

## НАНОТВЕРДОСТЬ И ТОПОГРАФИЯ ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНИЯ С Ti, Co, Zr, Mo ПОКРЫТИЯМИ, ОСАЖДЕННЫМИ В УСЛОВИЯХ ИОННОГО АССИСТИРОВАНИЯ

С.М. Барайшук<sup>1)</sup>, В.В. Тульев<sup>2)</sup>, И.С. Ташлыков<sup>1)</sup>

1) *Белорусский государственный педагогический университет, Беларусь, Минск, 220050, ул. Советская 18, к. 3, каб. 202. tashl@bspu.unibel.by*

2) *Белорусский государственный технологический университет, Беларусь, Минск, ул. Свердлова 13 а, tvv69@mail.ru*

В статье обсуждаются результаты экспериментального исследования механических свойств поверхности кремния, модифицированного ионно – асистируемым осаждением Ti, Co, Zr, Mo покрытий. Методом наноиндентирования покрытий получены кривые нагрузка – разгрузка и на их основании вычислены твердость поверхности и эффективный модуль Юнга. Методом атомно – силовой микроскопии исследованы топография и шероховатость модифицированных поверхностей.

### Введение

Ионно-асистируемое нанесение покрытий является одним из перспективных методов модифицирования свойств поверхности материалов, прежде всего, кремния – базового материала микроэлектроники. Ряд факторов, среди которых такие как: элементный и фазовый состав покрытий, их структура, адгезия к подложке, топография и другие, влияют на свойства модифицированной поверхности изделий. Поэтому в первую очередь необходимо оптимизировать механические свойства модифицированных поверхностей изделий. Следовательно, при модифицировании свойств поверхности изделий нанесением покрытий необходима диагностика структуры и топографии поверхности, её механических характеристик. В решении этих задач важная роль отводится изучению топографии поверхности с применением атомно-силовой микроскопии и методу наноиндентирования.

### Методика эксперимента

Для осаждения Ti, Co, и Mo покрытий на кремний при ионном асистирувании в условиях самооблучения в качестве подложки использовали пластины (100) и (111) кремния. Плотность потоков нейтральной (А) и ионизированной (I) фракции осаждаемого на подложку материала устанавливали экспериментально. Нанесение покрытий осуществлялось при ускоряющем потенциале 3 – 7 кВ. Отношение I/A варьировалось от 0.02 до 0.5 при скорости нанесения покрытий от 0.5 до 2 нм/мин. Давление в мишенной камере, откачиваемой диффузионным парамаслянным насосом, было  $10^{-2}$  Па.

Измерение нанотвёрдости и модуля Юнга проводилось при помощи нанотвердомера «Fisher H100». В наших опытах нагрузка на индентор изменялась в интервале от 0.4 до 20 мН. Температура при испытаниях на нанотвёрдость была ~ 22 – 23<sup>0</sup>С. Общее время нагружения индентора составляло 14,5 с. Данные о силе нагрузки и глубине проникновения индентора измерялись с интервалом 0.5 с. Отметим, что первоначально измеренная твердость поверхности исходного кремния использовалась для корректировки в измерениях твердости покрытий на кремнии.

Для изучения топографии поверхности образцов применяли многофункциональный сканирующий атомно-силовой микроскоп NT 206. В наших экспериментах поверхность исследовалась в контактном и бесконтактном режимах.

### Измерение механических характеристик образцов

Для каждого образца было проведено 5 измерений в различных точках поверхности покрытия, на основании которых строились диаграммы нагрузки – разгрузки. На рис. 1 приведены данные, полученные для Ti покрытия на кремнии.

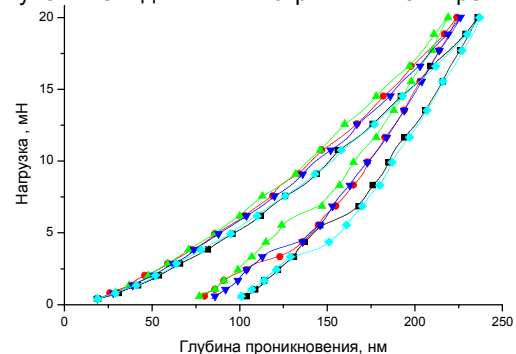


Рисунок 1 – Кривые нагружения – разгрузки от образцов кремния с титановым покрытием, полученным методом ионно-асистируемого осаждения при потенциале асистирувания 3 кВ в течение 1 часа

Обработанные данные усреднялись по поверхности образца. По данным эксперимента были рассчитаны значения нанотвердости (Н) и модуля Юнга ( $\bar{E}_{eff}$ ) поверхности исходного и модифицированного кремния.

Были проведены измерения нанотвердости и модуля Юнга непосредственно покрытий по известным методикам [1]. Результаты проведенных расчетов представлены в таблице 1.

