

Ю. П. СНИТОВСКИЙ

**ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И КОНЦЕНТРАЦИИ ИТТРИЯ  
В ПЛЕНКАХ ПРИ ОСАЖДЕНИИ АЛЮМИНИЯ И АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ  
ИЗ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ**

*Работа посвящена изучению стабилизирующего влияния добавок иттрия при осаждении тонких пленок алюминия, которые используются для изготовления элементов микро- и нанoeлектронных приборов. Исследованы поверхности пленок Al, легированных окисью алюминия с помощью растрового электронного микроскопа до и после отжига в течение 300–420 с при температуре 500 °С. Показано, что на поверхности пленок равномерно распределены мелкодисперсные частицы окиси алюминия при термическом испарении проволоки из сплава Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Методом количественной металлографии было определено содержание фазы Al<sub>x</sub>O<sub>y</sub> в пленках Al: при распылении проволоки из сплава Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> содержание ее составило 10–12 % массовой доли; при распылении проволоки из сплава Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и проволоки Al в соотношении 50:50 – 1 % массовой доли.*

*Ключевые слова: плазменное нанесение покрытий, сплавы алюминия, добавки иттрия, кремниевые эпитаксиальные структуры, рентгенофазовый анализ, твердый сплав.*

Yu. P. Snitovsky

**PHASE COMPOSITION AND CONCENTRATION OF YTTRIUM  
IN FILMS DURING THE DEPOSITION OF ALUMINUM  
AND ALUMINUM ALLOYS FROM THE GAS PHASE**

*The work is devoted to the study of the stabilizing effect of yttrium additions during the deposition of thin aluminum films, which are used for the manufacture of elements of micro- and nanoelectronic devices. The surfaces of Al films doped with aluminum oxide were investigated using a scanning electron microscope before and after annealing for 300–420 s at a temperature of 500 °C. It is shown that fine alumina particles are uniformly distributed on the surface of the films during thermal evaporation of a wire made of an Al – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> alloy. By the method of quantitative metallography, the content of the Al<sub>x</sub>O<sub>y</sub> phase in the Al films was determined: when spraying wire from the Al – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> alloy, its content was 10–12% of the mass fraction; when spraying wire made of Al – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> alloy and Al wire in a ratio of 50:50 – 1% mass fraction.*

*Keywords: plasma coating, aluminum alloys, yttrium additives, silicon epitaxial structures, X-ray phase analysis, hard alloy.*

**Введение**

К настоящему времени, большое значение приобретает качество тонких пленок, используемых для изготовления элементов микро- и нанoeлектронных приборов [1]. Наличие дефектов субмикронных и даже нанометровых размеров может оказывать катастрофическое влияние на надежность таких приборов [2]. Свойства пленок должны быть как можно более близкими к свойствам массивного материала [3–5]. Это позволит использовать материалы микро- и нанoeлектроники наиболее эффективно.

Ряд авторов [6, 7] выявил комплекс проблем, которые будут возникать или усугубляться при субмикронной металлизации. Сопротивление проводника будет расти обратно пропор-

ционально его толщине независимо от уменьшения масштаба. Поэтому, чтобы поддерживать разумные значения сопротивления, соотношение сторон проводника, то есть отношение толщины к ширине, должно увеличиваться. Из-за этого размер зерна и рост бугорков должны тщательно контролироваться [8]. Не ясно, будет ли оптимальным очень маленький или относительно большой размер зерна.

При этом будут востребованы однородные пленки, чтобы свести к минимуму некоторые проблемы, такие как управление профилем травления и необходимость очистки осадков таких как кремний [9]. Таким образом, необходимо минимизировать и тщательно контролировать состав сплава, а возможно и разработать новые сплавы. Распространение примеси в результате диффузии в кристалле на незначительные расстояния, возникающие в результате уменьшения масштаба, потребует, чтобы уровни примесей были даже ниже, чем в настоящее время. Границы раздела и контакты станут критическими. Если  $S$  – коэффициент линейного масштабирования, площадь контакта уменьшается как  $1/S^2$ , как и мощность на устройство, если удельная плотность мощности остается неизменной. Сопротивление контакта должно быть как можно меньше. Специальные методы очистки перед нанесением пленок на подложки, такие как «короткая» плазма, распыление или травление ионным пучком могут потребоваться. Упор должен быть сделан и на газовую среду при отжиге пленок [10]. Поскольку переходы станут еще более мелкими, чем в настоящее время, контактная граница раздела должна быть сохранена резкой, а радиационные повреждения минимизированы. Потребуется точный контроль состава сплава или диффузионных барьерных слоев [7, 27, 28], энергии бомбардирующих частиц [29, 30], контроль температуры подложки и вероятно новые методы отжига [31, 33], такие как лазером или пучком электронов [34, 35, 37]. Если области контактных площадок и выводов также масштабируются, механические напряжения будут расти как  $S^2$ . Таким образом, особое внимание следует обратить на адгезионную прочность металлизации, но пределы текучести материалов могут быть ограничивающим фактором. Например, Ti–W часто используется в качестве адгезионного слоя. И есть доказательства [11–13], что пленки Ti–W, изготовленные методом магнетронного распыления, имеют пониженное содержание Ti. Было обнаружено, что увеличение содержания Ti в мишени приводит к улучшению адгезии в отдельных случаях [11, 14].

