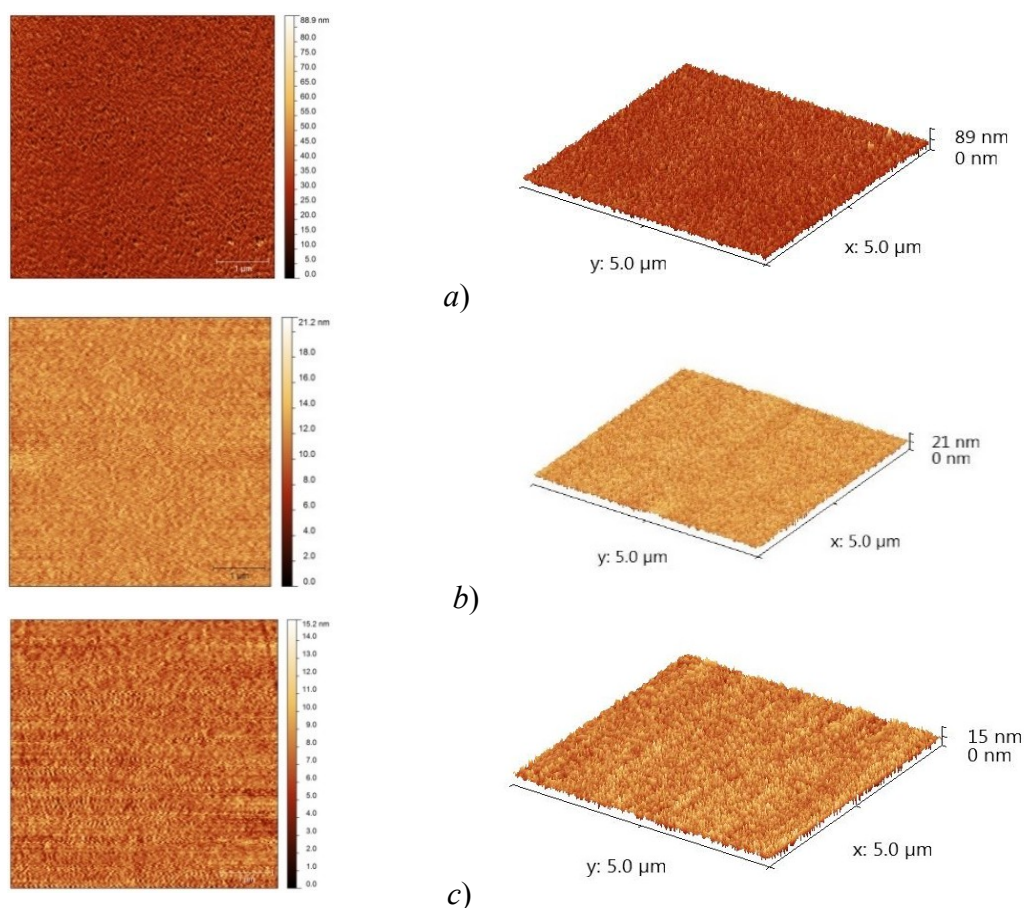


Рис. 5. АСМ-изображения поверхности пленок AlN/стекло при токе ионной обработки: $a - 0$ мА, $b - 10$ мА, $c - 40$ мА

Fig. 5. AFM images associated with AlN during current ion processing: $a - 0$ mA, $b - 10$ mA, $c - 40$ mA

На рис. 6 представлена графическая зависимость средней R_a и среднеквадратичной R_{ms} шероховатости от тока ионно-лучевой обработки I .

Поверхность пленок нитрида алюминия на стекле гладкая, без особенностей. Из рис. 6 видно, что значения шероховатости уменьшаются с ростом тока ионной обработки. Т.е. ионно-лучевая обработка способствует снижению шероховатости растущих пленок. Это говорит о том, что поверхность получается более гладкой и однородной.