Анализируя полученные данные, можно сделать вывод о том, что на поверхности кремния формируются покрытия, которые в слоях толщиной до ~ 50 нм обладают высокой твердостью, значение которой в 4 – 9 раз выше, чем твердость исходного кремния. Наибольшая твердость получена для Co покрытий. Полученные значения твердости покрытий сопоставимы со значениями твердости алмазоподобных покрытий. При увели-

чении глубины индентирования интегральная нанотвердость системы Me/Si приближается к нанотвердости исходного кремния.

Таблица 1 – Нанотвердость и модуль Юнга в слое толщиной 50 нм покрытий, нанесенных на кремний методом ионно – ассистированного осаждения (потенциал ассистирования 3 кВ)

Покрытие	$H$ , ГПа	$\bar{E}_{eff}$ , ГПа
Исходный	16,8±2,5	81,0±1,6
Молибден	73,9±7,3	18,3±3,7
Цирконий	75,6±8,9	18,9±3,3
Кобальт	149,6±5,5	21,3±2,7
Титан	69,3±2,6	16,4±2,7
Алмазоподобные покрытия	47 – 100	

Графики зависимости нанотвердости поверхности сформированных структур от глубины индентирования представлены на рис. 2

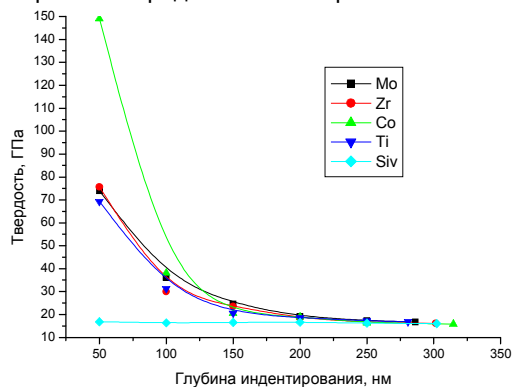


Рисунок 2 – Графики зависимости нанотвердости поверхности сформированных структур от глубины индентирования

Необходимо отметить, что измеренная нанотвердость металлопокрытий имеет разброс ~ 10 – 50% для различных областей поверхности изучаемых систем.

Таблица 2 – Максимальная и минимальная нанотвердость металлопокрытий, измеренная в разных точках поверхности одного образца.

Покрытие	$H_{min}$ , ГПа	$H_{max}$ , ГПа
Исходный	16,3	17,6
Молибден	65,0	84,8
Цирконий	63,8	83,9
Кобальт	105,7	258,3
Титан	56,8	84,9

В таблице 2 приведены значения максимальной и минимальной твердости изученных образцов, измеренной в разных областях нанесенных покрытий при глубине индентирования 50 нм.

Обсуждая установленный факт разброса нанотвердости в разных точках покрытий, можно предположить, что покрытие имеет по поверхности не однородную, с точки зрения механических

свойств структуру, то есть на свойства поверхности в разных областях влияет фазовый состав включений, сформировавшихся в процессе нанесения покрытий.

### Изучение топографии образцов.

Топография поверхности после устранения

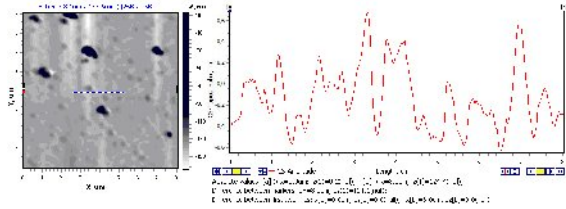


Рисунок 3 – Топография поверхности исходного кремния и диаграмма неровности

возможных неточностей по разработанной нами методике [2] представлена на рис. 3

Хорошо отражено высокое качество обработки поверхности. Неоднородности, имеющиеся на поверхности, характеризуются небольшой площадью, не более 0.16 мкм<sup>2</sup>, и занимают менее 1.5 % площади поверхности.

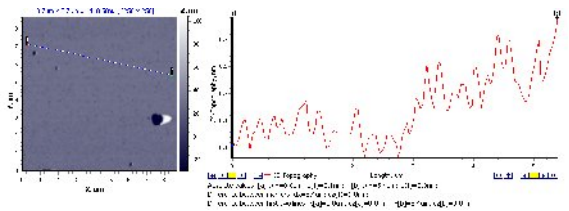


Рисунок 4 – Топография поверхности и диаграмма неровности кремния с Ti покрытием ( $E_{acc}$  3 кВ)

Поверхность кремния с молибденовым покрытием (рис. 5) качественно сравнима с изображением поверхности в системе титан/кремний, однако на диаграмме неровности можно заметить и важные отличия. Возвышения преобладающей топографии поверхности имеют в 3 – 4 раза большее отклонение от среднего значения, однако неровности имеют меньшую площадь ~ 1.5 – 2