Отношение поверхности к объему увеличивается линейно как масштабный коэффициент. Поскольку латеральные размеры уменьшаются, необходимо учитывать диффузию легирующих элементов и загрязняющих веществ (примесей) на свободные поверхности, созданные травлением. Возможно также, что профили проводника могут измениться во время отжига, чтобы минимизировать свободную поверхностную энергию.

Анализ влияния добавок на физико-механические свойства алюминия, проведенный в [15, 16, 38] показал, что наиболее перспективными с точки зрения повышения электромиграционной стойкости сплавов алюминия должны быть добавки, значительно повышающие температуру рекристаллизации алюминия (итрий, окись алюминия).

**Цель работы** – совершенствование условий и режимов осаждения легированных пленок алюминия из газовой фазы, в частности, увеличение температуры подложки, которая позволит получить крупнозернистую структуру пленок. Последнее приводит к уменьшению числа отказов приборов, вызванных процессом электромиграции и увеличению их надежности при модификации структуры границ зерен за счет сегрегации на них соединения  $YAlO_3$  или  $Al_2O_3$ . Так можно объяснить кажущееся противоречие, связанное с тем, что более мелкозернистые пленки легированного алюминия (размер зерен в 5–6 раз меньше, чем в нелегированных!) позволяют снизить отказы мощных СВЧ-транзисторов, вызванные электромиграцией.

### **Методика исследования**

Введение кремния в состав проводника омического контакта уменьшает градиент концентрации кремния между подложкой и контактом, что значительно снижает массоперенос кремния в проводник путем диффузии. Это в свою очередь увеличивает устойчивость кон-

такта к электромиграции [17]. Исходя из диаграммы состояния системы алюминий–кремний были выбраны следующие границы введения кремния – 0,5–1,5 %.

Верхняя граница – 1,5 % была выбрана потому, что она отвечает пределу растворимости кремния в алюминии при температуре ~577 °С [18].

Сплав алюминия с добавкой меди и кремния выплавляли в высокочастотной индукционной печи. Введение окиси алюминия в сплав алюминия с добавками меди и кремния осуществлялось по способу, разработанному в (ФТИ НАНБ) [19].

Образцы представляли собой заготовки диаметром 35 мм и длиной 60 мм. Исходными материалами для приготовления данного сплава служили алюминий марки А995, медь 99,999 и кремний полупроводниковой чистоты 99,9999.

В таблице 1 приведены составы четверных сплавов алюминия для металлизации СВЧ-транзисторов.

Так как температура испарения окиси алюминия и чистого алюминия отличаются почти на 2000 °С, то получение тонких пленок алюминий–окись алюминия представляет техническую проблему.

Таблица 1 – Составы сплавов алюминия для металлизации СВЧ-транзисторов

Сплав	Состав сплавов, масс. %			
	Медь	Окись алюминия	Кремний	Алюминий
1	1	4	1	Остальное
2	8	0,1	1	– " –
3	4	8	0,5	– " –
4	4	4	1,5	– " –

Поэтому для создания металлизации, устойчивой к электромиграции, целесообразно использовать сплавы алюминий – субокись алюминия, поскольку температура испарения и упругость пара субокиси алюминия близка к таковой алюминия [20]:



Сплав алюминия с массовой долей легирующей добавки иттрия 1 % относится к сплаву, имеющему высокие механические свойства при повышенных температурах [21, 22], поэтому с учетом данных работы [23] следует считать, что этот сплав является перспективным с точки зрения создания металлизации, имеющей более высокую устойчивость к электромиграции, чем чистый алюминий. Исходными материалами для приготовления данного сплава служат алюминий марки А995 и иттрий технической чистоты 98 [24]. Плавку проводили в вакууме при давлении ~6,65·10<sup>-3</sup> Па в тигле из окиси алюминия при температуре нагрева ~850 °С. После расплавления расплав выдерживали 2–5 мин. Приготовленный сплав выливали в медную изложницу на воздухе. Образцы представляли собой цилиндрические заготовки диаметром 10 мм и длиной 90 мм, изготовленные в ФТИ НАНБ.

Трехслойную тонкопленочную металлизацию Al–Mo–Al получали в вакуумной установке типа УРМ-71-Р-3 методом термического испарения на нагретые до 135 ± 10 °С пластины монокремния ориентации (111) при скорости вращения карусели 40–60 об/мин. Расстояние от испарителя до карусели для нижнего слоя алюминия ~120 ± 5 мм, второго слоя – молибдена – 60 ± 5 мм. Третьего слоя – алюминия – 110 ± 5 мм.

