

УДК 533.6.011.8:539.198:544.277.6:544.277.4

ОСОБЕННОСТИ ОБРАБОТКИ КЛАСТЕРНЫМИ ИОНАМИ АРГОНА ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК AlN НА ПОДЛОЖКАХ ИЗ СИТАЛЛА И Si

© 2022 г. И. В. Николаев^{a, *}, Н. Г. Коробейщиков^{a, **}, П. В. Гейдт^a,
Н. А. Чириков^{a, c}, В. И. Струнин^{b, c}

^aНовосибирский государственный университет, Новосибирск, 630090 Россия

^bОмский государственный университет им. Ф.М. Достоевского, Омск, 644077 Россия

^cИнститут радиофизики и физической электроники ОНЦ СО РАН, Омск, 644024 Россия

*e-mail: i.nikolaev@nsu.ru

**e-mail: korobei@nsu.ru

Поступила в редакцию 28.12.2021 г.

После доработки 15.01.2022 г.

Принята к публикации 15.01.2022 г.

Рассмотрены особенности обработки поверхности пленок поликристаллического нитрида алюминия на подложках из ситалла и кремния, выращенных в одинаковых условиях. Пленки нитрида алюминия получены в процессе магнетронного распыления мишени из чистого алюминия (99.99%) в азотно-аргоновой плазме при мощности магнетрона 700 Вт. Расход рабочих газов составлял 10 ст. см³/мин для азота и 4 ст. см³/мин для аргона. Толщина пленок определена с помощью кварцевого резонатора внутри камеры магнетронной установки. Методом атомно-силовой микроскопии изучен рельеф поверхности мишеней до и после обработки кластерными ионами аргона. Продемонстрировано, что на исходных поверхностях растут мелкие монокристаллиты, латеральный размер которых находится в диапазоне 250–550 нм. Определена глубина травления мишеней кластерными ионами аргона. Показано, что кластерные ионы с низкой энергией, приходящейся на один атом, обладают высокой эффективностью сглаживания поверхности. Проведено сравнение морфологии поверхности и параметров шероховатости поверхности нитрида алюминия на различных подложках, полученных с помощью атомно-силовой микроскопии. Показано, что нитрид алюминия на кремнии сглаживается более эффективно, чем на подложке из ситалла.

Ключевые слова: нитрид алюминия, поликристаллические тонкие пленки, ионно-кластерный пучок, атомно-силовая микроскопия, морфология поверхности, параметры шероховатости, сглаживание поверхности, травление.

DOI: 10.31857/S1028096022070159

ВВЕДЕНИЕ

Нитрид алюминия обладает уникальным набором физических и химических свойств, таких как высокая механическая прочность, большие пьезоэлектрические коэффициенты, коррозионная стойкость, высокое напряжение пробоя и высокая теплопроводность. Благодаря такому набору свойств пленки на основе нитрида алюминия широко используются в изоляторах, резонаторах, пьезоэлементах, микроэлектромеханических системах и в других приложениях [1–4].

Обработка кластерными ионами является одним из эффективных способов травления и сглаживания поверхности мишени до субнанометрового

уровня шероховатости, но при этом глубина повреждения обрабатываемого материала составляет единицы нанометров [5–9]. Сглаживание происходит за счет коллективного взаимодействия атомов кластера с атомами мишени, которое приводит к распылению и смещению атомов мишени преимущественно вдоль ее поверхности. В отличие от мономерного ионного пучка размеры (массу) кластеров можно регулировать, благодаря чему можно сформировать ионно-кластерный пучок с очень малой энергией, приходящийся на один атом в кластере (единицы эВ), что сравнимо с энергией связи частиц на поверхности материала [10, 11].

