

**УМЕНЬШЕНИЕ ДЕФЕКТНОСТИ НАНОКРИСТАЛЛИТНЫХ ПОКРЫТИЙ НА  
ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПОДЛОЖКАХ ПОСЛЕ ИОННОГО  
РАСПЫЛЕНИЯ С ОДНОВРЕМЕННЫМ НАПЫЛЕНИЕМ  
DEFECTIVENESS REDUCTION OF THE NANOCRYSTALLINE COATINGS  
DEPOSITED ON THE POLYCRYSTALLINE SUBSTRATES AFTER  
PRELIMINARY ION SPUTTERING WITH SIMULTANEOUS DEPOSITION**

А.В. Рогов<sup>1</sup>, Ю.В. Капустин<sup>1</sup>, Ю.В., Мартыненко<sup>1,2</sup>  
A.V. Rogov<sup>1</sup>, Yu.V. Kapustin<sup>1</sup>, Yu.V. Martynenko<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>НИЦ «Курчатовский институт», пл. Академика Курчатова, д. 1, Москва,  
E-mail: alex-rogov@yandex.ru

<sup>2</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Каширское ш.,  
д. 31, Москва

Two types of structural defects of Mo coatings deposited on the polished Mo polycrystalline substrates were found. Firstly small (~0.1 μm) crystallites with different orientations and sizes are formed on different substrate grains. Secondly many large (~1 μm) inclusions appear on the coating surface. Preliminary buffer layer created in regime of ion sputtering with simultaneous magnetron deposition allows to eliminate the both kind of defects. A theoretical model of the phenomena was developed.

Исследованы специфические дефекты Мо столбчатых нанокристаллитных отражающих покрытий [1] на Мо полированных поликристаллических подложках (нанокристаллитных зеркал) и методы их устранения. Использовались две методики очистки поверхности подложек перед напылением – распылением в полном катоде [2], и распылением с одновременным напылением материала подложки [3] в комбинированном разряде магнетрон - полый катод. Температура нагрева подложки ~450°C. Поперечный размер нанокристаллитов ~100 нм. Толщина покрытия ~1 мкм. На Рис. 1 представлена схема эксперимента.

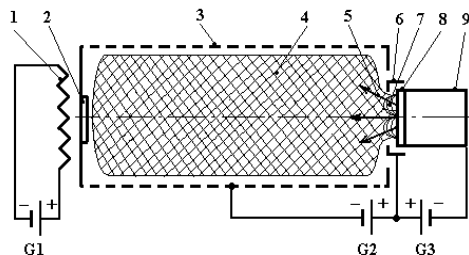


Рис. 1. Схема эксперимента: 1 – нагреватель, 2 – образец зеркала, 3 – цилиндрический полый катод, 4 – плазма разряда в полном катоде, 5 – поток расплывленного в магнетроне материала, 6 – анод, 7 – область локализации магнетронного разряда, 8 – катод магнетрона, 9 – корпус магнетрона. Блоки питания: G1 – нагревателя, G2 – полого катода, G3 – магнетрона

Исследование поверхности проводилось методом сканирующей электронной микроскопии.

При использовании технологии очистки подложек посредством ионного травления, на поверхности покрытия наблюдались участки с чётко очерченными границами различающиеся средним размером кристаллитов (Рис.2). Форма и размеры этих участков соответствуют границам зёрен (Рис.3) на поверхности поликристаллической подложки, которые проявляются только после полного удаления аморфно-дефектного слоя (АДС) [4], сформированного в процессе механической полировки.

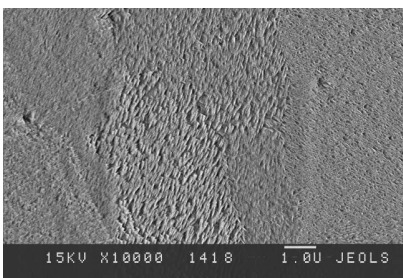


Рис. 2. Поверхность покрытия с участками кристаллитов различного размера. Размерный маркер – 1 мкм

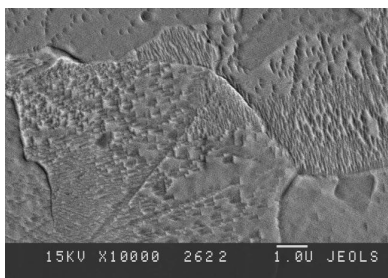


Рис. 3. Форма зёрен на поверхности подложки после распыления аморфно-дефектного слоя. Размерный маркер – 1 мкм

Также были обнаружены множественные дефекты в виде крупных кристаллических включений округлой формы, выступающих над поверхностью и имеющих характерный поперечный размер  $\sim 1$  мкм (Рис.4). Структура этих дефектов исследовалась на разломе покрытия и представлена на Рис. 5.

