

НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК БЕЛАРУСИ
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА И ПОЛУПРОВОДНИКОВ

УДК 537.534: 535.854: 538.975

НОВИЦКИЙ Николай Николаевич

СВОЙСТВА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК И НАНОСТРУКТУР,
ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ИОННО-ЛУЧЕВОГО РАСПЫЛЕНИЯ

01.04.07 – физика конденсированного состояния

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

МИНСК, 2003

Работа выполнена в Институте физики твердого тела и полупроводников
Национальной академии наук Беларуси

Научные руководители: доктор физико-математических наук,
Федосюк В.М.,
Институт физики твердого тела и
полупроводников НАН Беларуси,
зам. директора

кандидат физико-математических наук,
Стогний А.И.,
Минский НИИ радиоматериалов,
зам. начальника отделения функциональной
электроники

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
Демьянов С.Е.,
Институт физики твердого тела и
полупроводников НАН Беларуси,
зав. отделом криогенных исследований

доктор физико-математических наук, профессор,
Федотов А.К.,
Белорусский государственный университет,
зав. кафедрой энергофизики

Оппонирующая организация – Белорусский государственный университет
информатики и радиоэлектроники

Защита состоится 27 июня 2003 г. в 16⁰⁰ на заседании совета по защите
диссертаций Д 01.06.01 в Институте физики твердого тела и полупроводников
НАН Беларуси по адресу: 220072, Минск, ул. П.Бровки 17, тел. ученого
секретаря 284-27-91

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Института физики твердого
тела и полупроводников НАН Беларуси

Автореферат разослан "26" мая 2003 г.

Ученый секретарь
совета по защите диссертаций,
д.ф.-м.н.

В.М. Федосюк

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы диссертации

Свойства ультратонких пленок определяются преимущественно явлениями и процессами, протекающими на поверхности пленки и на границе раздела пленка–подложка, в связи с тем, что число атомов, находящихся непосредственно на границе раздела и их ближайших соседей сравнимо с общим числом атомов в пленке.

Такие характеристики границ раздела, как шероховатость, наличие пор и т.д. влияя на число атомов, находящихся на границе раздела влияют на свойства пленок, находящихся на подложках. Кроме того, свойства пленок и условия их формирования зависят и от метода получения. Так, если в условиях равновесного роста (конденсация из паровой фазы) энергия атомов сравнима с энергией активации адсорбции (0,1–1 эВ), то энергия атомов в потоке, полученном ионным распылением, составляет от нескольких до сотни эВ, т.е. превышает энергию активации процесса адсорбции.

В литературе появляется все больше и больше экспериментальных данных о структуре границ раздела твердых тел. Однако при теоретическом описании ультратонких пленок в настоящее время возникают существенные трудности, ввиду того, что при осаждении пленок имеет место переход от процесса конденсации отдельных частиц и кластеров на поверхности до формирования сплошной пленочной структуры. С точки зрения теоретической физики проблема постановки задачи состоит в невозможности зафиксировать граничные условия и ансамбль частиц для системы подложка – поток налетающих атомов и далее фронт роста пленки – поток налетающих атомов.

В то же время развитие экспериментальных методов и, прежде всего, сканирующей зондовой микроскопии и физики и техники газового разряда позволяют ставить задачу вплоть до рассмотрения сценария развития осаждения отдельного атома на реальной подложке в условиях высокого вакуума.

При исследовании взаимосвязи свойств вещества в объеме с его свойствами в тонких пленках и на границе раздела возникает много интересных с научной точки зрения проблем. Понимание закономерностей и явлений, протекающих в этих областях, может привести к значительному прогрессу и в других направлениях науки и техники

Связь работы с крупными научными программами

Работа выполнялась в рамках государственных программ фундаментальных исследований "Структура" и "Кристаллофизика".

Цель и задачи исследования

Целью данной работы является разработка методики получения субнаногладких подложек, осаждение пленок металлов и многослойных

пленочных структур с атомногладкой границей раздела слоев методом ионно-лучевого распыления–осаждения в высоком вакууме на полученные подложки и исследование зависимости их свойств от толщины.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Модифицировать ионно-лучевое оборудование для получения ультратонких пленок металлов при пониженном давлении.

2. Разработать методику получения подложек, высота характерных выступов на поверхности которых не превышает 1 нм.

3. Разработать метод определения наноразмерной толщины пленок на субнаногладких поверхностях.

4. Определить условия формирования сплошных пленок металлов от начальных стадий зарождения отдельных островков до асимптотического приближения свойств пленки к свойствам массивного материала.

5. Исследовать влияние низкоэнергетического облучения ионами легких и тяжелых газов на состояние границ раздела кобальт–медь и медь–кобальт.

Объекты и предмет исследования

В качестве объектов исследования выбраны пленки золота толщиной менее 10 нм, серебра толщиной менее 30 нм и многослойные пленочные структуры Au/Co/Cu/Au и Au/Cu/Co/Au общей толщиной менее 40 нм.

Предметом исследования являются начальные стадии формирования металлических пленок и свойства ультратонких пленок металлов.

Методология и методы проведенного исследования

Исследования ультратонких металлических пленок проводились методами оптической, растровой электронной и атомно-силовой микроскопий; методом оптической спектроскопии; измерялась электропроводность двух– и четырехзондовым методом. Состав полученных пленок анализировался при помощи электронно-зондового микроанализа и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Использование этих методов для исследования пленок можно считать традиционным. Методики исследования указанными методами достаточно хорошо описаны в литературе. Для определения наноразмерной толщины одно- и двухслойных пленочных структур была разработана оригинальная методика.

Научная новизна полученных результатов

1. Предложен и научно обоснован ионно-лучевой метод финишной планаризации рельефа поверхности оксидных материалов до субнаноразмерного уровня.

2. Исследованы начальные стадии роста пленок золота и серебра. Эмпирически установлены условия, определяющие минимальную толщину пленок благородных металлов в зависимости от шероховатостей подложки.

3. Впервые экспериментально изучено влияние облучения легкими и тяжелыми ионами низких энергий на состояние границы раздела слоев в структурах кобальт–медь и медь–кобальт на субнаногладких поверхностях и предложен механизм ее сглаживания.

Практическая значимость полученных результатов

На основании установления определяющей роли плазменно-пучковых взаимодействий в анодной плазме двухкаскадного самостоятельного разряда низкого давления с холодным полым катодом проведена оптимизация газоразрядной камеры широкоапертурного источника ионов в результате чего снижено рабочее давление в вакуумной камере установок ионно-лучевого осаждения–распыления длительного непрерывного действия в 2–4 раза, что позволяет формировать ультратонкие пленки металлов в условиях высокого вакуума при давлении ниже 2×10^{-2} Па.

Результаты проведенных исследований также нашли практическое применение для:

1. получения пленок серебра, обладающих светоделительными свойствами в ультрафиолетовом и видимом диапазонах длин волн;
2. получения прозрачных омических контактов на основе бислойных пленочных структур NiO_x/Au к p-GaN;
3. получения прозрачных омических контактов $\text{BeO}/\text{Au}/\text{SiO}_x$ к p-GaN распылением пучками ионов кислорода в едином вакуумном цикле.

Положения диссертации, выносимые на защиту

На защиту выносятся следующие положения:

1. Экспериментально подтверждены модельные представления об определяющей роли механизма плазменно-пучковой ионизации в двухкаскадном самостоятельном разряде низкого давления с холодным полым катодом и на этой основе оптимизированы условия формирования стационарного эмиттера широких интенсивных пучков ионов газов для модификации состояния поверхности твердых тел в условиях высокого вакуума.
2. Научно обоснован и экспериментально реализован метод изменения морфологии поверхности кварца (на примере оптических стекол КУ–1 и К–8), заключающийся в уменьшении размеров шероховатостей на исходной поверхности до субнаноразмерных значений в результате последовательного двойного ионно-лучевого осаждения–распыления в атмосфере кислорода и в контролируемых условиях слоя наноразмерной толщины из одинакового с мишенью материала.
3. Установлено, что минимальная толщина h образования сплошных ультратонких пленок золота и серебра в условиях ионно-лучевого распыления–осаждения определяется неравенством:

$$(a_s + a_f + d) \leq h/3,$$

где a_s – максимальный размах высот на характерном сечении рельефа поверхности кварцевой подложки;
 a_f – максимальный размах высот на характерном сечении рельефа поверхности пленки;
 d – постоянная величина, определяемая толщиной слоя естественного окисла на поверхности пленки ($d \approx 2$ нм для серебра, $d = 0$ нм для золота).