Таблица 1. Параметры обработки поверхности AlN ионно-кластерным пучком аргона

Образец	Энергия атома в кластере E/N_{mean} , эВ/атом	Доза облучения, 10^{16} см ⁻²	Глубина травления (H), нм
AlN на ситалле	10	2.3	30
AlN на Si		2.8	40

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

С помощью магнетронного распыления мишени из чистого Al (99.99%) в азотно-аргоновой плазме (с особой чистотой газов) были получены образцы поликристаллических пленок AlN. Толщина пленок составляла 1.1 мкм, ее определяли по данным о смещении частоты колебаний калиброванного кварцевого резонатора внутри камеры при контроле методами атомно-силовой микроскопии (АСМ) и просвечивающей электронной микроскопии. Пленки формировались на подложках из ситалла марки СТ-50-1-1-0.6 (С-Компонент, РФ) и монокристаллического кремния Si(100) марки КДБ-10 (РФ) при постоянной температуре подложек 350°C. Перед осаждением пленки AlN поверхность подложек очищали спирто-ацетоновой смесью с последующей промывкой деионизированной водой. Мощность магнетрона составляла 700 Вт, а фоновое давление в вакуумной камере – 0.07 Па. Расход рабочих газов N₂ и Ar 10 и 4 ст. см³/мин соответственно.

Обработку пленок AlN проводили на отечественной экспериментальной установке КЛИУС, кратко описанной в [12], при нормальном падении кластеров на поверхность мишени. Ранее [11, 13] было показано, что при малой удельной энергии кластера E/N_{mean} (несколько эВ/атом) поверхность мишени медленнее распыляется, но лучше сглаживается. Исходя из этих результатов был выбран низкоэнергетический режим обработки со следующими параметрами кластеров аргона: средний размер кластеров $N_{\text{mean}} = 1000$ атомов, кинетическая энергия кластеров $E = 10$ кэВ. Средняя плотность тока кластерных ионов $\langle j \rangle$ на мишени составляла 0.5 мкА/см². Среднюю скорость травления поверхности мишени $\langle v \rangle$ определяли по отношению усредненной глубины травления ко времени обработки, она составляла около 0.25 нм/мин. Для определения глубины травления использовали маскирование части поверхности образца. На левой и правой границах обработанной области (которые формировались за счет маскирования) были выбраны по два

участка измерения размерами 100 × 100 мкм. На каждом участке были построены три профиля границы и определен перепад высот на границе, т.е. глубина травления. В табл. 1 показаны параметры обработки поверхности поликристаллических пленок AlN.

Для анализа морфологии поверхности образцов был использован атомно-силовой микроскоп NTEGRA Prima HD (NT-MDT, РФ). Измерения топографии проводили с помощью зондов ETALON HA_C (NT-MDT, РФ) с силовой константой 0.26 Н/м ± 20%, резонансной частотой 19 кГц ± 10% и радиусом закругления острия менее 10 нм. Измерения проводили в контактном режиме с пространственным разрешением 1024 × 1024 пикселей при различных размерах области сканирования (2 × 2 и 10 × 10 мкм) с частотой сканирования 1 Гц.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 и 2 представлены АСМ-изображения исходных поверхностей поликристаллической пленки AlN и поверхностей пленки AlN на разных подложках после обработки кластерными ионами. На исходных АСМ-изображениях наблюдается субмикронная структура. Ранее в [14, 15] было описано, что при магнетронном распылении на мелких равноосных зернах, расположенных на поверхности, возникают монокристаллические образования. С увеличением толщины пленки поверхность приобретает холмистую микроструктуру с осью кристаллитов, перпендикулярной поверхности мишени. В рассматриваемом случае латеральный размер (диаметр) монокристаллических образований находится в диапазоне 250–550 нм. Стоит отметить, что монокристаллиты, выращенные на кремнии, более гладкие, как видно из рис. 1а и 2а. В результате обработки кластерными ионами с низкой энергией атома в кластере ($E/N_{\text{mean}} = 10$ эВ/атом) максимальная высота неровностей R_t на поверхности пленки AlN на ситалле уменьшилась до 30 нм, а для AlN на крем-