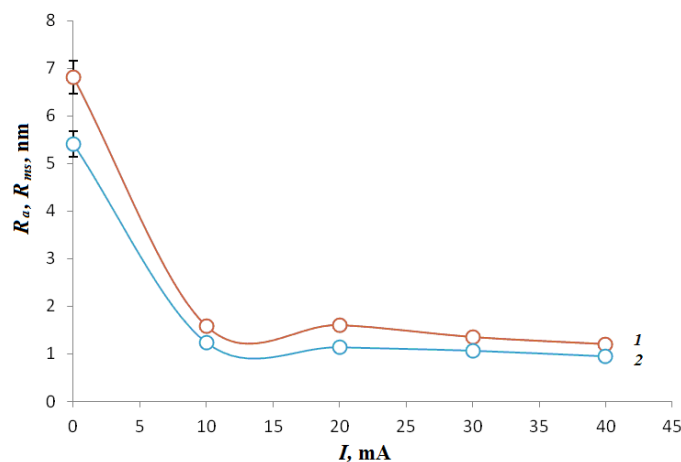


Рис. 6. Зависимость средней R_a и среднеквадратичной R_{ms} шероховатости от тока ионной обработки I

Fig. 6. Dependence of the average R_a and R_{ms} roughness on the ion treatment current I : 1 – R_{ms} , 2 – R_a

Микротвердость. Для определения влияния ионно-лучевой обработки в процессе осаждения пленок нитрида алюминия на подложки из алюминия и стали проводили определение микротвердости при различных нагрузках. Известна зависимость микротвердости от нагрузки [12], что связано с локальным упругим сжатием материала под воздействием индентора, которое после снятия нагрузки исчезает, уменьшая размер отпечатка [13]. Значения микротвердости (H_V) для исходных образцов и с покрытием нитрида алюминия при нагрузках: 0.0098; 0.049 и 0.098 Н (1, 5 и 10 г соответственно) представлены на рис. 7, 8.

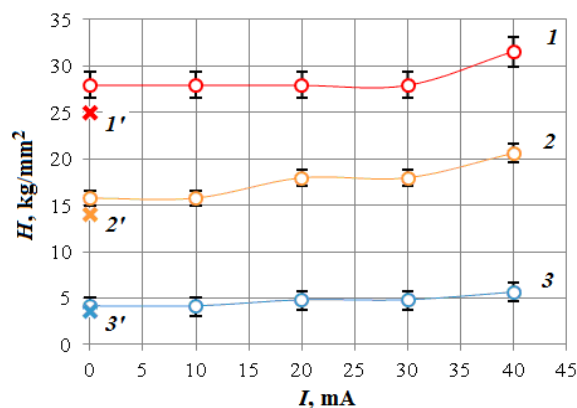


Рис. 7. Зависимость микротвердости от тока ионной обработки для подложек алюминия при нагрузке: 1 – 10 г, 2 – 5 г, 3 – 1 г; 1', 2', 3' – исходная подложка, при соответствующей нагрузке

Fig. 7. Dependence of microhardness on ion treatment current for aluminum substrates: 1 – 10 g, 2 – 5 g, 3 – 1 g; 1', 2', 3' – uncoated substrate, under a load of 10, 5, 1 g, respectively

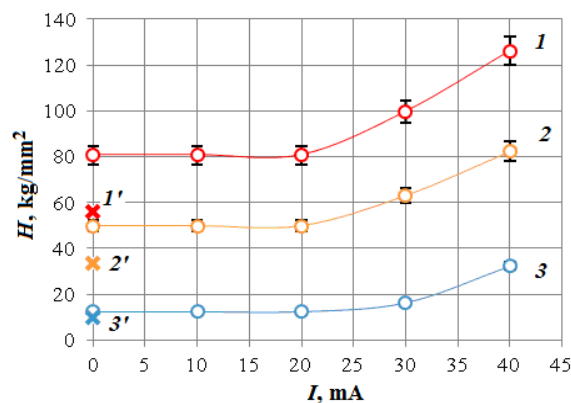


Рис. 8. Зависимость микротвердости от тока ионной обработки для подложек стали при нагрузке: 1 – 10 г, 2 – 5 г, 3 – 1 г; 1', 2', 3' – исходная подложка, при соответствующей нагрузке

