

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЯДЕРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИФИ»

Егоров Григорий Петрович

**МЕХАНИЧЕСКИЕ НАПРЯЖЕНИЯ В МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНКАХ ПРИ
МАГНЕТРОННОМ ОСАЖДЕНИИ**

Специальность 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель: Волков Андрей Александрович

Москва – 2018

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Металлические пленки, самой различной структуры и свойств, применяются практически во всех областях современной науки и техники. Они используются в оптике в качестве фильтрующих и просветляющих покрытий, в машиностроении – для антикоррозионных и упрочняющих покрытий. В измерительной технике на основе тонкопленочной технологии изготавливаются термопары, терморезисторы и тензометры, в медицине тонкие пленки используются при изготовлении асептических повязок, покрытий на имплантатах и протезах. Основное применение пленки нашли в микроэлектронике и нанoeлектронике: при производстве интегральных микросхем, полупроводниковых приборов, элементов СВЧ техники, пленочных резисторов и конденсаторов, магнитных пленочных элементов памяти компьютеров, сверхпроводящих пленок, проводящих покрытий флюоресцирующих экранов электронно-лучевых трубок, фотоэлектронных умножителей и др.

Основным требованием к тонкопленочным структурам является сохранение их работоспособности на протяжении всего срока службы изделия. Одной из основных причин выхода из строя деталей и изделий с металлическими покрытиями является разрушение тонких пленок в виде отслоения или растрескивания, что вызвано совместным действием внутренних механических напряжений (далее – напряжений), возникающих в процессе формирования пленочных структур, и напряжений, возникающих во время эксплуатации. Если второй вид напряжений может быть рассчитан теоретически, то первый вид напряжений может быть измерен только экспериментально.

Исследования, проведенные научными коллективами под руководством Р. Гоффмана, Д. Гоффмана, Р. Абермана, Дж. Торнтонa, Р. Коха, Г. Виндишмана, Г. Абадиаса, Э. Чейсона, позволили добиться значительных успехов в выявлении общих закономерностей формирования напряжений первого вида в тонкопленочных структурах в процессе их изготовления, а также указали на необходимость создания моделей, описывающих формирование напряжений в пленках. Однако результаты исследований напряжений в пленках, полученных разными методами, часто противоречат друг другу. Большое количество предлагаемых в настоящее время моделей (более 10), описывающих причины возникновения напряжений, не позволяют однозначно судить об их природе и определять критическое состояние системы «пленка-подложка».

Поэтому экспериментальное исследование кинетики и физической природы напряжений в металлических пленках, а также определение критического значения напряжений, необходимо для прогнозирования работоспособности тонкопленочных структур и является актуальной научно-технической задачей. Рекомендации по условиям нанесения пленок,

полученные в результате данной работы, имеют большое практическое значение.

Цель работы – определение моделей формирования напряжений в металлических пленках во время их осаждения в вакууме и определение уровня критических напряжений в пленке, приводящих к отслоению пленки от подложки.

В соответствии с поставленной целью решены следующие **задачи**:

- разработана экспериментальная установка со специальной атомарно-диспергирующей системой (АДС) – магнетронной распылительной системой с дополнительным разрядом, позволяющей проводить осаждение металлических пленок в высоком вакууме;
- разработаны методика и устройство, позволяющие проводить измерения напряжений в тонких пленках “*in-situ*” во время их осаждения в вакууме и определять уровень критических напряжений;
- экспериментально исследована кинетика формирования напряжений в тонких пленках при различных сочетаниях пленка-подложка;
- верифицированы модельные представления о формировании напряжений в тонких пленках на основании комплексного анализа экспериментальных данных;
- экспериментально определены уровни критических напряжений, приводящие к разрушению тонкопленочной структуры;
- исследовано напряженное состояние системы «пленка-подложка» с целью установления роли напряжений в отслоении пленок.

Научная новизна и практическая значимость работы.

1. Проведена экспериментальная верификация моделей формирования напряжений для различных стадий формирования пленки.
2. Впервые экспериментально определены значения критических напряжений и деформаций, приводящих к отслоению пленок для случаев осаждения Al, Ti, Cu, Ta на медную подложку, а также для случая осаждения Ta на стеклянную подложку.
3. Впервые установлены закономерности формирования напряжений в пленках Ta, Al, Ag в процессе осаждения на медную подложку.
4. Предложен механизм развития отслоения тонких пленок, осажденных на поликристаллическую подложку.
5. Разработаны методика и устройство, позволяющие проводить измерения напряжений (удельных усилий) в тонких пленках «*in-situ*» непосредственно во время их осаждения; предлагаемое измерительное устройство отличается от традиционного емкостного датчика повышенной чувствительностью измерений.

Практическая значимость работы заключается в том, что результаты исследования позволяют разработать рекомендации по определению и учету

напряжений в тонких пленках, которые формируются при их осаждении. Предложенная методика позволяет определять критический уровень напряжений и деформаций не только для магнетронного осаждения в вакууме, но для любого другого метода получения тонкопленочных покрытий. Установленные закономерности формирования напряжений в тонких пленках на всех стадиях структурообразования расширяют представления о возможностях управления свойствами многослойных тонкопленочных структур. Совокупность полученных в работе результатов может быть использована в дальнейших углубленных разработках, направленных на формирование наноструктурных пленок с пониженным уровнем напряжений.

Личный вклад автора.

Все представленные в диссертации экспериментальные и теоретические результаты получены непосредственно автором или при его равноправном участии. Автором лично разработаны: методика измерения напряжений в тонких пленках «*in-situ*», включающая в себя экспериментальную установку по осаждению тонких пленок с атомарно-диспергирующей системой (АДС) и устройство для измерения напряжений в тонких пленках в процессе их осаждения; лично проведены все экспериментальные измерения напряжений, возникающих при формировании тонких пленок; обработаны и проанализированы полученные экспериментальные данные. Автор принимал равноправное участие: в исследовании морфологии поверхности полученных пленок после осаждения, в расчете распределения давления в системе подачи газа АДС, подготовке материалов конференций, публикаций.

Методология и методы исследования.

Поставленные задачи решались экспериментальными, численными и аналитическими методами. Экспериментальные исследования проводились по стандартным и оригинальным методикам с использованием аттестованных приборов и контрольно-измерительной аппаратуры.

Основные положения, выносимые на защиту.

1. Закономерности формирования напряжений в тонких пленках в процессе их осаждения, после остановки осаждения, а также во время напуска атмосферы воздуха для двух типов подложки: поликристаллической и аморфной.
2. Экспериментально определенные уровни критических напряжений, приводящих к разрушению пленочных структур.
3. Механизм развития отслоения в тонких пленках, заключающийся в возникновении пластической деформации в тонком поверхностном слое подложки.
4. Разработанная методика измерения интегральных напряжений в тонких пленках «*in-situ*».

Степень достоверности и апробация работы. Достоверность полученных результатов и выводов обеспечена детальным рассмотрением физических явлений и процессов, определяющих формирование напряжений в пленках, физической обоснованностью применяемых приближений, применением современных методов обработки экспериментальных данных, а также корреляцией полученных данных с результатами других исследователей.

Основные положения работы представлялись на следующих научных конференциях: Научная Сессия НИЯУ МИФИ–2010 и НИЯУ МИФИ–2013 (г. Москва, 2010 и 2013 гг.); IV Международная конференция «Деформация и разрушение наноматериалов», 25–28 октября 2011 г., Москва; IV Международная конференции с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества», 1–5 октября 2012 г., Суздаль; XII International Conference on Nanostructured Materials (NANO 2014), July 13–18 2014, Moscow, Russia; 16th International Conference on Thin Films, 13-16 October 2014, Dubrovnik, Croatia.

Публикации.

По теме диссертации опубликовано 13 работ в научных журналах и сборниках трудов Международных и Российских конференций, в том числе 4 статьи в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК РФ.

Структура и объем диссертации.

