

06;13

## Бета-индуцированное уменьшение адгезии в структуре AlN/Si

© Ю.И. Головин, А.А. Дмитриевский, Н.Ю. Ефремова

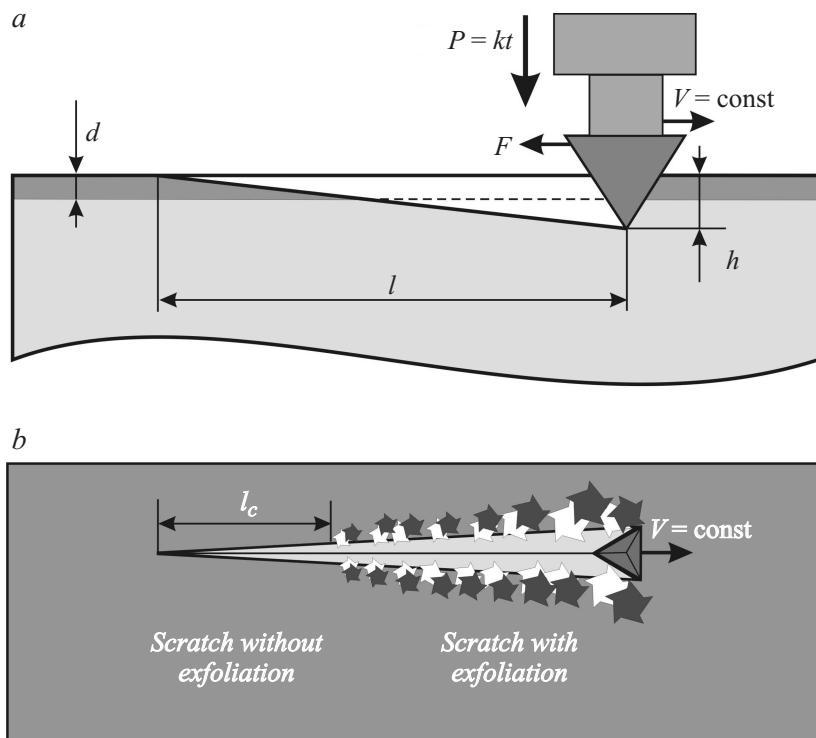
Научно-образовательный центр „Нанотехнологии и наноматериалы“  
Тамбовского государственного университета им. Г.Р. Державина  
E-mail: dmitr2002@tsu.tmb.ru

Поступило в Редакцию 6 июня 2014 г.

Исследовано влияние низкоинтенсивного ( $I \sim 1.2 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ) бета-облучения на процесс отслаивания аморфной пленки AlN (толщиной порядка 100 nm) от кремниевой подложки ориентации (100) при царапании пирамидой Берковича с линейно нарастающей во времени нагрузкой. Обнаружено, что после облучения (флюенс  $f = 2.16 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ ) пленка AlN начинает отслаиваться при меньшей (на 10%) нагрузке и уменьшается (на 40%) латеральная сила, действующая на царапающий индентор. Полученные результаты могут найти применение в совершенствовании технологии бондинга, а также должны учитываться при оценке надежности тонкопленочных структур, подверженных (преднамеренно или случайно) действию электронного облучения.

Тонкие пленки нитридов металлов III группы традиционно используются в различных датчиках, оптоэлектронных устройствах, микро- и нанoeлектромеханических системах (МЭМС/НЭМС) и в других областях [1]. Одним из перспективных материалов в опто- и микроэлектронике является нитрид алюминия [2]. В большинстве случаев AlN выращивают на монокристаллических подложках Si, что обусловлено преимуществами интеграции технологии нитридов металлов III группы с дешевой и хорошо отлаженной кремниевой технологией [3].

Для обеспечения надежного функционирования различных изделий на основе многослойных структур важна высокая и стабильная адгезия пленок к подложке. Следует отметить, что комбинация AlN и Si удовлетворяет одному из необходимых для этого условий — близости значений коэффициентов термического расширения. Увеличению адгезии способствуют специальные режимы термообработки. Также известны радиационные [4] и ультразвуковые [5] методы улучшения адгезии.



**Рис. 1.** Схематичное изображение поперечного среза (*a*) и вида сверху (*b*) структуры AlN/Si, индентора (пирамида Берковича) и формируемых им царапин.  $P$  — нормальная нагрузка на индентор,  $t$  — время,  $V$  — скорость перемещения индентора параллельно поверхности образца,  $F$  — латеральная сила, действующая на царапающий индентор со стороны материала,  $h$  — глубина внедрения индентора,  $l$  — длина царапины,  $l_c$  — длина царапины без отслоений пленки AlN,  $d$  — толщина пленки AlN.