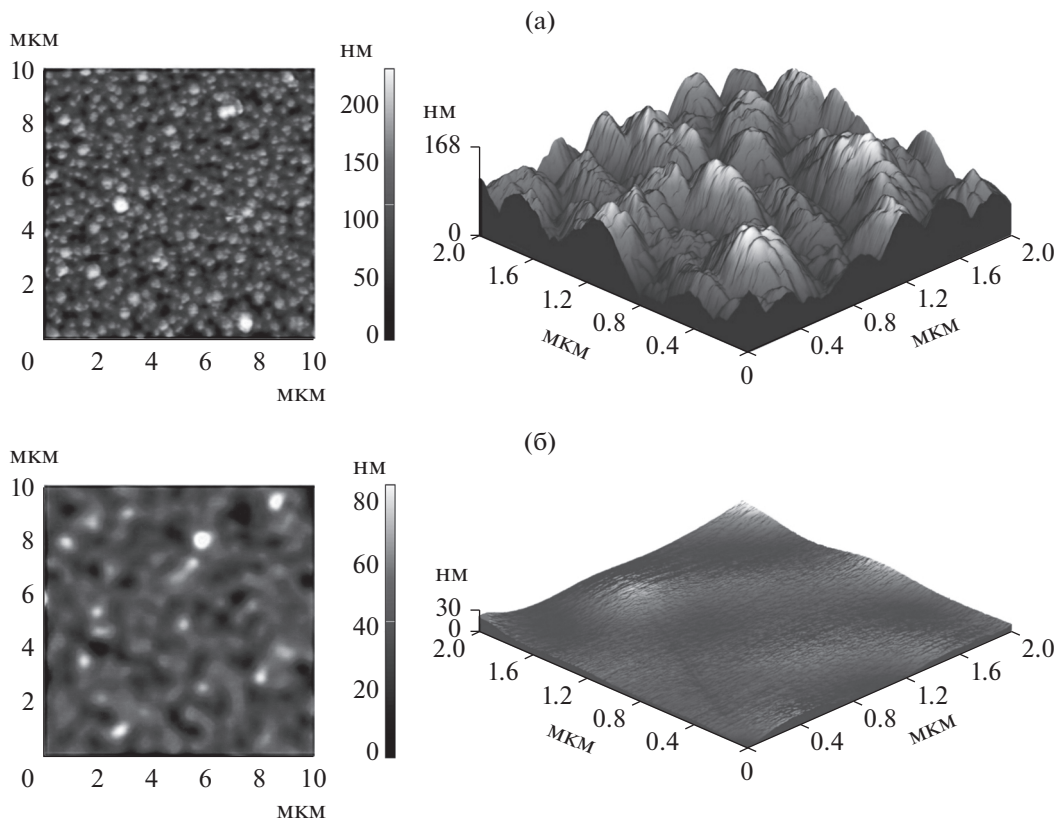


Рис. 1. АСМ-изображения области 10×10 мкм (слева) и 2×2 мкм (справа) поверхности тонкой поликристаллической пленки AlN на ситалле: а – исходная поверхность; б – после низкоэнергетического режима обработки.

нии – до 12 нм, что почти в 12 раз меньше от исходного значения R_q на масштабе 2×2 мкм.

Стоит отметить, что эффективное сглаживание неровностей поверхностей было достигнуто

при малой глубине травления материала (30–40 нм). В табл. 2 представлена среднеквадратичная шероховатость поверхности $\langle R_q \rangle$ для разных размеров области сканирования. Как видно из табл. 2, по-

Таблица 2. Параметры шероховатости поверхности подложек и AlN до и после обработки кластерными ионами аргона

Образец	Размер области сканирования, мкм	
	2×2	10×10
	$\langle R_q \rangle$, нм (± 0.03 нм)	
Ситалл	1.7	2.5
Исходный AlN (ситалл)	28.7	35.5
Обработанный AlN (ситалл)	4.5	11.5
Si	0.20	0.22
Исходный AlN (Si)	19.5	14.5
Обработанный AlN (Si)	1.5	3.2