4. Установлено, что в результате облучения ионами аргона с энергией менее 50 эВ и дозой облучения $1,8 \times 10^{16}$ см⁻² границы раздела ультратонких пленочных структур кобальт–медь и медь–кобальт происходит ее сглаживание до атомноразмерного уровня. Предложен механизм сглаживания шероховатостей границы раздела слоев в многослойной структуре при низкоэнергетическом облучении ионами аргона.

Личный вклад соискателя

Содержание диссертации отражает личный вклад соискателя. Он заключается в проведении экспериментальных и расчетных работ, анализе, интерпретации и обобщении экспериментальных результатов.

Апробация результатов

Результаты были доложены на следующих семинарах и конференциях: 4-й Белорусский семинар по сканирующей зондовой микроскопии. Гомель, 2000, III-я международная конференция "Физика плазмы и плазменные технологии". Минск, 2000, 4-й Международный симпозиум "Вакуумные технологии и оборудование". Харьков, 2001, XVIII международная школа-семинар "Новые магнитные материалы микроэлектроники". Москва, 2002, 1-я Международная конференция "Физика электронных материалов". Калуга, 2002, 5-й Белорусский семинар по сканирующей зондовой микроскопии. Минск. 2002, 14-й Международный симпозиум "Тонкие пленки в оптике и электронике". Харьков, 2002, 2-я Всероссийская конференция "Нитриды галлия, индия и алюминия". Санкт-Петербург, 2003.

Опубликованность результатов

Основные результаты диссертационной работы опубликованы в 19 научных работах, среди которых 10 статей в научных журналах, 7 статей в сборниках научных трудов и материалов конференций и 2 тезиса докладов. Общий объем опубликованных материалов составляет 81 страницу.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы. Объем диссертации составляет 128 страниц, включая 37 рисунков на 37 страницах, одну таблицу и списка используемых источников из 107 наименований на 8 стр.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Первая глава посвящена обзору литературы. Дана общая характеристика методов получения ультратонких металлических пленок. Описаны способы влияния на структуру и свойства пленок, особое внимание уделяется низкоэнергетическому ионному облучению растущей пленки (ионному ассистированию). Обоснован выбор метода ионно-лучевого осаждения–распыления для решения поставленных в рамках работы задач. Отмечается, что для решения поставленной задачи необходимы источники ионов, способные формировать широкие пучки ионов кислорода и аргона в течение длительного времени. Показана актуальность задачи по осаждению ультратонких пленок благородных металлов (золото и серебро) и сложности, возникающие при получении омических контактов к р-GaN. Отмечается, что для получения ультратонких металлических пленок необходимо, чтобы размеры неоднородностей на поверхности подложек субнаноразмерными. При получении подложек такой степени гладкости с использованием существующих методик на их поверхности образуется нарушенный слой, который оказывает влияние на адгезию пленки к подложке и стабильность ее свойств. Для получения бездефектных субнаногладких поверхностей перспективным является использование ионно-лучевых методов обработки поверхности. Для осаждения многослойных структур с резкими границами раздела также необходимы гладкие подложки, поскольку вероятность попадания атомов нижележащего слоя на поверхность ниже на гладкой поверхности, чем на шероховатой.

Вторая глава посвящена описанию методик получения и исследования образцов. Для получения пленок использовался ионно-лучевой метод. В качестве источника ионов использовался широкоапертурный источник ионов с холодным полым катодом на основе двухкаскадного самостоятельного разряда низкого давления. Ранее с помощью этого источника были получены пленки оксидных материалов высокого качества. Но для получения качественных металлических пленок необходимо было снизить рабочее давление источника до 2×10^{-2} Па при сохранении остальных параметров.

Экспериментальные данные свидетельствуют в пользу плазменно-пучкового механизма генерации анодной плазмы. В этом случае поперечное магнитное поле "замагничивает" движение электронов по направлению к аноду, удерживает быстрые электроны в области контрагирующего отверстия, где давление рабочего газа максимально и хаотизирует движение быстрых электронов в направлении анода. В результате условия для плазменно-пучковых взаимодействий в анодной области ухудшаются, а условия для ионизации при парных столкновениях – улучшаются.

Продольное магнитное поле, наоборот, препятствует уходу в поперечном направлении пучка быстрых электронов катодной плазмы в области анодной

плазмы. Благодаря этому улучшаются условия возбуждения коллективных взаимодействий в анодной области разряда, и происходит генерация плотной однородной анодной плазмы. Одновременно наблюдается улучшение условий существования разряда.

Для плазменно-пучковых разрядных устройств путем комбинирования результатов теоретических моделей развития взаимодействий в системе плазма–пучок и рассмотрения реальных экспериментальных условий был получен ряд полуэмпирических соотношений для оптимизации геометрии разрядной камеры. Так, в случае оптимальной геометрии разрядной камеры волноводного типа, помещенной во внешнее продольное магнитное поле, отношение длины области взаимодействия электронного пучка с плазмой L к ее радиусу R , где $L \gg R$, должно подчиняться условию:

$$\frac{L}{R} = \varepsilon_{nm} V_b^{3/2} \left(\frac{e}{2m_e} \right)^{1/2} / I_b$$

где ε_{nm} – n -й нуль функции Бесселя m -го порядка $J_m(x)$,

e – заряд электрона,

m – масса электрона,

V_b – величина электрического поля, ускоряющего электроны пучка (в нашем случае-поле двойного слоя),

I_b – ток ионов пучка.

Из этого соотношения вытекает, что при $L \approx \text{const}$, и $V_b \approx \text{const}$ поперечные размеры области взаимодействия R нужно увеличивать с ростом I_b для поддержания оптимальных условий плазменно-пучковых взаимодействий. Если распространить этот вывод на анодную область двухкаскадного самостоятельного разряда, то более оптимальные условия развития сильноточного разряда будут обеспечиваться по мере увеличения диаметра контрагирующего отверстия при увеличении тока разряда. Такой же вывод можно сделать из анализа рис. 1б и рис. 1в, где размеры плотной однородной анодной плазмы почти в два раза превышают диаметр контрагирующего отверстия.

Внешний вид анодной плазмы в отсутствие магнитного поля (рис. 1б) и при характерных значениях тока разряда $I_d = 0,3$ А, напряжения разряда $U_d = 360$ В, расхода кислорода $Q = 1,2 \times 10^{-2}$ Па \times м³/с, высоты промежутка анод–катод $h = 8$ мм и диаметра контрагирующего отверстия $d = 4$ мм можно было сопоставить с внешним видом плазменно-пучкового разряда без магнитного поля, так как он содержал все основные его части, (рис. 1а). Здесь можно выделить: С – цилиндрической формы плазменный столб, обусловленный протеканием почти параллельного пучка электронов из катодной плазмы, Е – зону мениска, F – зону рассеяния, в которой электроны пучка отклоняются в радиальном направлении.

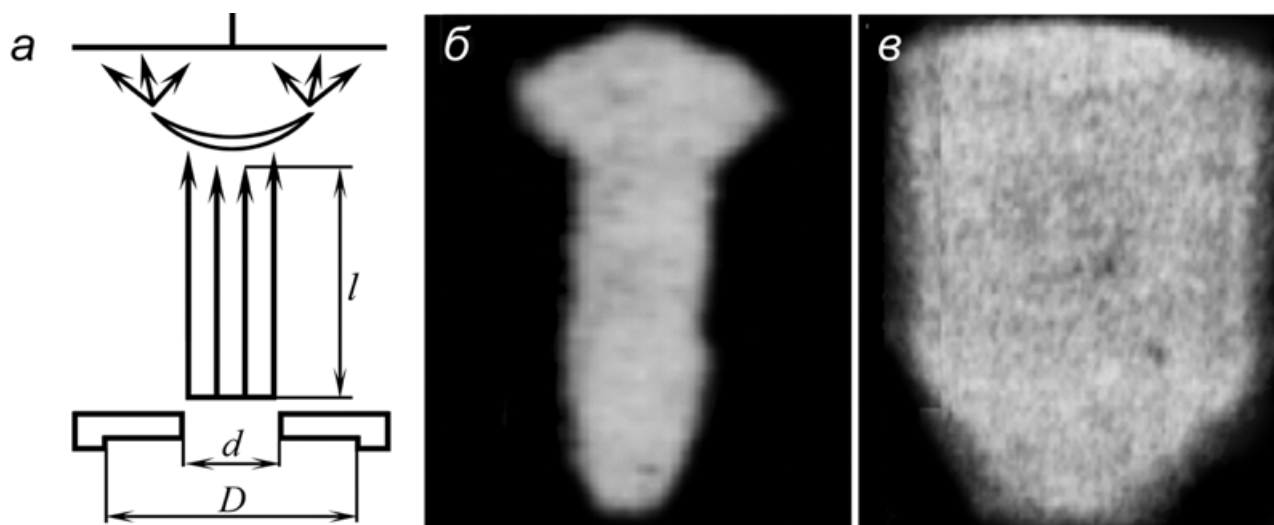


Рис. 1. Схематическое изображение области плазменно-пучкового взаимодействия (а) (С – плазменный столб, Е – зона мениска, F – зона рассеяния) и внешний вид анодной части разряда (б – без внешнего магнитного поля и в – в продольном магнитном поле 15 мТл).

