## 10;11;12 Метод контроля наноразмерной толщины бислойных пленочных наноструктур

## © А.И. Стогний, Н.Н. Новицкий, О.М. Стукалов

УП "Завод Транзистор" НПО "Интеграл", Минск, Беларусь Институт физики твердого тела и полупроводников НАН Беларуси, Минск E-mail: stognij@ifttp.bas-net.by

## Поступило в Редакцию 16 сентября 2002 г.

Описан экспресс-метод определения при помощи атомно-силового микроскопа (АСМ) наноразмерной толщины ультратонких одно- и бислойных пленок, осажденных на пористую, с гладкими участками между порами стеклянную подложку при наклонном угле падения потока напыляемого материала. При осаждении бислойных пленок вторая мишень устанавливается под углом на 10...15° больше относительно подложки, чем первая. На АСМ-изображениях поверхности таких пленок отчетливо фиксируется положение границ кромка поры-пленка и верхний слой пленки-нижний слой пленки, что дает 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.

Толщина является основным параметром тонких пленок. Стандартные методы прямого измерения толщины заключаются в определении разности высот между границами пленка-подложка и пленкаповерхность или пленка-пленка в случае многослойных структур. Для этого различными способами (например, раскалывания, царапания или травления) получают поперечное сечение пленочной структуры и анализируют при помощи микроскопов его изображение [1,2]. Такой подход сложно реализовать в случае слоев наноразмерной толщины, так как кроме определения положения границ на сечении требуется дополнительно учитывать влияние шероховатостей переходных областей на точность измерений [3]. С другой стороны, неравномерность заполнения впадин и выступов исходного рельефа на начальном этапе осаждения пленки вносит неопределенность в расчет наноразмерной толщины косвенными методами, например, по кривой зависимости толщины от времени, полученной для более толстых пленок [4]. В то же время известно, что для анализа нано- и субнаноразмерных неоднородностей

39

на рельефе поверхности успешно применяются методы атомно-силовой микроскопии [5]. В настоящей статье показано, что атомно-силовой микроскоп (ACM) позволяет получить характерное поперечное сечение как однослойной, так и бислойной пленочной структур, которые осаждаются на поверхность, содержащую поры с резкими кромками и гладкие участки, свободные от пор. Контроль толщины слоев осуществляется по внешнему виду и высоте ступенек на сечении рельефа поверхности в области пор.

АСМ "Фемтоскан-001" (Центр перспективных технологий, МГУ, Москва) с полем сканирования до  $5 \times 5 \mu m$ , работающий в контактном режиме с использованием кремниевых кантилеверов, имеющих радиус закругления острия 10 nm, угол расхождения конуса  $20^{\circ}$  и длину  $50\,\mu$ m изготовления фирмы MicroMash (www.spmtips.com), использовался для анализа пленочных структур. Образцы получали на установке ионнолучевого осаждения-распыления, описанной в [4,6]. При нанесении слоев металлов устанавливались соответствующие металлические мишени, а в качестве рабочего газа применялся аргон. Вторая мишень в случае осаждения бислойных структур устанавливалась относительно подложки под углом на 10...15° больше, чем первая. Стеклянные пластинки типа "Ilmglas" размером 22 × 22 × 0.2 mm использовались в качестве подложек. Характерный вид исходной поверхности пластинок показан на АСМ-изображении на рис. 1, а вместе с поперечным сечением рельефа вдоль линии. Видно, что поверхность является сплошной, а размах высот вдоль сечения на отдельных выступах достигает 16 nm. Далее поверхность пластинок планаризовалась перед осаждением пленок посредством облучения пучком ионов кислорода с плотностью тока 0.4 mA/cm<sup>2</sup> и энергией 0.6 keV в течение 40 min. В результате этого поверхность подложек приобретает характерный вид, показанный на рис. 1, b. Поверхность содержит определенное количество пор, отличающихся друг от друга по размерам и форме, и более гладкие, чем исходная поверхность, большие по площади участки, свободные от пор. Перепад высот на гладких участках поверхности не превышает 3 nm на пути длиной порядка 1 µm согласно сечению рельефа 1 вдоль прямой 1. Глубокие поры имеют резкую кромку, что видно на АСМизображении пор и подтверждается соответствующими изломами в окрестности пор на сечении рельефа вдоль линии 2. Формирование внешнего вида поверхности во время облучения происходит под действием двух факторов. Первый — распыление поверхностного слоя, в результате чего вскрываются места локального выхода на поверхность



**Рис. 1.** АСМ-изображения поверхности исходной стеклянной подложки (*a*) и пористой поверхности после ионно-лучевого распыления кислородом (*b*) и сечения рельефа поверхности, построенные вдоль соответствующих линий.

пузырей, которые естественным образом возникают в стекле на стадии изготовления, и образуются поры [7]. Исходная поверхность не содержит пор, так как в процессе предварительной обработки пластинок принимаются специальные меры для их "залечивания" [7]. Второй фактор — сглаживание исходного рельефа поверхности при длительном облучении пучком низкоэнергетических ионов кислорода [4,6].



**Рис. 2.** АСМ-изображение пористой поверхности подложки вместе с анализируемой пленкой золота и сечения рельефа поверхности, построенные вдоль соответствующих линий.

