

УДК 621.391.822 3 : 539.234 : 546.76

ИЗБЫТОЧНЫЙ ШУМ И МЕХАНИЧЕСКИЕ НАПРЯЖЕНИЯ В ТОНКИХ ПЛЕНКАХ ХРОМА

Г. П. Жигальский, Г. А. Куров, И. Ш. Сиранашвили

Исследовано влияние на избыточный шум механических напряжений (внутренних и внешних) в тонких пленках хрома, полученных в различных технологических условиях. Толщина исследуемых пленок составляла приблизительно 80 нм, измерения спектральной плотности мощности шума производились в диапазоне частот 40 Гц—10 кГц.

Обнаружена сильная зависимость указанных физических параметров от времени (после конденсации пленок) при старении пленок в вакууме и на воздухе. Установлено, что величина и характер избыточного шума и внутренних механических напряжений определяются давлением инертного газа (аргона) в рабочей камере во время процесса конденсации пленок. При этом для пленок с большими растягивающими напряжениями уровень $1/f$ шума больше. Даны объяснения полученным результатам.

Данная работа посвящена исследованию шума $1/f$ и внутренних механических напряжений в тонких пленках хрома, осажденных на стеклянные подложки методом термического испарения в вакууме при давлении остаточных газов в камере $\sim 10^{-4}$ Па, а также в атмосфере аргона особой чистоты марки ТУ-6-21-12-74 с максимальным содержанием примесей — не более 0,009% (кислорода не более 0,0005%). Давление аргона в рабочей камере при конденсации хрома меняли в пределах $2 \cdot 10^{-3}$ — $1 \cdot 10^{-1}$ Па. Давление обеспечивали путем напуска аргона в камеру через регулируемый игольчатый клапан.

Хром высшей очистки (марка МРТУ-1455-65) испаряли из вольфрамового испарителя типа «лодочка» и осаждали на подложках из покровного стекла ГОСТ 6672-69 размером $40 \times 2 \times 0,15$ мм. Перед конденсацией пленок подложки тщательно очищали от загрязнений. При этом использовали химическую очистку. Пленки получали после предварительного отжига испарителя и прогрева подложек в течение пяти минут. Образцы пленок для измерения внутренних механических напряжений и электрофизических характеристик (шума вида $1/f$, удельного электросопротивления) изготавливали в едином технологическом цикле при температуре конденсации $T_K=400$ К или $T_K=300$ К и скорости конденсации $w=0,4$ нм/с.

Внутренние механические напряжения и избыточный шум измеряли в вакууме непосредственно после нанесения пленок при температуре подложки, равной температуре конденсации, и в процессе старения пленок в вакууме и на воздухе.

Образцы для исследования механических напряжений имели форму длинных узких полосок. Внутренние механические напряжения в пленочных образцах определяли методом изгиба консольно закрепленной подложки [1]. В качестве меры деформации использовали смещение свободного конца подложки, положение которого определяли до и по окончании процесса конденсации. Наблюдение за отклонением δ свободного конца подложки производили с помощью горизонтального микроскопа МБС-2, объектив которого устанавливался так, чтобы че-

рез окно вакуумной камеры был виден торец подложки. При измерениях отклонения δ использовали микрометрическую насадку МОВ-1-15 \times У4,2. Погрешность измерения напряжений σ в наших экспериментах не более $\pm 5\%$ при $|\sigma| > 2 \cdot 10^8 \text{ Н/м}^2$, $\pm 10\%$ при $10^8 \text{ Н/м}^2 < |\sigma| < 2 \cdot 10^8 \text{ Н/м}^2$ и $\pm 25\%$ при $|\sigma| \leq 10^8 \text{ Н/м}^2$.

