

# ВЛИЯНИЕ МОДИФИКАЦИЙ МАГНЕТРОННОГО НАПЫЛЕНИЯ НА СТРУКТУРУ НИТРИДА АЛЮМИНИЯ, ОСАЖДЕННОГО НА ЛЕЙКОСАПФИР R-ОРИЕНТАЦИИ

---

*nvm84@ya.ru*

**Нарцев В.М.**, канд. техн. наук,  
**Зайцев С.В.**, науч. сотр.,  
**Прохоренков Д.С.**, инженер-исследователь.,  
**Ващилин В.С.**, канд. биол. наук,  
**Евтушенко Е.И.**, д-р техн. наук, проф.,  
*Белгородский государственный технологический  
университет им. В.Г. Шухова*

**Аннотация.** В статье представлены данные по влиянию чередования стадий магнетронного осаждения и ионного травления, изменения режима на стадии зарождения, дополнительного нагрева при напылении на распределение ориентаций зерен AlN и морфологию покрытия. Установлено, что зарождение при повышенных токах и режим "осаждение-травление" улучшают ориентацию AlN-покрытия. В последнем случае обнаружен слой без столбчатой структуры. Нагрев при осаждении ухудшает ориентацию зерен, но увеличивает их размеры. Приведены вероятные причины наблюдаемых явлений.

**Ключевые слова:** модификация, магнетронное осаждение, нитрид алюминия, структура.

**Введение.** Одной из научно-технологических проблем современной нитридной микроэлектроники является синтез недорогих низкодефектных подложек, в частности, темплейтов "AlN на сапфире", что, бесспорно, представляет интерес для развития фундаментальных принципов гетероэпитаксии [1]. Среди различных методов формирования алюмонитридных слоев наиболее интересным является магнетронное напыление из-за возможности регулировать энергию осаждающихся частиц [2] и одновременно проводить различные модификации процесса осаждения [3, 4]. Необходимость модификаций обусловлена тем, что в традиционном варианте магнетронного метода радикально снизить дефектность слоя нитрида алюминия до значений, характерных для монокристалла AlN, затруднительно. Соответственно, настоящая работа нацелена на выявление таких модификаций магнетронного осаждения AlN, при которых происходит улучшение ориентации структуры.

**Материалы и методы.** Покрyтия AlN были нанесены на подложки из лейкосапфира R-ориентации (ЗАО "Монокристалл") методом дуального магнетронного распыления в вакуумных установках Quadra 500TM и UniCoat200 ("ЭланПрактик") с несбалансированными магнитными системами. Перед напылением покрытий подложки подвергались ультразвуковой очистке в ацетоне, а затем промывались деионизованной водой и сушились в потоке сухого азота.

Вакуумная камера откачивалась до давления  $0,5...1,5 \cdot 10^{-2}$  Па. Скорость откачки составляла 600-670 л/мин при давлении 0,1 Па. Для удаления остаточных загрязнений производилась очистка поверхности подложек ионами аргона в течение 10 мин при давлении  $6,5 \cdot 10^{-2}$  Па и напряжении на ионном источнике 2 кВ. Дистанция "магнетрон-подложка" для всех образцов составляла 70 мм. Распыляемыми мишенями были две пластины из алюминия чистотой 99,999%.

Было исследовано три варианта модификации магнетронного осаждения: 1) изменение режима на стадии зарождения покрытий, 2) чередование стадий напыления и ионного травления, 3) нагрев подложки при осаждении. Технологические параметры модифицированного магнетронного осаждения приведены соответственно в табл. 1, 2 и 3.

Таблица 1 – Режимы осаждения с изменением технологических параметров на стадии зарождения (Quadra 500TM)

Код	Начальная стадия*						Стадия роста				
	P, Па	I, A	$\phi$ , об.%	$\nu$ , кГц	$\tau$ , сек	P, Па	I, A	$\phi$ , об.%	$\nu$ , кГц	$\tau$ , мин	
G0	0,22	6	20	20	10	0,22	6	20	20	30	
G1	0,17	6	20	20	10						
G2	0,27	6	20	20	10						
G3	0,22	5	20	20	10						
G4	0,22	7	20	20	10						
G5	0,22	6	15	20	10						
G6	0,22	6	25	20	10						
G7	0,22	6	20	10	10						
G8	0,22	6	20	30	10						

\* – P – общее рабочее давление, I – ток разряда,  $\phi$  – объемное содержание азота в плазме,  $\nu$  – частота разряда,  $\tau$  – время нанесения.

