Uzbek Journal of Physics
Vol.21(№3) 2019 PP.153-157

ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК ВСМ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

Т.С. Камилов[1], А.С. Рысбаев[1], А.И. Камардин[1], А.Т. Бурков[2], С.В. Новиков[2], В.В. Клечковская[3], А.С. Орехов[3], Б.Д. Игамов[1], И.Р. Бекпулатов[1]

[1]Ташкентский государственный технический университет, 100095, Ташкент, ул. Университетская 2, Узбекистан, tulkyn@mail.ru
[2]Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе, Санкт-Петербург, Россия, s.novikov@mail.ioffe.ru
[3]Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333, Москва, Ленинский просп., 59, Россия, klechvv@crys.ras.ru, andrey.orekhov@gmail.com
(Получена 26.11.2018)

Олий силицид марганецни юпқа пардасини магнетрон ўчириш орқали олиш услуби кўриб чиқилди. Ситалл СТ-35-2 ва слюдали диэлектрик тагликларда юпқа силицид пардалари олинди. Пардаларнинг структуравий ва транспорт ҳоссалари тўғрисида янги маълумотлар олинди.

Рассмотрена методика получения тонких пленок ВСМ методом магнетронного распыления. Пленки получены на диэлектрических подложках: ситалл СТ-35-2 и слюда. Получены новые результаты о структурных и транспортных свойствах пленок.

The technique for producing thin films of higher manganese silicide by magnetron sputtering is considered. The films were obtained on dielectric substrates: sitall CT-35-2 and mica. New results on the structural and transport properties of the films have been obtained.

Согласно литературным данным наиболее перспективным способом повышения термоэлектрической эффективности материалов является наноструктурирование [1, 2]. Для получения наноструктурированных термоэлектрических материалов в пленочном виде нами использован метод магнетронного распыления мишени из высшего силицида марганца (ВСМ). Такая методика позволяет получать пленочные материалы с заданными параметрами, в которых можно учесть размерные эффекты и их влияние на транспортные свойства.

В данной работе представлены два варианта изготовления мишеней для магнетронного распыления и осаждения на холодные подложки из слюды и ситалла СТ-35-2 толщиной 10 микрон, чтобы исключить влияние теплопроводности подложки как на тепловой, так и на электрический транспорт. В первом варианте кремниевые кристаллы, покрытые пленкой ВСМ, выращенной диффузионным методом в реакторе при постоянной откачке при температуре 1040°С, припаивались на латунное основание (рис. 1). Установка реактора показана на рис. 2.

Нами проведены электронно-микроскопические и структурные исследования полученных пленок ВСМ.

На рис. 3 и 4 приведены морфология и интерфейс границы раздела пленки с кремнием. Как видно, выращенные пленки имеют зернистую структуру и не имеют

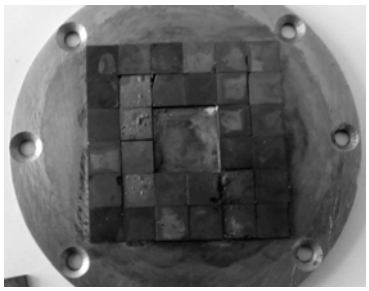


Рис. 1. Внешний вид мишени.



Рис. 2. Установка реактора.

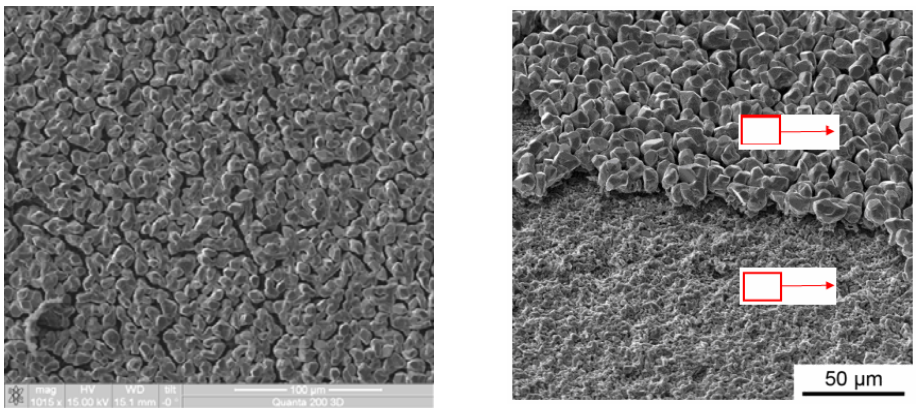


Рис. 3. Электронно-микроскопические изображения поверхности и границы раздела пленки с кремнием.