Спектральную плотность мощности шума измеряли в диапазоне частот 40 Гц—10 кГц с погрешностью, не превышающей $\pm 25\%$. Измерения шума и электросопротивления пленок производили по четырехзондовой методике [2]. Для этих целей изготавливали образцы специальной конструкции с четырьмя выводами, выполненными из медной проволоки диаметром 0,08 мм по следующей технологии. На подложку с помощью токопроводящего клея УП-5-201 наносили четыре контакта с выводами. Затем после сушки клея и дополнительной очистки подложку помещали в вакуумной камере рядом с подложкой, на которой осаждалась пленка, предназначенная для измерения механических напряжений. Проволочные выводы расплаивали к электромагнитному реле, с помощью которого производилось подключение образца к мосту постоянного тока МО-62 при измерении сопротивления, или ко входу малошумящего усилителя при измерении шума. Усилитель находился в вакуумной камере. Для описанной конструкции пленочного образца исключались внешние механические деформации пленок при измерениях шума и сопротивления, возникающие при контактировании зондами. Длина активной части исследуемых пленок, с которой снималось шумовое напряжение, составляла 20 мм при ширине 2 мм. Таким образом, разработанная методика позволяла одновременно измерять внутренние механические напряжения, шум и электросопротивление пленок в вакууме в начальный период времени после осаждения при температуре, равной температуре конденсации, и при дальнейшей выдержке пленки в вакууме и на воздухе после разгерметизации.

Экспериментальные результаты и их обсуждение. Относительная спектральная плотность мощности избыточного шума в исследуемом диапазоне частот подчиняется закону

$$g(f) \sim f^{-\nu}. \quad (1)$$

Непосредственно после конденсации пленки хрома («горячие» образцы) обладают высоким уровнем шума, который через 30 ÷ 60 мин после выдержки пленок в вакууме при температуре конденсации или при остывании снижается на несколько порядков, причем наиболее значительно на низких частотах и в дальнейшем практически не изменяется со временем. Нестационарный характер шума в «горячих» образцах не позволяет снять точные зависимости спектральной плотности мощности шума от частоты. Однако оценки показателя ν в пленках непосредственно после конденсации дают величину $\nu = 2,5 \div 3$. После выдержки образцов в вакууме («холодные» образцы) ν уменьшается до значений $\nu = 0,7 \div 1,2$. Высокие значения показателя формы спектра в «горячих» образцах указывают на то, что вклад низкочастотных процессов в величину избыточного шума пленки здесь больше, чем в «холодных» образцах.

На рис. 1 показано изменение во времени после конденсации спектральной плотности мощности $1/f$ шума на частоте 2 кГц, внутренних механических напряжений и удельного электросопротивления для пленок, полученных в атмосфере остаточных газов. Данные, соответствующие времени $t=0$, получены сразу после осаждения пленок при температуре подложки 400 К, равной температуре конденсации. Затем указанные выше физические параметры измеряли в процессе старения пленок через каждые 15 минут. Охлаждение образцов до комнатной

температуры T_0 производили в камере при давлении остаточных газов $\sim 10^{-4}$ Па, после чего давление в камере повышали в соответствии с рис. 1. Таким образом пленки выдерживались в вакууме различной степени разрежения, а после разгерметизации вакуумной камеры — на воздухе.

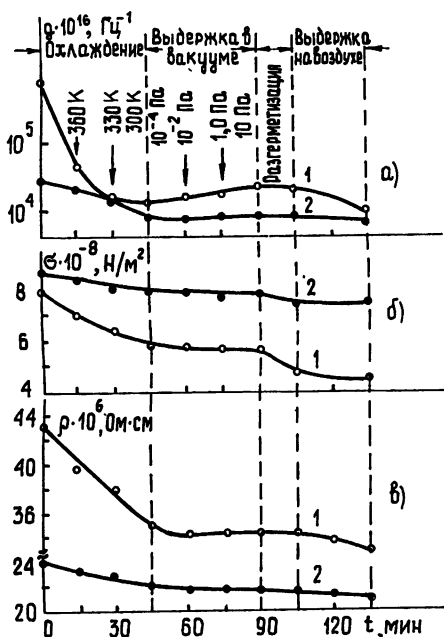


Рис. 1.

Рис. 1. Изменение во времени после конденсации спектральной плотности $1/f$ шума на частоте 2 кГц (а), внутренних механических напряжений (б) и удельного электро-сопротивления (в);

$T_k=400$ К, $h_{пл}=50$ нм (кривые 1), $h_{пл}=180$ нм (кривые 2).

Рис. 2. Зависимость спектральной плотности шума на частоте 300 Гц (кривая 1) и собственных механических напряжений (кривая 2) в пленках хрома от давления аргона в начальный период после конденсации;

$T=T_k=400$ К, $h_{пл}=80$ нм.