Fig. 8. Dependence of microhardness on ion treatment current for steel substrates: 1 – 10 g, 2 – 5 g, 3 – 1 g; 1', 2', 3' – uncoated substrate, under a load of 10, 5, 1 g, respectively

С ростом тока ионно-лучевой обработки происходит увеличение микротвердости.

Коэффициент увеличения микротвердости за счет покрытия (табл. 5) может быть рассчитан по следующей формуле [14]:

$$N = \frac{HV_n - HV_0}{HV_0},$$

где HV_n – микротвердость системы пленка-подложка, HV_0 – микротвердость подложки.

Таблица 5. Коэффициент увеличения микротвердости за счет покрытия

Table 5. Coefficient of increase in microhardness due to coating

AlN/Al	HV , kg/mm ²	N	HV , kg/mm ²	N	HV , kg/mm ²	N
	1 g		5 g		10 g	
подложка / substrate	3.5		14		25	
0	4.5	0.29	16	0.14	27	0.08
10	4.5	0.29	16	0.14	27	0.08
20	5	0.43	18	0.29	27	0.08
30	5	0.43	18	0.29	27	0.08
40	6	0.71	21	0.50	32	0.28
AlN/Steel						
	1 g		5 g		10 g	
подложка / substrate	11		35		56	
0	13	0.18	50	0.43	80	0.43
10	13	0.18	50	0.43	80	0.43
20	13	0.18	50	0.43	81	0.45
30	18	0.64	63	0.80	100	0.79
40	32	1.91	82	1.34	126	1.25

Коэффициент увеличения микротвердости N за счет покрытия у стали выше, чем у алюминия. Также эффективность от покрытия возрастает с ростом тока ионно-лучевой обработки.

Данные результаты могут свидетельствовать как о произошедшем напылении, так и о низкотемпературном азотировании. Так как в обоих случаях образуются нитриды, которые, как широко известно, приводят к повышению микротвердости слоя в несколько раз.

Увеличение микротвердости коррелируют с уменьшением размеров ОКР материала [15, 16].

Размеры ОКР уменьшаются с ростом тока ионно-лучевой обработки, что тоже влияет на микротвердость [4] а также уменьшается толщина пленки и вполне возможно уже идет измерение микротвердости покрытие + подложка. В [14] отмечено, что микротвердость системы AlN/Al составила 0.46 ГПа, тогда как при проникновении индентора (свыше 5 г) сквозь пленку микротвердость подложки составляет 0.32.

А в [4] выполняли измерение микротвердости по Кнупу, при нагрузке индентора 15 г и времени сохранения нагрузки 15 с глубина проникновения индентора в пленку не превышала 30 % от толщины пленки, что исключало влияние деформации подложки (толщина нанесенных пленок составляла 600 – 800 нм).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Получены покрытия нитрида алюминия методом реактивного ВЧ магнетронного распыления на подложках кварца, стекла, алюминия и стали с сопутствующей ионно-лучевой обработкой.

Толщина покрытий нитрида алюминия уменьшается с возрастанием тока ионной обработки (от 1700 до 950 Å), что связано с влиянием ионно-лучевой обработки включенной в процесс осаждения.

Рентгенофазовый анализ показал, что пленки нитрида алюминия являются рентгеноаморфными.

Показатель преломления n пленок нитрида алюминия на подложках из кварца ($\lambda = 586$ нм) изменяется от 1.74 до 1.80 с возрастанием тока ионно-лучевой обработки. Ширина запрещенной зоны E_g увеличивается с 5.32 до 5.61 эВ с ростом тока ионно-лучевой обработки.