Для напыления первого слоя алюминия на вольфрамовый испаритель синусоидального типа навешивается 15 навесок алюминия в виде гусариков, вес каждой навески 30 ± 2 мг. Для напыления третьего слоя используется вольфрамовая лодочка, изготовленная из вольфрамовой проволоки, на которую помещается 23–27 навесок алюминия, предварительно свернутых в жгут. Вес каждой навески ~100 ± 10 мг. Для напыления молибдена используется испаритель из молибденовой проволоки марки МЧ диаметром 2,5 мм. Исходный материал для напыления алюминия – алюминиевая проволока А995 диаметром 1 мм. Ток через испаритель для первого слоя – 40 ± 5 А, второго – 135 ± 5 А, третьего – 360 ± 20 А. Достоинством данно-

го процесса создания многослойной системы Al–Mo–Al является то, что он ведется без разгерметизации вакуумной установки при достаточно высоком вакууме (не хуже  $2,66 \cdot 10^{-3}$  Па).

Тонкопленочную металлизацию Al–Mo–(Al + Y) создавали по технологии получения металлизации Al–Mo–Al с той лишь разницей, что для создания третьего токоведущего слоя использовался сплав алюминия с массовой долей легирующей добавки иттрия 1 %.

Тонкопленочную металлизацию Al–Mo–(Al + Cu + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Si) создавали по технологии получения металлизации Al–Mo–Al с той лишь разницей, что для создания третьего токоведущего слоя использовался сплав алюминия с массовой долей легирующей добавки меди 2 %, окиси алюминия 2 % и массовой долей легирующей добавки кремния 0,5 %.

Металлизацию Al–Mo–(Al + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) создавали по технологии получения металлизации Al–Mo–Al с той лишь разницей, что для создания третьего токоведущего слоя использовали комбинацию из проволоки алюминия и проволоки алюминия с добавками окиси алюминия в соотношении 50:50, причем проволока алюминия с добавками окиси алюминия помещалась внутри жгута из проволоки алюминия.

Пластины монокремния перед нанесением металлизации обезжировали в перекисно-аммиачном растворе, нагретом до 75–80 °С в течение 4–5 мин с последующей промывкой в деионизованной воде в течение 4–5 мин и сушкой на центрифуге в течение 25–30 с. Для удаления SiO<sub>2</sub> пластины обрабатывают в плавиковой кислоте.

#### **Фазовый состав и концентрации иттрия в сплаве и пленках на основе алюминия**

Методом микрорентгеноспектрального анализа (МРСА) на микрозонде MS-46 «Самеса» определялась концентрация Y и его распределение в исходном материале на основе алюминия с добавкой иттрия и в пленочной системе алюминий–итрий.

Фазовый состав и распределение иттрия в сплаве алюминия с добавкой иттрия определялся на шлифах, приготовленных с использованием алмазной пасты и последующей доводкой на воде. Для выявления структурных составляющих, материал протравливался в травителе: 10 мл красной кровяной соли, 10 мл NaOH и 100 мл H<sub>2</sub>O в течение 3 с.

С целью определения состава структурных составляющих сплава был проведен МРСА методом сканирования, а также точечный количественный МРСА при ускоряющих напряжениях: 20 и 30 кВ, токе поглощения 40–50 нА.

МРСА в пленочной системе алюминий–итрий проводили на модельных образцах с толщиной напыленной пленки алюминий–итрий ~10 мкм, поскольку исследование тонких пленок толщиной ~1 мкм на основе алюминия затруднено из-за высокого диффузионного рассеяния электронов в алюминии. Режимы точечного количественного МРСА: ускоряющее напряжение 30 кВ, ток поглощения 200 нА. Кроме этого, проводился полуколичественный МРСА. Обработка результатов МРСА и расчета концентрации элементов в структурных составляющих образцов проводилась на ЭВМ по методике, разработанной в отделе физико-химических исследований при Белорусском научно-производственном объединении порошковой металлургии. В случае исследования системы алюминий–итрий интенсивность рентгеновского излучения исследуемого образца пленки алюминий–итрий сопоставлялась с интенсивностью рентгеновского излучения стандартных образцов, изготовленных из чистых элементов и таким образом определялась относительная интенсивность исследуемого рентгеновского излучения. Затем, вводя поправки, строилась калибровочная кривая интенсивности рентгеновского излучения иттрия от концентрации [17], которая позволила определить концентрацию иттрия в пленочной системе алюминий–итрий.

Результаты микрорентгеноспектрального анализа методом сканирования сплава Al–1% Y приведены на рис. 1–3. Исходный сплав представляет собой алюминий, по границам зерен которого расположена фаза, содержащая алюминий и итрий.