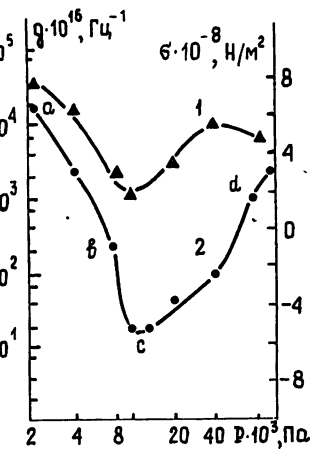


Рис. 2.

Исследования показали, что в начальный период времени при остывании пленки от температуры конденсации до комнатной наблюдается уменьшение избыточного шума, механических напряжений и удельного электросопротивления. Заметим, что величина термических напряжений в пленках хрома, определенных по формуле [3]

$$\sigma_T = E(1 - \nu)^{-1} \int_{T_k}^{T_0} (\alpha_n - \alpha_{пл}) dT, \quad (2)$$

где E , ν — модуль Юнга и коэффициент Пуассона пленки, α_n и $\alpha_{пл}$ — коэффициенты термического расширения стеклянной подложки и пленки хрома, оказывается равной $\sigma_T = 0,6 \cdot 10^8$ Н/м². То есть термические напряжения по сравнению с собственными напряжениями оказываются много меньше (рис. 1б), что связано с малым различием в ТКР хрома и стекла. Поэтому можно заключить, что при остывании пленки происходит уменьшение собственных напряжений, сопровождающееся снижением уровня избыточного шума. Уменьшение напряжений и шума сопровождается уменьшением сопротивления пленки (рис. 1в). Наблюдаемые

явления можно объяснить уменьшением концентрации неравновесных микродефектов в пленке вследствие их миграции к различным стокам [4, 5] и коалесценции в микропоры, приводящей к уменьшению напряжений [6].

При выдержке пленки в вакууме при давлении от 10^{-2} до 10 Па наблюдается некоторое возрастание шума, что можно объяснить окислением пленки. В пользу такого предположения свидетельствует тот экспериментальный факт, что для более толстых пленок уровень шума при выдержке в вакууме и после разгерметизации остается практически неизменным. В дальнейшем при выдержке на воздухе в течение часа от момента времени $t=90$ мин (рис. 1) механические напряжения и избыточный шум незначительно уменьшаются, причем сильнее для более тонких пленок.

В работе проведено исследование зависимости спектральной плотности избыточного шума и механических напряжений в пленках хрома от давления аргона. Измерения проводили непосредственно после конденсации и через час после охлаждения. Как показали исследования, для пленок, осажденных при давлении аргона $P_{\text{Ar}}=10^{-2}$ Па, наблюдается минимальный уровень шума как в «горячих», так и в «холодных» образцах. При этом минимальному значению спектральной плотности шума соответствует наименьший уровень растягивающих напряжений (или максимальный уровень сжимающих). На рис. 2 приведены типичные зависимости спектральной плотности $1/f$ шума и собственных механических напряжений в пленках хрома, полученных при $T_{\text{к}}=400$ К, от давления аргона для «горячих» образцов. Толщина пленок $h_{\text{пл}}$, полученных в различных технологических циклах при разных давлениях аргона, выдерживалась равной $h_{\text{пл}}=80\pm 15$ нм. Как следует из рис. 2, при изменении давления аргона в рабочей камере «в горячих» образцах меняется не только величина, но и знак внутренних напряжений. Следует отметить, что при конденсации пленок в неконтролируемой атмосфере остаточных газов при аналогичных технологических режимах собственные напряжения оказываются растягивающими и имеют величину $(8\div 9) \cdot 10^8$ Н/м² (рис. 1б). При конденсации в атмосфере аргона собственные напряжения в пленках уменьшаются. Например, при давлении $P_{\text{Ar}}=2 \cdot 10^{-3}$ Па $\sigma \approx 6 \cdot 10^8$ Н/м² (точка *a* на кривой 2, рис. 2). При давлении $P_{\text{Ar}}=7 \cdot 10^{-3}$ Па напряжения уменьшаются до нуля (точка *b*). При дальнейшем увеличении давления аргона напряжения в конденсируемых пленках изменяют знак (становятся сжимающими). Сжимающие напряжения в пленках сохраняются при задании давления аргона в пределах $(7 \cdot 10^{-3}\div 7 \cdot 10^{-2})$ Па, причем имеют максимальную величину в пленках, конденсируемых при давлении $P_{\text{Ar}}=(1\div 2) \cdot 10^{-2}$ Па (точка *c*). При довольно большом давлении аргона ($P_{\text{Ar}} \approx 7 \cdot 10^{-2}$ Па) сжимающие напряжения снова переходят в растягивающие (точка *d*).

