

## СВОЙСТВА AlN-ПОКРЫТИЯ, ПОЛУЧЕННОГО ВАКУУМНО-ДУГОВЫМ МЕТОДОМ НА КРЕМНИИ

*И.В. Суджанская<sup>1</sup>, Д.А. Колесников<sup>1</sup>, В.М. Береснев<sup>2</sup>, А.Д. Погребняк<sup>3</sup>, В.И. Гриценко<sup>2</sup>,  
И.Ю. Гончаров<sup>1</sup>, П.В. Турбин<sup>4</sup>, И.Н. Торяник<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>*Белгородский национальный исследовательский университет,  
Белгород, Россия;*

<sup>2</sup>*Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина,  
Харьков, Украина*

*E-mail: beresnev-scp@yandex.ru;*

<sup>3</sup>*Сумской государственной университет, Сумы, Украина;*

<sup>4</sup>*Научный физико-технологический центр МОНМС и НАН Украины,  
Харьков, Украина*

AlN-покрытие получено методом вакуумно-дугового осаждения на кремниевой подложке. С использованием растровой ионно-электронной микроскопии показано, что покрытие нитрида алюминия имеет волокнистую структуру. Методом сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) показано, что AlN имеет поликристаллическую поверхность с размерами зерен приблизительно 50...100 нм, при этом высота нановыступов достигает 8 нм, степень шероховатости составляет 1,3 нм. Установлено, что диэлектрическая проницаемость AlN-покрытия снижается от 11,5 до 2,94 по мере возрастания частоты от 50 Гц до 1 МГц. Пик тангенса угла диэлектрических потерь наблюдается при 10 кГц, достигая 0,39.

### ВВЕДЕНИЕ

Огромный потенциал в создании материалов с широким комплексом уникальных свойств содержат наноразмерные покрытия. Одним из перспективных материалов покрытий является нитрид алюминия, так как обладает диэлектрическими свойствами с низким значением тангенса угла диэлектрических потерь, коэффициентом теплового расширения, соответствующим кремнию [1], что делает возможным его применение для создания структур металл-диэлектрик-полупроводник [2], а также как защитные и ударостойкие покрытия с диэлектрическими свойствами для некоторых элементов электронной техники. Ширина запрещенной зоны около 6 эВ делает возможным применение AlN в качестве материала для светодиодов в фиолетовой и ультрафиолетовой областях спектра.

Для формирования защитного покрытия, стойкого к воздействию ударных нагрузок используют методы магнетронного и диодного распыления [3], так как данные методы характеризуются направленностью потока пленкообразующих частиц и неравновесными условиями формирования покрытия. Метод магнетронного высокочастотного распыления позволяет получать текстурированные покрытия AlN, имеющие волокнистое строение практически независимо от материала подложки, что приводит к увеличению их твердости и износостойкости.

Покрытие AlN, полученное на кремнии, имеет высокое сопротивление и применяется как диэлектрический материал в интегральных схемах. Интерес к диэлектрическим свойствам в системе «покрытие нитрида алюминия-кремний» обусловлен еще и тем, что существуют точечные дефекты, такие как вакансии азота и атомы кремния, диффундирующие из кремниевой подложки при

высокой температуре [4] и играющие важную роль в диэлектрических свойствах AlN при формировании диполей.

Задачей данной работы являлось исследование морфологии поверхности, диэлектрических свойств и механических характеристик покрытия AlN, сформированного на кремнии вакуумно-дуговым методом осаждения.

### МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

Покрытия AlN были получены на подложках монокристаллического кремния КЭФ 4,5 с ориентацией плоскости (100) с использованием нефльтрованного вакуумно-дугового источника на модернизированной установке Булат-3Т. Перед нанесением покрытия в вакуумной камере установки Булат-3Т образцы подогревались до температуры 700 °С в вакууме при  $P = 3 \cdot 10^{-3}$  Па. После чего подогрев подложки с образцами отключался и производилась очистка поверхности образцов ВЧ-разрядом в среде азота при  $U_{вч} = 1000$  В,  $P_N = 2 \cdot 10^{-1}$  Па, время очистки – 10 мин. Покрытия наносились из боковой мишени (катода) путем распыления алюминия (Al) в среде молекулярного азота при давлении  $P = 0,7$  Па, время осаждения составляло 4 мин, ток дуги – 80 А, потенциал смещения на подложку подавался от ВЧ-генератора мощностью 12,5 кВт при напряжении 30 В. Испаряемая мишень находилась на расстоянии 350 мм от подложки.