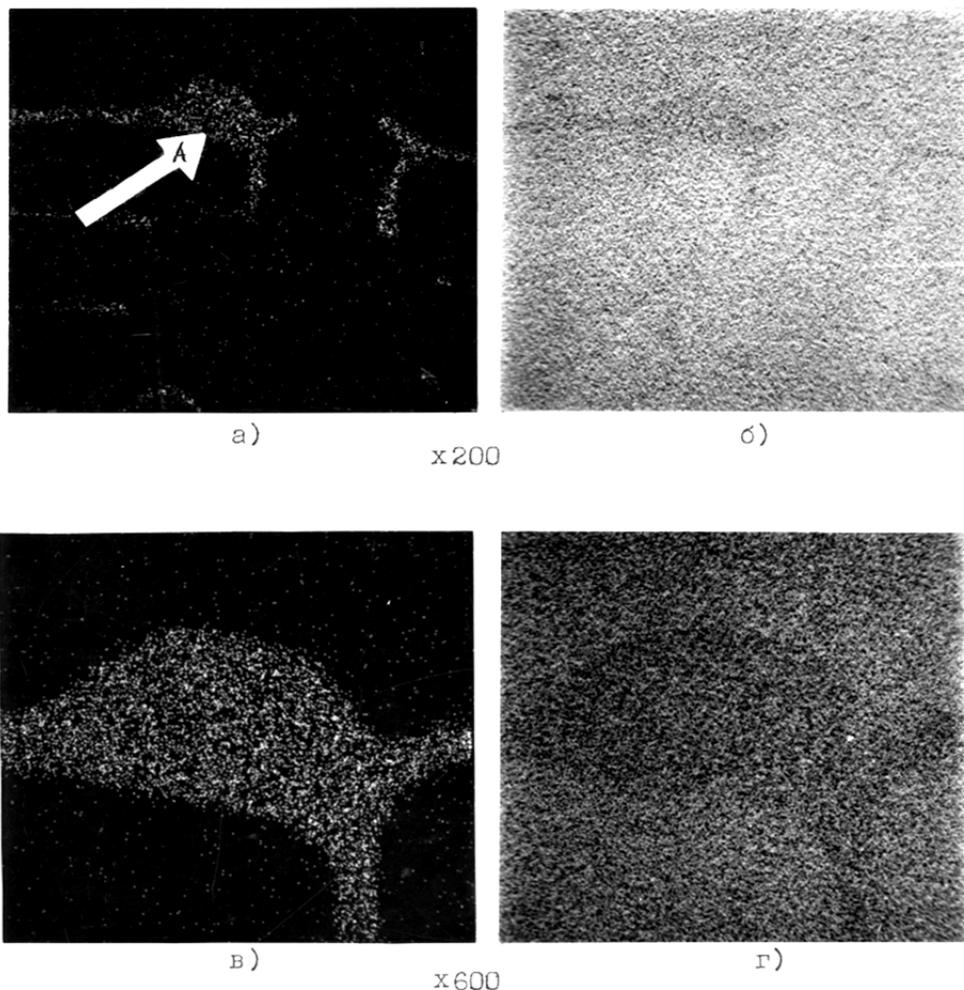


Рисунок 1. Изображение поверхности участка сплава алюминий–иттрий в характеристическом рентгеновском излучении: а, в –  $YLa_1$ ; б, г –  $AlKa_1$

На рис. 1 (в, г) изображена поверхность сплава на участке А, показанном на рис. 1а.

С целью определения состава структурных составляющих сплава был проведен точечный количественный МРСА (табл. 2). Как видно из таблицы наилучший результат получается при исследовании системы Al–Y по характеристическому рентгеновскому излучению  $K_{\alpha 1}$ -линии элементов. Заниженные результаты, полученные по  $L_{\alpha 1}$ -линии иттрия, возможно, являются результатом неточного знания эмпирических коэффициентов, входящих в формулы для ввода поправок, а также значительным перенапряжением при МРСА системы Al–Y.

Таким образом, в сплаве алюминий–иттрий фаза, окаймляющая зерна алюминия имеет состав: алюминий –  $83,9 \pm 2,9$  % (масс.), иттрий –  $12,4 \pm 0,4$  % (масс.). МРСА по зерну Al показал отсутствие в нем Y. В связи с тем, что приведенный состав фазы не соответствует по стехиометрическому составу какому-либо интерметаллическому соединению в системе алюминий–иттрий [18], было проведено исследование фазового состава образцов системы Al–Y на рентгеновской установке УРС-50ИМ. Условие съемок: анод – медь с монохроматором, ток 10 мА, напряжение 35 кВ,  $V_{сч.} = 1^\circ/\text{мин}$ ,  $V_{б.} = 600$  мм/час,