Эти рассуждения стимулировали проведение оптимизации геометрии анодной области разрядной камеры на основе оптимизации геометрии контрагирующего отверстия. На рис. 2 показаны основные результаты изменения геометрии контрагирующего отверстия после длительной непрерывной работы разрядной камеры. Здесь во всех случаях ток разряда и расход кислорода поддерживались постоянными, $I_d = 0,4 \text{ А}$, $Q = 1,2 \times 10^{-4} \text{ Па} \times \text{м}^3/\text{с}$. Высота промежутка анод – катод была $h = 4 \text{ мм}$. В результате было установлено, что в отсутствие внешнего магнитного поля в течение 200 часов происходило распыление стенок контрагирующего отверстия от начального диаметра со значением 4 мм до $\sim 8 \text{ мм}$ и образованием кратера конусной формы с большим основанием со стороны полого катода (рис. 2а).

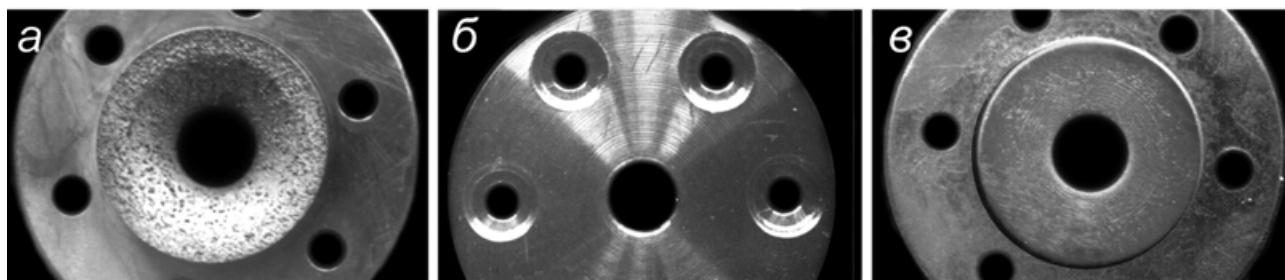


Рис. 2. Изменение геометрии контрагирующего отверстия в результате распыления и в зависимости от условий в анодной области разряда. а – после работы в течение 200 часов без внешнего магнитного поля, б – исходный вид, в – в продольном магнитном поле 15 мТл.

В случае поперечного магнитного поля $B_{\perp} = 15$ мТл распыление стенок протекало более интенсивно, и уже через 85 часов горения разряд переходил в неустойчивую форму горения, диаметр контрагирующего отверстия увеличивался до 13 мм, а его стенки принимали округлую форму, как с анодной, так и катодной сторон. Для продольного магнитного поля $B_{\parallel} = 15$ мТл оптимальное значение диаметра контрагирующего отверстия составило $d = 12$ мм (рис. 2б – исходный вид, $d = 12$ мм). После 200 часов горения разряда диаметр контрагирующего отверстия не изменился, только кромки стенок более отчетливо округлились с анодной стороны и незначительно округлились с катодной стороны (рис. 2в).

Представленные экспериментальные данные об определяющей роли плазменно-пучковых взаимодействий при формировании разряда в широкоапертурном источнике ионов низкого давления с холодным полым катодом, позволившие построить модель работы источника ионов и произвести инженерно-технический расчёт его конструкции.

Расчет явился основой при разработке источника ионов активных газов. Его основные конструктивные размеры: диаметр полого катода 130 мм, высота 30 мм; диаметр контрагирующего отверстия 6 мм и высота 3 мм; многоапертурная система извлечения прозрачностью 0,45 на диаметре 120 мм. На основании источника ионов была сделана экспериментальная универсальная ионно-лучевая установка, схема которой показана на рис. 3. Установка содержит два широкоапертурных источника ионов (1 и 4) низкоэнергетический источник ионов холловского типа и позволяет получать металлические и оксидные пленки методом ионного распыления мишени 3, при необходимости с ионным ассистированием процесса осаждения, а также распылять различные материалы.

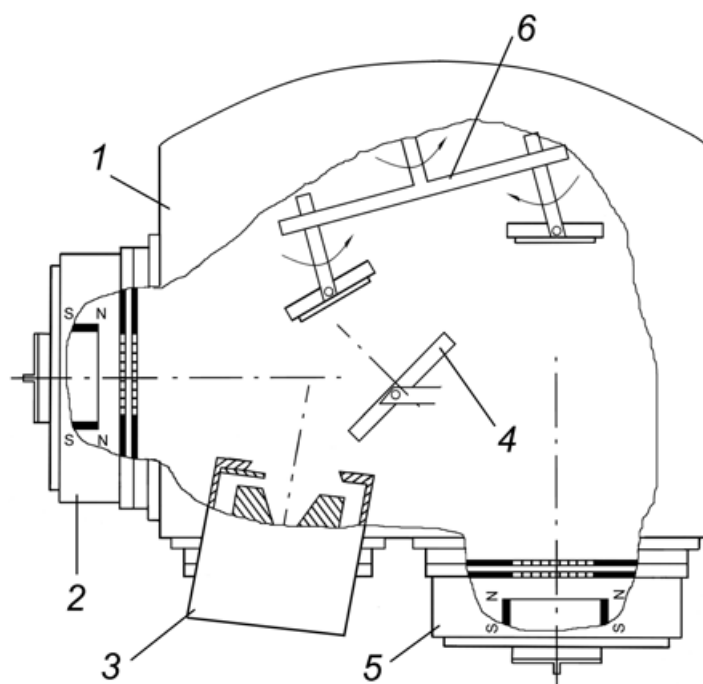


Рис. 3. Универсальная ионно-лучевая установка 1 – вакуумная камера, 2 – источник ионов, 3 – источник ионов с открытым торцом, 4 – мишень, 5 – источник ионов, 6 – держатель подложек.

Для получения субнаногладких подложек был разработан метод ионно-лучевой планаризации, схема которого показана на рис. 4. Особенности предложенного метода заключаются: в преимущественном осаждении во впадины исходного рельефа поверхности слоя наноразмерной толщины посредством распыления ионами кислорода мишени из одинакового с образцом материала и ионного ассистирования процесса осаждения, толщина осаждаемого слоя примерно в два раза меньше, чем средняя высота выступов на поверхности; в распылении полученной поверхностной структуры на глубину примерно равную двум толщинам осажденного слоя при помощи нормально падающего низкоэнергетического пучка ионов кислорода; в повторении циклов "осаждение–распыление" с постепенным уменьшением толщины осаждаемого слоя до приобретения поверхностью конечного состояния.