Исследование морфологии поверхности производилось сканирующим зондовым микроскопом NTEGRA Aura. Измерения диэлектрических свойств осуществлялись на LCR-метре BR-2876, при этом на поверхность исследуемого образца наносились контакты из серебра. Для определения микротвердости использовался микротвердомер ДМ-8.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 изображено поперечное сечение AlN-покрытия на подложке из стекла, полученное методом растровой ионно-электронной микроскопии.

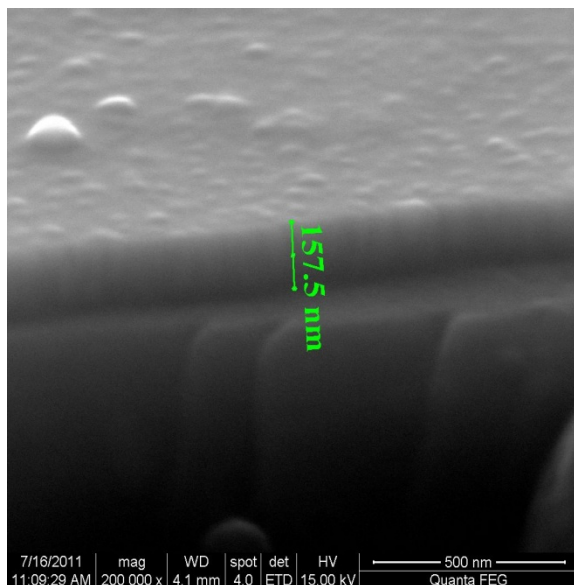


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение поперечного сечения покрытия AlN, полученного на подложке из стекла

Видно, что толщина покрытия составляет около 160 нм. Анализ полученного изображения указывает на то, что покрытие имеет характерную волокнистую структуру [2].

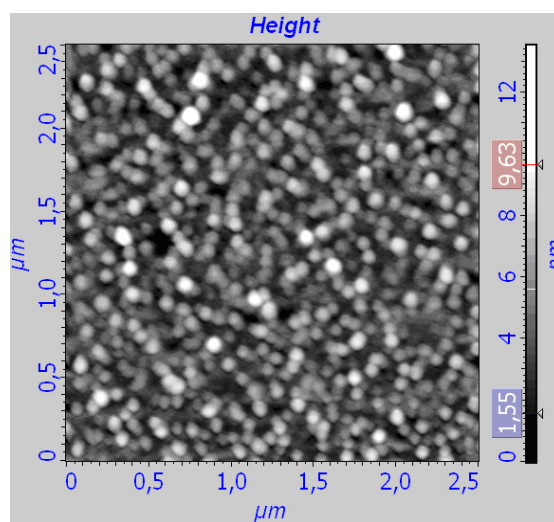
Полученные методом сканирующей зондовой микроскопии сканы поверхности синтезированного покрытия нитрида алюминия на кремниевой подложке приведены на рис. 2. На рис. 2,а представлен фазовый состав покрытия, определяемый по соответствующей шкале контрастности полученных изображений.

Применение высокочастотного потенциала смещения, подаваемого на подложку, приводит к повышению плотности формирования зародышей на поверхности подложки, что определяет уменьшение среднего размера кристаллитов синтезируемого покрытия и повышение его гладкости (см. рис. 2,б).

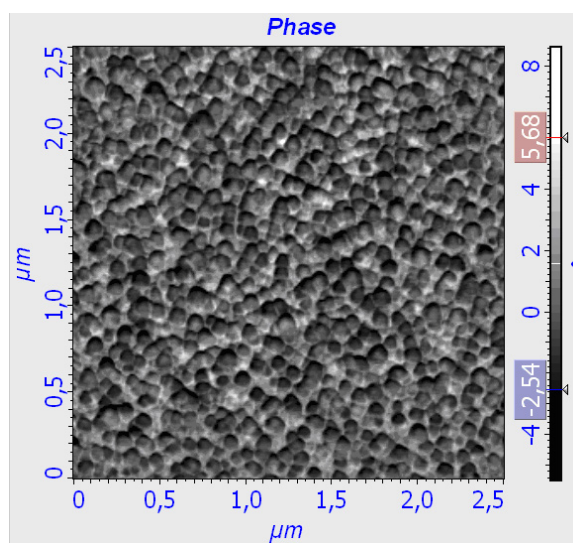
Анализ морфологии поверхности синтезированных покрытий нитрида алюминия показывает нанокристаллическую поверхность с размерами зерен приблизительно 50...100 нм, при этом высота наноступов достигает 8 нм (рис. 3), степень шероховатости составляет 1,3 нм.

Анализ полученного дифракционного спектра свидетельствует, что единственной кристаллической фазой является нитрид алюминия (JPCDS 25-1133). Текстура кристаллитов с осью {111} перпендикулярна поверхности роста покрытия. Размер ОКР кристаллической фазы составил 36...71 нм.