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и выводов по работе, приложения, библиографии. Работа изложена на 151 странице, содержит 78 рисунков, 9 таблиц и список цитируемой литературы из 100 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность исследования кинетики и физической природы напряжений в тонких металлических пленках, сформулированы цель работы и решаемые задачи, указаны новизна и практическая значимость, изложены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе отражено состояние исследований напряжений в тонких пленках. Структура и напряжения в тонких пленках взаимосвязаны, а рассматриваемые на сегодняшний день источники внутренних напряжений можно разделить на 3 группы. Это источники, связанные с внутренней структурой пленки; связанные с границей раздела пленка – подложка; и источники, связанные с границей раздела пленка – вакуум. К первой группе можно отнести модели, связанные с границей растущих зерен; связанные с примесями; перестройки внутренней структуры; «скрытый слой»; дефектообразование, вызванное потоком энергетических частиц;

кинетическая модель Чейсона. Ко второй группе можно отнести различие теплового расширения пленки и подложки; различие в параметрах решетки пленки и подложки; химические реакции и взаимную диффузию. К третьей группе можно отнести модели поверхностного натяжения: деформационных полей Лапласа (модель Аберманна) и атомов внедрения на ступеньках поверхности (модель Спепена). Столь большое количество предлагаемых моделей привело нас к необходимости их экспериментальной верификации, так как не позволяют сформулировать практические рекомендации.

Процессы формирования напряжений являются чувствительными к условиям проведения эксперимента (методу получения тонких пленок). Существует большое количество методов получения тонких пленок, к основным из которых можно отнести: термическое осаждение, ионное осаждение, осаждение взрывом, осаждение дуговым разрядом, химическое осаждение, магнетронное осаждение. Наибольшее развитие в отечественной и зарубежной промышленности в последние годы приобретают системы магнетронного распыления (МРС). Отличительная особенность магнетронных распылительных устройств состоит в наличии замкнутой зоны скрещенных неоднородных электрических и магнитных полей, локализирующих разрядную плазму непосредственно у мишени, что позволяет получать чистые и равномерные по структуре пленки в широком диапазоне скоростей осаждения.

Существующие методы определения напряжений в тонких пленках можно разделить по типу используемого физического явления или используемых в эксперименте параметрах. На практике можно выделить два основных метода. Первый метод основан на измерении кривизны подложки, которая изгибается в результате деформационного (силового) взаимодействия пленка-подложка. Второй – на непосредственном измерении упругой деформации в пленке с помощью рентгеновской дифракции. Существенным недостатком рентгеноструктурных измерений является невозможность их применения для измерений напряжений во время осаждения.

Методы, основанные на измерении радиуса кривизны подложки с использованием емкостного датчика, требуют минимальных трудозатрат при подготовке и проведении эксперимента и позволяют получать данные непосредственно во время осаждения пленки. Изменение кривизны подложки в процессе осаждения обусловлено совместной деформацией системы «пленка-подложка». Уровень и распределение напряжений, как и чувствительность соответствующего измерительного устройства, будут зависеть от геометрии измерительной системы и физико-механических свойств пленки и подложки.

Во второй главе описаны разработанная экспериментальная установка и методика проведения эксперимента по измерению напряжений в металлических пленках в процессе их осаждения магнетронным методом.

Экспериментальная установка (Рис. 1а) включает в себя вакуумную часть с атомарно-диспергирующей системой (АДС) и устройство для измерения напряжений в тонких пленках «*in-situ*» (Рис. 1б).

Для выбора устройства, позволяющего получать высокочистые покрытия, проведен анализ физических процессов осаждения, на основании анализа предложен ряд критериев, дающий возможность проводить экономическую оценку целесообразности применения диспергирующих (распылительных) устройств осаждения в выбранном технологическом процессе.

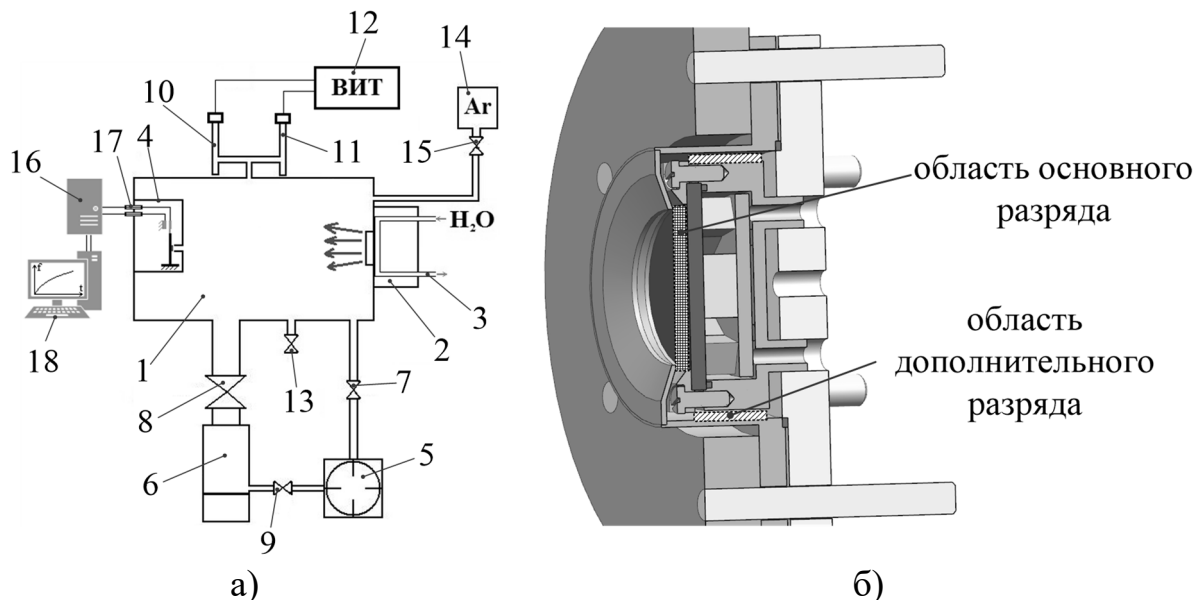


Рис. 1 – а) Схема экспериментальной установки: 1 – рабочая камера; 2 – АДС; 3 – водяное охлаждение; 4 – измерительное устройство; 5 – форвакуумный насос; 6 – диффузионный насос; 7, 8, 9, 13 – клапан; 10 – термопарный манометрический преобразователь; 11 – ионизационный манометрический преобразователь; 12 – вакуумметр; 14 – рабочий газ (аргон); 15 – игольчатый натекатель; 16 – мультивибратор; 17 – вакуумный разъем; 18 – компьютер.

б) Изображение разработанной АДС.

На основании проведенного анализа существующих МРС разработана АДС – магнетронная распылительная система с дополнительным разрядом (Рис. 1а), которая по предложенным критериям превосходит предложенные ранее устройства и позволяет проводить осаждение тонких пленок в вакууме 0,06...0,20 Па. Для формирования дополнительного разряда, обеспечивающего устойчивую работу АДС при низком рабочем давлении, рассчитаны геометрические размеры канала и распределение давления в системе подачи газа. Осаждение пленок проводилось в вакууме не хуже 0,20...0,33 Па при комнатной температуре подложки ($T_{\text{осж}} = 20^\circ\text{C}$); расстояние от распыляемой мишени до образца составляло ≈ 190 мм. Во избежание нагрева образца во время проведения эксперимента напряжение на катодах поддерживалось в интервале 100...600 В, а ток разряда – 0,5...1,5 А.

Для измерения напряжений в тонких пленках «in-situ» использован метод, основанный на измерении кривизны консольно-закрепленной подложки. Для проведения измерений прогибов (перемещений) свободного

края подложки в широком диапазоне величин проведен анализ используемых в литературе измерительных схем и экспериментальных данных, получаемых с их помощью. На основании проведенного анализа разработано и изготовлено измерительное устройство для определения прогибов консольной пластины длиной $L = 50$ мм, шириной $b = 10$ мм, толщиной $t_s \approx 0,15$ мм. Для определения малых перемещений использовался емкостной датчик. Вид разработанного измерительного устройства представлен на *Рис. 2*.