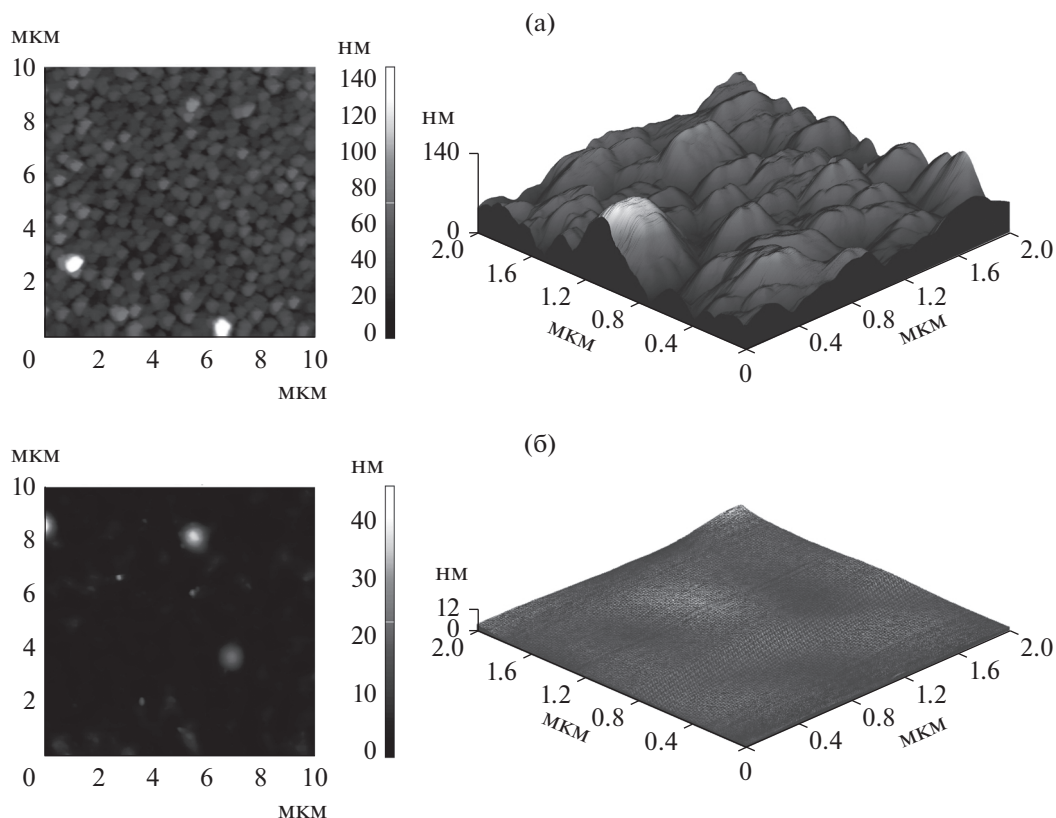


Рис. 2. АСМ-изображения области 10×10 мкм (слева) и 2×2 мкм (справа) поверхности тонкой поликристаллической пленки AlN на кремнии: а – исходная поверхность; б – после низкоэнергетического режима обработки.

сле обработки кластерными ионами аргона $\langle R_q \rangle$ особенно эффективно снижается для пленки AlN на Si – до 1.5–3 нм.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Приведены результаты экспериментального исследования обработки поликристаллических пленок AlN несепарированным ионно-кластерным пучком аргона. Продемонстрировано эффективное сглаживание монокристаллитов AlN диаметром сотни нанометров при малых глубинах травления материала (30–40 нм). Проведено сравнение результатов сглаживания пленок AlN, выращенных на разных подложках: ситалле и кремнии. Нитрид алюминия, выращенный на подложке из Si, сглаживается в 4.5–13 раз (в зависимости от размера области сканирования), а пленка AlN, выращенная на ситалле, – в 3–6.3 раза. Необходимо учитывать, что на ситалле шероховатость исходной пленки AlN в 1.5–2.5 раза выше, чем на Si.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП “Прикладная физика” НГУ при финансовой поддержке РФФИ (грант № 21-19-00046) в части обработки образцов кластерными ионами и анализа, и Минобрнауки РФ (грант FSUS-2020-0029) в части подготовки и анализа образцов.