с кремнием тесных связей, а содержат мелкозернистый слой, состоящий из молекул примесей, углерода, карбида кремния и силицида марганца [3]. Механизм образования и рост на поверхности кремния пленки ВСМ проанализирован с точки зрения химической термодинамики с учетом всевозможных гетерогенных химических реакций [3].

Из подговленной мишени производили магнетронное распыление и осаждение пленки на подложку. Нами проведены электронно-микроскопические и транспортные исследования полученных пленок. Как показали исследования, полученные пленки состоят в основном из атомов кремния, а марганец отсутствует, электрическое сопротивление крайне высокое и термоэдс отсутствует.

Этот результат мы полагаем связан с тем, что:

– ионы аргона при бомбардировке мишени проникают по границам зерен ВСМ до монокристаллической кремниевой подложки и вызывают распыление атомов кремния.

– оценка разогрева мишени, вызванного бомбардировкой распыляемыми ионами аргона, показывает, что при эрозии мишени не более 3 см^2 выделяемая тепловая мощность потока ионов равна 600 Вт, а удельная мощность выделяющегося тепла равна 200 Вт/см^2. При средней величине коэффициента теплопроводности ВСМ ~30 мВт/(см·К) в интервале температур 22–700°С, градиент температуры вблизи поверхности мишени составляет примерно

6700°С/см. При этом перегрев мишени толщиной ~1 мм, напаянной на основание, термостатируемое проточной водой, составляет свыше 700°С. Однако, если учесть, что мишень представляет собой кремний с пленкой ВСМ с переходным слоем, то становится ясно, что поверхностная температура мишени (пленки ВСМ) будет выше оценочной температуры. Такой вывод следует из расмотрения мишени после проведения магнетронного распыления, где видны оплавленные участки пленки ВСМ с оголением поверхности кремниевых пластинок (см. рис.1).

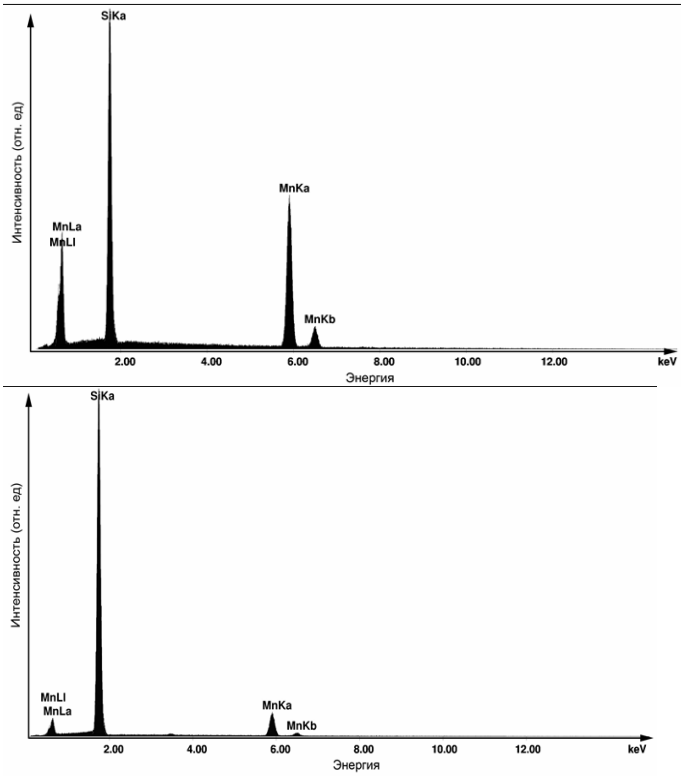


Рис. 4. Спектры энергодисперсионного рентгеновского микроанализа, указывающие соотношение содержания кремния и марганца на крупнозернистом участке плёнки (верхний) и на мелкозернистом участке (нижний).