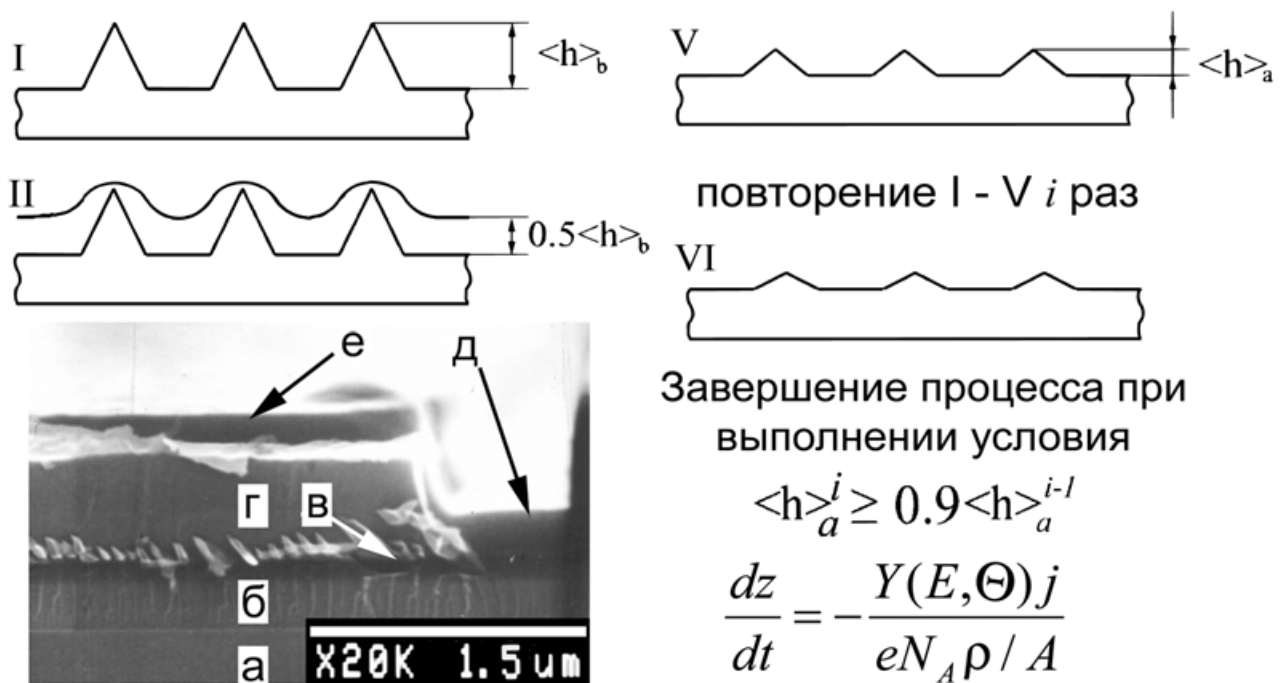


Рис. 4. Схема планаризации и РЭМ-фотография тестовой структуры.

В результате использования ионного ассистирования и расположения поверхностей образцов под углом 30° относительно мишеней и под углом 50° относительно ассистирующего источника ионов, было обеспечено выполнение основного условия реализации предложенного метода полирования – превышение в 1.4–1.8 раза скорости заполнения впадин рельефа поверхности относительно скорости осаждения на выступы рельефа. На рис. 4 для наглядной демонстрации последнего утверждения показан результат процесса осаждения продуктов распыления кварцевой мишени на тестовую структуру, содержащую прямоугольную канавку сечением 0.5×0.5 мкм². Видно, что отношение толщины осажденного на дно канавки слоя SiO_x (д на рис. 2) к толщине слоя SiO_x на верхней ступеньке (е на рис. 2) составляет около 1,8, ($x \approx 2.1$). Для

увеличения достоверности РЭМ-фото, приведен относительно толстый слой SiO_x .

Для таких материалов, как кварц, ситалл и оптическое стекло К–8 удалось достичь более чем двукратного уменьшения высоты выступов рельефа на исходной поверхности после полирования предложенным методом, причем на участках поверхности кварца площадью $2.5 \times 2.5 \text{ мкм}^2$ максимальная высота выступов не превышала 0,8 нм.

В работе исследовались ультратонкие пленки металлов, а также многослойные пленочные структуры. Для определения толщины была предложена оригинальная методика при помощи атомно-силового микроскопа. Для этого на пористую, с гладкими участками между порами поверхность стекла наносилась пленка металла под углом падения потока напыляемого материала $20\text{--}30^\circ$ относительно нормали к поверхности подложки. Поверхность подложки предварительно распылялась нормальнопадающим пучком ионов кислорода, чтобы получить поры с острыми кромками. На АСМ-изображениях (рис. 5а) поверхности таких пленок отчетливо фиксируется положение границы кромка поры – пленка, что даёт возможность оценить толщину пленки по высоте ступеньки между кромкой поры и поверхностью

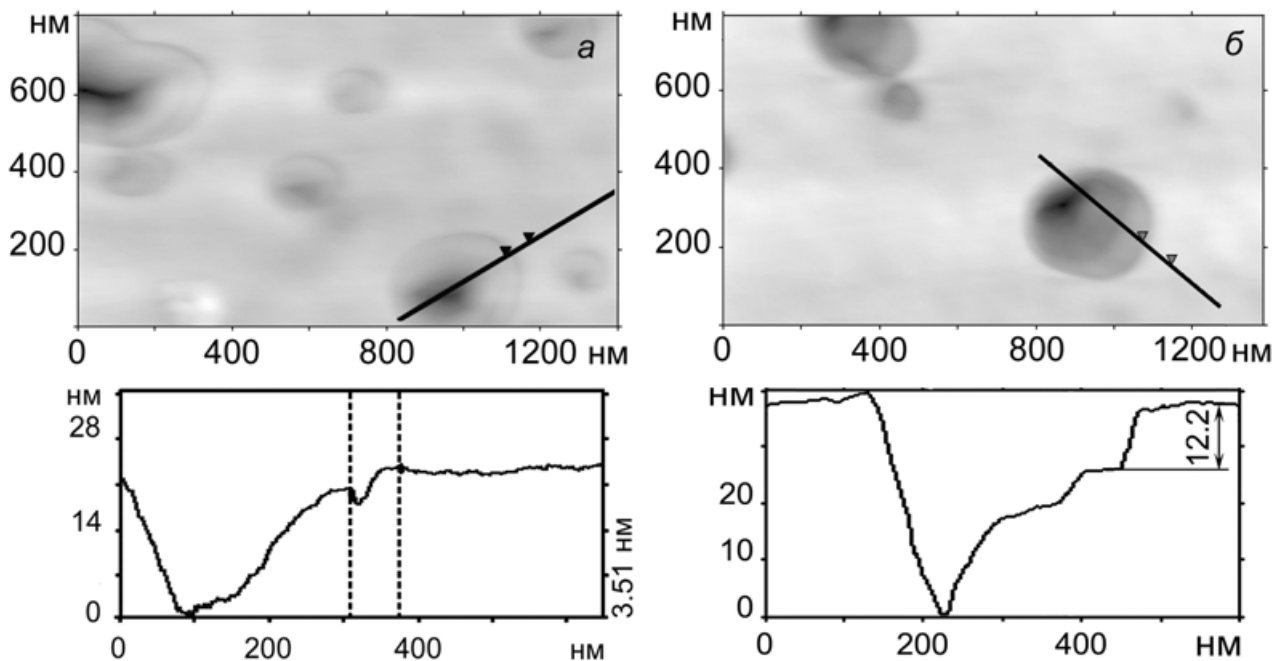


Рис. 5. АСМ-изображение пористой поверхности подложки с анализируемой пленкой золота (а) и с двухслойной пленкой никель–золото (б) и сечения рельефов поверхностей, построенные вдоль соответствующих линий

пленки на поперечном сечении рельефа поверхности. При осаждении двухслойных пленок вторая мишень устанавливается под углом, на $10\text{--}15^\circ$ больше относительно подложки, чем первая. На АСМ-изображениях поверхности таких пленок (рис. 5б) фиксируется положение границ кромка

поры – пленка, и верхний слой пленки – нижний слой пленки, что даёт возможность оценить толщину пленки в целом, и каждого слоя в отдельности по высотам ступенек между кромкой поры и поверхностями слоев пленки на поперечном сечении рельефа поверхности. Однако при анализе двухслойной структуры материал верхнего слоя частично экранирует ступеньку от нижнего слоя на сечении поры из-за существования угла расхождения осаждаемого потока. Эта дополнительная погрешность результата измерений может быть оценена при помощи анализа сечения вдоль разных направлений для двухслойных структур различной толщины. Начиная с трехслойной структуры, верхний слой частично экранирует границы уже нескольких нижних слоев, из-за чего возникают проблемы с идентификацией положения границ слоев, если пользоваться только сечением рельефа пор.