Электронная и атомно-силовая микроскопия показала, что пленки нитрида алюминия однородные, гладкие. Шероховатость снижается с введением ионно-лучевой обработки. Энергодисперсионный анализ пленок нитрида алюминия на подложках стали и алюминия выявил наличие азота, которое растет с увеличением тока ионно-лучевой обработки.

Повышение микротвердости для алюминия составило почти 1.5 раза в сравнении с исходными образцами. Для стали же увеличение произошло более чем в 2.2 раза. Максимальные значения микротвердости получились при токе ионно-лучевой обработки – 40 мА.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Спивак А. М. Получение и исследование тонких пленок нитрида алюминия и фотоприемных структур на их основе: дисс. ... канд. техн. наук. СПб., 2009. 122 с.
2. Inspektor A., Salvador P. A. Architecture of PVD coatings for metal cutting applications: a review // *Surface Coatings Technology*, 2014, vol. 257, pp. 138-153. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.08.068>
3. Svadkovski I. V., Zhu Chang, Golosov D. A., Zavatskiy S. M. Mechanical and tribological properties of AlN thin films // *Journal of Xi'an Institute of Technology*, 2006, vol. 26, № 3, pp. 237-240.
4. Голосов Д. А., Окс Е. М., Бурдовитин В. А., Нгуен Т. Д., Мельников С. Н., Завадский С. М., Каганович Н. А. Физико-механические и триботехнические характеристики пленок нитрида титана-алюминия // *Материалы 13-й Международная конференция "Взаимодействие излучений с твердым телом"*. Минск: БГУ, 2019. С. 235-238.
5. Горелик С. С., Скаков Ю. А., Расторгуев Л. Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. Учеб. пособие для вузов. 4-е изд. перераб. и доп. М.: МИСИС, 2002. 357 с.
6. Уманский Я. С., Скаков Ю. А., Иванов А. Н., Расторгуев Л. Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия. 1982. 632 с.
7. Kim Y. H., Lee K. S., Lee T. S., Cheong B., Seong T. Y., Kim W. M. Effects of substrate temperature and Zn addition on the properties of Al-doped ZnO films prepared by magnetron sputtering // *Applied Surface Science*, 2009, vol. 255, pp. 7251-7256. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2009.03.075>
8. Lee S. H., Lee T. S., Lee K. S., Cheong B., Kim Y. D., Kim W. M. Characteristics of hydrogen co-doped ZnO : Al thin films // *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2008, vol. 41, 095303. <http://dx.doi.org/10.1088/0022-3727/41/9/095303>
9. Ельцина О. С., Андроников Д. А., Семерухин М. Ю., Явсин Д. А., Вайнштейн Ю. С., Сресели О. М., Гуревич С. А. Оптические постоянные тонких пленок наночастиц кремния, полученных методом лазерного электродиспергирования // *Физика и техника полупроводников*. 2013. Т. 47, № 10. С. 1376-1380.