– на основании последнего пункта следует, что полученная пленка на ситалле или на слюде состоит из кремния и примесей, а марганец отсутствует (см. рис. 5).

Был использован и другой вариант изготовления мишени по следующей схеме. Монокристалл ВСМ, выращенный методом Бриджмана в лаборатории термоэлектрических материалов ФТИ им. А.Ф. Иоффе, представлял собой цилиндр диаметром 22 мм и высотой 35–40 мм. Из него вырезали шайбы толщиной 1 мм и далее вырезали прямоугольные кристаллики. На эти кристаллики гальваническим способом осаждали никель. Затем их лудили и напаивали на поверхность мишени. Вид мишени показан на рис. 6. На рис. 7 показано распыление мишени плазмой.

Мощность плазмы составляла 540–600 Вт. Время удержания плазмы регулировали в пределах 3–7 мин. В этих условиях полученные магнетронным

распылением и осаждением на холодные подложки из слюды и ситалла пленки имели аморфную структуру.

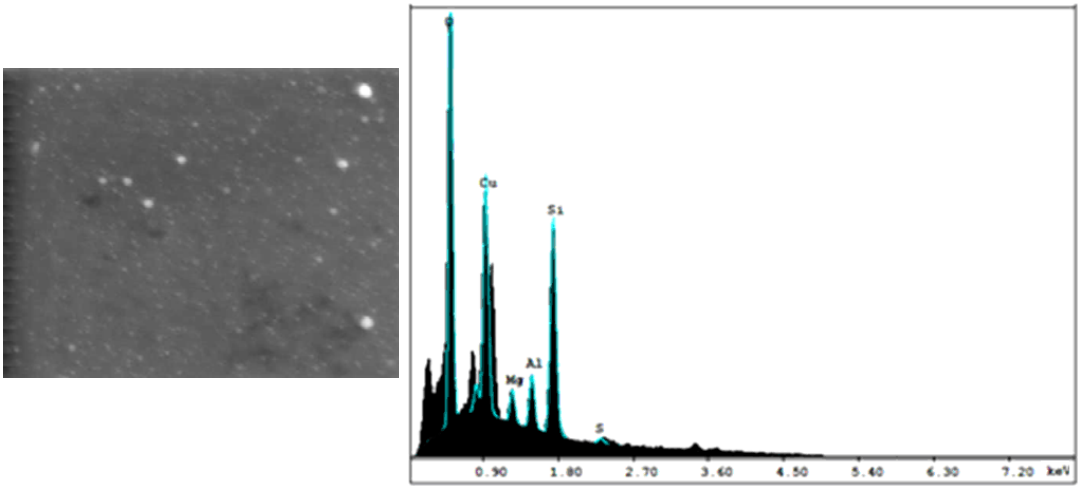


Рис. 5. Просвечивающее электронно-микроскопическое изображение поверхности (слева) и спектр энергодисперсионного рентгеновского микроанализа (справа).

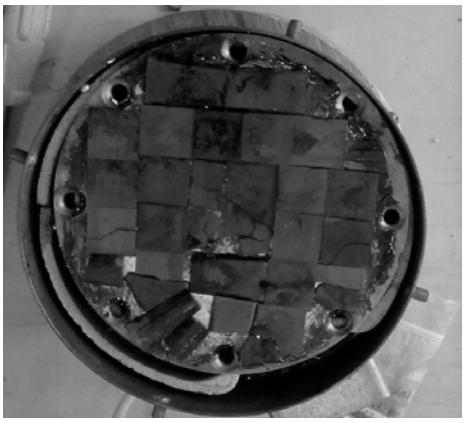


Рис. 6. Внешний вид мишени (2-ой вариант изготовления).