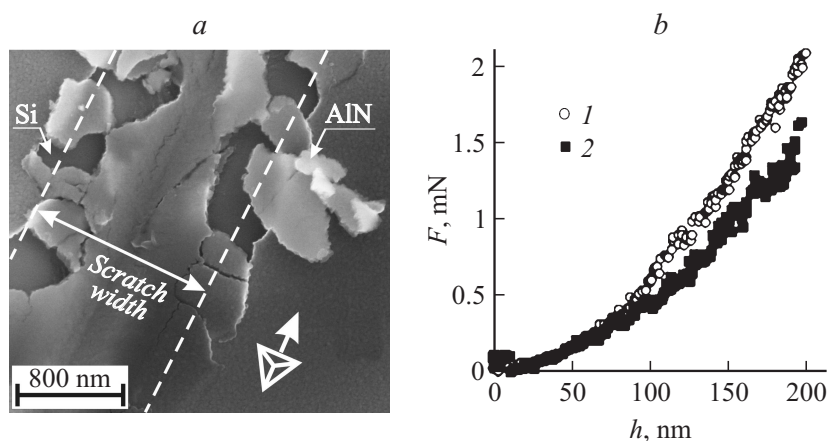
Для производства многослойных покрытий из разнородных пленок, которые вследствие их плохой совместимости трудно или невозможно выращивать послойно, все более активно используют технологию бондинга — диффузионного сращивания отдельно выращенных пленок. В этом случае необходимо предварительное не повреждающее

отделение пленок от подложек, на которых они были выращены. Для этого система пленка-подложка должна обладать малой энергией адгезии.

В такой постановке задачи большое значение приобретает поиск методов уменьшения адгезии тонкопленочной структуры на стадии отделения пленки от подложки. Отделению пленки может способствовать лазерная обработка [6]. В [7] было обнаружено уменьшение адгезии в структуре Cu/Si, вызванное бета-облучением с флюенсом  $f = 2.16 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ . Бета-облучение с таким же по величине флюенсом вызывает обратимое изменение микротвердости Si [8–10] и увеличение длины радиальных трещин, образующихся в AlN/Si при внедрении индентора [11]. Следует отметить, что микромеханические характеристики разнообразных материалов, как правило, проявляют высокую чувствительность к действию слабых физических полей [12,13]. Настоящая работа имела целью выяснение возможности изменения адгезии в структуре AlN/Si под действием малодозового бета-облучения.

Исследуемые образцы представляли собой композицию аморфной пленки AlN толщиной  $d = 90\text{--}100 \text{ nm}$  на кремниевой подложке ориентации (100). Условия выращивания исследуемых структур были аналогичны [14]. Для облучения образцов использовали источник на основе препарата  $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$  со средней энергией эмитируемых электронов 0.20 MeV для  $^{90}\text{Sr}$  и 0.93 MeV для  $^{90}\text{Y}$ . Параметры облучения соответствовали условию бета-индуцированного увеличения длины радиальных трещин, образующихся в AlN/Si при внедрении индентора [11] (интенсивность  $I \sim 1.2 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ , длительность облучения  $t_{\text{irr}} = 50 \text{ h}$ ). Наноиндентирование и царапание пирамидой Берковича осуществляли с использованием микронзондовой системы NanoIndenter G200 (фирма MTS NanoInstruments), позволяющей непрерывно регистрировать значения нормальной нагрузки на индентор  $P$ , глубины внедрения индентора  $h$  и латеральной силы  $F$ , действующей на царапающий индентор со стороны материала (рис. 1).

Нормальная нагрузка на индентор нарастала линейно со временем ( $P = kt$ ), а горизонтальная скорость перемещения индентора (параллельно поверхности образца) оставалась постоянной  $V = 10 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$  (рис. 1, а). Изображения царапин получали с использованием высоко-разрешающего двухлучевого электронно-микроскопического комплекса Neon 40 (фирмы Carl Zeiss).



**Рис. 2.** SEM-изображение участка царапины, образованной в структуре AlN/Si при царапании пирамидой Берковича (*a*), и зависимость латеральной силы, действующей на царапающий индентор со стороны исходных (*1*) и предварительно облученных (*2*) структур AlN/Si, от глубины внедрения индентора (*b*).

На начальных стадиях перемещения индентора (при  $h < d$ ) образующиеся царапины не имеют ярко выраженных нарушений целостности структуры пленки (трещины, отслоения). Увеличение нагрузки на индентор приводит к появлению отслоений аморфной пленки нитрида алюминия от кремниевой подложки (рис. 2, *a*).

Установлено, что облучение образцов потоком бета-частиц с указанными выше параметрами не приводит к качественным изменениям вида образующихся царапин. Однако при царапании предварительно облученных структур процесс отслоения аморфной пленки AlN от кремниевой подложки начинается при меньших нагрузках  $P_c$  и при меньших глубинах внедрения индентора  $h_c$ . Указанные параметры определялись путем сопоставления ряда значений  $h$  и  $P$ , а также длины участка царапины от ее начала до появления отслоений  $l_c$  (рис. 1). Так, в исходных (не облученных) образцах  $h_c = 123.5 \pm 3.5$  nm,  $P_c = 3.49 \pm 0.12$  mN. После облучения указанные величины принимают значения  $111.4 \pm 3.2$  nm и  $3.13 \pm 0.09$  mN соответственно. Таким образом, эффект облучения достигает  $\sim 10\%$ .