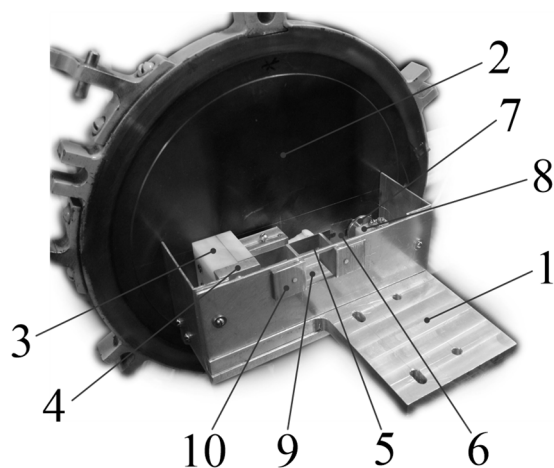


Рис. 2 – Общий вид части измерительного устройства, находящейся внутри рабочей камеры. Верхняя крышка не показана. 1 – опорная плита; 2 – фланец рабочей камеры; 3 – стойка; 4 – поджимная планка, 5 – подложка; 6 – непроводящая слюдяная пластинка и обкладка конденсатора (подвижная); 7 – вторая (неподвижная) обкладка; 8 – стойка; 9 – окошко (20×20 мм²); 10 – направляющие уголки.

Измерительное устройство принципиально можно разделить на две части. Первая часть располагается непосредственно в объеме рабочей камеры и представляет собой сборную конструкцию, закрепленную на фланце рабочей камеры 2 (*Рис. 2*), Вторая часть – это устройство, которое обрабатывает и оцифровывает сигнал, поступающий из камеры, оно находится вне камеры. В основу принципа измерения перемещений свободного края подложки у положено изменение емкости конденсатора, образованного двумя обкладками, одна из которых в течение всего эксперимента остается неподвижной, а вторая, прикрепленная к образцу, перемещается в процессе осаждения (*Рис. 3*).

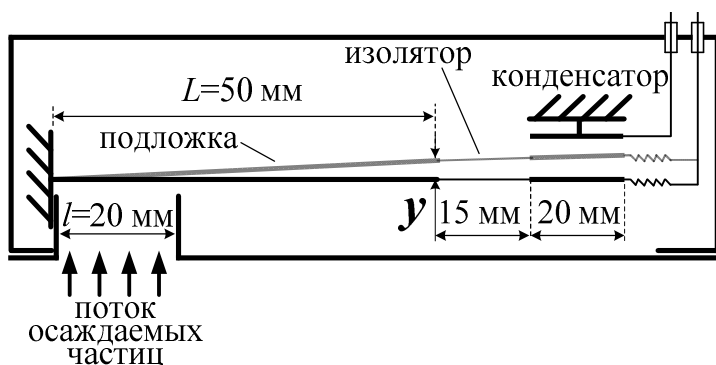


Рис. 3 – Схематичное изображение измерительной системы

В отличие от традиционного емкостного датчика, для измерения малой емкости конденсатора ~ 10 пФ использовался мультивибратор. Применение

мультивибратора позволило значительно повысить чувствительность измерений. Параметры измерительного устройства подобраны таким образом, что в диапазоне измерений перемещений 0...300 мкм получена чувствительность прибора 10 Гц/мкм. Измерительное устройство позволяет измерять удельные усилия в диапазоне 0...1000 Н/м с погрешностью ± 15 Н/м в режиме реального времени. Плоскость подложки как во время градуировки, так и в процессе осаждения остается вертикальной, поэтому влияние массы подложки не учитывается.

Объектами исследования выбраны пленки из 5 материалов. Осаждение проводилось на два типа подложек: медную и кварцевую стеклянную (*Таблица 1*). Выбор материалов пленок и подложек обусловлен следующими причинами: 1) Al, Cu, Ag широко применяются в микроэлектронике в качестве проводящих материалов; Ta, Ti – в качестве барьерных материалов для предотвращения инжекции горячих носителей в диодах Шоттки; 2) подложки из монокристаллического SiO₂ применяются при изготовлении печатных плат; использование меди для большинства материалов исключает химическое взаимодействие пленка-подложка.

Таблица 1 – Материалы исследуемых пленок и подложек

	Ti	Cu	Al	Ta	Ag	стекло кварцевое
Марка	BT1-0	M0	A0	ЭЛПЗ	CP99.99	C5-1
Тип полуфабриката	лист	Лист	плита	слиток	Слиток	пластинка
Характеристическая температура, $T_{осж}/T_{пл}$	0,15	0,22	0,31	0,09	0,24	-

Подложки представляли собой тонкие пластины размером 60×10 мм толщиной ~ 0,10...0,15 мм; осаждение проводилось по всей ширине подложки на участке длиной 20 мм вблизи от места крепления (*Рис. 3*). Средняя толщина осаждаемых покрытий составляла величину ~ 500...700 нм. Для одной пары «пленка-подложка» проводилось не менее 5 экспериментов.

Методика проведения эксперимента включала следующие операции.

Подготовка подложки. 1) Медные образцы подвергались: полировке (Ra 0,6 мкм); рекристаллизационному отжигу (при температуре ~ 900 °С в течение 2 мин в защитной атмосфере); травлению в разбавленной азотной кислоте 16% концентрации в течение 3 – 5 секунд; очистке с помощью этилового спирта; промывке в дистиллированной воде. 2) Стеклянные образцы подвергались очистке с помощью этилового спирта с последующей промывкой в дистиллированной воде. Шероховатость поверхности подложки контролировалась с помощью профилографа-профилометра Perthometer (Mahr GmbH, Германия). Шероховатость медных образцов соответствовала классу чистоты поверхности $\nabla 8$ (Ra 0,4 мкм), а стеклянных - $\nabla 12$.

Установка подложки. Конечное расстояние между обкладками после установки подложки составляло $d \approx 0,2$ мм, что соответствовало номинальной емкости образованного конденсатора ~ 10 пФ.

Градуировка измерительного устройства. Для градуировки измерительного устройства, т.е. для установления связи между прогибом y и измеряемой частотой мультивибратора f , применялся индикатор рычажно-зубчатый многооборотный типа МИГ с диапазоном измерений $0...1$ мм и ценой деления $0,001$ мм. В процессе градуировки ножка индикатора часового типа упиралась в подложку на расстоянии $L = 50$ мм от края заделки (Рис. 3). Градуировка датчика перемещений проводилась непосредственно перед напылением после каждой смены образца.

Расчет средних напряжений в тонких пленках. Для определения напряжений (деформаций) в системе «пленка-подложка» на стадиях, когда пленка становится сплошной, предлагается модель, в соответствии с которой общая деформация подложки обусловлена совместной деформацией пограничного слоя пленка-подложка $\Delta\epsilon$. Данная деформация аналогична деформации, возникающей в составных пластинах от температурного воздействия. Ввиду малой толщины пленки, деформацию $\Delta\epsilon$, вводимую растяжением/сжатием пленки, можно представить, как деформацию тонкого поверхностного слоя подложки. Принятая при этом расчетная модель системы «пленка-подложка» представлена на Рис. 4.

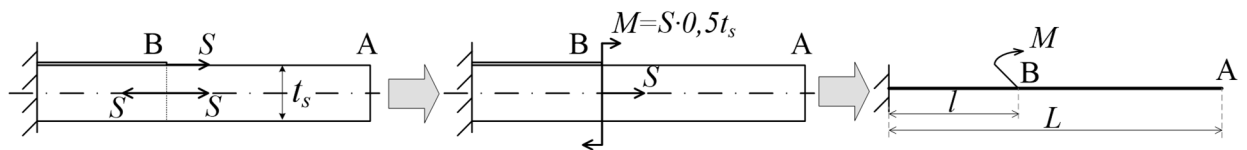


Рис. 4 – Расчетная схема системы «пленка-подложка» в процессе осаждения

Напряжения в пленке σ_f в соответствии с принятой моделью определяются по модифицированной формуле Стоуни:

$$\sigma_f = \frac{S}{t_f} = \frac{y \cdot E \cdot t^2}{3 \cdot (1 - \mu) \cdot L^2 \cdot \left(2 \cdot \frac{l}{L} - \frac{l^2}{L^2}\right) \cdot t_f}, \quad (1)$$

где S – удельные усилия, действующие на поверхности, и распределенные по ширине пластины; t_f – толщина пленки; y – измеряемый прогиб; E – модуль Юнга подложки, t – толщина подложки; μ – коэффициент Пуассона подложки; L – длина консоли; l – длина части пластинки, на которую наносится пленка. Формула (1), в отличие от известной формулы Стоуни применима для случаев, когда пленка наносится не на всю поверхность подложки, а на какую-то часть.

