УДК 539.1.06:539.23.234

В.В. Тульев, доц., канд. физ.-мат. наук
(БГТУ, г. Минск)

ИЗУЧЕНИЕ ПОВЕРХНОСТИ СТРУКТУР МЕТАЛЛ/КРЕМНИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ ИОННО-АССИСТИРУЕМЫМ ОСАЖДЕНИЕМ ПОКРЫТИЙ В ВАКУУМЕ

На пластины кремния наносились покрытия на основе металла (Ti, Zr, Mo) методом ионно-ассистируемого осаждения в вакууме. Осаждение металлосодержащих покрытий осуществлялось при ускоряющем напряжении 5–10 кВ и плотности ионного тока ~(4–6) мкА/см^2. Время осаждения покрытий t составляло 1–6 ч, средняя скорость нанесения покрытия находилась в пределах 0,5–2,0 нм/мин. Отношение плотности потока J_i ассистирующих ионов к плотности потока J_a нейтральных атомов составляло J_i / J_a = 0,2–0,6, что соответствует условию роста покрытия на подложке. В процессе осаждения покрытий в рабочей камере поддерживался вакуум при давлении ~10^{-2} Па.

Послойный элементный анализ проводился методом резерфордовского обратного рассеяния (РОР) ионов гелия в сочетание с компьютерным моделированием RUMP [1]. Определения содержания водорода в полученных Me/Si-структурах было проведено с помощью метода ядерных реакций (ЯР). Для этого использовалась резонансная ядерная реакция при взаимодействии ионов азота с водородом $^1H(^{15}N,\alpha\gamma)^{12}C$.

На рис. 1 представлены спектры РОР от кремниевого образца до и после осаждения покрытия на основе Zr.

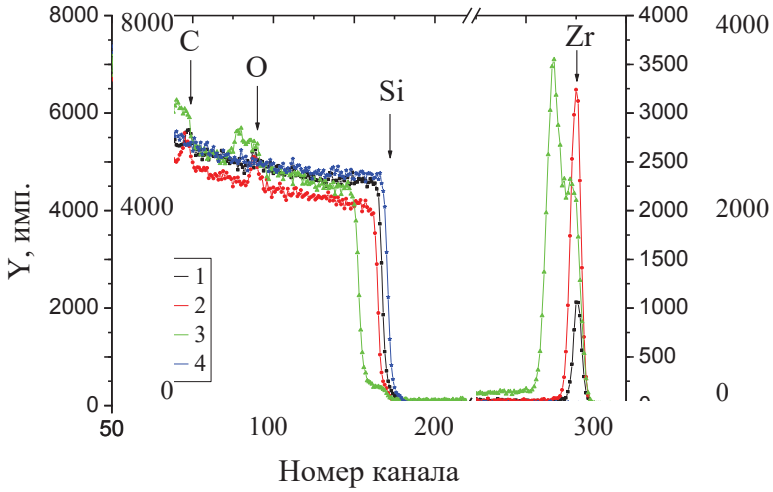

Рисунок 1 – Спектры РОР ионов гелия от образцов Si, после ионно-ассистируемого осаждения покрытия на основе Zr при различном времени осаждения t: 1 – 1 час; 2 – 3 часа; 3 – 6 часов; 4 – исходный образец Si

Анализ спектров РОР показал, что на поверхности кремния формируется покрытие, в состав которого входят помимо атомов осаждаемого металла, атомы технологических примесей углерода и кислорода [2]. На основе данных РОР были рассчитаны слоевые концентрации компонентов в структурах Zr/Si. Данные расчетов приведены в табл. 1.

Из экспериментальных данных видно, что сформированные Zr/Si-структуры содержат ~(4–6)% атомов циркония, ~(60–70)% атомов углерода и ~(25–35)% атомов кислорода.

Таблица 1 – Слоевые концентрации компонентов в Zr/Si-структуре, рассчитанные по данным РОР

Образец	Время осаждения покрытия *t*, час	Слоевая концентрация (*Nt*), 10^{16} атом/см^2		
		C	O	Zr
Zr/Si	1	10,0	3,7	0,5
	3	22,2	8,8	2,0
	6	76,5	41,0	6,5

На рис. 2 представлены профили распределения элементов по глубине в Mo/Si-структуре, полученной моделированием RUMP на основе экспериментальных данных спектров РОР.

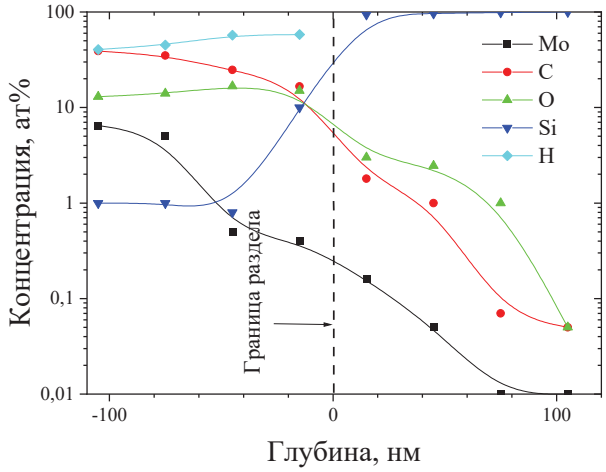

Рисунок 2 – Профили распределения элементов по глубине в Mo/Si-структуре

Результаты моделирования свидетельствуют о том, что в состав сформированной структуры, помимо атомов осажденного металла (~5 ат. %), атомов кремния из подложки (10–15 ат. %), углерода (20–25 ат. %) и кислорода (10–15 ат. %) входят атомы водорода (30–40 ат. %).