Рассмотрим возможные причины, приводящие к изменению механических напряжений и избыточного шума пленок при конденсации их в среде аргона.

Известно [6], что внедрение в металлическую пленку чужеродных атомов, увеличивающих удельный объем пленки, приводит к возникновению собственных сжимающих напряжений. При конденсации в атмосфере аргона пленка в процессе роста поглощает заметное количество аргона — до 0,03 ат. % [7]. По-видимому, атомы аргона адсорбируются в несовершенствах кристаллической решетки, в том числе в вакантных узлах решетки. Внедрение аргона в пленку увеличивает ее удельный объем и приводит к понижению уровня растягивающих напряжений или возникновению сжимающих. При этом уменьшается коэффициент диффузии вакансий и их концентрация в объеме пленки. Сни-

жение концентрации и подвижности вакансий приводит к снижению уровня избыточного шума, поскольку одним из возможных механизмов возникновения $1/f$ шума в металлических пленках являются локальные флуктуации концентрации вакансий, приводящие к флуктуациям электропроводности [2, 8, 9]. При достаточно высоком давлении $P_{Ar} = 10^{-2}$ Па, по-видимому, происходит насыщение пленки атомами аргона. В пленках, полученных в этих условиях, наблюдается минимальный уровень избыточного шума и наименьшие растягивающие или наибольшие сжимающие напряжения (точка *c*, кривая 2, рис. 2). Возрастающие растягивающих напряжений на участке *c—d* и шума при увеличении P_{Ar} , по-видимому, связано с уменьшением скорости конденсации пленки хрома из-за рассеяния молекулярного потока на атомах аргона. Возможно также, что начинает сказываться влияние примесей в аргоне на свойства пленок.

Для пленок, полученных при давлении аргона $(0,4 \div 1) \cdot 10^{-1}$ Па, наблюдается уменьшение относительной спектральной плотности мощности шума. Известно [10], что в пленках, полученных в подобных условиях, образуется метастабильная фаза хрома δ —Cr в виде добавки к равновесной фазе α —Cr. Об изменении структуры пленок в наших экспериментах свидетельствовал рост удельного электросопротивления при переходе в область давлений *d—e* на рис. 2. Удельное сопротивление возросло с $\approx 25 \cdot 10^{-6}$ Ом/см до $30 \cdot 10^{-6}$ Ом/см.

Из приведенных экспериментальных результатов следует, что в пленках хрома существует связь между уровнем и характером избыточного шума и величиной внутренних механических напряжений. При этом в пленках с большими внутренними растягивающими напряжениями наблюдается и более высокий уровень низкочастотного шума. Причем показатель формы спектра γ больше для пленок с более высокими значениями внутренних напряжений. Аналогичные результаты для пленок алюминия получены в работах [9, 11].

Возможный механизм возникновения наблюдаемого шума связан с флуктуациями концентрации и с миграцией микродефектов пленки, в частности, вакансий. Растягивающие напряжения, как известно, увеличивают концентрацию и подвижность вакансий [12]. Этим можно объяснить повышение уровня избыточного шума для образцов с большими растягивающими напряжениями.

Представляет интерес проведение прямых экспериментов по исследованию влияния внешних контролируемых механических напряжений на характер и уровень низкочастотного шума. Для решения этой задачи в настоящей работе было разработано специальное устройство создания в пленке как растягивающих, так и сжимающих напряжений путем изгиба консольно закрепленной подложки с пленкой. При этом растягивающие напряжения в пленке создавались путем приложения внешней изгибающей силы к свободному концу подложки перпендикулярно к ее плоскости со стороны осажженной пленки, а сжимающие — при приложении силы к обратной стороне подложки. Внешнее усилие, изгибающее подложку, осуществлялось с помощью медного стержня, который передвигался микрометрическим винтом в плоскости, перпендикулярной к подложке. При изгибе подложки (консоли) под действием приложенной внешней силы в пленке создается асимметричное плосконапряженное состояние, причем одно главное направление (ось *x*) тензора напряжений совпадает с осью консоли, а другое (ось *y*) перпендикулярно ему. Суммарное плосконапряженное состояние пленки описывается следующим тензором, приведенным к диагональному виду [1]:

$$\sigma = \begin{pmatrix} \sigma_0 \pm \sigma'(x) & 0 \\ 0 & \sigma_0 \end{pmatrix}, \quad (3)$$