Измерение толщин пленок производилось двумя методами: взвешивание образцов-свидетелей с помощью электронных весов ВР-210S (Sartorius, Германия) и непосредственное измерение толщины с помощью

сканирующего электронного микроскопа на установке Helios NanoLab 650 (FEI, США).

Расчеты показали, что отклонение линейного решения задачи о прогибе от нелинейного с учетом конкретных граничных условий наблюдается при перемещениях порядка $y = 4$ мм (относительная погрешность $\sim 4\%$). Использование формулы (1) и традиционных гипотез сопротивления материала для малых перемещений в данном случае является правомерным, т.к. максимально измеренный экспериментальный прогиб свободного торца пластины ($y_{\max}^{\text{эксп}} \sim 300$ мкм) находится в области линейной зависимости прогиба от прикладываемой силы.

В третьей главе приведены экспериментальные результаты, необходимые для верификации моделей формирования напряжений для различных стадий осаждения и определения уровня критических напряжений.

Для определения закономерностей формирования напряжений в тонких пленках получены экспериментальные кривые изменения удельных усилий в пленке S с ростом толщины t_f во время осаждения, а также в процессе релаксации после остановки напыления и в процессе напуска воздуха (Рис. 5 – Рис. 7). Экспериментальные результаты позволили выделить следующие стадии осаждения: начальные стадии, когда пленка не сплошная и состоит из отдельных конденсатов (островков); рост сплошной пленки; разрушение, если таковое наблюдалось. Для анализа и сравнения экспериментальных кривых введены следующие параметры:

- скорость роста удельных усилий $\alpha = dS/dt_f$ – величина, характеризующая линейные участки кривых S [ГПа];
- величина α/ω , где α – скорость роста удельных усилий; ω – скорость осаждения; данная величина характеризует способность системы пленка-подложка релаксировать возникающие напряжения [ГПа/(нм/с)].

Анализ полученных экспериментальных кривых для начальных стадий (островковая структура) показал, что во всех экспериментах, независимо от материала подложки, наблюдался линейный участок, свидетельствует о линейной зависимости удельных усилий от количества островковых структур;

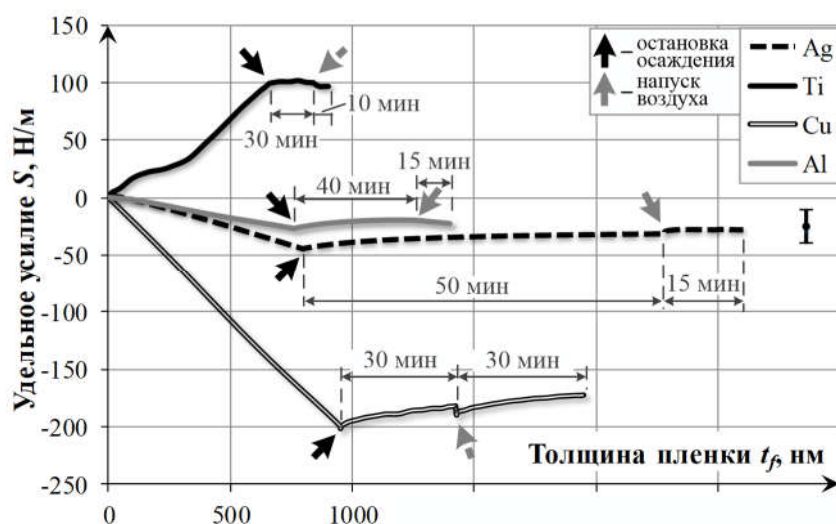


Рис. 5 – Экспериментальные кривые удельных усилий S для пленок Ag, Al, Ti и Cu, осажденных на медную подложку

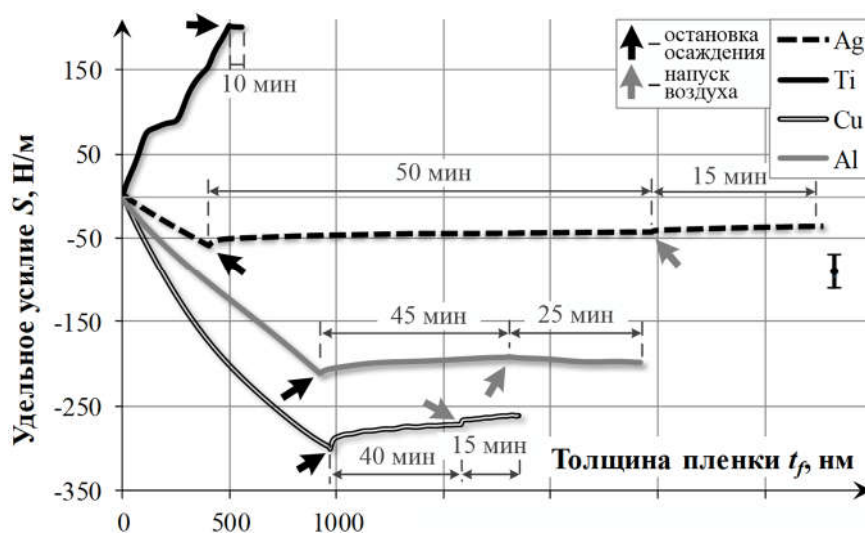


Рис. 6 – Экспериментальные кривые удельных усилий S для пленок Ag, Al, Ti и Cu, осажденных на стеклянную подложку

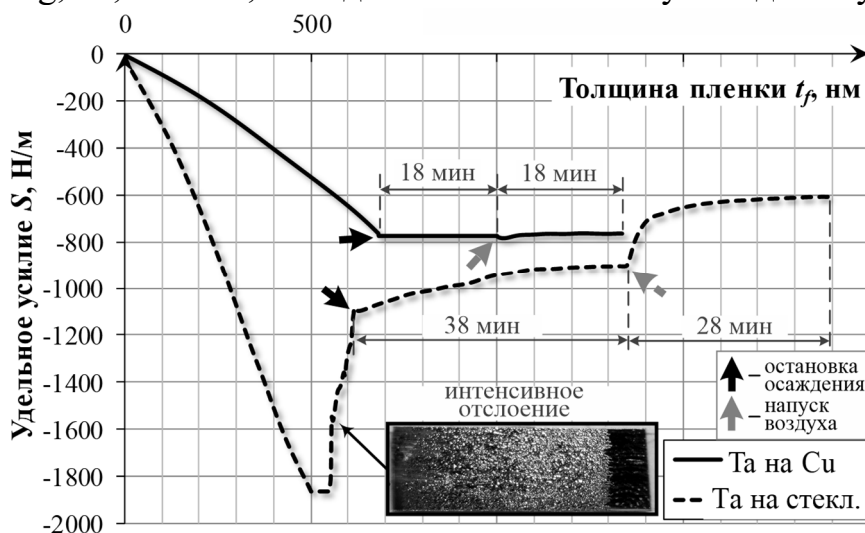


Рис. 7 – Экспериментальные кривые удельных усилий S для пленок Ta, осажденных на медную и стеклянную подложки