Также было проведено моделирование облучения поверхности меди и кобальта ионами аргона и гелия при помощи программы SRIM2000. Установлено, что глубина пробега ионов аргона не превышает 0,6 нм, при энергиях, меньше 100 эВ, т.е. при облучении пленок кобальта или меди наноразмерной толщиной ионами аргона, вся энергия будет распределяться в поверхностном слое толщиной 2–3 моноатомных слоя. При больших энергиях значительным будет распыление. При облучении пленок толщиной менее 10 нм ионами гелия их энергия будет достаточно равномерно распределяться по всей толщине пленки.

Третья глава посвящена исследованию пленок золота, серебра и переходных металлов кобальта и меди толщиной менее 20 нм.

Установлено, что пленки золота расчетной толщиной менее 1 нм (рис. 6а) обладают высокой среднеквадратической шероховатостью, не проводят электрический ток. На основании этого сделан вывод о том, что пленки такой толщины несплошные, а состоят из гранул с поперечными размерами около 50 нм и высотой до 6 нм. Пленки толщиной от 1 нм до 5 нм (рис. 6б) являются сплошными и обладают высокой прозрачностью.

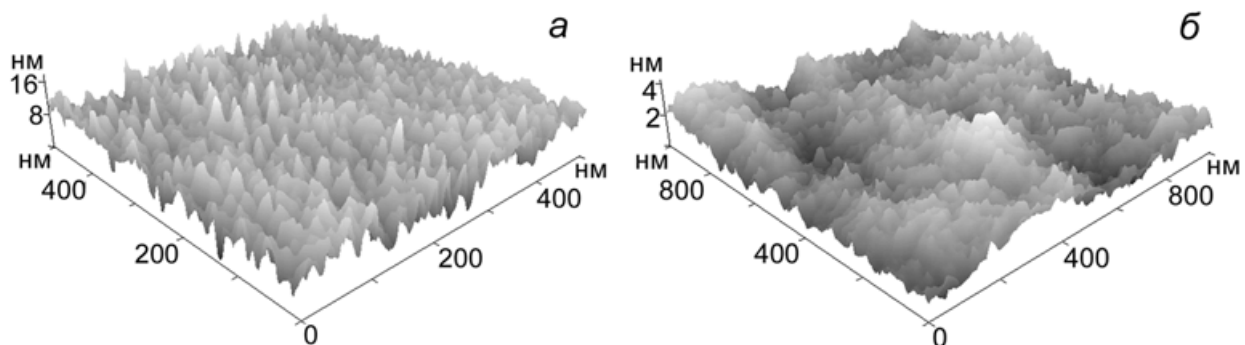


Рис. 6. АСМ-изображения пленок золота расчетной толщиной 0,4 нм и толщиной 3,8 нм.

Использование ионов кислорода для напыления пленок золота позволяет получать образцы ультратонких пленок, величина поверхностного сопротивления и спектры пропускания которых близки к значениям для образцов такой же толщины, но полученных распылением ионами аргона. Однако в близких экспериментальных условиях (одинаковых значениях давления, плотности тока пучка ионов и их энергий) скорость осаждения пленок при использовании кислорода в качестве рабочего газа примерно в 2 раза ниже, чем при использовании аргона. Морфология поверхности пленок, полученных в случае использования кислорода, мало отличалась от поверхности образцов, полученных с использованием аргона.

Пленки серебра толщиной менее 12 нм (рис. 7а) не являются сплошными, вследствие образования проколов в местах совпадения выступов рельефа поверхности подложки с впадинами рельефа поверхности пленки. В области совпадения впадин над выступами слой естественного окисла может прорасти быстрее и на большую толщину пленки аналогично рассмотренного в модифицированного механизма низкотемпературного окисления Кабреры–Мотта на шероховатых поверхностях наноразмерных металлических слоев. В результате в сплошной пленке серебра в локальных местах минимальной толщины формируется слой естественного окисла максимальной толщины, где и происходит разрыв пленки из-за разницы в механических свойствах серебра и его окисла. Косвенным подтверждением этого механизма является более темный цвет колец по границе проколов на общем фиолетово – голубом фоне и увеличение размеров проколов с течением времени, которые можно наблюдать визуально.

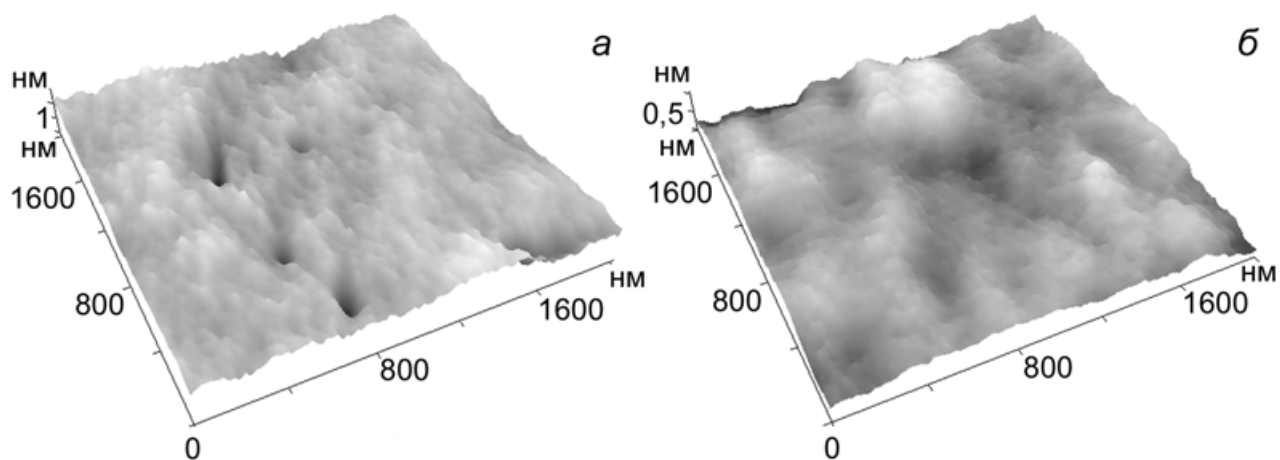


Рис. 7. АСМ-изображения поверхности пленок серебра толщиной 10 нм (а) и 20 нм (б).

Пленки толщиной 12...18 нм являются сплошными (рис. 7б), обладают свойством полупрозрачности в диапазоне длин волн от 450 нм до 650 нм и представляют практический интерес для использования в светодетекторах оптических приборов. Свойства пленок толщиной более 18 нм по мере увеличения толщины приближаются к свойствам массивного материала.

Ультратонкие пленки меди и кобальта в указанных экспериментальных условиях получены со значительным разбросом свойств при незначительном изменении параметров осаждения независимо от типа и качества подложек. Поверхностное сопротивление ультратонких пленок кобальта возрастало в единицы – десятки раз при хранении пленок в вакууме при давлении 10^{-1} – 10^{-2} Па. При извлечении из вакуумной камеры пленки изменяли цвет в течение 10–15 минут. У пленок меди этот процесс происходит медленнее, но тем не менее при хранении в лабораторных условиях в течение 10 дней наблюдается рост сопротивления в несколько раз и происходило изменение цвета поверхности. Эти результаты могут быть интерпретированы на основании общепризнанного механизма низкотемпературного окисления тонких пленок Кабреры–Мота.

Для предотвращения окисления ультратонких пленок переходных металлов по механизму низкотемпературного окисления нельзя допускать их контакта с воздухом и с поверхностью оксидной подложки. Для этого можно использовать ультратонкие пленки золота, на поверхности которых не образуется слой окисла и они, изоморфно покрывают рельеф подложки.

Четвертая глава посвящена исследованию свойств многослойных пленочных структур. Рассмотрены многослойные пленочные структуры "буферный слой золота (20 нм) – медь (x нм) – кобальт (y нм) – защитный слой золота (10 нм)" и "буферный слой золота (20 нм) – кобальт (y нм) – медь (x нм) – защитный слой золота (10 нм)", где $x+y \approx 6$ нм, полученные методом ионно-лучевого распыления (рис. 8б–8г). Установлено, что наиболее гладкую поверхность имеет структура второго типа, у которой, кроме того, поверхность кобальта перед осаждением слоя меди подвергнута дополнительному облучению потоком ионов аргона с энергией меньше пороговой энергии распыления в едином вакуумном цикле осаждения (рис. 8в). Облучение смесью ионов аргона и гелия в аналогичных условиях приводит к формированию более шероховатой структуры (рис. 8г). На основании полученных экспериментальных данных сделан вывод о сглаживании интерфейса кобальт-медь в результате многократных столкновений медленных ионов аргона с атомами кобальта при торможении в пределах двух-трех верхних атомных рядов слоя кобальта.