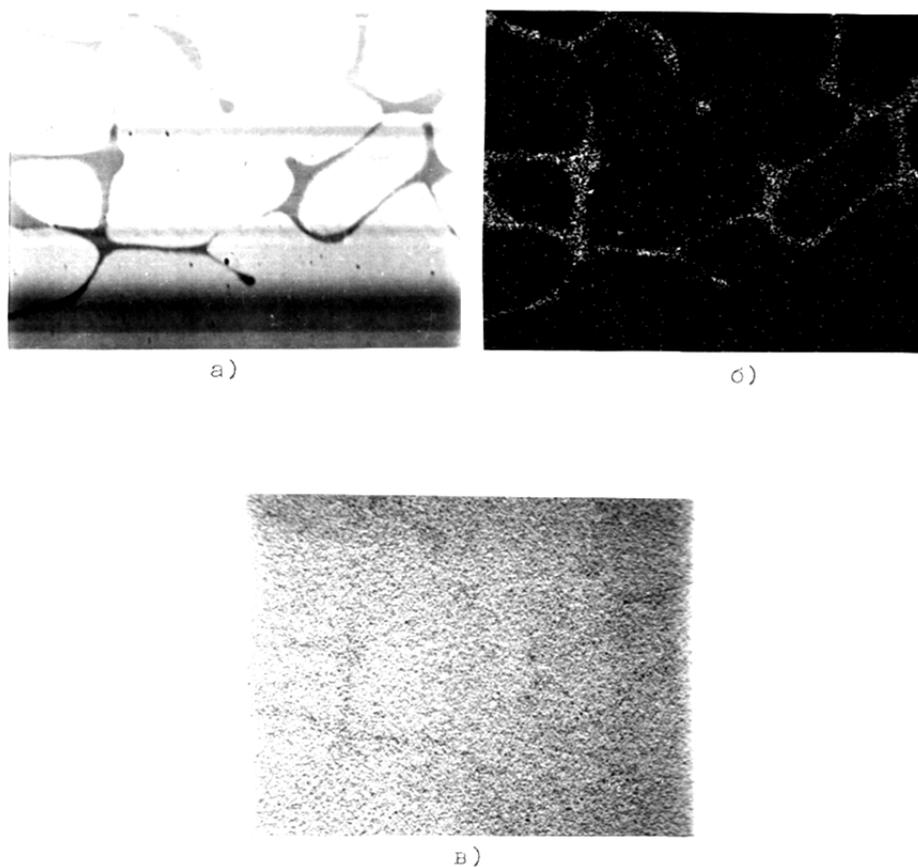


Рисунок 2. Изображение поверхности сплава алюминий–иттрий: а – в поглощенных электронах; б, в – в характеристическом рентгеновском излучении  $YL\alpha_1$  и  $AlK\alpha_1$  соответственно. Увеличение  $\times 200$

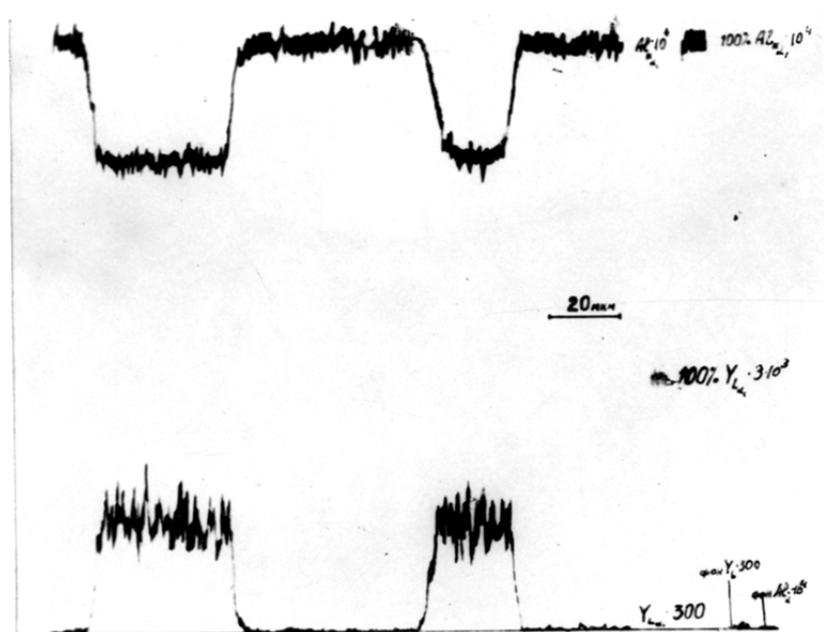


Рисунок 3. Распределение интенсивности рентгеновского излучения  $YL\alpha_1$  и  $AlK\alpha_1$  в сплаве алюминий–иттрий, полученное линейным сканированием щели: 2; 1; 0,25; 1 (считая от трубки)

Фазовый рентгеновский анализ показал наличие двух фаз: алюминия и  $Al_3Y$ . Если считать, что в сплаве алюминий–иттрий находятся только алюминий и фаза  $Al_3Y$ , то можно

предположить, что фаза, окаймляющая зерна алюминия, есть тонкая механическая смесь алюминия и интерметаллического соединения  $Al_3Y$ . Это подтверждается изменениями концентрации иттрия в фазе (см. рис. 1а, в и рис. 3).

Расчеты показывают следующий состав фазы:

$$55,5 \% \text{ (масс.) } Al_3Y + 44,5 \% \text{ (масс.) } Al.$$

Полуколичественный микрорентгеноспектральный анализ пленок алюминия с добавками иттрия методом сканирования вдоль образца по выбранному направлению в рентгеновском излучении  $AlK_{\alpha 1}$  и  $YK_{\alpha 1}$  дал следующие результаты: Y на уровне разрешающей способности метода распределен равномерно в пленке как в исходном состоянии, так и после стационарного отжига в течение 300–420 с при температуре 500 °С. Содержание Y в пленке составило  $0,41 \pm 0,02\%$  (масс.).