Конфликт интересов: авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Fu Y.Q., Luo J.K., Nguyen N.T. et al. // Progr. Mater. Sci. 2017. V. 89. P. 31. <http://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.04.006>*
2. *Kischkat J., Peters S., Gruska B. et al. // Appl. Opt. 2012. V. 51. P. 6789. <http://doi.org/10.1364/AO.51.006789>*
3. *Kudiyakova V.S., Shishkin R.A., Elagin A.A. et al. // J. Eur. Ceram. Soc. 2017 V. 37. P. 1143. <http://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2016.11>*
4. *Берт Н.А., Бондарев А.Д., Золотарев В.В. и др. // Физика и техника полупроводников. 2015. Т. 49. № 10. С. 1429.*
5. *Toyoda N., Yamada I. // AIP Conf. Proc. 2006. V. 866. P. 210. <http://doi.org/10.1063/1.2401497>*

6. Wu T., Swenson D.R., Insepov Z. // Phys. Rev. Spec. Top. 2010. V. 13. Article No. 093504. <http://doi.org/10.1103/PhysRevSTAB.13.093504>
7. Toyoda N., Houzumi S., Yamada I. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2006. V. 242. P. 466. <http://doi.org/10.1016/j.nimb.2005.08.129>
8. Kirkpatrick A., Kirkpatrick S., Walsh M. et al. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2013. V. 307. P. 281. <http://doi.org/10.1016/j.nimb.2012.11.084>
9. Ieshkin A.E., Kireev D.S., Ermakov Yu.A et al. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2018. V. 421. P. 27. <http://doi.org/10.1016/j.nimb.2018.02.019>
10. Yamada I., Matsuo J., Toyoda N., Kirkpatrick A. // Mater. Sci. Engin. R. 2001. V. 34. P. 231. [http://doi.org/10.1016/S0927-796X\(01\)00034-1](http://doi.org/10.1016/S0927-796X(01)00034-1)
11. Коробейщиков Н.Г., Николаев И.В., Роенко М.А. // Письма в ЖТФ. 2019. Т. 45. № 6. С. 30. <http://doi.org/10.21883/PJTF.2019.06.47496.17646>
12. Korobeishchikov N.G., Nikolaev I.V., Roenko M.A. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2019. V. 438. P. 1. <http://doi.org/10.1016/j.nimb.2018.10.019>
13. Korobeishchikov N.G., Nikolaev I.V., Roenko M.A., Atuchin V.V. // Appl. Phys. A. 2018. V. 124. P. 833. <http://doi.org/10.1007/s00339-018-2256-3>
14. Hwang B.-H., Chen C.-S., Lu H.-Y., Hsu T.-C. // Mat. Sci. Eng. A. 2002. V. 325. P. 380. [http://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01477-0](http://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01477-0)
15. Duquenne C., Besland M.-P., Tessier P.Y. et al. // J. Phys. D. 2011. V. 45. P. 015301. <http://doi.org/10.1088/0022-3727/45/1/015301>

Features of Processing of Polycrystalline AlN Films on Glass-Ceramics and Si Substrates with Argon Cluster Ions

I. V. Nikolaev^{1, *}, N. G. Korobeishchikov^{1, **}, P. V. Geydt¹, N. A. Chirikov^{1, 3}, V. I. Strunin^{2, 3}

¹*Novosibirsk State University, Novosibirsk, 630090 Russia*

²*Omsk State University, Omsk, 644077 Russia*

³*Institute of Radiophysics and Physical Electronics, ORC SB RAS, Omsk, 644024 Russia*

**e-mail: i.nikolaev@nsu.ru*

***e-mail: korobei@nsu.ru*

The features of surface processing of polycrystalline aluminum nitride films on glass-ceramics and silicon substrates grown under identical conditions are considered. Aluminum nitride films were obtained using the magnetron sputtering method and a pure aluminum target (99.99%) in nitrogen-argon plasma at a magnetron power of 700 W. The flow rate of working gases was 10 sccm for nitrogen and 4 sccm for argon. The film thickness was determined using a quartz resonator inside the chamber of the magnetron setup. Atomic force microscopy was used to measure the surface relief of the targets before and after treatment with argon cluster ions. Small single crystallites were shown to grow on the initial surfaces, the lateral size of which was in the range 250–550 nm. The etching depth of target by argon cluster ions was determined. Cluster ions with low energy per atom were shown to have a high efficiency of surface smoothing. A comparison of the surface morphology and surface roughness parameters of aluminum nitride on different substrates obtained using atomic force microscopy was made. It was shown that aluminum nitride on silicon was smoothed more efficiently than on glass-ceramics substrate.

Keywords: aluminum nitride, polycrystalline thin films, cluster ion beam, atomic force microscopy, surface morphology, roughness parameters, surface smoothing, etching.