Для объяснения полученных экспериментальных результатов учтем, что в рассматриваемом случае использовались особо гладкие подложки и осажденные пленки золота имели гладкую и химически инертную поверхность. Воспользуемся моделью плотноупакованных шаров на примере структуры с нижним слоем кобальта толщиной 2 нм. Будем считать, что он является структурноупорядоченным и содержит более шести моноатомных слоев. Верхний слой меди также является структурноупорядоченным и состоит из более чем десяти моноатомных слоев. Рассогласование структур этих слоев на границе раздела является основной причиной образования поверхности всей многослойной структуры, состоящей из совокупности неоднородностей

правильной овальной формы со средними поперечными размерами порядка 20 нм и высотой 3 нм, при среднеквадратической шероховатости поверхности в целом менее 1,1 нм. Облучение поверхности слоя кобальта плотным потоком ионов аргона с энергией меньше пороговой энергии распыления приводит к тому, что каждый из атомов двух-трех поверхностных моноатомных слоев кобальта испытывает неоднократные столкновения с атомами аргона, при каждом из которых им передается энергия, большая энергии связи атомов кобальт-кобальт. Оценки, выполненные при помощи программы SRIM, дают для длины среднего пробега атомов аргона с энергией менее 30 эВ не более 0,4 нм. Поэтому структурное разупорядочение происходит только на поверхности слоя кобальта. Сопряжение при осаждении структурноразупорядоченной поверхности слоя кобальта со слоем меди в итоге приводит к формированию многослойной структуры с более гладкой поверхностью.

Облучение ионами гелия, в отличие от облучения ионами аргона, не приводит к разупорядочению поверхностного слоя кобальта, так как длина пробега атомов гелия согласно программе SRIM составляет 1,2 нм и сравнима с толщиной слоя кобальта, а энергия, теряемая при торможении, из-за малости массы

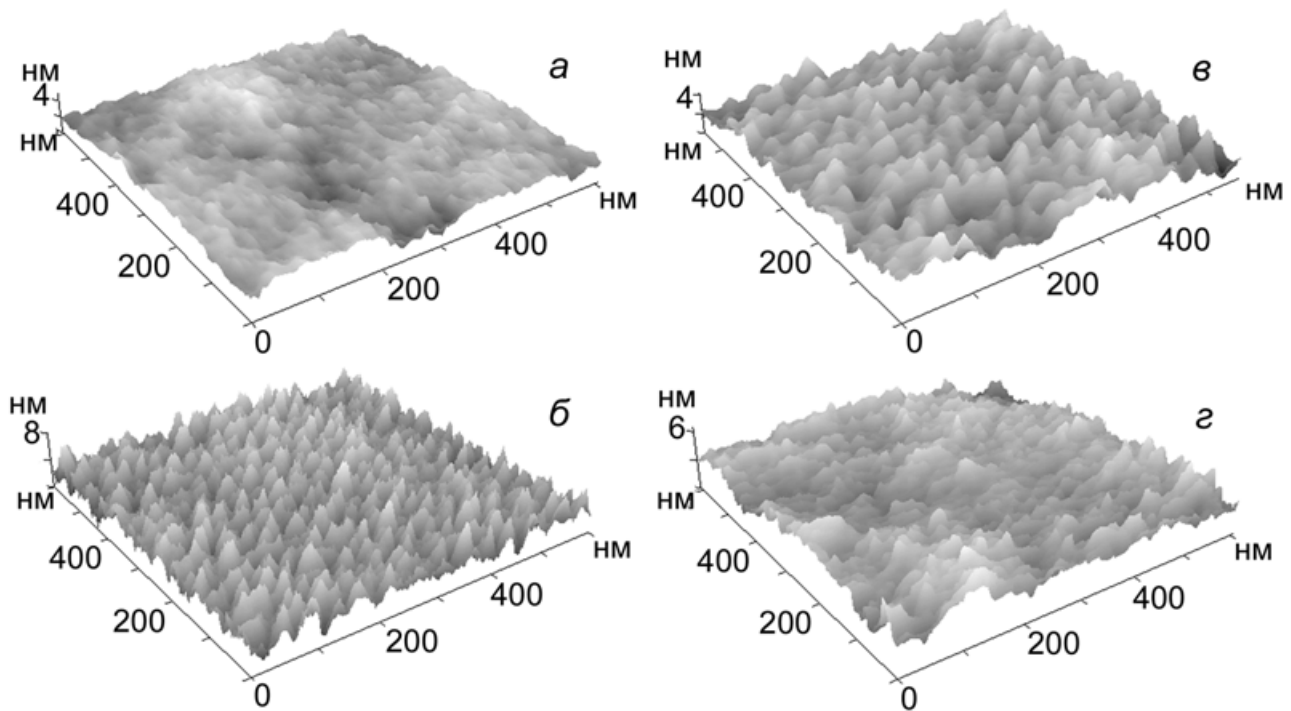


Рис. 8. АСМ-изображения поверхности пленки золота (а) многослойной структуры Au/Co/Cu/Au (б), структуры Au/Co/Cu/Au, с поверхностью кобальта, облученной ионами аргона с энергией 30 эВ (в) и структуры Au/Co/Cu/Au, с поверхностью кобальта, облученной смесью ионов гелия (>80%) и аргона (<20%) с энергией 30 эВ (г).

малости массы и энергии ионов гелия, примерно равномерно распределяется по толщине. Причем при каждом столкновении атомам кобальта от атомов гелия передается энергия, не превышающая величину энергии связи атомов кобальта.

Полученное соответствие между оптическими и электрическими свойствами пленок золота, осажденных с использованием ионов аргона или кислорода, указывает на перспективность использования кислорода в качестве рабочего газа для напыления пленок золота, особенно в тех случаях, когда они используются в качестве омических контактов к р-слою полупроводников А(III)В(V). Контакт представляет собой двухслойную структуру, состоящую из оксида металла нанометровой толщины с проводимостью р-типа и верхнего слоя золота толщиной менее 10 нм. В этом случае появляется возможность, например, в едином вакуумном цикле последовательно наносить на поверхность слоя р-GaN слой оксида никеля или бериллия посредством распыления мишеней из соответствующих металлов ионами кислорода, а затем – пленки золота толщиной менее 6 нм. Таким образом были получены контактные пленочные структуры р-GaN/NiO_x(2 нм)/Au(4 нм)/SiO₂ и р-GaN/NiO_x(4 нм)/Au(4 нм)/SiO₂ (рис. 9) на нитриде галлия с прозрачностью более 50 % в диапазоне длин волн от 290 до 550 нм.

