

05.2; 05.3

© 1991

## ВЛИЯНИЕ КИСЛОРОДНОЙ СРЕДЫ ПРИ ЛАЗЕРНОМ НАПЫЛЕНИИ ПЛЕНОК ЗОЛОТА

А. Г. Багмут

При термическом или электроннолучевом методах осаждения пленок золота присутствие кислорода в испарительной камере, а также облучение поверхности роста ионами кислорода не вызывает заметных изменений фазового состава. Наблюдаются лишь ориентационные эффекты роста и уменьшение коэффициента отражения [1, 2]. Существенной особенностью метода импульсного лазерного напыления является дискретный характер конденсации материала и наличие в осаждаемом потоке частиц ионов с высокой энергией (100–1000 эВ). Каждый слой вещества, осажденный за один импульс излучения, во время паузы подвергается воздействию молекул газовой среды, а также бомбардировке ионами при конденсации последующего слоя. Влияние этих эффектов на образование оксидных фаз при лазерном распылении  $Zr$ ,  $Bi$  и  $Re$  в кислородной среде описано в [3]. Что же касается золота, то оно обладает более высокой стойкостью к окислению. Поэтому выяснение особенностей структурообразования при конденсации лазерной эрозионной плазмы  $Au$  в газовой среде важно для расширения возможностей технологии получения тонких пленок.

В данной работе исследована зависимость структуры, фазового состава и электропроводности пленок золота от парциального давления кислорода  $P(O_2)$  в испарительной камере. Золота распыляли импульсами излучения  $IAG : Nd^{+3}$  лазера с частотой следования  $\omega = 50 \text{ с}^{-1}$  и плотностью мощности  $q = 3 \cdot 10^9 \text{ Вт} \cdot \text{см}^{-2}$ . Продукты лазерной эрозии конденсировали на подложки в виде кристаллов  $KCl$ , сколотых по плоскостям (001), слюды и пленок аморфного углерода при комнатной температуре. Толщины пленок  $t$  составляли 15–50 нм. Величину  $P(O_2)$  варьировали в интервале  $10^3$ –120 Па с помощью системы напуска США – 2. Структуру и фазовый состав контролировали методами электронографии и электронной микроскопии.

Установлена следующая последовательность структурных изменений, протекающих в пленках с изменением  $P(O_2) = 10^{-3}$  Па на (001)  $KCl$  формировались блочные монокристаллы золота в ориентации  $[110] (001) Au // [110] (001) KCl$ , что согласуется с [4]. С ростом  $P(O_2)$  степень ориентированности пленок монотонно уменьшалась. В интервале давлений 10–90 Па формировались поликристаллические пленки. Выше 90 Па резко изменялся фазовый состав: пленки остановились аморфными. На это указывало исчезно-

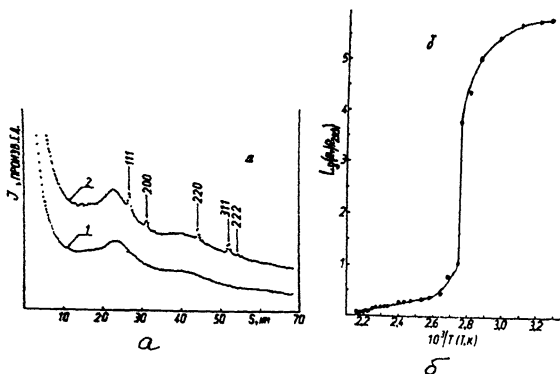


Рис. 1. Отжиг в вакууме аморфных конденсаторов, осажженных лазерным испарением золота в среде кислорода при  $P_1(\text{O}_2) = 95$  Па. а - результаты фотометрирования электрограмм от аморфной пленки (кривая 1) и после ее частичной кристаллизации (кривая 2). б - зависимость электросопротивления пленки от температуры.

вление характерных для ГЦК структуры отражений и появление диффузных гало на электрограммах. При этом положение первого дифракционного максимума смещалось в сторону меньших значений  $s$  ( $s = 4\pi \sin \theta / \lambda$ , где  $2\theta$  есть угол рассеяния, а  $\lambda$  - длина волны электронов). Для кристаллической фазы золота первый дифракционный максимум (т.е. отражение III) имеет место при  $s = 26.68 \text{ нм}^{-1}$ , а для аморфной - при  $s = 23.10 \text{ нм}^{-1}$  (рис. 1, а). Формирование аморфных структур сопровождалось захватом кислорода растущей пленкой, что подтверждено данными рентгеновского микроанализа [5].