В экспериментах по осаждению Ag, Ta на оба типа подложек обнаружены участки изменения знака удельных усилий со следующими особенностями. Изменение знака с положительного на отрицательный в большинстве случаев происходит при толщинах пленки $t_f \sim 10$ нм, а пик растягивающих усилий приходится на толщину $t_f \sim 4$ нм, что соответствует началу образования сплошной пленки и смене механизмов формирования напряжений. Для всех материалов с увеличением скорости осаждения ω скорость роста удельных усилий α в первые моменты осаждения на медной подложке увеличивается, а на стеклянной – уменьшается; что свидетельствует о влиянии теплопроводности подложки на α . Для всех материалов скорость роста удельных усилий α в первые моменты осаждения для стеклянной подложки больше, чем для медной; это свидетельствует о том, что α пропорционально отношению коэффициентов поверхностного натяжения пленка/подложка (для стеклянной подложки такое отношение больше, чем для медной). Для всех материалов величина локального максимума кривой S для стеклянной подложки больше, чем для медной; данный факт свидетельствует о том, что суммарная протяженность границ появляющихся островковых структур на стеклянной подложке больше, чем на медной. На начальных стадиях осаждения ($t_f \leq 50$ нм) как на медную, так и на стеклянную подложки, максимальные α наблюдались в пленках Ta, минимальные – в пленках Ag; это соответствует соотношению между величинами коэффициентов поверхностного натяжения для материалов.

Анализ полученных экспериментальных кривых для непрерывной пленки показал, что с увеличением скорости осаждения пленок ω , независимо от типа подложки, для всех осаждаемых материалов наблюдалось увеличение α . Это косвенно подтверждает зависимость α от размеров растущих зерен (интегральной площади границ), т.к. увеличение скорости осаждения приводило к формированию более мелких зерен (столбчатых структур – это наблюдалось на снимках поверхности), и, следовательно, к увеличенной суммарной протяженности границ зерен. Для всех осаждаемых материалов, за исключением Ta, независимо от типа подложки, с увеличением толщины пленки t_f наблюдалось незначительное уменьшение скорости роста удельных усилий α , что свидетельствует о начале релаксационных процессов. В экспериментах по осаждению Ti, Cu и Ta на медную подложку на кривой удельных усилий S обнаружены участки насыщения, что соответствует началу отслоения и разрушению осаждаемых пленок. В эксперименте по осаждению Ta на стеклянную подложку (см. Рис. 7) наблюдалось резкое снижение уровня удельных усилий на 40%; в конце эксперимента наблюдались признаки интенсивного разрушения. Абсолютная величина α/ω во всем диапазоне толщин для всех материалов пленок, осажденных на стеклянную подложку, больше, чем на медную (см. Таблица 2); данный факт свидетельствует о наличии модели локальной релаксации удельных усилий в системе металл/металл в отличие от системы металл/стекло. В экспериментах по

осаждению Al, Cu, Ag и Ta обнаружены сжимающие усилия в пленках; в экспериментах по осаждению Ti – растягивающие; полученные данные подтверждают результаты других исследователей (как по характеру, так и по уровням удельных усилий) для указанных материалов и выбранного метода получения.

Таблица 2 – Величина α/ω , ГПа/(нм/с)

	Под-ложка	Толщина пленки t_f , нм				
		0...100	100...200	200...300	300...400	400...500
Ti	Cu	0,72	0,22	0,22	0,89	0,89
	SiO ₂	2,91	0,34	1,75	1,84	1,91
Ag	Cu	-0,17	-0,31	-0,23	-0,18	-0,13
	SiO ₂	-0,44	-0,39	-0,39	-0,35	-0,36
Al	Cu	-0,39	-0,36	-0,36	-0,36	-0,36
	SiO ₂	-0,98	-0,71	-0,71	-0,71	-0,64
Cu	Cu	-0,72	-0,72	-0,75	-0,78	-0,81
	SiO ₂	-1,84	-1,50	-1,50	-1,02	-1,02
Ta	Cu	-1,90	-2,03	-2,41	-2,34	-2,59
	SiO ₂	-4,41	-4,97	-6,07	-8,43	-4,43

Кроме того, проводились измерения удельных усилий после остановки осаждения и в процессе напуска атмосферы воздуха в рабочую камеру, что необходимо для верификации как моделей формирования напряжений, так и моделей релаксации. При этом обнаружено, что оба исследуемых явления, как правило, приводят к снижению уровня удельных усилий, однако полной релаксации усилий не наблюдалось.

Для определения уровня критических напряжений $\sigma_{\text{крит}}$ в пленке экспериментальные кривые удельных усилий (Рис. 5, Рис. 6) с использованием формулы (1) перестраивались в кривые напряжений. На Рис. 8 показаны напряжения в пленках, для которых по окончании эксперимента обнаружены признаки разрушения.

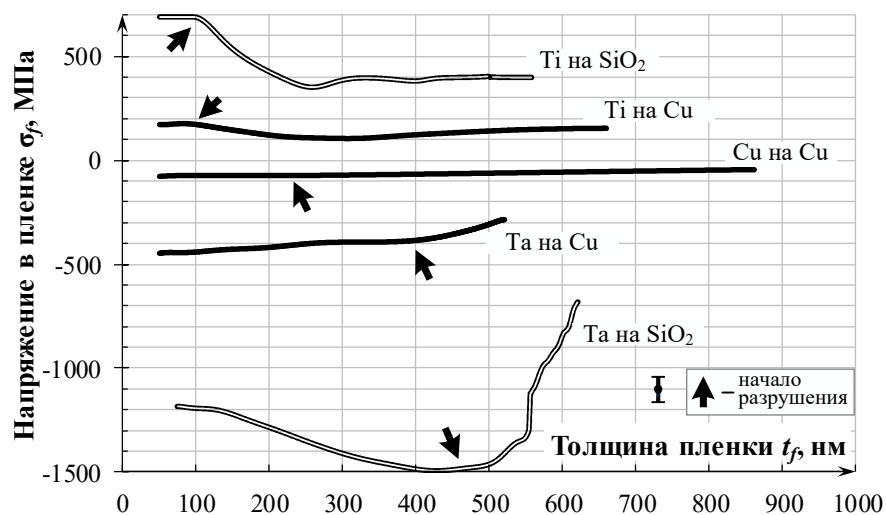


Рис. 8 – Напряжения в пленках Ti, Cu и Ta, для которых обнаружено разрушение

Анализ кривых напряжений показал, что в экспериментах по осаждению одного материала пленки уровень $\sigma_{\text{крит}}$ для медной подложки меньше, чем для стеклянной. Этот факт свидетельствует о различных механизмах разрушения на медной и стеклянной подложке. Уровень $\sigma_{\text{крит}}$ для Ti и Cu на медной подложке по порядку величины соответствует пределу текучести подложки, что свидетельствует о возможной пластической деформации в тонком поверхностном слое подложки. Наибольший уровень критических напряжений по модулю независимо от типа подложки, т.е. прочность формируемых пленок, наблюдался в пленках Ta, наименьший уровень – в пленках Cu. Уровень критических напряжений в пленках Ti и Ta, осажденных на стеклянную подложку, превосходит как предел текучести, так и предел прочности объемных материалов пленки, что говорит об отличных от объемного материала механизмах разрушения.

В четвертой главе проведен комплексный анализ полученных результатов, верифицированы возможные модели формирования напряжений и их роль на каждой стадии осаждения; исследовано напряженно-деформированное состояние системы «пленка-подложка»; рассмотрены возможные причины изменения уровня напряжений после остановки осаждения, а также во время напуска воздуха; предложен механизм разрушения (отслоения) пленок.

Анализ результатов проведен с учетом следующих основных гипотез справедливых для выбранных условий осаждения. Интенсивность осаждения в проведенных экспериментах такова, что поток осаждаемых атомов превышает поток остаточных газов на подложку, что исключает существенное влияние химического взаимодействия формируемой пленки и остаточного газа. При этом налетающий поток атомов привносит на подложку не только массу, но и значительную энергию. Формирование кристаллической структуры должно происходить таким образом, что направления плотной

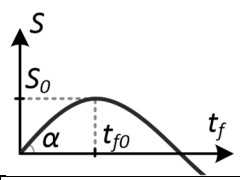
упаковки перпендикулярны поверхности подложки. Это обеспечит максимальное поглощения налетающего потока частиц и максимально быстрый отвод тепла из поверхностного слоя пленки.