REFERENCES

1. Spivak A. M. *Poluchenie i issledovanie tonkikh plenok nitrída alyuminiya i fotopriemnykh struktur na ikh osnove* [Preparation and study of thin films of aluminum nitride and photodetector structures based on them]. Diss. kand. tekhn. nauk. St. Petersburg, 2009. 122 p.
2. Inspektor A., Salvador P. A. Architecture of PVD coatings for metal cutting applications: a review. *Surface Coatings Technology*, 2014, vol. 257, pp. 138-153. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.08.068>
3. Svadkovski I. V., Zhu Chang, Golosov D. A., Zavatskiy S. M. Mechanical and tribological properties of AlN thin films. *Journal of Xi'an Institute of Technology*, 2006, vol. 26, № 3, pp. 237-240.
4. Golosov D. A., Oks E. M., Burdovitsin V. A., Nguen T. D., Mel'nikov S. N., Zavatskiy S. M., Kaganovich N. A. Fiziko-mekhanicheskie i tribotekhnicheskie kharakteristiki plenok nitrída titana-alyuminiya [Physicommechanical and tribological characteristics of titanium-aluminum nitride films]. *Materialy 13-y Mezhdunarodnaya konferentsiya "Vzaimodeystvie izlucheny s tverdym telom"* [Proceedings of the 13th International Conference "Interaction of Radiation with Solids"]. Minsk: BGU Publ., 2019, pp. 235-238. (In Russian).
5. Gorelik S. S., Skakov Yu. A., Rastorguev L. N. *Rentgenograficheskiy i elektronno-opticheskiy analiz* [X-ray and electron-optical analysis]. Ucheb. posobie dlya vuzov. 4-e izd. pererab. i dop. Moscow: MISIS Publ., 2002. 357 p.
6. Umansky Ya.S., Skakov Yu.A., Ivanov A.N., Rastorguev L.N. Crystallography, X-ray diffraction and electron microscopy. Moscow: Metallurgy Publ., 1982. 632 p.
7. Kim Y. H., Lee K. S., Lee T. S., Cheong B., Seong T. Y., Kim W. M. Effects of substrate temperature and Zn addition on the properties of Al-doped ZnO films prepared by magnetron sputtering. *Applied Surface Science*, 2009, vol. 255, pp. 7251-7256. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2009.03.075>
8. Lee S. H., Lee T. S., Lee K. S., Cheong B., Kim Y. D., Kim W. M. Characteristics of hydrogen co-doped ZnO : Al thin films. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2008, vol. 41, 095303. <http://dx.doi.org/10.1088/0022-3727/41/9/095303>
9. Yeltsina O. S., Andronikov D. A., Semerukhin M. Y., Yavsin D. A., Vainshtein J. S., Sreseli O. M., Gurevich S. A. Optical constants of silicon nanoparticle thin films grown by laser electrodispersion. *Semiconductors*, 2013, vol. 47, no. 10, pp. 1367-1371. <https://doi.org/10.1134/S1063782613100102>