Исследована зависимость емкости AlN-покрытия от частоты электромагнитного поля (рис. 4).



а



б

Рис. 2. Сканы поверхности покрытия нитрида алюминия на кремнии в режиме контрастности (фазовый состав) (а) и топография поверхности, полученная сканирующим зондовым микроскопом NTEGRA Aura (б)

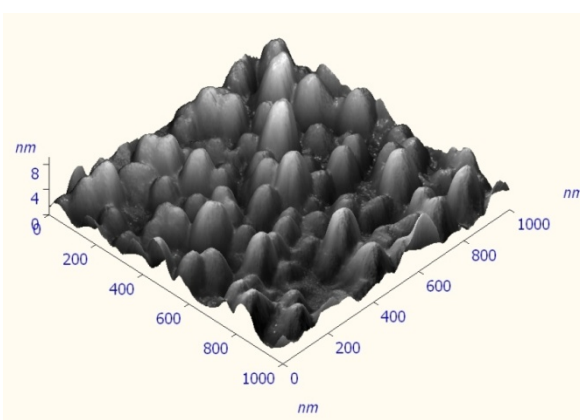


Рис. 3. Топография поверхности покрытия нитрида алюминия на кремнии, полученная сканирующим зондовым микроскопом NTEGRA Aura в 3D-формате

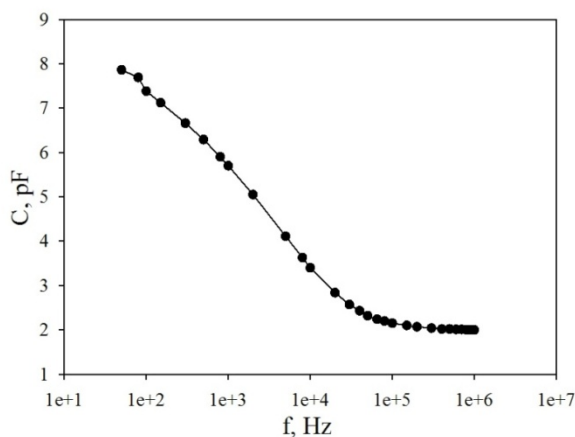


Рис. 4. Зависимость емкости (C) AlN-покрытия от частоты (f)

Диэлектрическая проницаемость была рассчитана по формуле

$$C = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r S}{h},$$

где  $C$  – емкость, Ф;  $\epsilon_0$  – диэлектрическая постоянная, равная  $8,85 \cdot 10^{-12}$  Ф/м;  $\epsilon_r$  – относительная диэлектрическая проницаемость;  $S$  – площадь электрода, м<sup>2</sup>;  $h$  – толщина диэлектрика, м.

Результаты измерений диэлектрической проницаемости AlN и тангенса угла диэлектрических потерь приведены на рис. 5.

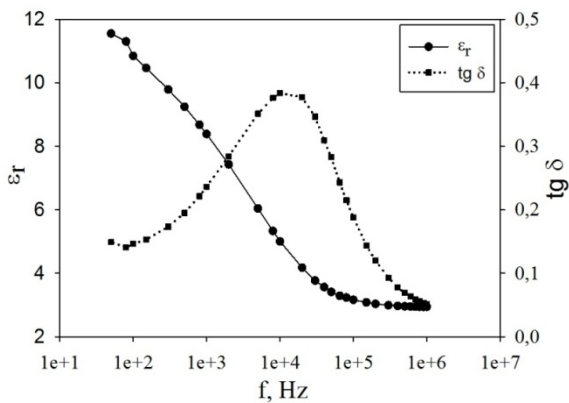


Рис. 5. Зависимость диэлектрической проницаемости и тангенса диэлектрических потерь AlN от частоты

Из приведенных графиков следует, что диэлектрическая проницаемость уменьшается от 11,5 до 2,94 по мере увеличения частоты электромагнитного поля от 50 Гц до 1 МГц, что связано с ориентационной поляризацией диполей в AlN [1]. Пик тангенса угла диэлектрических потерь наблюдается при 10 кГц, достигая 0,39, что также указывает на существование ориентационной поляризации диполей [1].

Результаты измерений влияния AlN-покрытия на микротвердость кремния представлены на рис. 6.