Экспериментальные результаты позволили верифицировать следующие модели: на начальной стадии – модель поверхностного натяжения пленка/подложка (островковая модель); на стадиях роста сплошной пленки – модель, в соответствии с которой напряжения в пленке формируются в результате поверхностной несовместности собственных деформаций по границам растущих зерен (модель столкновения растущих кристаллов).

На начальной стадии в случае слабого взаимодействия между осаждаемыми атомами и поверхностью подложки, формирование напряжений связано с процессами зародышеобразования и формирования конденсатов (островков). В соответствии с островковой моделью закритические зародыши рассматриваются как изолированные капли на поверхности подложки. Данные капли в зависимости от отношения коэффициентов поверхностного натяжения пленка/подложка $\kappa = \gamma_f/\gamma_s$ будут стягивать или растягивать поверхностные слои подложки. Чем больше будет величина κ , тем сильнее пленка будет стягивать подложку. Влияние данного источника будет максимальным на начальных стадиях, т.е. когда на поверхности одновременно существует много маленьких островков. На протяженность границ растущих островков, а значит, и на величину вносимых усилий, очевидно, должна влиять подвижность адатомов, которую можно охарактеризовать частным от деления температуры проведения эксперимента $T_{осж}$ на температуру плавления осаждаемого материала $T_{пл}$ ($T_{осж}/T_{пл}$). Чем адатомы более подвижны, тем количество образуемых капель будет меньше, а размер их будет больше, потому что вероятность преодоления энергетических барьеров, например, таких как барьер Эрлиха-Швобеля, у более подвижных адатомов больше, чем у менее подвижных. Сравнительный анализ экспериментальных данных (Таблица 3) для начальных стадий осаждения показал:

- как для Та, так и для Аg обнаружена прямая зависимость скорости роста удельных усилий α и локального максимума растягивающий усилий S_0 от κ ;
- для менее подвижных адатомов Та по сравнению с Аg наблюдались большие α и S_0 .

Таблица 3 – Величины κ и α для начальных стадий осаждения Та и Аg



	Та		Аg				
	на стеклянной подложке		на медной подложке	на стеклянной подложке		на медной подложке	
$T_{осж}/T_{пл}$	0,09			0,24			
κ	18,46		1,78	7,15		0,69	
α , ГПа	$\omega=0,17$ нм/с	$\omega=0,31$ нм/с	$\omega=0,31$ нм/с	$\omega=0,31$ нм/с	$\omega=0,46$ нм/с	$\omega=0,46$ нм/с	$\omega=0,70$ нм/с

	15,3±1,8	6,8±0,8	1,9±0,2	0,6±0,1	0,4±0,1	0,10±0,01	0,4±0,1
t_{p0} , нм	1,9±0,2	2,6±0,3	1,0±0,1	8,0±1,0	6,0±0,7	17,0±2,0	4,0±0,5
S_0 , Н/м	10,4±1,2	7,5±0,9	3,7±0,4	2,1±0,2	1,1±0,1	0,6±0,1	0,5±0,1

Таким образом, полученные экспериментальные закономерности находятся в соответствии с изначальными гипотезами островковой модели, поэтому можно заключить, что островковая модель правомерна на начальных стадиях осаждения.

Предполагая, что на границе раздела должно выполняться условие совместности деформаций, можно сделать вывод о том, что распределение напряжений в системе «пленка-подложка» будет аналогично задаче о нагреве тонкого поверхностного слоя. Для установления роли напряжений в отслоении пленок смоделировано напряженное состояние системы «пленка-подложка», когда пленка состоит из отдельных островков, потому что принципиально данное распределение сохранится и для сплошной пленки. Результаты проведенного в программной среде ANSYS конечно-элементного моделирования нагрева тонкого островка на поверхности толстой подложки представлены на *Рис. 9*.

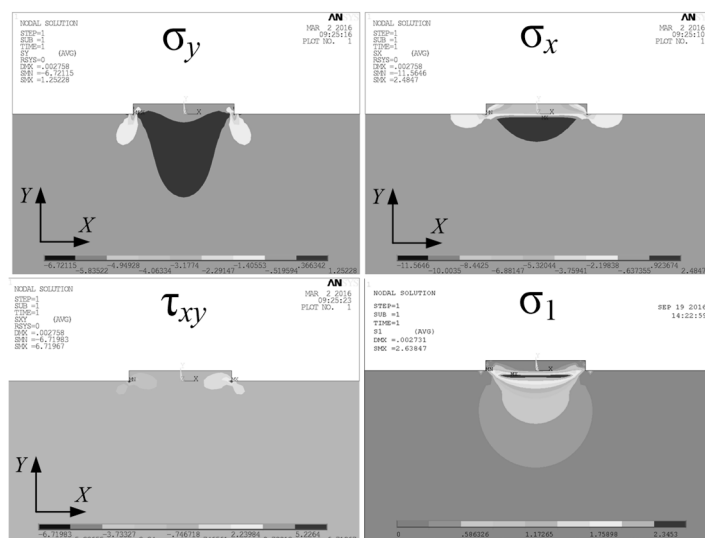


Рис. 9 – Распределение напряжений в системе «пленка-подложка» на стадии одиночных островков

Максимальные растягивающие напряжения (первые главные) в подложке сосредоточены в тонком приповерхностном слое, соизмеримом с толщиной островка (пленки) (см. *Рис. 9*).

Для стадий роста непрерывной пленки в случае слабого взаимодействия между осаждаемыми атомами и поверхностью подложки предлагается модель, основанная на концепции формирования напряжений в результате поверхностной несовместности собственных деформаций по границам растущих зерен. Модель основана на концепции фазовых превращений в твердом состоянии в гетерофазной структуре, предложенной Ройтбурдом. В соответствии с этой моделью напряжения в пленке формируется в результате столкновения растущих конденсатов (островков). В соответствии с моделью

интегральная составляющая внутренних напряжений должна зависеть от суммарной площади границ зерен.

Полученные экспериментальные результаты подтвердили данную гипотезу. Для всех материалов обнаружено, что размер зерна, образуемого при осаждении на медную подложку, больше размера зерна на стеклянной подложке (см. *Рис. 10*), т.е. интегральная площадь соприкосновения зерен для пленки на медной подложке больше, чем для пленки на стеклянной подложке. При этом скорость роста удельных усилий α на медной подложке меньше, чем на стеклянной (*Рис. 5*, *Рис. 6*). Таким образом, подтверждена обратная зависимость α от среднего размера зерна $\langle d \rangle$ для одного материала. Зависимость α от $\langle d \rangle$ можно охарактеризовать тангенсом угла наклона k_1 (см. *Рис. 11*).

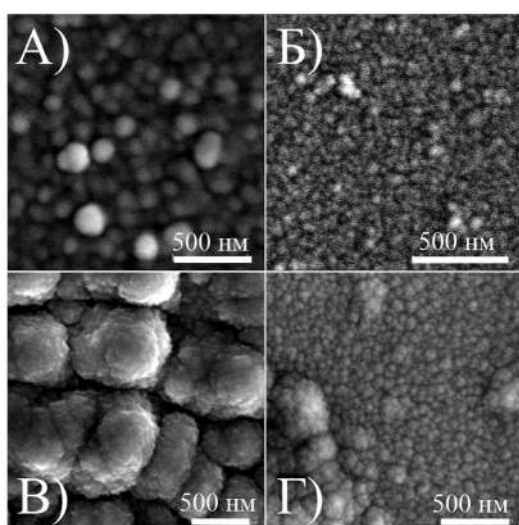


Рис. 10 – Изображение поверхности пленок:
А) Cu на медной подложке;
Б) Cu на стеклянной подложке;
В) Al на медной подложке;
Г) Al на стеклянной подложке.

