РАКЕТНО-КОСМИЧЕСКОЕ ПРИБОРОСТРОЕНИЕ И ИНФОРМАЦИОННЫЕ СИСТЕМЫ
2020, том 7, выпуск 3, с. 80–86

ТВЕРДОТЕЛЬНАЯ ЭЛЕКТРОНИКА, РАДИОЭЛЕКТРОННЫЕ КОМПОНЕНТЫ, МИКРО- И НАНОЭЛЕКТРОНИКА, ПРИБОРЫ НА КВАНТОВЫХ ЭФФЕКТАХ

УДК 62-932.2 DOI 10.30894/issn2409-0239.2020.7.3.80.86

Микроструктура тонких пленок в технологии микросистемной техники

П. И. Дидык, *к. т. н., didyk.pi@spacecorp.ru*
АО «Российские космические системы», Москва, Российская Федерация
А. А. Жуков, *д. т. н., доцент, zhukov.aa@spacecorp.ru*
АО «Российские космические системы», Москва, Российская Федерация
ФГБОУ «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)»

Аннотация. Методами оптической и электронной микроскопии, оптической профилометрии исследована микроструктура пленок металлизации и нитрида кремния на кремниевых пластинах. Получены значения шероховатости металлизации и нитрида кремния при варьируемой температуре предварительного прогрева подложек. Определен режим предварительного прогрева кремниевых подложек, обеспечивающий минимальную шероховатость различных пленок металлов и минимальную дефектность многослойной структуры металлизации и нитрида кремния. Обнаружено повышение удельной плотности структурных дефектов пленок алюминия с увеличением температуры формирования тонких пленок, что, по-видимому, является следствием влияния повышенного коэффициента самодиффузии алюминия по сравнению с титаном. Предложена методика оценки микроструктуры тонких пленок алюминия, титана, сформированных магнетронным распылением, и нитрида кремния, полученных методом плазмохимического осаждения на металлических пленках. Методика основана на определении минимального количества и размеров структурных дефектов с применением методов электронной микроскопии и профилометрии. Методика и результаты исследований позволяют обоснованно подходить к разработке технологии устройств микросистемной техники.

Ключевые слова: структурные дефекты, шероховатость, тонкопленочная технология, пленки алюминия, пленки титана

Microstructure of Thin Films in Microsystems Technology

P. I. Didyk, *Cand. Sci. (Engineering), didyk.pi@spacecorp.ru*
Joint Stock Company "Russian Space Systems", Moscow, Russian Federation
A. A. Zhukov, *Dr. Sci. (Engineering), associate professor, zhukov.aa@spacecorp.ru*
Joint Stock Company "Russian Space Systems", Moscow, Russian Federation
Moscow Aviation Institute (National Research University), Moscow, Russian Federation

Abstract. The paper presents the methods of optical and electronic microscopy as well as optical profilometry to study the microstructure of metallization films and silicon nitride on silicon wafers. Roughness values of metallization and silicon nitride are obtained at variable temperature of substrates preheating. The preheating mode of silicon wafers was determined providing the minimum roughness of various metal films and minimum defect in the multilayer structure of metallization and silicon nitride. It was found that the specific density of structural defects in aluminium films was enhanced with an increase in the temperature of thin films formation, which seems to be a consequence of the influence of an increased self-diffusion coefficient of aluminium as compared to titanium. The article proposes a method for evaluating the microstructure of thin films of aluminum and titanium formed by magnetron sputtering and silicon nitride obtained by plasma-chemical deposition on metal films based on determining the minimum number and size of structural defects with the use of electronic microscopy and profilometry methods. Methods and research results allow for a reasonable approach to the development of microsystems device technology.

