

УДК 621.357.7

ИЗМЕРЕНИЕ ВЫРАВНИВАЮЩЕЙ И МИКРОРАСSEИВАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТЕЙ ЭЛЕКТРОЛИТОВ

*И.А. Аккозиев, А.А. Жээнбеков, П.Д. Демьянович,
А.Г. Пичужкин, Д.П. Демьянович*

Описан новый способ измерения с помощью сканирующего туннельного микроскопа (СТМ) выравнивающей и микрорассеивающей способностей электролита, предназначенного для гальванических процессов осаждения ультратонких проводящих пленок.

Ключевые слова: электролит; гальванический процесс; ультратонкие проводящие пленки.

Большое внимание уделяется в настоящее время технологии электроосаждения тонких никель-содержащих магнитных пленок (ТМП). На их основе строятся память современных компьютеров – дисковые магнитные накопители (жесткие диски). В пленках ТМП, осажденных из серноокислых электролитов, приходится решать проблему значительного градиента состава в пределах толщины 0,1–0,3 мкм. Это связано с тем, что в начале процесса осаждения в течение 15–20 с осаждается преимущественно в большем количестве железо [1].

Для стабилизации ТМП по составу и по толщине разработаны и применяются различные технологические способы, результатом которых является в основном корректировка химического состава электролитов. Свойство электролита улучшать распределение металла по поверхности катода (детали) называется рассеивающей способностью (РС).

Способность электролита образовывать равномерные осадки на микрорельефе поверхности называется микрорассеивающей способностью. Микрорассеивающая способность определяется отношением толщин покрытий на различных участках микроуглублений.

В качестве оценки рассеивающей способности электролитов используется целый ряд различных показателей в зависимости применяемых методов определения и типов измерительных ячеек. В лабораторных условиях гальванических производств применяются измерительные ячейки с плоскопараллельными электродами, щелевые с угловыми катодами, с шайборазборными электродами (прибор Оленина), ячейки Филда, Херринга и Блюма, Хулла. При использовании измерительных ячеек различной конструкции рассеивающая

способность электролитов определяется в основном по величине двух основных факторов: отношению расстояния между анодом и одним или несколькими катодами, находящимися на различном расстоянии от анода, и отношению масс осаждаемых металлов на катодах [2]. Известен метод оценки рассеивающей способности электролитов по электрохимическим параметрам [3]:

$$PC = l - \frac{1}{\rho} \frac{dE}{di}, \quad (1)$$

где l – расстояние между электродами, см; ρ – удельное электрическое сопротивление раствора, Ом·см; dE/di – изменение поляризации катода при изменении плотности тока, Ом·см². Аналогично оценке рассеивающей способности элементов может быть рассчитана микрорассеивающая способность. В данном случае вершина микровыступа принимается в качестве ближнего, а дно микроуглубления – дальнего катода. В настоящее время разработано много способов выращивания тонких пленок на проводящих и диэлектрических подложках. Осаждение проводящих тонких (микро- и нанометрических размеров) пленок гальваническим методом сопряжено с большими техническими трудностями. Различием в скоростях осаждения обусловлено различное микрораспределение металла на выступах и впадинах микрорельефа поверхности. При одинаковой скорости осаждения на выступах и впадинах наблюдается равномерное микрораспределение осадка (нулевое выравнивание). При положительном выравнивании скорость осаждения больше в углублениях, а при отрицательном более высокая скорость осаждения на выступах.