Аморфные газонасыщенные пленки золота были диэлектрическими. Их отжиг в вакууме сопровождался кристаллизацией (рис. 1, а) и восстановлением электропроводности. Кривая зависимости электросопротивления  $R$  от температуры  $T$  при скорости нагрева пленки порядка  $4-10 \text{ К/мин}^{-1}$  показана на рис. 1, б. Для определения температуры кристаллизации  $T_K$  зависимость  $R = R(T)$  построена в координатах  $\lg(R_T/R_{293}) - 10^3/T$ , где  $R_T$  - сопротивление слоя пленки при температуре  $T$ , а  $R_{293}$  - сопротивление при комнатной температуре той же пленки после кристаллизации. Резкий излом на кривой имеет место при  $T_K = 362 \text{ К}$ .

Согласно [6], растворимость кислорода в жидком и в кристаллическом золоте практически отсутствует. При  $1173 \text{ К}$  она менее  $10^{-5} \%$  (ат.). Поэтому избыточный кислород при кристаллизации

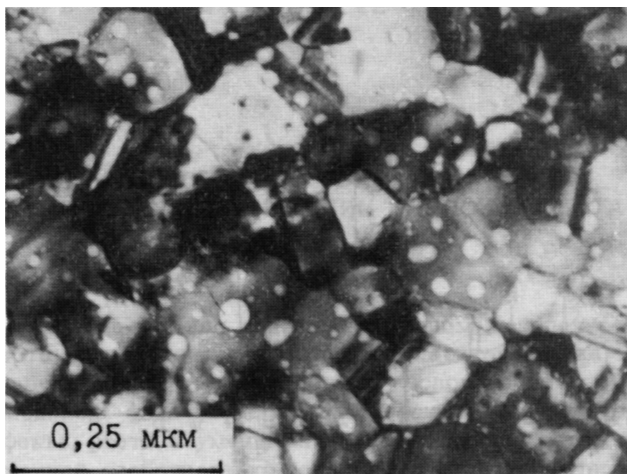


Рис. 2. Электронномикроскопическое изображение пленки  $Au$ , претерпевшей переход из аморфного состояния в кристаллическое. Кислород, содержащийся в аморфной пленке, после кристаллизации сосредоточен в пузырьках, находящихся преимущественно внутри зерен.

аморфной фазы выделяется в виде пузырьков. Электронномикроскопическое изображение пленки, претерпевшей кристаллизацию, показано на рис. 2. Преимущественное распределение пузырьков газа внутри зерен  $Au$ , а не по границам, может свидетельствовать о том, что кристаллизация золота происходит с участием промежуточной жидкой фазы. По числу и размеру пузырьков на электронномикроскопическом изображении проведена оценка верхнего значения концентрации кислорода  $C(O_2)$  в аморфном состоянии. При этом предполагали, что давление газа в пузырьке в момент кристаллизации уравновешено силами поверхностного натяжения и определяется формулой Лапласа:

$$P = 4\sigma/D, \quad (1)$$

где  $\sigma$  – поверхностная энергия золота,  $D$  – диаметр пузырька. В этом случае верхнее значение  $C(O_2)$  составляет 0.3–0.4% (ат).

Таким образом, в данной работе обнаружен эффект образования аморфных газонасыщенных пленок при конденсации лазерной эрозионной плазмы в атмосфере кислорода. Показано, что захват газа приводит к резкому изменению электрофизических характеристик конденсируемого слоя. Варьируя давление кислорода в испарительной камере, методом лазерного напыления можно получать пленки золота в широком интервале структурных и фазовых состояний, от эпитаксиальных до аморфных.

## С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] K a k a t i K.K., W i l m a n H. // J. Phys. D: Appl. Phys., 1973. V. 6. P. 1307.
- [2] M a r t i n P.J., S a i n t y W.G., N e t t e r - f i e l d R.P., B u c k l e y A.N. // Vacuum. 1985. V. 35. P. 621.
- [3] Г а п о н о в С.В., К л ю е н к о в Е.Б., Н е с т е - р о в Б.А., С а л а ш е н к о Н.Н., Х е й ф е ц М.И. // Письма в ЖТФ. 1979. Т. 5. С. 472.
- [4] Б а г м у т А.Г., П у г а ч е в А.Т., С о к о л А.А., К о с е в и ч В.М. // Поверхность. Физика, химия, механика. 1986. № 2. С. 127.
- [5] Б а г м у т А.Г., М а т е й ч е н к о П.В., Н и к о - л а й ч у к Г.П., Р о з е н б е р г Г.Х. // Тез. докл. УП Всесоюз. симп. по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел. Москва, 1991. 711 с.
- [6] Ф р о м м Е., Г е б х а р д т Е. Газы и углерод в металлах. М.: Металлургия, 1980. 711 с.

Поступило в Редакцию  
12 апреля 1991 г.