Keywords: structural defects, roughness, thin film technology, aluminum films, titanium films

Введение

В связи с микроминиатюризацией устройств микросистемной техники и переходом на нанометровые топологические нормы к шероховатости как подложек, так и формируемых функциональных слоев, предъявляются повышенные требования. Состояние поверхности оказывает существенное влияние на структуру наносимых пленок и параметры элементов в целом [1]. Электрические свойства тонких пленок зависят от ряда параметров их формирования: температуры нанесения и скорости осаждения [2, 3], материала подложки [3, 4], конфигурации электромагнитного поля и площади мишени при магнетронном распылении [5]. На проводящие свойства тонких металлических пленок влияют структурные дефекты пленки (кристаллиты и их размер [6, 10], аморфная фаза, пористость, внутренние микронапряжения [7]). Наличие на поверхности микронеровностей, самодиффузия и термодиффузия материала проводника в полупроводник [8] уменьшают толщину пленок, вызывают локальное изменение электрофизических свойств пленок [4] и тем самым снижают воспроизводимость параметров пленочных элементов и их надежность [6]. В микросистемной технике часто применяемыми материалами являются алюминий и титан. Алюминий (легкоплавкий материал с температурой плавления 933,3 K [2]) используется для формирования разводки электрических соединений, на его основе выполняют контактные площадки для приварки выводов, алюминий служит в качестве материала обкладки дифференциальных конденсаторов и сенсоров на их основе [8]. Пленки алюминия в устройствах функциональной электроники и микросистемной техники обычно используют с подслоем вентильного металла (ванадий, титан, хром) для обеспечения удовлетворительной адгезии. Титан (тугоплавкий материал с температурой плавления 1941 K [7]) используют в качестве адгезионного подслоя. В технологии объемной и поверхностной микрообработки нитрид кремния применяют для межслойной изоляции как конденсаторный диэлектрик, а также используют для формирования сформированных над поверхностью подложки микромостиков. В связи с последовательным уменьшением толщины пленок в устройствах микросистемной техники и их микроминиатюризацией исследование микроструктуры, обеспечение минимальной шероховатости и структурных дефектов тонких пленок титана, алюминия и нитрида кремния является задачей актуальной.

Цель работы — определение минимальной шероховатости при минимальных размере и количестве структурных дефектов тонких пленок.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи: экспериментальным способом определить наименьшую шероховатость металлизации из различных материалов и шероховатость нитрида кремния на металлизации, полученных при различных режимах нанесения магнетронным методом.

Объекты исследования

Объектами исследования служили пленки титана (далее Ti) и пленки ванадия и алюминия (далее V–Al). Пленки получены последовательным физическим магнетронным распылением при варьируемых режимах предварительного прогрева на одну сторону кремниевых пластин диаметром 76 мм марки 76КЭФ4,5. Кремниевые пластины предварительно были подвергнуты химической обработке. После чего проводились исследования пленки нитрида кремния (далее Si_3N_4) толщиной 420–460 нм и коэффициентом преломления 1,51–1,52, полученные методом плазмохимического осаждения с одинаковыми параметрами осаждения [2] с предварительно напыляемыми пленками металлизации.

Таблица 1. Режимы напыления V–Al и Ti

Пластина	Наносимый материал	Температура прогрева, K
Si	V–Al	296
Si	V–Al	393
Si	V–Al	453
Si	Ti	296
$Si–SiO_2$	Ti	296
Si	Ti	393
$Si–SiO_2$	Ti	393

Вакуумное физическое магнетронное распыление всех материалов проводилось непрерывно при мощности распыления, равной 1 кВт. Толщина подслоя ванадия в многослойной структуре V–Al равна 100 ± 10 нм, алюминия — 440 ± 30 нм. Толщина пленки титана составляет 365 ± 20 нм. Режимы формирования металлизации представлены в табл. 1.

На сформированные пленки металлов осаждался диэлектрический слой нитрида кремния (Si_3N_4) толщиной 420–460 нм и коэффициентом преломления 1,51–1,52, полученный методом плазмохимического осаждения с одинаковыми параметрами осаждения.

Методы исследования

Методами электронной микроскопии [9] и оптической профилометрии исследовалась микроструктура сформированных при различных режимах пленок V–Al, Ti и нанесенной на металлизацию пленки Si_3N_4. Полученные структуры исследовали в растровом электронном микроскопе *Jeol JCM-6000*, после чего измеряли шероховатость поверхности на оптическом профилометре *Sensofar S Neox* на участке длиной 300 мкм. Размер структурных дефектов определяли измерительными средствами растрового электронного микроскопа (РЭМ) и оптического профилографа. Толщину пленок исследовали с помощью стилусного профилографа *AlphaStep D100*. Удельную плотность различимых дефектов рассчитывали по среднему значению количества различимых дефектов на площади квадрата, равной 1 мкм^2.