Анализ данных спектров РОР и результатов моделирования RUMP структур Ti/Si, Mo/Si, Zr/Si показывает, что в состав сформированных покрытий входят атомы осажденного металла (~5–10 ат. %), атомы кремния из подложки (10–15 ат. %) и атомы технологических примесей: водорода (3–15 ат. %), углерода (20–25 ат. %) и кислорода (10–15 ат. %).

На рис. 3 представлен профиль распределения атомов водорода по глубине в Zr/Si-структуре, полученный методом ЯР.

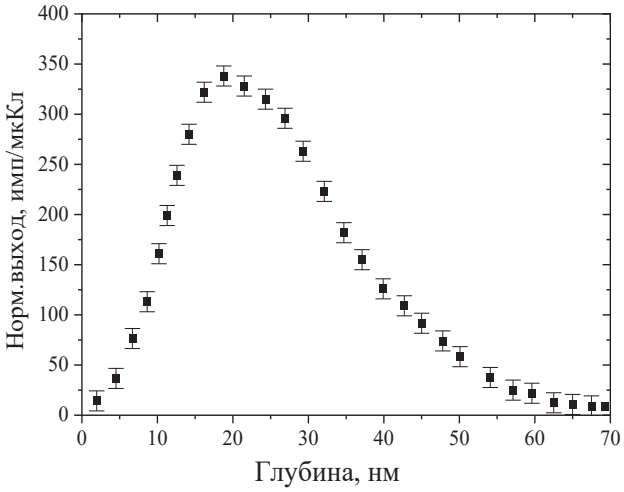

Рисунок 3 – Профиль распределение водорода по глубине в Zr/Si-структуре (время осаждения покрытия 1 час)

Результаты эксперимента с использованием ЯР подтверждают данные моделирования RUMP о наличии водорода в сформированных покрытиях. Толщина слоя, в котором обнаружены атомы водорода, соответствует толщине осажденного покрытия.

В исходных образцах кремния атомы водорода не были обнаружены. Это указывает на тот факт, что атомы водорода появляются в покрытии в процессе его осаждения. Источником водорода в покрытиях, как кислорода и углерода, также, на наш взгляд, является летучая фракция углеводородов вакуумного масла диффузионного пароструйного насоса. При последующих сканированиях поверхности анализирующим пучком ионов азота N^+ концентрация атомов водорода в приповерхностном слое уменьшается, а после 4-го или 5-го сканирования практически не изменяется (табл. 2). Слоевая концентрация водорода становится равной согласно данным эксперимента: для Zr/Si-структуры $\sim 1{,}0 \cdot 10^{16}$ ат/см^2, для Ti/Si-структуры $\sim 1{,}4 \cdot 10^{17}$ ат/см^2 и для Mo/Si-структуры $\sim 1{,}6 \cdot 10^{17}$ ат/см^2.

Таблица 2 – Содержание водорода в приповерхностных слоях Zr/Si-структуре, (время нанесения покрытия t = 1 час)

Число сканирований	Глубина слоя, нм	n, ат/см^3	Nt, ат/см^2	C, ат. %
1	83,3	$2{,}10 \cdot 10^{21}$	$3{,}30 \cdot 10^{16}$	3,00
5		$5{,}73 \cdot 10^{20}$	$0{,}90 \cdot 10^{167}$	0,82

Уменьшение концентрации атомов водорода в приповерхностных слоях сформированных структур под воздействием анализирующего пучка ионов азота N^+ можно объяснить дегазацией атомов водорода и его соединений водорода, которые оказались химически слабо связаны с другими атомами покрытия.

Методом ионно-ассистируемого осаждения получены Ti/Si, Zr/Si и Mo/Si-структуры. Время осаждения покрытий составляло 1–6 ч при ускоряющем напряжении U = 5–10 кВ и плотности ионного тока ~4–5 мкА/см^2. В рабочей камере в процессе осаждения покрытий поддерживался вакуум при давлении ~10^{-2} Па.

Исследования поверхности Me/Si-структур, полученных ионно-ассистируемым осаждением металлсодержащих покрытий, с применением методов резерфордовского обратного рассеяния ионов гелия в сочетании с моделирование RUMP и резонансных ядерных реакций, показали, что сформированные структуры содержат атомы осажденного металла (~5–10 ат. %), атомы кремния из подложки (10–15 ат. %) и атомы технологических примесей: водорода (3–15 ат. %), углерода (20–25 ат. %) и кислорода (10–15 ат. %). Источником технологических примесей является летучая фракция углеводородов вакуумного масла диффузионного паромасляного насоса.

ЛИТЕРАТУРА

1. Doolittle L. R. A semiautomatic algorithm for rutherford backscattering analysis // Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. – 1986. – Vol. B15. – P. 227–234.

2. Тульев В. В., Ташлыков И. С. Изучение композиционного состава покрытий на основе Cr, Ti и Zr, сформированных на алюминии и кремнии методом ионно-ассистированного нанесения в условиях саморадиации // Труды IV Междунар. науч. конф. «Радиационно-термические эффекты и процессы в неорганических материалах». – Томск, 2004. – С. 92–95.