Таблица 2 – Концентрация алюминия и иттрия в фазе  $Al_3Y$  в зависимости от ускоряющего напряжения характеристического рентгеновского излучения  $AlK_{\alpha 1}$  и  $YL_{\alpha 1}$

Элемент	Концентрация элементов, % (масс.)			Примечание
	Излучение			
	$AlK_{\alpha 1} - YL_{\alpha 1}$		$AlK_{\alpha 1} - YK_{\alpha 1}$	
	Ускоряющее напряжение			
	20 кВ	30 кВ	30 кВ	
Al	$\frac{78,70}{81,02}$	$\frac{75,05}{78,65}$	$\frac{75,05}{84,00}$	В числителе – полуколичественный МРСА В знаменателе – количественный МРСА
Y	$\frac{3,82}{5,10}$	$\frac{3,25}{4,30}$	$\frac{8,83}{12,40}$	
$\Sigma$	$\frac{82,52}{86,12}$	$\frac{78,30}{82,95}$	$\frac{83,88}{96,40}$	

Следует отметить, что при термическом осаждении сплава Al – 1 % Y в пленках образуется текстура, о чем свидетельствует наличие характерных максимумов на кольцевых рефлексах электронограмм (рис. 4), полученных методом на просвет от пленок сплава Al – Y толщиной ~100 нм. Результаты расшифровки электронограммы, приведенные в табл. 3, показали, что в неотожженных пленках присутствует Al и фаза  $Al_2O_3$ . Отжиг образцов, как показали результаты расшифровки электронограммы, приведенные в табл. 4, дополнительно привел к образованию в пленках соединения, идентифицированного как  $YAlO_3$ .

Таблица 3 – Идентификация электронограммы (рис. 4а)

№ кольца	Диаметр, мм	Интенсивность, I	Межплоскостные расстояния, d (расчет), нм	Данные ASTM* (таблица)			
				Al		$Al_2O_3$	
				d нм	I/I <sub>1</sub>	d нм	I/I <sub>1</sub>
1	26,5	с	0,325	-	-	0,324	80
2	37,0	о.с.	0,232	0,234	100	0,235	90
3	43,0	ср.	0,200	0,202	47	0,211	100
4	46,5	ср.	0,187	-	-	0,186	80
5	50,0	ср.	0,172	-	-	0,172	10
6	55,0	сл.	0,156	-	-	0,155	60
7	61,0	с	0,141	0,143	22	0,142	90
8	72,0	ср.	0,119	0,122	24	0,119	20
9	80,0	сл.	0,108	-	-	0,109	10

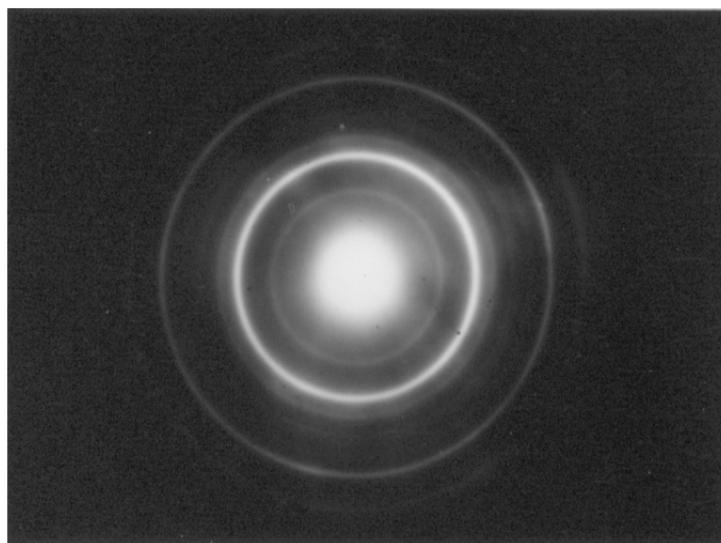
\* Карточка ASTM, 1972

**Фазовый состав и концентрации меди, и окиси алюминия в пленках алюминия**

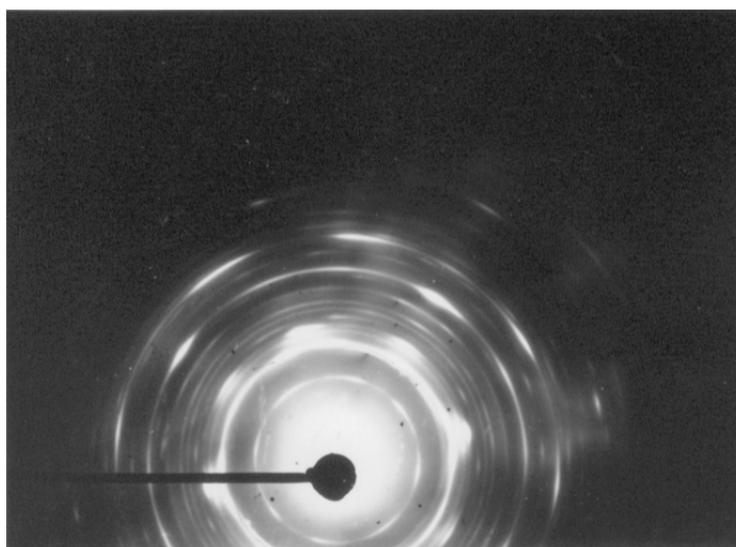
В предложенном сплаве Al – 2 % Cu – 2 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 0,5 % Si исследование фазового состава и распределение меди и кремния не проводилось, так как основу этого сплава составляет известный и достаточно изученный сплав алюминия, легированный медью и кремнием [25], а проводились исследования состава пленок на его основе.