Результаты исследования

На рис. 1 представлены микрофотографии в РЭМ при увеличении 4500^x поверхности образцов пленок V–Al и при увеличении 6000^x поверхности образцов пленок Ti, полученных при варьируемых режимах распыления.

В результате анализа полученных данных определено, что плотность и размер структурных дефектов V–Al зависит от температуры предварительного прогрева пластин до распыления и не зависит от скорости распыления, что коррелирует с данными [2]. Минимальная удельная плотность различимых дефектов 0,052 шт./мкм^2 и средний размер 250 нм структурных дефектов V–Al получен при температуре формирования металлизации 296 К. При увеличении температуры плотность дефектов достигает 0,72 шт./мкм^2 и увеличивается средний размер дефектов до 550 нм. Наличия различимых структурных дефектов Ti оптическим методом на кремниевых пластинах и на пластинах с SiO_2 не обнаружено, как и изменения состояний поверхности пленок Ti при увеличении температуры прогрева подложек вплоть до 453 К. При повышении температуры прогрева от 296 К до 453 К увеличивается размер и плотность структурных дефектов V–Al. Образования структурных дефектов Ti на кремниевых пластинах и на пластинах с SiO_2 не выявлено.

Средствами оптического профилометра исследована шероховатость поверхности пленок металлизации, позволяющая оценить высоту структурных дефектов на поверхности металлизации. Измеренные данные шероховатости представлены в табл. 2, где Ra — средняя арифметическая шероховатость поверхности из абсолютных значений отклонения профиля в пределах длины, Rz — средняя абсолютная шероховатость поверхности из значений наибольших выступов профиля и глубин наибольших впадин профиля в пределах базовой длины.

Исходя из полученных данных размер и плотность структурных дефектов в структуре пленки V–Al возрастает с увеличением температуры предварительного прогрева перед нанесением пленки

Таблица 2. Шероховатость образцов V–Al и Ti

Образец	Температура прогрева, К	Ra, нм	Rz, нм
V–Al	296	18,7	75,8
	393	26,3	112,7
	453	33,7	136,5
Ti	296	6,6	34,8
	296	5,6	32,6
	393	7,9	38,5
	393	8,0	39,3
Si	296	4,3	31,4
Si–SiO_2	296	4,8	36,7