Рис. 7. Вид распыления мишени плазмой и осаждение ВСМ на подложку.

В процессе отжига в атмосфере воздуха исследовали изменения транспортных свойств. В ходе термического воздействия проводили измерения термоЭДС (S) и электросопротивления (R) пленок. Полученные результаты приведены на рис. 8. Из кривых температурных зависимостей S и R следует, что при достижении температуры отжига 600 К наблюдается резкий рост термоЭДС и сопротивления. Физическая сущность и механизмы структурных изменений и транспортные свойства детально изучены в работе [4]. Полученные нами результаты согласуются с результатами [4].Формирование нанокластеров в аморфной матрице начинается при температуре отжига 600 К. При дальнейшем увеличении температуры происходит увеличение доли нанокристаллической (НК) фазы. Согласно данным

рентгеновского и электронно-микроскопического анализа, увеличение доли НК фазы происходит не за счет роста размеров зерен, а благодаря образованию новых нанокристаллов силицида марганца. При T = 700 К средний размер зерен составляет 10–20 нм.

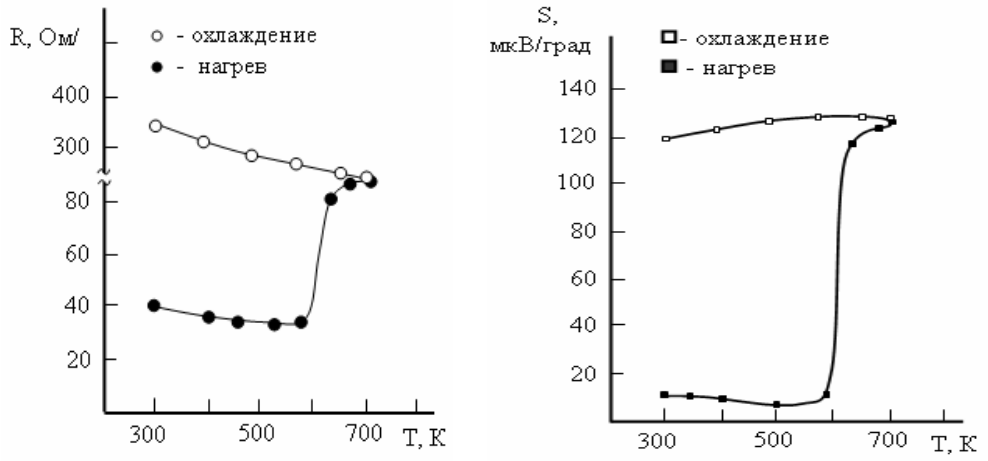


Рис. 8. Температурные зависимости сопративления R (слева) и термоЭДС S (справа) пленки ВСМ.

Заключение. Показано, что методом магнетронного распыления мишени, состоящей из монокристаллических образов высшего силицида марганца, можно получать аморфные пленки ВСМ. Полученные электрофизические свойства пленок хорошо согласуются с литературными данными. Использование пленочных образцов ВСМ на подложке кремния в качестве мишени не дает ожидаемого результата вследствие локального перегрева мишени.

ЛИТЕРАТУРА

1. A.T. Burkov, Y. Vinzelberg, J. Scumann, T. Nakama, K. Ygasaki, J. Appl. Phys. **95**, 3229 (2001).
2. A.T. Burkov, A. Ytinrich, C. Gladun, W. Pitscke, and J. Scumann, Phys. Rev. B **58**, 9644 (1998).
3. Т.С. Камилов, В.В. Клечковская**,** А.С. Орехов, Г.И. Ивакин, С.Ж. Тураходжаев, И.В. Эрнст, В.Х. Холмухамедова, Термоэлектрики и их применение. Доклады XIII Межгосударственного семинара (ФТИ им.Иоффе РАН, 2012), с.380-385 (2013).
4. С.В. Новиков, А.Т. Бурков, И. Шуман, Термоэлектрики и их применение. Доклады XIII Межгосударственного семинара (ФТИ им.Иоффе РАН, 2012), с. 261-265 (2013).