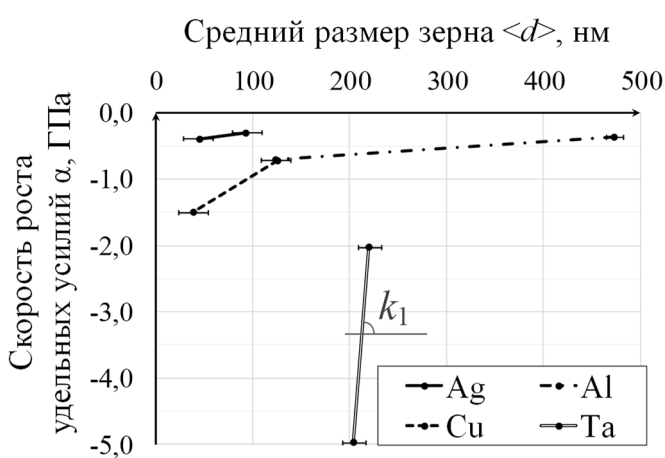


Рис. 11 – Зависимость скорости α от размера зерна $\langle d \rangle$

Обнаружено, что увеличение подвижности адатомов ($T/T_{пл}$) приводит к уменьшению тангенса угла наклона k_1 (*Таблица 4*), что говорит о том, что поверхностная несовместность собственных деформаций зависит от подвижности адатомов: чем более подвижны адатомы, тем больше вероятность формирования совместных границ зерен с пониженным уровнем напряжений (пленки Ag, Al).

Таблица 4 – Экспериментальная зависимость $\text{tg}(k_1)$ от $T/T_{пл}$

Осаждаемый материал	Ag	Al	Cu	Ta
$\text{tg}(k_1)$, ГПа/нм	0,002	0,001	0,009	0,184
$T/T_{пл}$	0,24	0,31	0,22	0,09

Условия проведения эксперимента (предварительная глубокая откачка до давления $\approx 1 \cdot 10^{-3}$ Па; низкое рабочее давление во время осаждения $p_{\text{раб}} \sim 0,1$ Па; относительно малая энергия налетающих атомов $\sim 6 \div 10$ эВ; отсутствие значительного нагрева подложки $\Delta T \sim 30^\circ$) не позволили выявить влияния следующих механизмов.

1. Влияние примесей: химический анализ показал примерно одинаковое содержание посторонних элементов во всех полученных пленках.
2. Перестройка внутренней структуры зерен: температура подложки и энергия налетающих частиц были недостаточными для перестройки внутренней структуры зерен.
3. Бомбардировка нейтральными атомами: осаждаемые нейтральные атомы не способны образовать каскады смещений (дефекты) в слое уже осажденных атомов.
4. Смена ориентации зерен в растущей пленке: диапазон толщин осажденных пленок (в среднем до 700 нм) не позволил выявить влияние данного механизма, т.к. из литературы известно, что смена ориентации, как правило, начинается с толщин ~ 1 мкм.

Верификация перечисленных механизмов требует проведения отдельных углубленных исследований.

Экспериментальные результаты не подтвердили следующие модели.

1. Различие в коэффициентах температурного расширения: после остановки осаждения полной релаксации усилий S , которые могли быть связаны с нагревом, не наблюдалось. Предполагая, что система пленка-подложка во время осаждения нагревается на $\Delta T = 30^\circ$, после остановки осаждения напряжения должны измениться на небольшую величину σ_{th} (см. Таблицу 5).

Таблица 5 – Величина температурных напряжений σ_{th} , МПа

Осаждаемый материал	Ti	Cu	Al	Ta	Ag
при осаждении на медную подложку	-42,1	0	19,2	-85,9	9,3
при осаждении на стеклянную подложку	-4,5	37,1	43,6	-20,6	38,9

2. Различные параметры решетки: в качестве примера рассмотрено осаждение Cu на Cu. В проведенных экспериментах поверхность готового образца (подложки) меди представляла собой очень тонкий (~ 1 нм) слой смеси оксидов и гидроксидов. Кристаллическая решетка оксида меди относится к типу моноклинных решеток с параметрами $a = 4,6837$ Å; $b = 3,4226$ Å; $c = 5,1288$ Å. Предположив, что разница параметров решетки является источником напряжений, напряжения несоответствия при осаждении на медную подложку должны составлять

величину $\sigma^{misfit} \sim 25$ ГПа. Подобные уровни напряжений не наблюдались ни в наших экспериментах, ни в экспериментах других авторов. С ростом толщины средние напряжения должны уменьшаться обратно пропорционально ее толщине, что так же не нашло экспериментального подтверждения.

Для описания релаксации напряжений, наблюдаемой после остановки осаждения, предлагается модель «перегретого поверхностного слоя». Осаждаемые нейтральные атомы, имеющие энергию $\sim 6...10$ эВ, не способны образовать каскады смещений в слое уже осажденных атомов, но поток таких частиц вызывает интенсивный нагрев тонкого поверхностного слоя. Это приводит к формированию небольшого градиента температур по толщине подложки. При остановке осаждения данный градиент температур релаксирует. Согласно проведенным измерениям, такой стационарный градиент температур составляет величину $\sim 200^\circ/\text{мм}$, что соответствует температуре пленки $\sim 50^\circ\text{C}$. Полученные экспериментальные данные (Рис. 5 – Рис. 7) находятся в соответствии с модельными представлениями:

- обнаружено, что чем меньше толщина пленки, тем быстрее проходила релаксация усилий;
- для всех материалов пленки на стеклянной подложке ($\lambda = 1,34$ Вт/(м·град)) релаксация проходила медленнее, чем на медной ($\lambda = 395$ Вт/(м·град)).

Полученные экспериментальные данные об изменении уровня напряжений в процессе напуска воздуха дополняют ранее известные представления о закономерностях формирования напряжений в осажденных покрытиях при их взаимодействии с атмосферой воздуха. Как показывали проведенные исследования, одним из возможных механизмов, отвечающих за резкое изменение уровня удельных усилий (напряжений) во время напуска воздуха, является образование оксидной пленки, параметр решетки которой отличается от параметра решетки сформированной пленки. Образование оксидной пленки, как правило, приводит к снижению уровня сжимающих напряжений. Исключение составляют Al и Ti, для которых наблюдалось незначительное увеличение сжимающих усилий. Возможным механизмом здесь может быть образование оксидов с различной стехиометрией.

В ходе экспериментов по осаждению Ti, Cu и Ta на кривой удельных усилий наблюдались участки «насыщения», т.е. участки, на которых скорость роста удельных усилий α была близка к 0. По окончании таких экспериментов обнаружены признаки частичного разрушения (отслоения) пленки. Предлагаемая методика позволила определить критические значения совместных деформаций $\Delta\epsilon_{\text{крит}}$ и напряжений $\sigma_{\text{крит}}$ от действия максимальных удельных усилий S , при которых в процессе осаждения обнаружено разрушение (Таблица 5).

Таблица 5 – Уровень критических напряжений $\sigma_{крит}$ и деформаций $\Delta\epsilon$

Пленка	Al		Ag		Cu		Ti		Ta	
Подложка	стекл.	медн.	стекл.	медн.	стекл.	медн.	стекл.	медн.	стекл.	медн.
S , Н/м	-225	-70	-60	-50	-300	-15	69	15	-640	-134
$\Delta\epsilon$, %	-0,35	-0,09	-0,18	-0,23	-0,28	-0,65	0,62	0,15	-0,80	-0,21
$t_f^{крит}$, нм	Разрушение не обнаружено.					200	100	80	430	340
$\sigma_{крит}$, МПа						-75	690	170	-1495	-395
$\Delta T_{крит}$, град						391	766	185	1212	318

Уровень $\sigma_{крит}$ для Ti ($\sigma_{крит} = 170$ МПа) и Cu ($\sigma_{крит} = 73$ МПа) на медной подложке по порядку величины соответствует пределу текучести подложки. Максимальный уровень критических напряжений в пленках Ti ($\sigma_{крит} = 690$ МПа) и Ta ($\sigma_{крит} = 1495$ МПа), осажденных на стеклянную подложку, превосходит как предел текучести, так и предел прочности объемных материалов пленки, однако, значительно меньше теоретического предела прочности материалов, как это указывалось в работах других авторов. Полученные экспериментальные данные позволяют прогнозировать работоспособность тонкопленочных структур в рабочих условиях, например, позволяют определить температуру нагрева $\Delta T_{крит}$, приводящую к разрушению (Таблица 5).