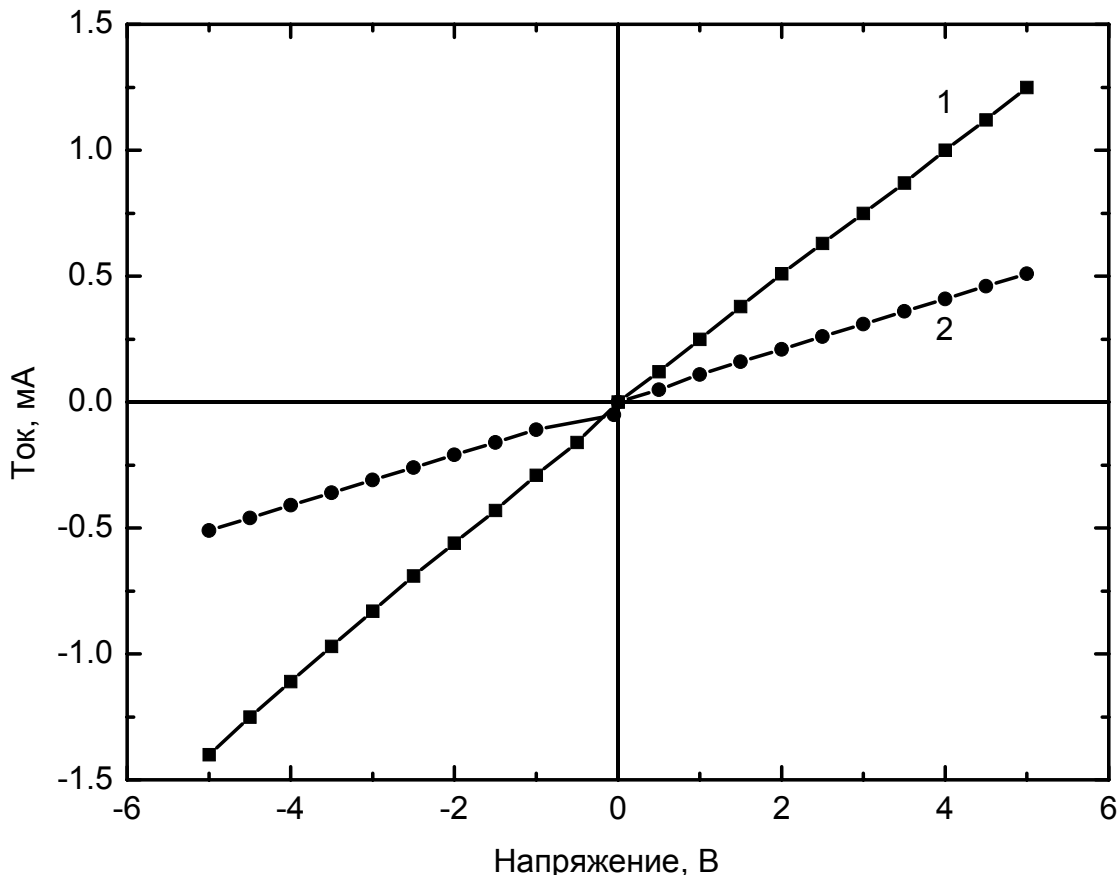


Рис. 9. Вольт-амперные характеристики контактов р-GaN/BeO(2 нм)/Au(4 нм)/SiO₂ (1) и р-GaN/BeO(4 нм)/Au(4 нм)/SiO_x (2).

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. На основе анализа расчетных и экспериментальных данных механизма плазменно-пучковой ионизации в анодной части двухкаскадного

самостоятельного разряда низкого давления с холодным полым катодом построена модель работы и создан эмиттер широких интенсивных пучков ионов инертных и химически активных газов с продолжительным (до тысячи часов) сроком непрерывной работы.

2. Предложен метод ионно-лучевой планаризации поверхностей оксидных материалов площадью до 100 см^2 , заключающийся в преимущественном осаждении во впадины исходного рельефа поверхности слоя наноразмерной толщины посредством распыления ионами кислорода мишени из одинакового с образцом материала и ионного ассистирования процесса осаждения; в распылении полученной поверхностной структуры на глубину примерно равную двум толщинам осажденного слоя при помощи нормально падающего пучка ионов кислорода; в повторении циклов “осаждение–распыление” с постепенным уменьшением толщины осаждаемого слоя до приобретения поверхностью конечного состояния. Данным методом удалось достичь более чем двукратного уменьшения высоты характерных выступов исходного наноразмерного рельефа и сглаживание форм неоднородностей рельефа в целом и уменьшить высоту характерных выступов на поверхности оптического стекла КУ–1 до 0,5 нм.
3. Установлено, что пленки золота, полученные методом ионно-лучевого распыления–осаждения ионами кислорода и аргона, толщиной менее 1 нм не являются сплошными, а состоят из отдельных гранул, хаотически расположенных на поверхности подложки и электрически плохо связанных друг с другом. Пленки толщиной от 2 нм до 5 нм являются сплошными, обладают прозрачностью более 50% в диапазоне длин волн 350–550 нм и представляют интерес как омические контакты к светоизлучающим структурам на основе GaN. Пленки могут также использоваться в качестве защитных покрытий при получении многослойных наноразмерных структур.
4. Показано, что пленки серебра, полученные методом ионно-лучевого распыления–осаждения толщиной менее 12 нм несплошные, содержат проколы и нестабильны на воздухе. Пленки серебра толщиной от 12 до 18 нм не содержат проколов и обладают свойством полупрозрачности в диапазоне длин волн от 450 нм до 650 нм, что представляется перспективным для использования их в светоделителях оптических приборов.
5. Предложен механизм процесса сглаживания границы раздела слоев в многослойных структурах золото (буферный слой, 20 нм) – медь (x нм) – кобальт (y нм) – золото (верхний слой, 10 нм), с $x+y \approx 6$ нм и золото (буферный слой, 20 нм) – кобальт (x нм) – медь (y нм) – золото (верхний слой, 10 нм), с $x+y \approx 6$ нм, при дополнительном облучении потоком медленных ионов аргона верхних слоев атомов нижележащего слоя переходного металла перед осаждением вышележащего слоя непосредственно в процессе формирования многослойной пленочной металлической структуры.

СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ

1. Стогний А.И., Свирин В.Т., Тушина С.Д. и др. Ионно-лучевая установка для получения оксидных пленок // ПТЭ. – 2001. – №3. – с. 151–154.
2. Стогний А.И., Новицкий Н.Н. Ионно-лучевая установка для выравнивания поверхности оксидных материалов // ПТЭ. – 2002. – №1. – с. 153–157.
3. Стогний А.И., Корякин С.В., Новицкий Н.Н. Особенности перераспределения кобальта по поверхности пленок неоднородных сплавов кобальт–медь // ЖТФ. – 2003. – т. 73. – вып. 4. – с. 117–123.
4. Стогний А.И., Новицкий Н.Н., Стукалов О.М. Сглаживание уединенного интерфейса кобальт–медь при облучении потоком низкоэнергетических ионов аргона // Письма в ЖТФ. – 2003. – т. 29. – вып. 2. – с. 6–13.
5. Стогний А.И., Новицкий Н.Н., Стукалов О.М. Метод контроля наноразмерной толщины бислойных пленочных структур // Письма в ЖТФ. – 2003. – т. 29. – вып. 4. – с. 39–45.
6. Стогний А.И., Новицкий Н.Н., Стукалов О.М. Ионно-лучевое полирование наноразмерного рельефа поверхности оптических материалов // Письма в ЖТФ. – 2002. – т. 28. – вып. 1. – с. 39–48.
7. Стогний А.И., Новицкий Н.Н., Тушина С.Д., Калинин С.В. Получение методом ионно-лучевого распыления кислородом и оптические свойства ультратонких пленок золота // ЖТФ. – 2003. – т. 73. – вып. 6. – с. 86–89.
8. Стогний А.И., Новицкий Н.Н., Стукалов О.М. и др. Получение методом ионно-лучевого распыления и оптические свойства полупрозрачных пленок серебра // Поверхность. – 2003. – №10. – с. 74–77.
9. Стогний А.И., Новицкий Н.Н. Плазменно-пучковый механизм генерации анодной плазмы двухкаскадного самостоятельного разряда низкого давления с холодным полым катодом // ЖТФ. – 2003. – т. 26. вып. 9. – с. 45–48.
10. Стогний А.И., Новицкий Н.Н., Стукалов О.М. Метод оценки толщины ультратонких пленок // Приборы и техника эксперимента. – 2003. – №3. – с. 125–128.
11. Стогний А.И., Новицкий Н.Н., Стукалов О.М. Ионно-лучевое осаждение уединенного интерфейса Co/Cu на субнаногладкие подложки // Новые магнитные материалы микроэлектроники Сб. тр. XVIII Межд. Школы-семинара, Москва (24–28 июня 2002). – М. 2002. – с. 303–305.
12. Stognij A.I., Koriakin S.V., Novitskij N.N., Borod'ko V.I. The one grid ion source of 200 mm in diameter. // Plasma Physics and Plasma Technology: Confr. papers III Int. conf. , Minsk, Belarus (September 18-22, 2000). – Minsk, 2000. – p. 145–148.
13. Стогний А.И., Свирин В.Т., Тушина С.Д., Новицкий Н.Н. Получение тонких пленок ионно-лучевым методом с использованием