Концентрацию Cu и Si в пленочной системе Al – Cu – Si – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, которую создавали термическим испарением вышеуказанного сплава, определяли с помощью растрового электронного микросондового прибора РЭМП-2. Ускоряющее напряжение для определения содержания Cu – 25 кВ, Si – 10 кВ.

Образцы представляли собой пленки толщиной ~1 мкм, осажденные в вакууме на кремниевые монокристаллические подложки с ориентацией (111) – в случае определения концентрации Cu – и подложки из Ni – в случае определения концентрации Si.



а)



б)

Рисунок 4. Электронограммы пленок сплава алюминий – 1 % иттрия толщиной ~100 нм:  
а – неотожженный образец; б – после отжига в течение 300–420 с при 500 °С

Таблица 4 – Идентификация электронограммы (рис. 4б)

№ кольца	Диаметр, мм	Интенсивность, I	Межплоскостные расстояния, $d$ , (расчет) нм	Данные ASTM (таблица)*					
				Al		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		YAlO <sub>3</sub>	
				$d$ нм	I/I <sub>1</sub>	$d$ нм	I/I <sub>1</sub>	$d$ нм	I/I <sub>1</sub>
1	-	-	-	-	-	-	-	0,524	100
	25,0	C	0,328	-	-	0,324	80	0,317	100
	-	-	-	-	-	-	-	0,304	40
	-	-	-	-	-	-	-	0,272	100
	-	-	-	-	-	-	-	0,262	40
2	33,0	ср.	0,248	-	-	0,249	80	-	-
3	35,0	о.с.	0,234	0,234	100	0,235	90	-	-
4	39,0	о.с.	0,210	-	-	0,211	100	-	-
5	41,5	о.с.	0,198	0,202	47	-	-	0,202	60
6	43,0	ср.	0,191	-	-	-	-	-	-
7	45	с	0,180	-	-	0,186	80	0,184	60
8	47,5	с	0,173	-	-	0,172	10	0,173	40
9	49,5	сл.	0,166	-	-	0,168	40	0,159	20
10	52,0	ср.	0,158	-	-	0,155	60	0,153	40
11	55,5	сл.	0,148	-	-	0,151	30	0,152	40
								0,150	40
12	57,5	C	0,143	0,143	22	0,142	90	-	-
3	59,5	сл.	0,138	-	-	0,139	100	0,136	40
14	61,5	сл.	0,133	-	-	0,133	20	-	-
15	62,5	ср.	0,131	-	-	0,129	10	-	-
16	64,5	сл.	0,127	-	-	0,128	20	-	-
17	65,0	сл.	0,126	-	-	0,126	10	-	-
18	67,0	с	0,122	0,122	24	0,122	20	0,120	60
								0,117	100

\* Вероятно присутствие соединения YAlO<sub>3</sub>

Проведенные исследования фазового состава пленок алюминия с добавками меди, окиси алюминия и кремния методом фазового рентгеновского анализа показали, что в них отсутствуют интерметаллические соединения алюминия с медью, а также силициды алюминия и меди. Это свидетельствует о том, что вышеуказанные соединения в пленках алюминия не образуются или образуются в незначительных количествах, не регистрируемых дифрактометром ДРОН-1,5. Методом рентгеноструктурного анализа исследовали фазовый состав образцов системы Al – Cu – Si – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> на установке ДРОН-1,5. Условия съемки: анод – медь с монохроматором, ток 20 мА, напряжение 30 кВ,  $V_{сч.} = 4^\circ/\text{мин}$ .

### Основные результаты исследования

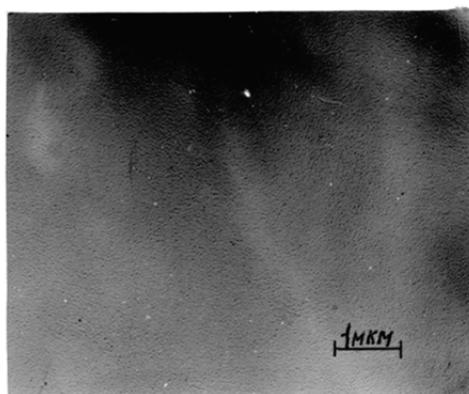
Для исследования микрорельефа поверхности и структуры пленок Al с легирующими добавками и без добавок, осажденных на монокристаллические подложки кремния ориентации (111), использовали метод электронной микроскопии (микроскоп УЭМВ-100К). Образцы для исследований готовились по методике [26].

Электронно-микроскопические снимки микрорельефа поверхности пленок алюминия с добавками ~0,41 % иттрия, осажденных на монокристаллической подложке кремния ориентации (111), представлены на рис. 5 и рис. 6.