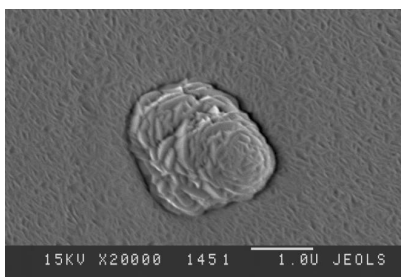


Рис. 4. Дефекты в виде крупных кристаллических включений (вид сверху). Размерный маркер 1 мкм

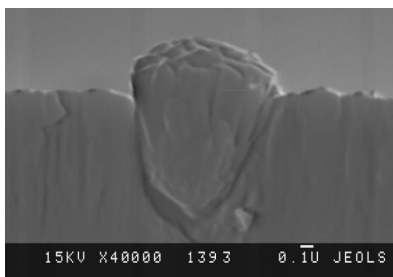


Рис. 5. Форма кристаллического включения на разломе покрытия. Размерный маркер 100 нм

Эти кристаллические образования имеют форму перевёрнутого конуса и выступают над поверхностью покрытия, то есть имеют аномально высокую скорость роста и состоят из разориентированных кристаллитов, растущих из точечного источника (затравки) на поверхности АДС (см. Рис. 5). Был проведён контрольный эксперимент с использованием Мо монокристаллических подложек с той же технологией полировки. При этом дефекты покрытий первого типа обнаружены не были, в то время как кристаллические включения имели такую же характерную форму и размер, как и при использовании поликристаллических подложек. Обнаружено, что рост таких кристаллических структур прекращается только при полном удалении АДС (в нашем случае ~200 нм), однако при этом резко ухудшается оптическое качество поверхности.

Наличие об оих типов дефектов может быть объяснено неоднородностью структуры АДС, сформированного над разными зёрнами в процессе полировки. За счёт разной кристаллографической ориентации зёрен на поверхности, их механические свойства отличаются [5]. Абразивная обработка поверхности подложки на её разных участках при полировке производится в одинаковых условиях (характерный размер и твёрдость частиц абразива, давление полировального круга). Размер зёрен (~10 мкм, см. Рис.3)) много больше толщины АДС (~200 нм). Соответственно средний размер структурных элементов этого слоя над разными зёрнами, также будет различаться. Именно эти элементы являются зародышами при формировании кристаллитов покрытия наносимого на полированное зеркало. Как показывает теоретический анализ процесса роста покрытий в этих условиях, размер кристаллитов в столбчатом покрытии зависит от первоначального размера зародыша. Этим и определяется структурное различие нанокристаллитного покрытия сформированного над разными зёрнами при использовании поликристаллической подложки.

Разработана оригинальная методика устранения данных дефектов путём формирования буферного слоя при ионном травлении с одновременным магнетронным напылением в комбинированном разряде магнетрон – полый катод. И спользовался режим, когда скорости напыления и распыления были одинаковы при о обеспечении максимальной для используемого экспериментального оборудования интенсивности этих процессов. После такой предварительной обработки поверхности поликристаллической подложки перед напылением, структурных дефектов столбчатых покрытий обоих описанных выше типов более не наблюдалось.

На основании анализа теоретической модели процесса модификации поверхностного слоя, показано, что при одновременном напылении покрытия и его распылении размер формируемых кластеров ограничен сверху. На начальном этапе роста покрытия такие кластеры являются зародышами при формировании кристаллитов. Это происходит потому, что крупные кластеры разрушаются при ионном облучении быстрее, чем мелкие. То же самое происходит и с частицами АДС – в процессе обработки крупные частицы разрушаются. В результате образуется слой, состоящий из моноразмерных нанокристаллитов. Использование такого слоя в качестве буферного для последующего нанесения покрытия создает почти идеальные условия для формирования моноразмерных одинакового ориентированных кристаллитов покрытия.

Полученные данные применимы для улучшения качества Мо нанокристаллитных зеркал для оптических диагностик ИГЭР, а также для улучшения качества других наноструктурных функциональных покрытий на полированных поликристаллических подложках.

1. А.В.Рогов, К.Ю. Вуколов, ЖТФ, №4, 2006, том 76, вып. 4, стр. 109-112.
2. А.В. Рогов, А.А. Лозован, Поверхность, Рентгеновские синхротронные и нейтронные исследования, 2008, №5, стр. 1-5.
3. А.В. Рогов, М.Ю. Нагель, Ю.В. Мартыненко, ВАНТ Серия: Термоядерный синтез, 2013, том 36, вып. 2, стр. 19-24.
4. З.Ю. Готра, Технология микроэлектронных устройств. Справочник. М., Радио и связь, 1991, стр. 107.
5. О.И. Ильинская, В.Н. Хахин, Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. “Машиностроение”, 2009, № 1, стр. 77-85.