- низкоэнергетичного ионного ассистирования // Вакуумные технологии и оборудование. Сб. докл. 4-го Межд. симпозиума. Часть II. Харьков (23–27 апреля 2001). – Харьков ИПЦ "Контраст", 2001. – с. 304–307.
14. Стогний А.И., Корякин С.В., Бородько В.И. и др. Исследование поверхности многослойных плёнок Co/Cu, формируемых ионным распылением и ассистированием в аргон-гелиевой среде // 4-й Белорусский семинар по сканирующей зондовой микроскопии. Сб. докл. 24–25 октября 2001 Гомель. – Гомель – с. 107–108.
 15. Стогний А.И., Тушина С.Д., Новицкий Н.Н. Пленочные покрытия ультрафиолетового диапазона длин волн, полученные с использованием ионно-лучевых методов // Тонкие пленки в оптике и электронике. Сб. докл. 14-го Межд. симпозиума. Часть 2. – Харьков (22–27 апреля 2002). – Харьков: ННЦ ХФТИ, ИПЦ "Контраст" с. 99–100.
 16. Новицкий Н.Н. АСМ-анализ процесса сглаживания интерфейсных границ наноразмерных многослойных структур Co/Cu // 5-й Белорусский семинар по сканирующей зондовой микроскопии. Сб. докл. 7–8 октября 2002 Минск. – Минск.: Изд. центр БГУ. 2002. – с. 112–114.
 17. Стогний А.И., Новицкий Н.Н. Применение АСМ для анализа морфологии поверхности ультратонких металлических пленок // 5-й Белорусский семинар по сканирующей зондовой микроскопии. Сб. докл. 7–8 октября 2002 Минск. – Минск.: Изд. центр БГУ. 2002. – с. 109–111.
 18. Стогний А.И., Новицкий Н.Н., Стукалов О.М. Ионно-лучевое полирование поверхностей оптических материалов // Физика электронных материалов: материалы 1-й Межд. конф. 1–4 октября 2002. Калуга, Россия. – Калуга: Изд-во КГПУ им. К.Э. Циолковского. 2002. – с. 304.
 19. Стогний А.И., Шуленков А.С., Луценко Е.В. и др. Одностадийное формирование прозрачных контактов к р-слою GaN методом ионно-лучевого распыления кислородом // Нитриды галлия, индия и алюминия – структуры и приборы. Тезисы докл. 2-й Всероссийской конференции. 3–4 февраля 2003 Санкт-Петербург. – Санкт-Петербург: Изд-во СПбГПУ. 2003. – с. 131–132.

РЕЗЮМЕ

Новицкий Николай Николаевич "Свойства металлических пленок и наноструктур, полученных методом ионно-лучевого распыления".

Ключевые слова: ультратонкие пленки, ионно-лучевое напыление, омические контакты, нитрид галлия, низкоэнергетическое облучение, планаризация.

Объект исследования – пленки золота толщиной менее 10 нм, серебра толщиной менее 30 нм и многослойные пленочные структуры Au/Co/Cu/Au и Au/Cu/Co/Au общей толщиной менее 40 нм.

Цель работы – получение субнаногладких подложек, осаждение пленок металлов и многослойных пленочных структур методом ионно-лучевого распыления в высоком вакууме на полученные подложки и исследование зависимости их свойств от толщины.

В работе использовались оптическая, растровая электронная и атомно-силовая микроскопия; оптическая спектроскопия; электропроводность измерялась двух- и четырехзондовым методом. Состав полученных пленок анализировался при помощи электронно-зондового микроанализа и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии.

Методом ионно-лучевого распыления кислородом и аргоном получены ультратонкие пленки золота. Установлено, что морфология поверхности, оптические и электрические свойства пленок золота не зависят от типа ионов, применявшихся для распыления.

Эмпирически получены условия, определяющие минимальную толщину пленок благородных металлов в зависимости от шероховатостей подложки.

Впервые экспериментально исследовано влияние облучения легкими и тяжелыми ионами низких энергий на состояние границы раздела слоев в структурах кобальт–медь и медь–кобальт на субнаногладких поверхностях. Установлено, что дополнительное облучение потоком медленных ионов аргона верхних слоев атомов нижележащего слоя перед осаждением вышележащего слоя непосредственно в процессе формирования многослойной пленочной металлической структуры является перспективным методом для получения структур с атомногладкими границами раздела слоев и предложен механизм их сглаживания.

Результаты работы использовались при получении прозрачных омических контактов к р-слою нитрида галлия; при получении пленок серебра, обладающих светоделительными свойствами в ультрафиолетовом и видимом диапазонах длин волн.

РЕЗІЮМЭ

Навіцкі Мікалай Мікалаевіч "Уласцінасці металічных стужак і нанаструктураў, атрыманых метадам іонна-прамянёвага распылення".

Ключавыя словы: ультратонкія стужкі, іонна-прамянёвае напыленне, амічныя кантакты, нітрыд галію, нізкаэнергетычнае апраменьванне, планарызацыя.

Аб'ект даследвання – стужкі золата таўшчынёй меней за 10 нм, срэбра таўшчынёй меней за 30 нм і шматсloевыя стужкавыя структуры Au/Co/Cu/Au і Au/Cu/Co/Au агульнай таўшчынёй меней за 40 нм.

Мэта работы – атрыманне субнанагладкіх падложак, асаджэнне стужак металаў і шматсloевых стужкавых структур метадам іонна-прамянёвага распылення–асаджэння ў высокім вакууме на атрыманых падложкі і даследванне залежнасці іх уласцінасцей ад таўшчыні.

У рабоце выкарыстоўваліся аптычная, растравая электронная і атамна-сілавая мікраскапія; аптычная спектраскапія; электраправоднасць вымяралася двух- і чатырохзондавым метадам. Склад атрыманых стужак аналізаваўся пры дапамозе электронна-зондавага мікрааналізу і рэнтгенаўскай фотаэлектроннай спектраскапіі.

Метадам іона-прамянёвага распылення кіслародам і аргонам атрыманы ультратонкія стужкі золата. Выяўлена, што марфалогія паверхні, аптычныя і электрычныя ўласцінасці стужак золата не залежаць ад тыпу іонаў, якія выкарыстоўваліся для распылення.

Эмпірычна вызначаны ўмовы, азначаючыя мінімальную таўшчыню стужак высакародных металаў у залежнасці ад нероўнасцей паверхні падложкі.

Упершыню эксперыментальна даследаваны ўплыў апраменьвання лёгкамі і цяжкімі іонамі нізкіх энергій на стан мяжы раздзелу слаёў у структурах кобальт–медзь і медзь–кобальт на субнанагладкіх падложках. Вызначана, што дадатковае апраменьванне патокам павольных іонаў аргона верхніх слаёў атамаў ніжэйляжачага слою перад асаджэннем вышэйлежачага слою непасрэдна пры фармаванні шматсloйнай стужкавай металічнай структуры з'яўляецца перспектыўным метадам для атрымання структур з атамнагладкімі межамі раздзела слаёў і прапанаваны механізм іх згладжвання.

Вынікі работы выкарыстоўваліся пры атрыманні празрыстых амічных кантактаў да р-слою нітрыда галію; пры атрыманні стужак срэбра, маючых светадзялільныя ўласцінасці ў ультрафіялетавым і бачнам дыяпазонах длін хваляў.

SUMMARY

Nickolaj Novitskii "Properties of metallic films and nanostructures, formed by a method of ion-beam deposition".

Keywords: ultrathin films, ion-beam deposition, ohmic contacts, gallium nitride, low-energy irradiation, planarisation.

Object of research – gold films thickness less than 10 нм, silver films thickness less than 30 нм and multilayered film structures Au/Co/Cu/Au and Au/Cu/Co/Au the common thickness less than 40 нм.

Aim of the work – reception smoothing substrates, sedimentation metallic films and multilayered structures using method of ion-beam deposition in high vacuum on the received substrates and research of dependence of their properties from thickness.

In work were used optical, raster electronic and atomic-force microscopy; optical spectroscopy; electroconductivity it was measured two- and fourprobe by a method. The structure received films was analyzed with the help electron probe microanalysis and x-ray photoelectronic spectroscopy.

The conditions determining the minimal thickness пленок of precious metals depending on roughnesses of a substrate are empirically received.

For the first time influence of an irradiation by easy and heavy low-energy ions a condition of interfaces of the unit of layers in structures cobalt – copper and copper – cobalt on smoothing surfaces is experimentally investigated. It is established, that the additional irradiation a stream of slow ions of argon of the top layers of atoms of a underlying layer before sedimentation of an overlying layer directly during formation of multilayered film metal structure is a perspective method for reception of structures with smoothing interfaces of the unit of layers and the mechanism of their smoothing is offered.

Results of work were used at reception of transparent ohmic contacts to p-GaN; at reception films the silver, having beam splitting properties in ultra-violet and seen ranges of lengths of waves.