Распределение ориентаций зерен AlN в покрытиях изучалось с помощью рентгеновского дифрактометра ARL X'TRA в режиме omega-scan при шаге сканирования  $0,02^\circ$  и скорости сканирования  $7,5^\circ/\text{мин}$ . Исследование проводилось для пика (002) AlN.

Морфология поверхностей и сколов покрытий изучались с помощью сканирующего электронного микроскопа Mira 3 LMU (Tescan).

Таблица 2 – Технологические параметры для режима чередования стадий осаждения и ионного травления (Quadra 500TM)

Код	Стадия	Параметры	Время, мин
EG0	Напыление	$P = 0,22$ Па, $I = 6$ А, $v = 20$ кГц, $\varphi = 50$ об.%	50
EG1	Напыление*	$P = 0,22$ Па, $I = 6$ А, $v = 20$ кГц, $\varphi = 50$ об.%	1
	Травление	$P = 0,055$ Па, $I' = 150$ мА, $U' = 3000$ В	5
	Напыление	$P = 0,22$ Па, $I = 6$ А, $v = 20$ кГц, $\varphi = 50$ об.%	2
	Травление	$P = 0,055$ Па, $I' = 150$ мА, $U' = 3000$ В	9
	Напыление	$P = 0,22$ Па, $I = 6$ А, $v = 20$ кГц, $\varphi = 50$ об.%	2
	Травление	$P = 0,055$ Па, $I' = 150$ мА, $U' = 3000$ В	9
	Напыление	$P = 0,22$ Па, $I = 6$ А, $v = 20$ кГц, $\varphi = 50$ об.%	2
	Травление	$P = 0,055$ Па, $I' = 150$ мА, $U' = 3000$ В	9
	Напыление	$P = 0,22$ Па, $I = 6$ А, $v = 20$ кГц, $\varphi = 50$ об.%	2
	Травление	$P = 0,055$ Па, $I' = 150$ мА, $U' = 3000$ В	9
	Напыление	$P = 0,22$ Па, $I = 6$ А, $v = 20$ кГц, $\varphi = 50$ об.%	50

\*  $I'$ ,  $U'$  – ток и напряжение на ионном источнике соответственно. Скорость осаждения 9,76 нм/мин и ионного травления 2,12 нм/мин (по данным эллисометрии).

Таблица 3 – Технологические параметры для режима с подогревом при осаждении (UniCoat 200)

Код	Параметры напыления					Температурные параметры*	
	$P$ , Па	$I$ , А	$\varphi$ , об.%	$v$ , кГц	$\tau$ , мин	$T_0$ , °C	$T_1$ , °C
NT0	0,22	3	30	20	120	40	232
NT1	0,22	3	30	20	120	421	477

\* –  $T_0$  – начальная температура подложки,  
 $T_1$  – стационарная температура подложки в процессе напыления

**Результаты и обсуждение.** Изменением состояния зародышевого слоя можно управлять ориентацией зерен покрытия. Так на рис. 1 представлены распределения ориентаций осей  $c$  зерен, которые были получены из данных рентгеновской дифракции в режиме «omega-scan» для образцов, осажденных по режимам табл. 1.

Наиболее ориентированное покрытие формируется, если в начале процесса осаждения был повышен ток разряда (7 А). При этом полная

ширина на полувысоте пика (FWHM) становится равной  $10^\circ$ , тогда как для процесса осаждения без модификаций FWHM имеет значение  $15^\circ$ .

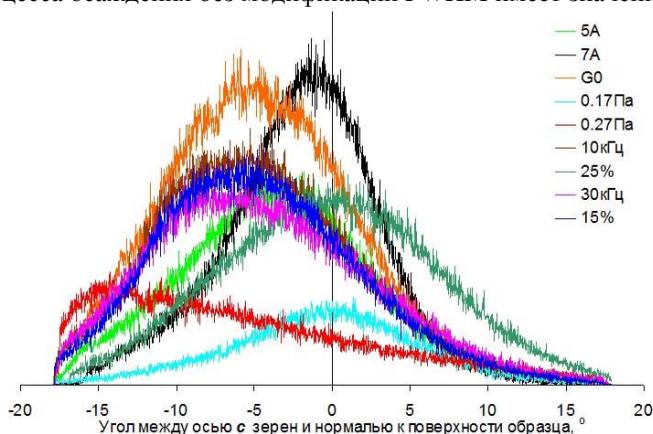


Рисунок 1 – Влияние изменения технологических параметров начальной стадии осаждения на распределение ориентаций зерен AlN

Очевидно, что повышенный ток на начальной стадии обеспечивает повышенную энергию осаждающихся частиц, благодаря чему адсорбированные атомы имеют большую подвижность и возможность сформировать более ориентированный зародышевый слой. Вероятно, на начальной стадии осаждения увеличение доли азота в плазме при повышенном токе разряда должно исключить малоугловые отклонения осей  $c$  зерен от нормали к поверхности подложки.