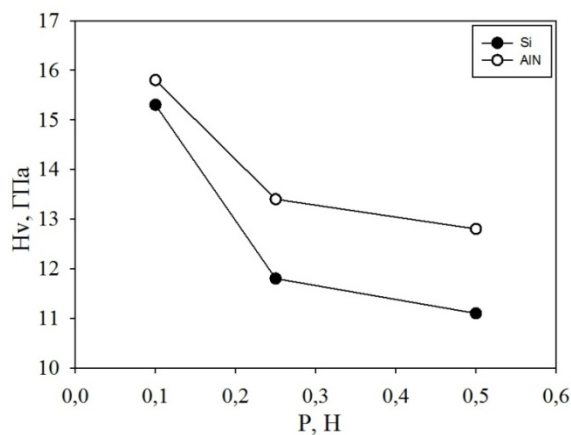


Рис. 6. Зависимость микротвердости кремния без покрытия и с AlN-покрытием от нагрузки на индентор

Анализ полученных результатов позволяет сделать вывод, что нанесение AlN-покрытия упрочняет поверхность кремния, что может быть связано с наиболее плотной упаковкой атомов в кристаллической решетке этого покрытия [3].

## ВЫВОДЫ

Из полученных результатов исследований следует, что покрытие нитрида алюминия имеет волокнистую структуру.

Методом СЗМ показано, что AlN имеет нанокристаллическую поверхность с размерами зерен приблизительно 50...100 нм, при этом высота нановыступов достигает 8 нм, степень шероховатости составляет 1,3 нм.

Установлено, что диэлектрическая проницаемость AlN-покрытия уменьшается от 11,5 до 2,94 по мере увеличения частоты электромагнитного поля от 50 Гц до 1 МГц. Пик тангенса угла диэлектрических потерь наблюдается при 10 кГц, достигая 0,39.

Установлено, что нанесение покрытия нитрида алюминия приводит к упрочнению монокристаллического кремния.

Работа выполнена в рамках программы «Развитие центрами коллективного пользования научным оборудованием комплексных исследований в рамках основных направлений реализации федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы», госконтракт №16.552.11.7004 и научно-исследовательской работы, финансируемой Министерством образования и науки, молодежи и спорта Украины, номер государственной регистрации 0110U001257.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Z.X. Bi, Y.D. Zheng, R. Zhang. Dielectric properties of AlN film on Si substrate // *Journal of Materials Science: Materials in electronics*. 2004, №15, p. 317-320.

2. A. Stafiniak, D. Muszynska, A. Szyszka. Properties of AlN<sub>x</sub> thin films prepared by DC reactive magnetron sputtering // *Optica Applicata*. 2009, v. 39, №4, p. 717-722.

3. А.Ф. Беянин, М.И. Самойлович, В.Д. Житковский. Ударостойкие защитные пленочные покрытия

на основе AlN в электронной технике // *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*. 2005, №5, с. 35-41.

4. S.N. Mohammad, A.A. Solvador, H.M. Morkoc. Emerging gallium nitride based devices // *Proceedings of the IEEE* 83. 1995, p.1306-1355.

*Статья поступила в редакцию 12.10.2011 г.*

## **ВЛАСТИВОСТІ АІN-ПОКРИТТЯ, ОТРИМАНОГО ВАКУУМНО-ДУГОВИМ МЕТОДОМ НА КРЕМНІЇ**

*І.В. Суджанська, Д.О. Колесников, В.М. Береснєв, О.Д. Погребняк,  
В.І. Гриценко, І.Ю. Гончаров, П.В. Турбін, І.М. Торяник*

AlN-покриття, отримане методом вакуумно-дугового осадження на кремнієвій підкладці. З використанням растрової іонно-електронної мікроскопії встановлено, що покриттю нітриду алюмінію властива волокниста структура. Методом скануючої зондової мікроскопії (СЗМ) виявлено, що AlN має полікристалічну поверхню з розмірами зерен приблизно 50...100 нм, при цьому висота нановиступів досягає 8 нм, ступінь шорсткості становить 1,3 нм. Установлено, що діелектрична проникність AlN-покриття знижується від 11,5 до 2,94 зі зростанням частоти від 50 Гц до 1 МГц. Пік тангенса кута діелектричних втрат спостерігається при 10 кГц і досягає 0,39.

## **PROPERTIES OF AlN COATING RECEIVED BY VACUUM-ARC METHOD ON SILICON**

*I.V. Sudzhanskaya, D.A. Kolesnikov, V.M. Beresnev, A.D. Pogrebnyak,  
V.I. Gritsenko, I.Yu. Goncharov, P.V. Turbin, I.N. Toryanik*

AlN coating is received by the method of the vacuum-arc deposition on silicon substrate. It is shown with the use of raster ion-electronic microscopy that coating of nitride aluminum has a wavy structure. It is shown by the method of scanning probe microscopy (SPM) that AlN has a polycrystalline surface with the sizes of grains of approximately 50...100 nm, the height of nanoedges arrives at 8 nm, the degree of roughness makes 1.3 nm. It is determined that the inductivity of AlN coating reduces from 11.5 to 2.94 with increasing of frequency from 50 Hz to 1 MHz. The peak of the dielectric loss tangent observed at 10 kHz arriving 0.39.