Кроме того, обнаружено, что предварительное облучение вызывает уменьшение латеральной силы  $F$ , действующей на индентор при царапании (рис. 2, *b*). Эффект начинает проявляться при глубине внедрения индентора  $h \approx h_c \geq d$  и достигает 30–40% при  $h \sim 180$  nm.

Переходя к обсуждению, отметим, что при облучении монокристаллов кремния бета-частицами с указанными параметрами наиболее модифицированными являются приповерхностные слои толщиной  $\sim 2-3$  [15]. Накопление вторичных радиационных дефектов в приповерхностных слоях кремния (вызывающих изменения микромеханических свойств), по-видимому, приводит к снижению адгезии, и к облегченному отслаиванию пленки AlN. Важно отметить, что низкоинтенсивное бета-облучение не изменяет микромеханических свойств (нанотвердость) самой пленки AlN, о чем свидетельствуют данные [11]. Методом наноиндентирования в режиме CSM (continuous stiffness measurement) нами были получены зависимости нанотвердости  $H$  от текущей глубины внедрения индентора  $h$  для исходных (необлученных) и предварительно облученных (с параметрами, соответствующими условию облегченного отслоения пленок от подложки) структур AlN/Si. Это позволило продемонстрировать подобие зависимостей  $H(h)$ , полученных на исходных и облученных структурах AlN/Si. Показано, что малодозовое облучение не вызывает заметных (с учетом статистического разброса данных) изменений нанотвердости пленки AlN. Это является принципиально важным условием для практического использования обнаруженного явления с целью уменьшения адгезии пленки AlN к кремниевой подложке, не повреждающего отделения пленки и последующего ее использования при формировании гетероструктур, например, с привлечением технологии бондинга.

Таким образом, методом царапания с линейно нарастающей во времени нагрузкой обнаружено уменьшение сил связи аморфной пленки нитрида алюминия с кремниевой подложкой, индуцируемое предварительным малодозовым (флюенс  $f = 2.16 \cdot 10^{10}$  см<sup>-2</sup>) бета-облучением. У наблюдаемого эффекта могут быть два следствия. Во-первых, полученные данные могут быть использованы в технологиях бондинга и получения нанопленок и нанофольг. Во-вторых, они свидетельствуют о необходимости учета возможного ослабления адгезии в результате ионизирующего облучения гетероструктур (даже со столь низкой интенсивностью и малым флюенсом), которому система может быть подвергнута преднамеренно или случайно.

**Список литературы**

- [1] *Springer Handbook of Nanotechnology* / Ed. Bharat Bhushan. Springer, 2010. 1950 p.
- [2] *Kar J.P., Bose G., Tuli S., Dangwal A., Mukherjee S.* // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2009. V. 18 P. 1046.
- [3] *O'Donnell K., Dierolf V.* Rare Earth Doped III-Nitrides for Optoelectronic and Spintronic Applications. Springer, 2010. 355 p.
- [4] *Наумов В.В., Бочкарев В.Ф., Бучин Э.Ю.* // *ЖТФ*. 2009. Т. 79. В. 7. С. 146.
- [5] *Заверюхина Н.Н.* // *Письма в ЖТФ*. 2010. Т. 36. В. 16. С. 82.
- [6] *Kaeding J.F., Wu Y., Fujii T., Sharma R., Fini P.T., Speck J.S., Nakamura Sh.* // *Journal of Crystal Growth*. 2004. V. 272. P. 257.
- [7] *Дмитриевский А.А., Шуклинов А.В., Ловцов А.Р., Исаева Е.Ю.* // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2013. № 5. С. 70.
- [8] *Головин Ю.И., Дмитриевский А.А., Пушкин И.А., Сучкова Н.Ю.* // *ФТТ*. 2004. Т. 46. В. 10. С. 1790.
- [9] *Головин Ю.И., Дмитриевский А.А., Сучкова Н.Ю.* // *ФТТ*. 2006. Т. 48. В. 2. С. 262.
- [10] *Дмитриевский А.А.* // *Известия ВУЗов. Серия Физика*. 2013. № 8. С. 85.
- [11] *Дмитриевский А.А., Ефремова Н.Ю., Вихляева Е.М., Коренков В.В., Шуклинов А.В., Badylevich M., Fedorenko Y.G.* // *Известия РАН. Серия Физическая*. 2010. Т. 74. № 2. С. 229.
- [12] *Головин Ю.И., Моргунов Р.Б., Иванов В.Е., Дмитриевский А.А.* // *ЖЭТФ*. 2000. Т. 116. № 6. С. 123.
- [13] *Golovin Yu.I., Tyurin A.I., Farber V.Ya.* // *Journal of Materials Science*. 2002. V. 37. N 4. P. 895.
- [14] *Badylevich M., Shamuilia S., Afanas'ev V.V., Stesmans A., Fedorenko Y.G., Zhao C.* // *J. Appl. Phys.* 2008. V. 104. P. 093713.
- [15] *Дмитриевский А.А.* // *Деформация и разрушение материалов*. 2013. № 11. С. 2.