Существенную разориентацию приобретает структура покрытия при осаждении на зародышевый слой, сформированный при повышенном рабочем давлении (0,27 Па), что также отражается на морфологии (рис. 2).

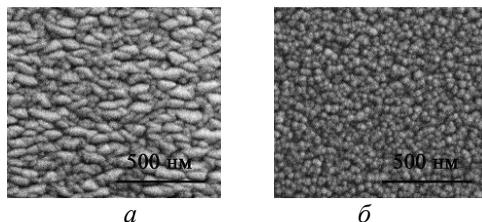


Рисунок 2 – Поверхность покрытия, которое было осаждено на зародышевый слой, сформированный при повышенном рабочем давлении (а), и поверхность покрытия, которое было осаждено на зародышевый слой, сформированный при повышенном разрядном токе (б)

По-видимому, повышенное давление на начальной стадии так ослабляет подвижность адатомов, что структура образующихся зародышей в некоторой степени наследует строение  $R$ -плоскости сапфировой подложки.

Чередование стадий магнетронного осаждения и ионного травления не только приводит к улучшению ориентации (рис. 3), но и к образованию подслоя без столбчатой структуры (рис. 4).

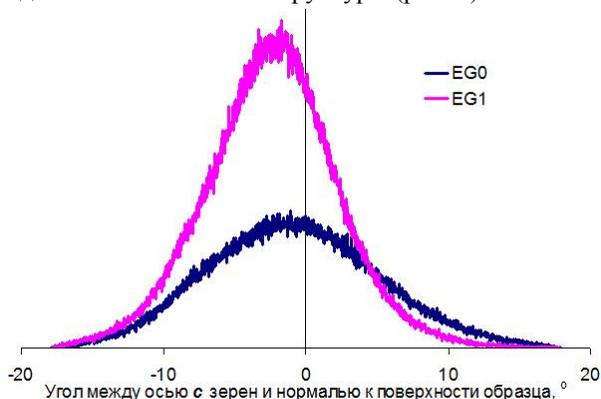


Рисунок 3 – Влияние чередования стадий осаждения и ионного травления на распределение ориентаций зерен AlN

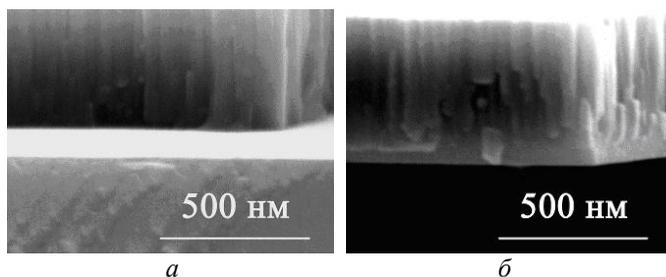


Рисунок 4 – Скол покрытия, осажденного без дополнительных воздействий (а), и скол покрытия, осажденного с чередованием напыления и ионного травления (б)

Образование подслоя без столбчатой структуры (20 нм) и улучшение ориентации (FWHM переходит с  $14^\circ$  к  $10^\circ$ ) свидетельствует о преимущественном травлении дефектных участков и возможном монокристаллическом строении.

Нагрев подложки в процессе осаждения ухудшает ориентацию зерен AlN (рис. 5), но увеличивает их размер с 70 до 140 нм (рис. 6).

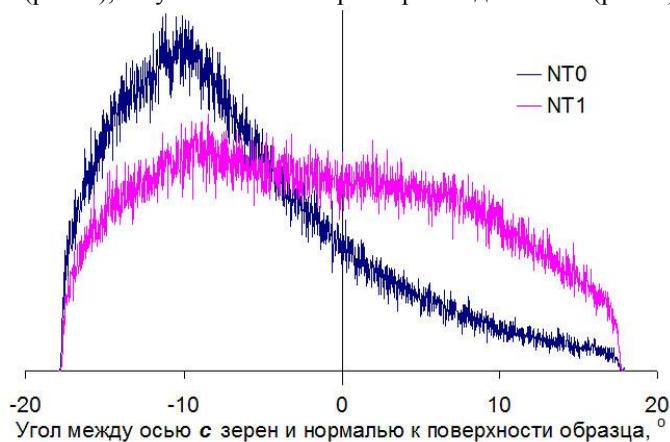
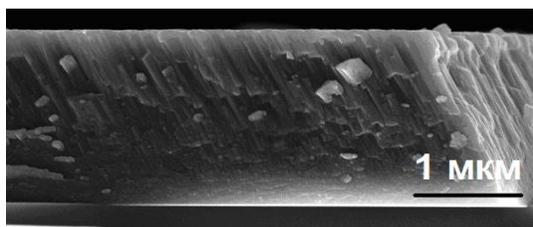
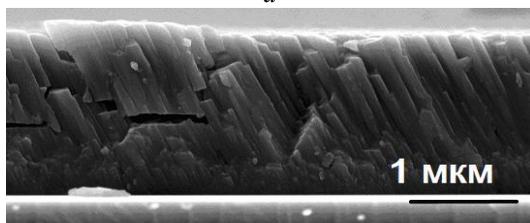