10. Жилияков Л. А., Костановский А. В. Оптические свойства тонких пленок нитрида алюминия // Теплофизика высоких температур. 1992. Т. 30, вып. 2. С. 290-293.
11. Бобылев С. В., Овидько И. А., Романов А. Е., Шейнерман А. Г. Дефекты и отслаивание аморфных нанопленок от кристаллических подложек // Физика твердого тела. 2006. Т. 48, вып. 2. С. 248-254.
12. Григорович В. К. Твердость и микротвердость металлов. М.: Наука. 1976. 230 с.
13. Корчевский В. В., Метлицкая Л. П., Римлянд В. И. Измерение микротвердости на различных стадиях отпуска стали // Вестник Тихоокеанского государственного университета. 2014. Т. 32, № 1. С. 141-146.
14. Мороз А. В., Вашурин Н. С., Попов И. И., Степанов С. А., Сушенцов Н. И., Филимонов В. Е. Фотонное эхо и зондовая микроскопия как методы исследования тонких пленок для микроэлектронных датчиков // Вестник Поволжского государственного технологического университета. Серия: Радиотехнические и инфокоммуникационные системы. 2012. № 2. С. 64-72.
15. Коновалов В. А., Терпий Д. Н. Кинетика нарастания и свойства наноструктурных пленок диборида гафния // Журнал технической физики. 2009. Т. 79, вып. 7. С. 96-100.
16. Лебедев М. А. Исследование формирования остаточных напряжений и текстуры в гетерогенных поверхностных слоях и покрытиях: дис. ... канд. техн. наук. М., 2021. 137 с.
10. Zhylyakov L. A., Kostanovskii A. V. Optical properties of thin films of aluminum nitride. *High Temperature*, 1992, vol. 30, no. 2, pp. 226-229.
11. Bobylev S. V., Ovid'ko I. A., Sheinerman A. G., Romanov A. E. Defects and separation of amorphous nanofilms from crystalline substrates. *Physics of the Solid State*, 2006, vol. 48, no. 2, pp. 264-271.
<https://doi.org/10.1134/S1063783406020120>
12. Grigorovich V. K. *Tverdost' i mikrotverdost' metallov* [Hardness and microhardness of metals]. Moscow: Nauka Publ., 1976. 230 p.
13. Korchevskiy V. V., Metlitskaya L. P., Rimlyand V. I. Izmerenie mikrotverdosti na razlichnykh stadiyakh otpuska stali [Measuring microhardness at different stages of steel tempering]. *Vestnik Tikhookeanskogo gosudarstvennogo universiteta* [Bulletin of Pacific National University], 2014, vol. 32, no. 1, pp. 141-146. (In Russian).
14. Moroz A. V., Vashurin N. S., Popov I. I., Stepanov S. A., Sushentsov N. I., Filimonov V. E. Fotonnoe ekho i zondovaya mikroskopiya kak metody issledovaniya tonkikh plenok dlya mikroelektronnykh datchikov [Photon echo and probe microscopy as methods for studying thin films for microelectronic sensors]. *Vestnik Povolzhskogo gosudarstvennogo tekhnologicheskogo universiteta. Seriya: Radiotekhnicheskie i infokommunikatsionnye sistemy* [Vestnik of Volga State University of Technology. Series Radio Engineering and Infocommunication Systems], 2012, no. 2, pp. 64-72. (In Russian).
15. Konovalov V. A., Terpiy D. N. Growth kinetics and properties of nanostructured hafnium diboride films. *Technical Physics*, 2009, vol. 54, no. 7, pp. 1023-1026.
<https://doi.org/10.1134/S1063784209070160>
16. Lebedev M. A. *Issledovanie formirovaniya ostatochnykh napryazheniy i tekstury v geterogennykh poverkhnostnykh sloyakh i pokrytiyakh* [Study of the formation of residual stresses and texture in heterogeneous surface layers and coatings]. Diss. kand. tekhn. nauk, Moscow, 2021. 137 p.

Поступила 05.07.2024; после доработки 03.09.2024; принята к опубликованию 10.09.2024
Received July 5, 2024; after revision September 3, 2024; accepted for publication September 10, 2024

Информация об авторах

Закирова Раушания Мазитовна,
кандидат физико-математических наук, доцент, УдГУ,
Ижевск, Российская Федерация, e-mail: ies@udsu.ru

Прошутин Николай Алексеевич,
инженер, УдГУ, Ижевск, Российская Федерация,

Федотова Ирина Витальевна,
кандидат физико-математических наук, доцент, УдГУ,
Ижевск, Российская Федерация

Алалыкин Александр Сергеевич,
кандидат физико-математических наук, доцент, УдГУ;
УдмФИЦ УрО РАН, Ижевск, Российская Федерация

Крылов Петр Николаевич,
кандидат физико-математических наук, профессор
кафедры теоретической и экспериментальной физики,
УдГУ, Ижевск, Российская Федерация

Information about the author

Raushaniya M. Zakirova,
Cand. Sci. (Phys.-Math.), Associate Professor, Udmurt State
University, Izhevsk, Russian Federation, e-mail: ies@udsu.ru

Nikolay A. Proshutin,
Engineer, Udmurt State University, Izhevsk, Russian Federation

Irina V. Fedotova,
Cand. Sci. (Phys.-Math.), Associate Professor, Udmurt State
University, Izhevsk, Russian Federation

Aleksandr S. Alalykin,
Cand. Sci. (Phys.-Math.), Associate Professor, Udmurt State
University; Udmurt Federal Research Center UB RAS, Izhevsk,
Russian Federation

Petr N. Krylov,
Cand. Sci. (Phys.-Math.), Professor of the Department of
Theoretical and Experimental Physics, Udmurt State University,
Izhevsk, Russian Federation