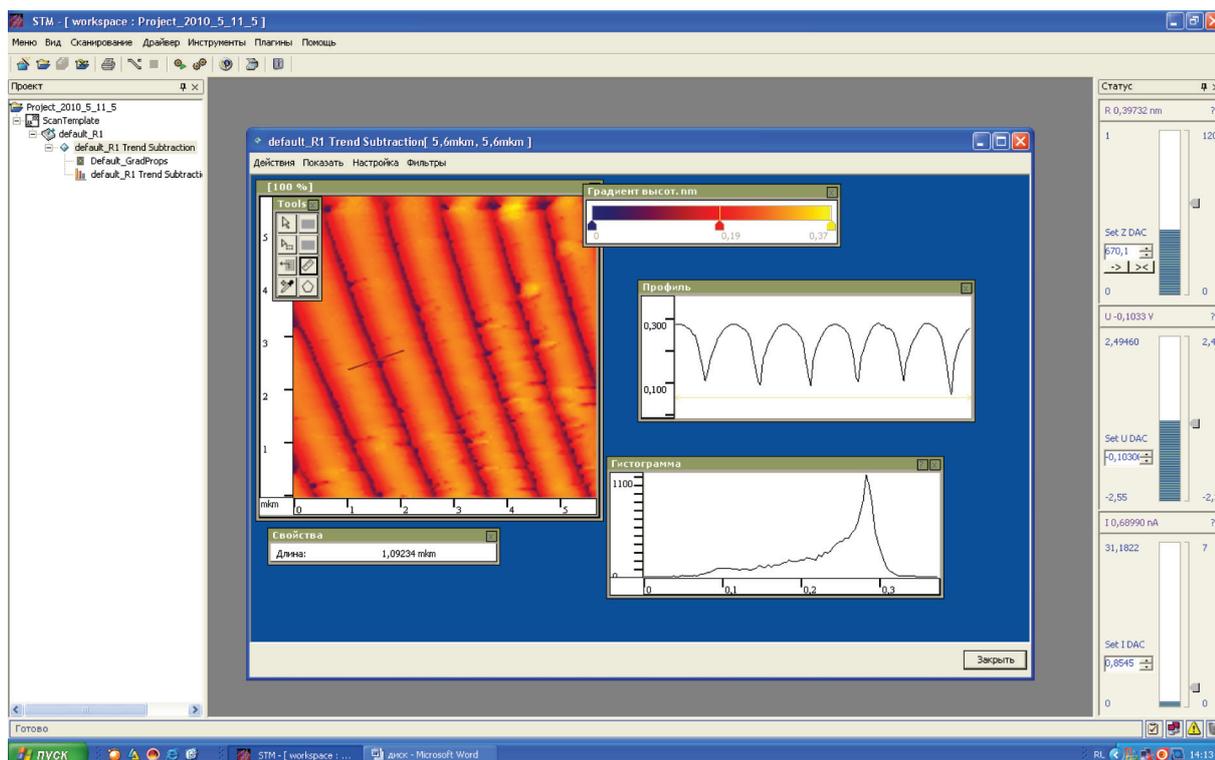


Рисунок 1 – Изображение на СТМ экспериментального фрагмента DVD-диска

Для количественной оценки выравнивания и микрорассеивающей способности электролита эффект микровыравнивания связывается с микрораспределением осадка по толщине и затем сравнивается с первичным (геометрическим) распределением тока. Выбирается объект, с помощью которого определяется выравнивающая способность (ВС) – пологий синусоидальный профиль с длиной волны синусоиды 50–100 мкм и амплитудой в 10–20 раз меньше длины волны. После электрохимического осаждения металла на тонкий профиль изготавливают поперечный шлиф и измеряют под микроскопом соответствующие параметры. Для этой цели проводится съемка профилограмм до и после нанесения осадка на поверхность микрорельефа. Расчет выравнивающей способности производится по формуле [3]

$$BC = -\frac{l}{2\pi\delta_{cp}} \ln \frac{h}{h_0}, \quad (2)$$

где l – длина волны синусоиды; h_0 и h – амплитуда синусоиды до и после электроосаждения; δ_{cp} – средняя (расчетная) толщина слоя металла. Если отношение h/h_0 близко к единице, то можно воспользоваться одним из следующих соотношений [3]:

$$BC = -\frac{l}{2\pi\delta_{cp}} \frac{h-h_0}{h_0} = \frac{l}{2\pi\delta_{cp}} \frac{h_0-h}{h_0}. \quad (3)$$

($BC = 0$ соответствует равномерному распределению металла, $BC > 0$ – положительному микровыравниванию, $BC < 0$ – отрицательному микровыравниванию).