Рисунок 5 – Влияние нагрева при осаждении на распределение ориентаций зерен AlN



*a*



*б*

Рисунок 6 – Скол покрытия, осажденного без косвенного нагрева (*a*), и скол покрытия, осажденного при нагреве подложки (*б*)

Расчет по дифрактограммам с помощью формулы Шеррера также показывает увеличение размеров зародышей с 8 до 13 нм при использо-

вании нагрева. Т.е. нагрев подложки в неравновесных условиях магнетронного осаждения позволяет адатомам не только занимать участки с глобальными минимумами энергии, но и частично перескакивать в участки с локальными минимумами энергии. Это подтверждает отличие между обычным нагревом и нагревом на атомном уровне, т.е. за счет энергии осаждающихся атомов [5].

**Выводы.** Таким образом, характер воздействия модификаций магнетронного метода на структуру AlN при осаждении на R-грань сапфира можно свести к нижеследующим положениям.

1. Изменением состояния зародышевого слоя при магнетронном осаждении можно управлять ориентацией зерен покрытия.

2. Увеличение ориентированности (FWHM переходит с  $15^\circ$  к  $10^\circ$ ) покрытия при повышении тока на начальном этапе напыления связано с формированием более ориентированного зародышевого слоя, что обусловлено повышенной энергией и подвижностью осаждающихся частиц.

3. Повышенное давление при магнетронном осаждении зародышевого слоя способствует восприятию AlN-покрытием структуры подложки.

4. Чередование осаждения и ионного травления приводит к улучшению ориентации структуры покрытия (FWHM переходит с  $14^\circ$  к  $10^\circ$ ) и формированию слоя без столбчатой структуры, вероятно, монокристалльного, что указывает на механизм удаления дефектов при травлении.

5. Нагрев подложки в процессе магнетронного осаждения ухудшает ориентацию зерен AlN в покрытии, но увеличивает их размер.

*Исследования выполнены при финансовой поддержке РФФИ и Правительства Белгородской области в рамках проекта №14-42-08047 «р\_офи\_м» и программы стратегического развития БГТУ им. В.Г. Шухова, с использованием оборудования ЦВТ БГТУ им. В.Г. Шухова.*

*Авторы выражают благодарность ЗАО «Монокристалл» и ООО «БЗС «Монокристалл» за помощь в проведении исследований.*

#### **Список литературы:**

1. Нарцев В.М., Зайцев С.В., Прохоренков Д.С., Алексеев А.Н., Ващилин В.С. Способы магнетронной эпитаксии нитрида алюминия на сапфире // Материалы (статьи) Региональной научно-технической конференции по итогам конкурса ориентированных фундаментальных исследований по междисциплинарным темам, проводимого Россий-

- ским фондом фундаментальных исследований и правительством Белгородской области. 2015. С. 288-313.
2. Manova D., Gerlach J.W., Mändl S. Thin Film Deposition Using Energetic Ions // *Materials*. 2010. № 3. P. 4109-4141.
  3. Cho J.W. Pulsed DC reactive magnetron sputtering of aluminum nitride thin films [Электронный ресурс]. 2010. URL: <http://repository.lib.ncsu.edu/ir/bitstream/1840.16/3468/1/etd.pdf> (дата обращения 18.02.2016).
  4. Monteagudo-Lerma L., Valdueza-Felip S., Núñez-Cascajero A., González-Herráez M., Monroy E., Naranjo F.B. Twostep method for the deposition of AlN by radiofrequency sputtering // *Thin Solid Films*. 2013. V. 545. P. 149-153.
  5. Кавалейро А., Хоссон Д. Наноструктурные покрытия. М.: Техносфера. 2011. 752 с.