На основании анализа полученных экспериментальных данных (Таблица 5), а также распределения напряжений в системе «пленка-подложка» (Рис. 9) предложен механизм развития отслоения пленки, осажденной на медную подложку, в соответствии с которым определена роль напряжений в процессе разрушения. При достижении напряжением уровня предела текучести в малом поверхностном слое подложки, на поверхность раздела выходят дислокации, которые, скапливаясь на неоднородностях и дефектах границы раздела, могут образовывать зародыши трещин и продвигаться за границу раздела и, таким образом, «перерезать» пленку, образуя микротрещины. Если пленка находится в растянутом положении с присутствующими в ней микротрещинами, то в очень тонком слое отсутствует стеснение пластической деформации, что соответствует плоскому напряженному состоянию. В таком случае, максимальные касательные напряжения τ_{max} действуют на площадках под углом 45° к лицевой поверхности образца, и возникает местное утонение слоя, а разрушение происходит срезом по типу косого излома, что наблюдалось на образце Ti/Cu. Если пленка сжата то, при определенном уровне напряжений, превосходящем предел текучести в поверхностном слое подложки, в местах локальной пластической деформации, связь между пленкой и подложкой на границе раздела ослабляется и происходит локальная потеря устойчивости пленки. Таким образом, образуются вздутия, которые наблюдались на образце Cu/Cu.

С практической точки зрения измерение критических напряжений с использованием предложенной методики позволяет определить «запас прочности» системы «пленка-подложка» для конкретного метода и условий осаждения. Например, для электронной промышленности (ПАО «Микрон» г. Зеленоград) применение методики позволяет определить критические температуры нагрева микросхем; для атомной промышленности (АО «ТВЭЛ» г. Москва) – коррозионную стойкость покрытий.

ОСНОВНЫЕ ВЫВООДЫ

1. В диссертационной работе решена актуальная научно-техническая задача, заключающаяся в определении моделей формирования напряжений в тонких металлических пленках во время их осаждения в вакууме и определении уровня критических напряжений в пленке на основании экспериментального исследования кинетики формирования напряжений в тонких пленках при различных сочетаниях пленка-подложка.

2. Разработана методика, позволившая экспериментально определить критический уровень напряжений и деформаций для магнетронного осаждения в вакууме. Методика может быть использована для любого другого метода осаждения с целью прогнозирования срока службы тонкопленочных изделий с учетом условий эксплуатации.

3. Подтверждена работоспособность разработанной методики и устройства для определения внутренних механических напряжений в тонких пленках “*in-situ*”. Проведены измерения удельных усилий (напряжений) с ростом толщины в тонких пленках Al, Ti, Cu, Ag, Ta, осажденных на медную и стеклянную подложки, как непосредственно во время осаждения, так и после остановки напыления и во время напуска атмосферы воздуха.

4. Впервые полученные данные о напряжениях в пленках Ta, Al и Ag на медной подложке расширяют представления о возможностях управления свойствами многослойных тонкопленочных структур на их основе.

5. На основании результатов экспериментального исследования закономерностей формирования напряжений в тонких пленках Al, Ti, Cu, Ag, Ta, осажденных на медную и стеклянную подложки, выявлены две причины возникновения напряжений:

- на начальных стадиях: в случае отсутствия химического взаимодействия атомов пленки и подложки – модель поверхностного натяжения пленка/подложка (островковая модель); при наличии химического взаимодействия – образование химического соединения;
- на стадиях формирования сплошной пленки: поверхностная несовместимость собственных деформаций по границам зерен.

6. Предложена модель («перегретый поверхностный слой»), основанная на явлении диссипации кинетической энергии осаждаемых атомов. Модель позволяет объяснить снижение уровня удельных усилий на ~15%, наблюдаемого после остановки осаждения.

7. Впервые экспериментально определены критические значения напряжений $\sigma_{\text{крит}}$, и соответствующие им уровни деформаций $\Delta\epsilon_{\text{крит}}$, при достижении которых наблюдалось отслоение для пленок Ti ($\sigma_{\text{крит}} = 170$ МПа), Cu ($\sigma_{\text{крит}} = 75$ МПа) и Ta ($\sigma_{\text{крит}} = 395$ МПа), осажденных на медную подложку, а также для пленок Ta ($\sigma_{\text{крит}} = 1495$ МПа), осажденных на стеклянную подложку.

8. Предложен механизм разрушения пленки на медной подложке, связанный с пластической деформацией тонкого поверхностного слоя подложки.

Основные публикации по теме диссертации:

1. Маркочев В.М., **Егоров Г.П.** Деформации и напряжения в консольной системе «пленка-подложка» // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018; 84(3). С. 61-67.

2. **Егоров Г.П.**, Волков А.А. Определение критического уровня внутренних напряжений в тонких пленках // Композиты и наноструктуры. 2016. Том 8. №3. С. 187–203.

3. **Егоров Г.П.**, Волков А.А. Механические напряжения в нанопленках // Интеграл. 2013. №4 (72). С. 14–15.

4. **G.P. Egorov**, A.A. Volkov, and A.L. Ustyuzhaninov. The In Situ Measurement of the Intrinsic Stresses in Nanofilms // Nanotechnologies in Russia. 2010. Vol. 5. № 7–8. pp. 486–492.

5. **G.P. Egorov**, A.A. Volkov, and V.U. Golstcev. Delamination of Cu and Ti thin films deposited by magnetron sputtering on Cu substrate: Analysis of reasons // Materials Science Forum Vols. 2012. № 706–709. S. 2863–2868.

6. **Egorov Ggigory**, Volkov Andrey. Evolution of stresses in thin metal films during deposition // 16th International Conference on Thin Films. Programme and book of abstracts. Croatian Vacuum society, Zagreb, 2014. P. 59.

7. **Grigory P. Egorov**, Andrey A. Volkov. Intrinsic Stresses in Thin Metal Films on Cu and Silica-Based Substrates // XII International Conference on Nanostructured Materials (NANO 2014) (<http://nano2014.org/thesis/view/3628>).

8. **Егоров Г.П.**, Волков А.А. Метод измерения внутренних напряжений в нанопленочных структурах во время их формирования // Научная сессия НИЯУ МИФИ-2013. Аннотации докладов. В 3 томах. Т.2. Проблемы фундаментальной науки. Стратегические информационные технологии. М.: НИЯУ МИФИ, 2013, С. 68.

9. **Егоров Г.П.**, Волков А.А., Арофикин Н.В. Метод исследования взаимодействия нанопленочных структур при их осаждении // IV Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества». Суздаль. 1–5 октября 2012 г. Сборник материалов, С. 224–225.

10. **Егоров Г.П.** Генезис внутренних напряжений в нанопленках. Механизм разрушения нанопленок // Конкурс научно-технических работ и проектов

«Молодежь и будущее авиации и космонавтики». Аннотации работ. 2011. С. 78.

11. **Егоров Г.П.**, Волков А.А. Механизмы отслоения нанопленок при вакуумном осаждении // IV международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов». Москва, 25–28 октября 2011г. Сборник материалов, С. 458–459.

12. Устюжанинов А. Л., Волков А. А., **Егоров Г. П.** Прочностные испытания образцов из стали 13X18H10T паяных с применением ленточных аморфных припоев // Технология машиностроения: Сварочное производство. 2010. № 10. С. 38–40.

13. **Егоров Г.П.**, Волков А.А. Измерение внутренних напряжений в нанопленках “IN-SITU” // Сб. трудов: Научная сессия МИФИ. 2010. Т. 2. С. 71.