Применение сканирующего туннельного микроскопа (СТМ) для количественной оценки выравнивания и микрорассеивающей способности электролита позволяет существенно упростить данный метод измерения [4]. В качестве экспериментальной подложки выбирается фрагмент DVD-диска в виду наличия в его информационном слое структурных дорожек. Поверхностная структура этих дорожек представляет собой “синусоиду”. Фрагмент DVD-диска предварительно очищается от полимерного покрытия до алюминиевого слоя. Так как алюминий окисляется на воздухе и в электролитах, то на его поверхности образуется тонкая оксидная непроводящая пленка. Для предотвращения этого на алюминиевую поверхность методом вакуумного напыления наносится тонкий защитный слой неокисляющегося в электролитах металла (никеля), защищающего алюминий от окисления и обеспечивающего проводящие свойства

поверхности образца. Проводимость поверхности – необходимое условие для исследования образцов на сканирующем туннельном микроскопе.

Далее, на подготовленных таким образом экспериментальных образцах DVD-дисков проводится контрольное электрохимическое осаждение никеля с поэтапной корректировкой параметров электролита гальванической ванны.

Измерение соответствующих формулам (2, 3) параметров проводилось методом сканирующей туннельной микроскопии на СТМ “Умка” [5]. Ток сканирования $I = 0,5 \text{ nA}$, напряжение $U = 0,5 \text{ В}$. Результаты исследования и измерений представлены на рисунке 1 и в таблице 1. Длина волны синусоиды $l = 0,74 \text{ мкм}$, толщина заданного покрытия $\delta_{cp} = 20 \text{ нм}$, амплитуда синусоиды $h_0 = 50 \text{ нм}$. Выравнивающая способность электролита рассчитывается по формуле (3). С помощью измеренных значений h рассчитываются значения выравнивающей способности ВС (см. таблицу 1). Полученные данные позволяют корректировать химический состав электролита в соответствии с требуемыми параметрами гальванических осадков. Таким образом можно получить ультратонкие гальванические пленки равномерной толщины.

На рисунке 2 показано трехмерное изображение тонкого гальванического никелевого осадка, полученное с применением СТМ в лаборатории “Оптоэлектроника” в результате осаждения гальваническим методом никеля на медную подложку.

Таблица 1 – Выравнивающая способность электролита в зависимости от его параметров

$h, \text{ нм}$	10	20	30	40	50	60	70	80
ВС	4,0	3,0	2,0	1,0	0	-1,0	-2,0	-3,0

Таким образом, применение СТМ для исследования гальванических осадков открывает большие возможности для разработки новых методов измерения и контроля в гальванопластике и гальваносте-

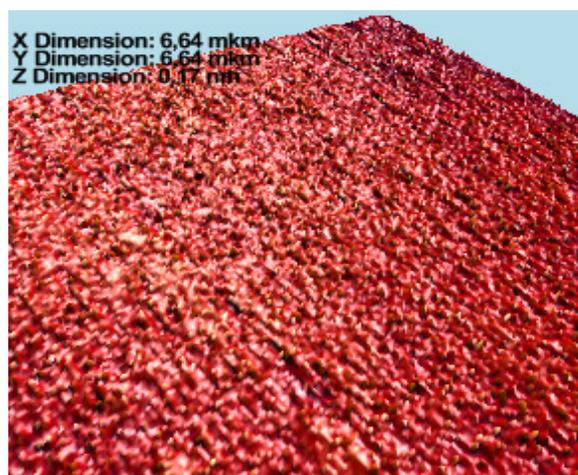


Рисунок 2 – Гальванический осадок никеля на медную поверхность

гии. С помощью СТМ можно заменить известные трудоемкие методы измерения и контроля в технологии гальванических процессов на более точные и особенно эффективные в случаях проведения исследований на микро- и наноразмерном уровнях.

Литература

1. Флеров В.Н. Химическая технология в производстве радиоэлектронных деталей / В.Н. Флеров. М.: Радио и связь, 1988.
2. Ямпольский А.М. Краткий справочник гальванотехника / А.М. Ямпольский, В.А. Ильин. М.: Машиностроение, 1981.
3. Гальванические покрытия в машиностроении: справочник: в 2-х т. / под ред. М.А. Шлугера, Л.Д. Тока. М.: Машиностроение, 1985.
4. <http://www.nanometer.ru>
5. Раскин А.А. Технология материалов микро-, опто- и наноэлектроники: учеб. пособие. Ч. 1–2 / А.А. Раскин, В.К. Прокофьева. М.: БИНОМ, 2010.