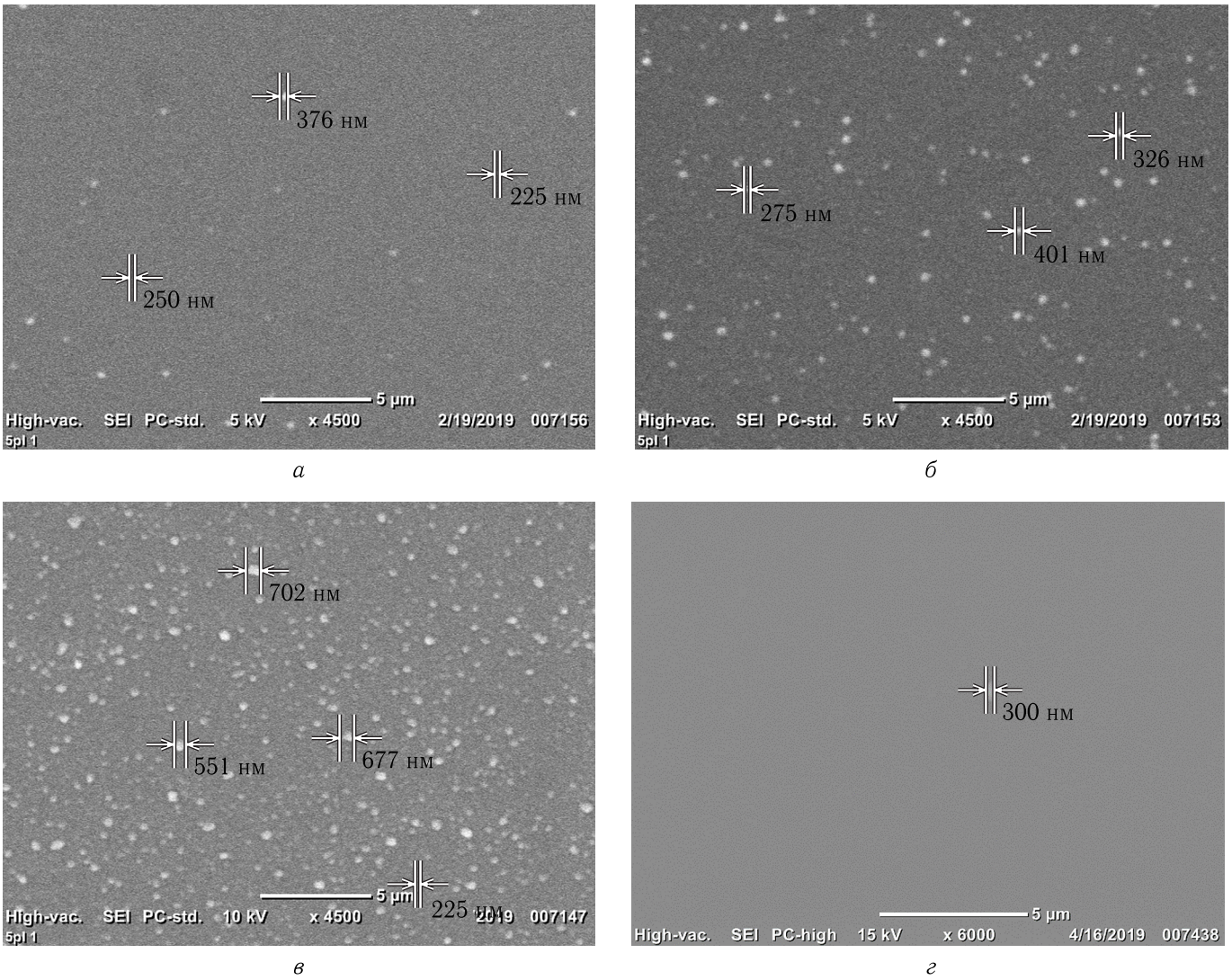
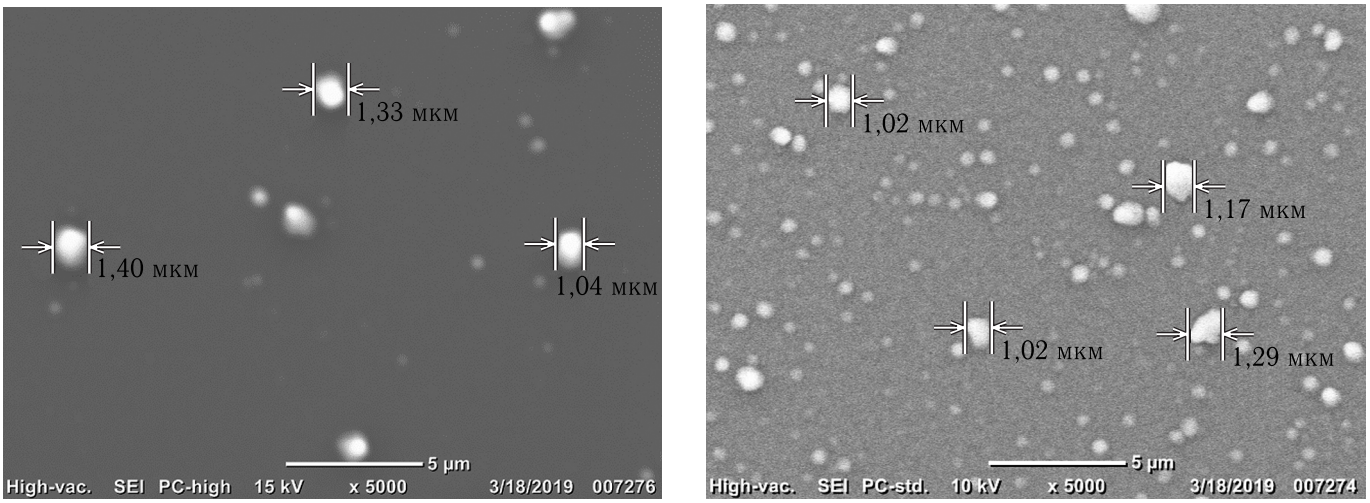