где σ_0 — внутренние напряжения, σ' — напряжения, создаваемые внешней силой. В случае внешнего растягивающего воздействия σ_0 и σ' в направлении оси x (вдоль консоли) имеют одинаковый знак и напряжения определяются выражением

$$\sigma_x = \sigma_0 + \sigma'(x). \quad (4)$$

В случае внешнего сжимающего воздействия

$$\sigma_x = \sigma_0 - \sigma'(x). \quad (5)$$

Допускаем, что в перпендикулярном направлении напряжения не меняются и равны $\sigma_y = \sigma_0$.

Величина $\sigma'(x)$ определяется по формуле [13]

$$\sigma'(x) = (3h_{\text{п}}E/2)(l-x)t^{-3}\delta'. \quad (6)$$

Здесь $h_{\text{п}}$ — толщина подложки, l — длина подложки, x — расстояние от линии закрепления подложки, δ' — отклонение незакрепленного конца подложки (консоли). Из формулы (6) следует, что величина деформации в пленке, а следовательно, и напряжения, вызванные внешней изгибающей силой, не являются постоянными для всех участков пленки, а зависят от расстояния x . При этом напряжения максимальны вблизи линии закрепления консоли. В нашем случае длина подложки $l=40$ мм, а расстояние x от линии закрепления подложки до середины исследуемой части пленки равнялось ≈ 20 мм.

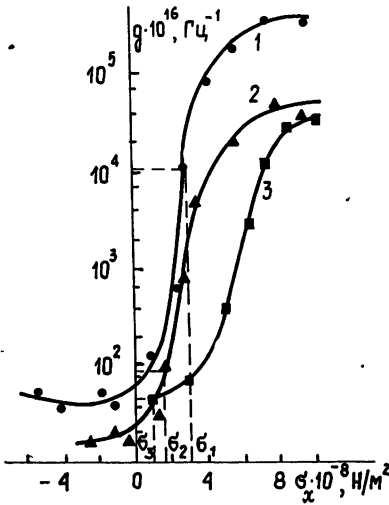


Рис. 3.

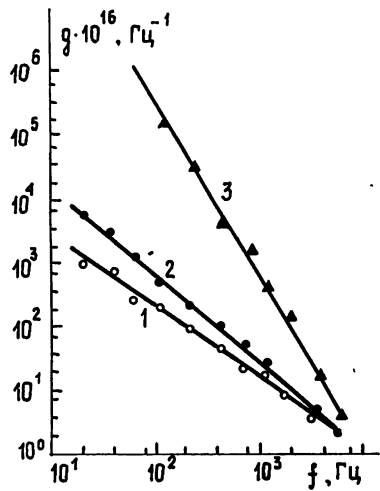


Рис. 4.

Рис. 3. Зависимость спектральной плотности $1/f$ шума на частоте $f=300$ Гц от механических напряжений для пленок, осажженных в атмосфере аргона; $h_{\text{п.л}}=80$ нм, $T_{\text{к}}=300$ К. 1 — $P_{\text{Ар}}=4 \cdot 10^{-3}$ Па, 2 — $P_{\text{Ар}}=8 \cdot 10^{-3}$ Па, 3 — $P_{\text{Ар}}=1,3 \cdot 10^{-2}$ Па.

Рис. 4. Влияние внешних механических напряжений на спектральную плотность $1/f$ шума; $h_{\text{п.л}}=80$ нм, $T_{\text{к}}=300$ К. 1 — $\sigma_x=\sigma_0=1 \cdot 10^8$ Н/М², 2 — $\sigma_x=2 \cdot 10^8$ Н/М², 3 — $\sigma_x=3 \cdot 10^8$ Н/М².