На рис. 2 показано в качестве примера АСМ-изображение пленки золота, осажденной на подготовленную поверхность подложки. Сравнение рис. 1 и 2 показывает, что поры на рис. 1, b имеют более симметричный вид, чем на рис. 2, независимо от выбора направления сканирования зонда микроскопа. Дополнительные ступеньки на сечении рельефа в окрестности пор на рис. 2 по сравнению с рис. 1, *b* появились в результате осаждения пленки золота. Размеры ступенек существенно больше характерных размеров шероховатостей на свободных от пор участках поверхностей осажденной пленки и подложки. Высота ступенек составляет  $3.6 \pm 0.5$  nm и мало зависит от направления линии, вдоль которой проведено сечение рельефа поверхности в окрестности пор. Ширина ступенек, наоборот, зависит от направления линии. На рис. 2 наиболее широкие ступеньки наблюдаются вдоль направления, задаваемого углом между линиями 1 и 2. Анализ геометрии расположения распыляемой мишени, подложки и потока распыляемого материала в предположении его ориентации вдоль направления, задаваемого условием, что угол падения пучка ионов равен углу преимущественного выхода потока распыляемого материала в виде рупора расходящейся формы [8], показывает, что направление, задаваемое линиями 1 и 2, коррелирует

с направлением падения потока распыляемого материала на подложку. Отмеченные факты позволяют предположить, что ширина ступенек зависит от направления падения потока распыляемого материала, определяемого ориентацией подложки относительно мишени, а высота ступенек соответствует толщине пленки. Пленка золота, осажденная в аналогичных условиях, использовалась ранее как пассивный слой при исследовании интерфейса структуры кобальт-медь [9], где ее толщина оценивалась по времени нанесения и имела завышенное до 6 nm значение по сравнению с толщиной, измеренной по высоте ступеньки. Конечное число пор на рис. 2 позволяет повысить достоверность сопоставления высоты ступеньки с толщиной пленки путем анализа окрестностей пор различной формы и размеров.

На рис. 3 показано АСМ-изображение бислойной структуры никельзолото и сечения пор вдоль соответствующих линий. Рост толщины пленочной структуры отражается на более асимметричном виде пор по сравнению с рис. 1 и 2. Кроме того, на сечениях пор вдоль прямых 1-3на рис. 3 присутствуют теперь две ступеньки общей высотой до 21 nm. Верхняя ступенька имеет максимальную высоту 15.1 nm вдоль линии 4 и минимальную высоту 12.2 nm вдоль линии 2. Высота нижней ступеньки составляет от 6.4 до 7.1 nm. Сечение более мелкой поры вдоль линии 4 имеет только одну ступеньку, предположительно из-за частичного заполнения мелких пор в процессе осаждения более толстых пленок. Анализ АСМ-изображения на рис. 3 позволяет сделать оценку толщины бислойной структуры. Суммарная толщина бислойной структуры не превышает 22 nm, толщина верхней пленки золота составляет от 12 до 14 nm, нижний слой никеля имеет толщину от 5 до 7 nm. Аналогичная бислойная структура никель-золото с промежуточным окислением слоя никеля наносилась на слой легированного магнием нитрида галлия с проводимостью *р*-типа. В результате был получен омический контакт с поверхностным сопротивлением  $5\Omega/\Box$  и прозрачностью более 40% в видимой области длин волн. Характеристики омического контакта были сопоставимы с приведенными в [10,11] контактами.

Следует отметить, что форма и разрешение ступенек определяется, прежде всего, углом между направлениями падения потока материала верхнего и нижнего слоев на подложку. Однако уже при анализе бислойной структуры материал верхнего слоя частично экранирует ступеньку от нижнего слоя на сечении поры из-за существования угла расхождения осаждаемого потока. Эта дополнительная погрешность



**Рис. 3.** АСМ-изображение пористой поверхности вместе с бислойной пленкой никель–золото и сечения рельефа поверхности, построенные вдоль соответствующих линий.

результата измерений может быть оценена при помощи анализа сечения вдоль разных направлений для бислойных структур различной толщины. Однако 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.

Выражаем благодарность профессору К. Неіте — вице-президенту AIXTRON AG за предоставленные образцы нитрида галлия, профессору Г.П. Яблонскому и Е.В. Луценко из Института физики НАН Беларуси за дискуссии и результативную критику.

Работа получила частичную финансовую поддержку в рамках проекта B-176 ISTC.

## Список литературы

- [1] *Feldman L.C., Mayer J.W.* Fundamentals of surface and thin films analysis. Elsevier Science Publishing, 1986.
- [2] Wehner G.K.-B. Methods of Surface Analysis / Ed. A.W. Czanderna, Elsevier, Amsterdam, 1975. (Методы анализа поверхности) / Под ред. А. Зандерны. М.: Мир, 1979.
- [3] Smentkowski V.S. // Progress in Surface Science. 2000. V. 64. P. 1–58.
- [4] Стогний А.И., Новицкий Н.Н., Стукалов О.М. // Письма в ЖТФ. 2002. Т. 28. В. 1. С. 39–48.
- [5] Bukharaev A.A., Nurgazizov N.I., Mozhanova A.A., Ovchinnikov D.V. // Surface Science. 2001. V. 482. N 5. P. 1319–1324.
- [6] Стогний А.И., Свирин В.Т., Тушина С.Д. и др. // ПТЭ. 2001. № 3. С. 151– 154.
- [7] Ходаков Г.С., Кудрявцева Н.Л. Физико-химические основы полирования стекла. М.: Наука, 1985. 221 с.
- [8] Thompson M.W. // Nucl. Instr. And Methods in Phys. Res. 1987. B. 18. P. 411– 429.
- [9] Стогний А.И., Новицкий Н.Н., Стукалов О.М. // Новые магнитные материалы микроэлектроники. Сб. трудов XVIII Межд. школы-семинара. 24–28 июня 2002 г. Москва. С. 303–305.
- [10] Sheu J.K., Su Y.K., Chi G.C. et al. // Appl. Phys. Lett. 1999. V. 74. N 16. P. 2340–2342.
- [11] Jin-Kuo Ho, Chang-Shyang Jong, Chien C.Chiu et al. // Appl. Phys. Lett. 1999.
  V. 74. N 9. P. 1275–1277.