Рис. 1. Микрофотографии с РЭМ поверхности образцов пленок V–Al и Ti: *а*) V–Al при 296 K; *б*) V–Al при 393 K; *в*) V–Al при 453 K; *г*) Ti при температурах от 296 до 393 K

металлизации. Минимальная шероховатость $Ra = 18{,}7$ нм и $Rz = 75{,}8$ нм и количество структурных дефектов напыляемой пленки V–Al, полученной методом вакуумного магнетронного распыления, обеспечиваются предварительной химической обработкой перед напылением, контролируемым временем межоперационного хранения, и минимизацией условий для формирования структурных дефектов в процессе нанесения покрытий, т. е. минимизация теплового воздействия на кремниевые пластины перед напылением достигается отсутствием предварительного прогрева подложек перед нанесением V–Al.

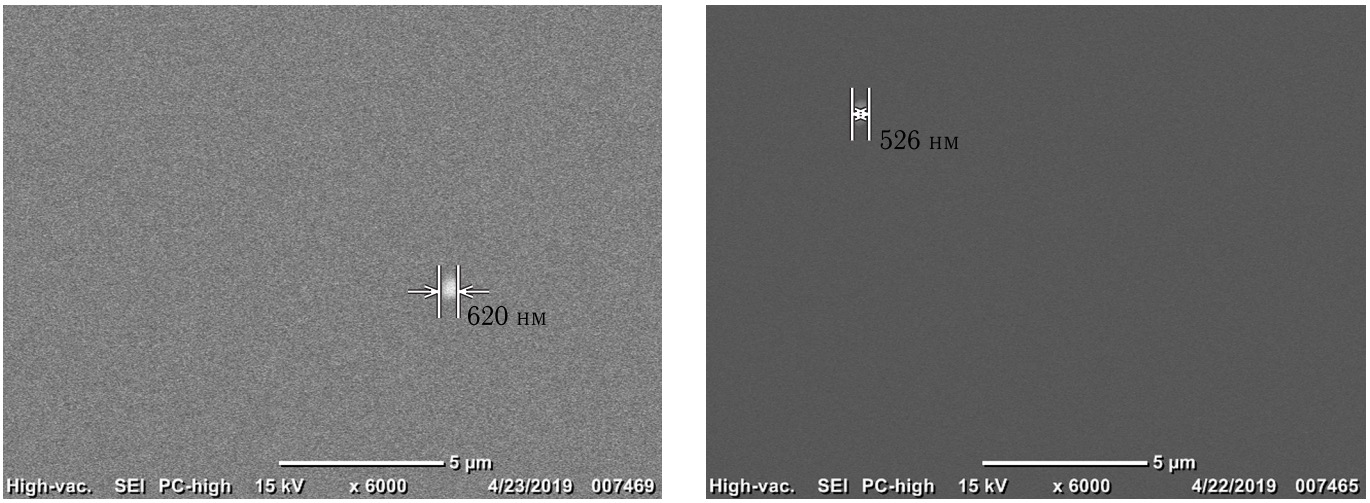
Шероховатость пленок Ti не изменяется ни от увеличения температуры предварительного прогрева перед нанесением пленки металлизации, ни от наличия или отсутствия термического диоксида кремния на поверхности кремниевой пластины и идентична с учетом погрешности измерения оптического профилометра шероховатости материала основания, то есть кремниевой пластины с и без SiO_2.

На рис. 2 представлены микрофотографии в растровом электронном микроскопе при увеличении 5000^x поверхности образцов с пленкой плазменного Si_3N_4, нанесенного поверх V–Al.