На рис. 3 приведены зависимости спектральной плотности $1/f$ шума в пленках хрома на частоте 300 Гц от среднего значения напряжений пленки для области упругих деформаций. На рис. 3 отмечены собственные механические напряжения в пленках σ_1 , σ_2 , σ_3 (без внешних деформаций) и пунктирными линиями показаны соответствующие

им уровни избыточного шума. Как видно из рис. 3, для пленок, имеющих большие значения внутренних напряжений, уровень $1/f$ шума больше. С увеличением растягивающих напряжений σ_x спектральная плотность шума возрастает, причем наиболее сильно на низких частотах в диапазоне напряжений $(1 \div 3) \cdot 10^8$ Н/м², что может быть объяснено интенсивным ростом концентрации дефектов в пленке при воздействии достаточно больших механических напряжений. Это подтверждается тем, что при растягивающих деформациях в указанном диапазоне напряжений электрическое сопротивление пленки возрастает обратно на 0,5—1%.

При приложении внешних сжимающих напряжений наблюдается снижение шума. При переходе в область малых сжимающих напряжений уровень шума является самым низким. Интересно заметить, что в этом случае шум по величине оказывается одного порядка для пленок, полученных в различных технологических режимах (кривые 1, 2, 3, рис. 3).

При значительных деформациях в пленке наблюдаются необратимые изменения. При этом обратный ход зависимостей шума и сопротивления от деформации не совпадает с прямым ходом.

На рис. 4 приведены зависимости спектральной плотности шума от частоты для пленок хрома при различных значениях механических напряжений для области упругой деформации. При увеличении растягивающих механических напряжений γ изменяется от 1,1 до 2,6.

Таким образом, прямые эксперименты подтверждают влияние механических напряжений в металлических пленках на уровень и характер избыточного шума.

ЛИТЕРАТУРА

1. Куров Г. А., Жигальский Г. П. Учебное пособие по курсу «Физика пленок». Ч. II.— М.: МИЭТ, 1980.
2. Жигальский Г. П., Бакши И. С.— Радиотехника и электроника, 1980, 25, № 4, с. 771.
3. Sinha A. K., Sheng T. T.— Thin solid films, 1978, 48, p. 117.
4. Хасс Г., Тун Р. Э. Физика тонких пленок.— М.: Мир, 1968.— Т. 3, с. 265.
5. Чорпа К. А. Электрические явления в тонких пленках.— М.: Мир, 1972.— С. 185.
6. Палатник Л. С., Фукс М. Я., Косевич В. М. Механизм образования и субструктура конденсированных пленок.— М.: Наука, 1972.
7. Thornton J. A., Tabok J., Hoffman D. W.— Thin solid films, 1979, 64, p. 111.
8. Eberhard J. W., Horn P. M.— Phys. Rev. B., 1978, 18, № 2, p. 6681.
9. Андрушко А. Ф., Бакши И. С., Жигальский Г. П.— Изв. вузов — Радиофизика, 1981, 21, № 4, с. 498.
10. Nichida J., Kimoto K.— Thin solid films, 1974, 23, p. 179.
11. Жигальский Г. П., Соков Ю. Е., Томсон Н. Г.— Радиотехника и электроника, 1979, 24, № 2, с. 410.
12. Жирфалько Л. Статистическая физика твердого тела.— М.: Мир, 1975.
13. Lanierse B., Colombani A., Thureau P.— C. R. S. A., 1961, 252, № 13, p. 1619.

Московский институт
электронной техники

Поступила в редакцию
2 апреля 1982 г.

EXCESS NOISE AND MECHANICAL TENSION IN THIN FILMS OF CHROME

G. P. Zhigal'skij, G. A. Kurov, I. Sh. Siranashvili

An effect is studied of mechanical tensions (internal and external) on the excess noise in thin films of chrome obtained under different technological conditions. The depth of films investigated amounts ≈ 80 nm. Measurements of the spectral density of the noise power have been made in the frequency range of 40 Hz \div 10 kHz. A strong dependence has been detected of the physical parameters mentioned on time (after the film condensation) with ageing of films in vacuum and in the air. It is stated that the value and the character of the excess noise and the internal mechanical tensions are defined by the pressure of the inert gas (argon) in the working chamber during films condensation. In this case for films with the large stretched tensions, the level $1/f$ of the noise is great. Explanations of the results obtained are given.