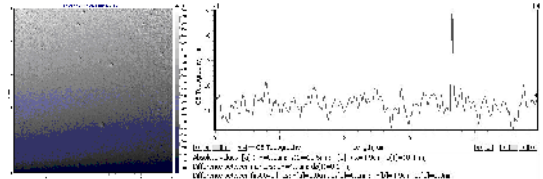


Рисунок 5 – Топография поверхности и диаграмма неровности кремния с Mo покрытием ( $E_{acc}$  = 3 кВ)

раза. Проявляющиеся на поверхности крупные неоднородности в 3 – 5 раз выше отклонений основного рельефа (рис. 5) но по сравнению с системами с титановым покрытием площадь таких вкраплений в 10 – 30 раз меньше (рис. 4 и рис. 5). В результате средняя арифметическая шероховатость  $R_a$  структур с молибденовым по-

крытием на ~ 21 % меньше чем у структур кремния с титановым покрытием.

Топография поверхности конструкций кобальтовое покрытие/кремний имеет принципиальное отличие от поверхности титановых и молибденовых покрытий на кремний, рис. 6.

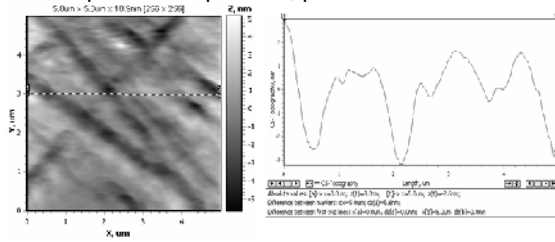


Рисунок 6 –Топография поверхности и диаграмма неровности кремния с Co покрытием ( $E_{acc} = 7$  кэВ)

На рис. 6 видно что поверхность структуры более неравномерная, основной рельеф имеет перепады до 2 – 3 нм по высоте и большую площадь, по сравнению с титановым покрытием в 100 – 200 раз, однако на ней отсутствуют крупные неоднородности.

При анализе топографии поверхности кремния с Co, Mo покрытиями, полученными при разных ускоряющих потенциалах, становится заметно, что шероховатость поверхности нелинейно уменьшается с ростом энергии assisting ионов таблица 3.

По нашему мнению, это связано с тем, что при более низком ускоряющем потенциале плотность энергии, выделенной в каскадах атомных столкновений, становится гораздо выше, что в свою очередь приводит к увеличению коэффициента распыления поверхности и шероховатости поверхности.

## NANOHARDNES AND TOPOGRAPHY SILICON SURFACE MODIFIED BY MEANS OF ION ASSISTED DEPOSITION OF TI, CO, ZR, MO COATINGS

S.M. Baraishuk<sup>1</sup>), V.V. Tulev<sup>2</sup>), I.S. Tashlykov<sup>1</sup>).

1)Department of experimental Physic, Belarusian State Pedagogical University, Sovetskaja str. 18, 220050 Minsk, Republic of Belarus, email: [tashl@bspu.unibel.by](mailto:tashl@bspu.unibel.by)

2) Belarusian State Technological I University, Sverdlova str. 13 a, 220050 Minsk, Republic of Belarus email: [tvv69@mail.ru](mailto:tvv69@mail.ru)

The article is devoted to experimental investigation of mechanical properties of silicon surface modified by means of self ion assisted deposition of Ti, Co, Zr, Mo coatings. The nanoindentation data from coated systems were used for calculation of the hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. Atomic Force Microscopy surface observations were used to investigate the topography of modified surfaces.

## Выводы

Методом АСМ установлены высокое качество поверхности и низкая шероховатость структур, полученных ионно-ассистированным нанесением металлопокрытий на кремний. Определены значения шероховатости образцов. Шероховатость поверхности образцов можно изменять, создавая поверхность, пригодную для микроэлектроники. Анализ результатов измерений твердости показал, что нанотвердость непосредственно покрытий в тонких слоях толщиной до ~50 нм в 4 – 9 раз выше чем твердость исходного кремния и сопоставима с твердостью алмазоподобных покрытий. Наибольшая твердость получена при нанесении на кремний Co покрытий.

Таблица 3 – Плотность энергии, выделенной в каскадах атомных столкновений в структурах металл(Mo, Co)/кремний и шероховатость поверхности этих структур

Мишень	Ион	Ускор. потенциал, кВ	ПВЭ, эВ/атом	Шероховатость поверхности, нм
Si	Mo	3	2.67	1.256
		7	0.49	0.867
		15	0.12	0.585
	Co	3	2.07	0.913
		7	0.38	0.744
		15	0.08	0.506

## Литература

1. Oliver W.C., Pharr G.M. /An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // J. Mater.Res. 1992. V. 7. № 6. P. 1564-1583.

2. I. I. Tashlykova-Bushkevich, E. S. Gut'ko, V. G. Shepelevich, S. M. Baraishuk / Structural and Phase Analysis of Rapidly Solidified Al-Fe Alloys // Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, 2008, Vol. 2, No. 2, pp. 310 – 316.