а *б*

Рис. 2. Микрофотографии с РЭМ при увеличении 5000^x поверхности образцов с пленками V–Al, покрытых плазменным Si_3N_4: *а*) V–Al–Si_3N_4 при 296 К; *б*) V–Al–Si_3N_4 при 393 К



а *б*

Рис. 3. Микрофотографии с РЭМ при увеличении 6000^x поверхности образцов с пленками Ti, покрытых плазменным Si_3N_4: *а*) Ti–Si_3N_4 при температурах 296 и 393 К; *б*) SiO_2–Ti–Si_3N_4 при температурах 296 и 393 К

Из анализа микрофотографий с РЭМ поверхности V–Al с Si_3N_4 видно, что происходит рост структурных дефектов. При сравнительном анализе данных с РЭМ поверхности V–Al с и без Si_3N_4 выявлено, что размер структурных дефектов полученной многослойной структуры увеличивается в поперечных размерах в среднем в 3 раза за счет покрывающего по всей поверхности слоя Si_3N_4.

Кремниевые пластины с выращенным термическим SiO_2 и без с нанесенными пленками V–Al без предварительного прогрева до распыления и с нанесенными поверх металлизации пленками Si_3N_4 оптически не отличаются, что свидетельствует об отсутствии влияния SiO_2 на последующие нанесенные слои. Выявлено увеличение размеров структурных дефектов V–Al за счет толщины покрытой поверх металлизации пленки Si_3N_4.

На рис. 3 представлены микрофотографии в растровом электронном микроскопе при увеличении 6000^x поверхности образцов пленок Ti–Si_3N_4

Таблица 3. Шероховатость образцов, покрытых Si_3N_4

Образец	Кремниевая пластина		SiO_2		Металлизация		Si_3N_4	
	Ra, нм	Rz, нм	Ra, нм	Rz, нм	Ra, нм	Rz, нм	Ra, нм	Rz, нм
Кремниевая пластина с Si_3N_4	4,3	31,4	–	–	–	–	4,7	32,7
Кремниевая пластина с SiO_2 и Si_3N_4	4,3	31,4	4,8	36,7	–	–	5,0	35,5
V–Al при 296 K	4,3	31,4	4,8	36,7	19,6	79,7	58,4	297,6
SiO_2–V–Al при 296 K	4,3	31,4	–	–	18,7	75,8	56,1	258,4
V–Al при 393 K	4,3	31,4	–	–	26,3	112,7	78,9	385,1
V–Al при 453 K	4,3	31,4	–	–	33,7	136,5	100,8	466,7
Ti при 296 K	4,3	31,4	–	–	6,6	34,8	8,3	52,1
SiO_2–Ti при 296 K	4,3	31,4	4,8	36,7	5,6	32,6	11,0	47,4
Ti при 393 K	4,3	31,4	–	–	7,9	38,5	6,8	35,3
SiO_2–Ti при 393 K	4,3	31,4	4,8	36,7	8,0	39,3	9,8	50,4

(рис. 3, *а*) и образцов пленок SiO_2–Ti–Si_3N_4 (рис. 3, *б*).

Исходя из полученных данных с РЭМ в структуре пленки плазменно осажденного Si_3N_4, нанесенного на поверхность *Ti*, отсутствуют структурные дефекты с размерами более 60 нм.

Средствами оптического профилографа измерены шероховатости полученных пленок. Измеренные данные поверхности образцов с нанесенной пленкой нитрида кремния представлены в табл. 3.

В результате анализа данных плотность структурных дефектов в структуре пленки V–Al, покрытой Si_3N_4, идентична плотности структурных дефектов в структуре пленки V–Al. В процессе осаждения пленки Si_3N_4 происходит наибольший рост вокруг структурных дефектов пленки V–Al, вследствие чего увеличивается размер первоначального дефекта в 2–4 раза за счет образований Si_3N_4 вокруг алюминиевого структурного дефекта. Минимальную шероховатость пленки металл–диэлектрик возможно получить только при минимальном размере и количестве структурных дефектов распыляемой пленки металлизации, так как дефекты металлизации являются основаниями для дальнейшего их роста за счет Si_3N_4. В связи с чем минимальной шероховатостью обладают пленки титана, полученные методом вакуумного магнетронного распыления на кремниевые пластины без предварительного прогрева. Вследствие чего шероховатость многослойной структуры металл–диэлектрик (Si–Ti–Si_3N_4) не превышает $Ra = 11$ нм, $Rz = 53$ нм.

Структурные дефекты являются следствием миграции металлов, при этом при одинаковых температурах коэффициент термодиффузии алюминия значительно больше, чем титана. А так как коэффициент диффузии является величиной, зависящей от температуры, энергии связи атомов в решетке, постоянной решетки, частоты колебаний атомов решетки, механизма диффузии, концентрации диффундирующей примеси, наличия дислокаций, то с ростом температуры предварительного прогрева кремниевых полупроводниковых подложек коэффициент диффузии резко возрастает по экспоненциальному закону, возрастает скорость формирования и, как следствие, размер структурных дефектов пленок металлов. Данный факт характеризует формирование структурных дефектов пленок алюминия по отношению к пленкам титана.

Заключение

Предложена методика оценки микроструктуры тонких пленок алюминия, титана, сформированных магнетронным распылением, и нитрида кремния, полученных методом плазмохимического

осаждения на металлических пленках, основанная на определении минимального количества и размеров структурных дефектов с применением методов электронной микроскопии и профилометрии. Обнаружено повышение удельной плотности структурных дефектов пленок алюминия с увеличением температуры формирования тонких пленок, что, по-видимому, является следствием влияния повышенного коэффициента самодиффузии алюминия по сравнению с титаном. Направлением дальнейших исследований может служить экспериментальная сравнительная оценка физико-технологических ограничений при формировании нанотолщинных конденсаторов и устройств на их основе. Предложенная методика поддается автоматизации и может быть представлена в виде специализированной программы. Методика и результаты исследований позволяют обоснованно подходить к разработке технологии устройств микросистемной техники.

Список литературы

1. *Данилина Т.И.*, *Смирнова К.И.* Технологические процессы микроэлектроники: Технология ЭВС-1. Томск: Томский межвузовский центр дистанционного образования, 2005. 223 с.
2. *Дидык П.И.*, *Голиков Е.А.*, *Жуков А.А.* Структура пленок сплава алюминий–кремний, полученных методом физического магнетронного распыления // Вестник Московского авиационного института, 2016, т. 23, № 3. С. 182–185.
3. *Паль А.Ф.*, *Рябинкин А.Н.*, *Серов А.О.* Влияние условий магнетронного распыления на структуру Zr–Pd-покрытий // Письма в ЖТФ, 2020, т. 46, вып. 14. С. 51–54.
4. *Полонянкин Д.А.*, *Блесман А.И.*, *Постников Д.В.* Влияние микроструктуры и шероховатости поверхности на электропроводность тонких пленок меди и серебра, полученных методом магнетронного распыления // Динамика систем, механизмов и машин, 2017, т. 5, № 2. С. 204–208.
5. *Promros N.*, *Sittimart P.*, *Patanoo N. et al.* Physical properties of copper films deposited by compact-size magnetron sputtering source with changing magnetic field strength // Key Eng. Mater., 2016, vol. 675–676. P. 193–196.
6. *Нау Динт.* Наноструктурные свойства и особенности формирования металлических нанопленок, получаемых методом магнетронного распыления. Специальность 01.04.07 «Физика конденсированного состояния», дисс. … канд. физ.-мат. наук. Курск: Юго-Западный государственный университет, 2017. 216 с.
7. *Ляхов И.Г.*, *Булах К.В.*, *Ильин А.С.* Исследование микроструктуры тонких пленок титана для криогенных детекторов при различных режимах магнетронного напыления // Журнал радиоэлектроники, 2012, № 9. С. 1–13.
8. Нанотехнологии. Наноматериалы. Наносистемная техника. Мировые достижения — 2008 год / Под ред. П. П. Мальцева. М.: Техносфера, 2008. 430 с.
9. *Лянгузов Н.В.*, *Кайдашев В.Е.*, *Широков В.Б.*, *Кайдашев Е.М.* Магнетронное и импульсное лазерное напыление наночастиц и несплошных пленок Ag и Au и исследование их оптических свойств // Журнал технической физики, 2012, т. 82, вып. 10. С. 90–95.
10. *Igasaki Y.*, *Mitsuhashi H.* Crystal structures and electrical properties of Titanium films evaporated in high vacuum // Thin Solid Films, 1978, № 51. P. 33–42.