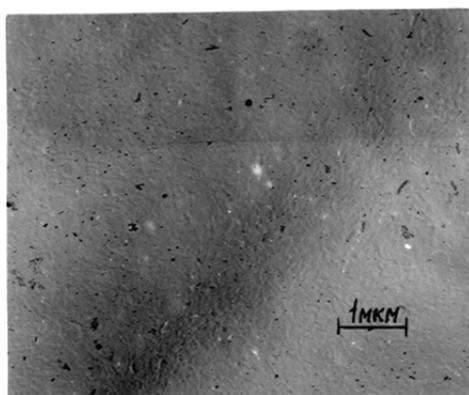
Видно, что при температуре подложки 120 °С в диапазоне изменения скоростей осаждения с 1,43 до 3,33 нм/с поверхность пленок толщиной порядка 0,1 мкм гладкая, различить границы зерен не удастся (рис. 5а). При скоростях осаждения с 8,33 до 22,5 нм/с на поверхности кремниевой подложки кристаллизуются пленки с размером зерен 50–60 нм (рис. 5б).

Увеличение толщины пленки с 0,1 до 1,5 мкм при скорости осаждения 8,33 нм/с приводит к увеличению среднего размера зерна до 100–150 нм (рис. 5в).

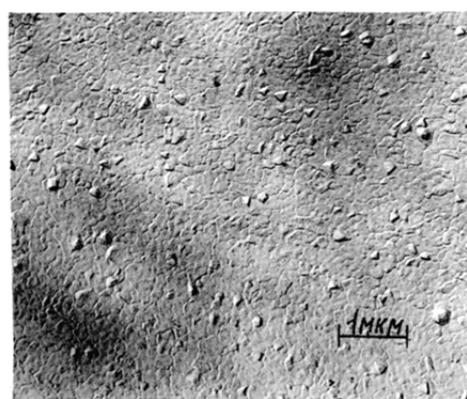
Сравнение структуры нелегированных пленок алюминия и легированных иттрием, осажденных в одинаковых условиях при температуре подложки 120 °С со скоростью 10 нм/с показывает, что размер зерен легированных пленок примерно в 2–2,5 раза меньше, чем нелегированных (см. рис. 6).



а

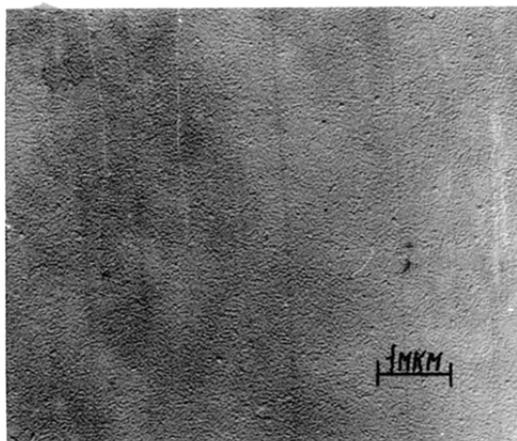


б

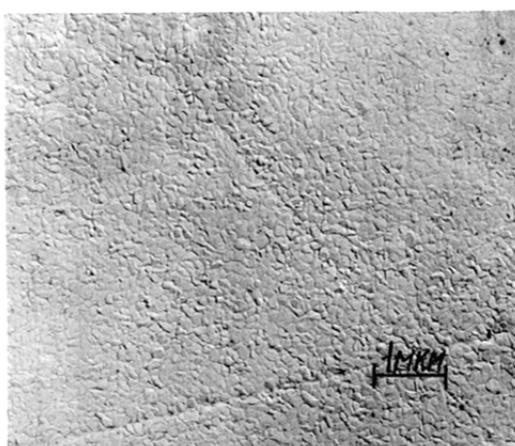


в

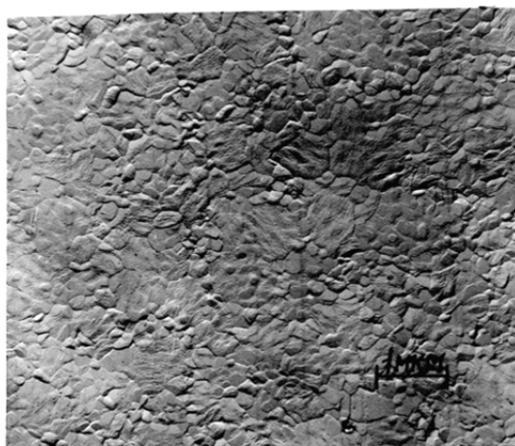
Рисунок 5. Влияние скорости осаждения на микрорельеф поверхности пленок Al, легированных Y, осажденных на кремниевые подложки при температуре 120 °С. Скорость осаждения: а – 3,33; б, в – 8,33 нм/с



а



б



в

Рисунок 6. Влияние температуры подложки на микрорельеф поверхности пленок Al, легированных Y, осажденных при скорости 10 нм/с на кремниевые подложки с температурой:  
а – 100; б – 200 и в – 350 °С

Электронно-микроскопические снимки микрорельефа поверхности пленок алюминия с добавками ~0,41 % иттрия, осажденных на монокристаллической подложке кремния ориентации (111) со скоростью 10 нм/с при различных температурах, представлены на рис. 7. Видно, что при температуре подложки 100 °С пленки имеют гладкую поверхность, средний размер зерен составляет 70 нм (рис. 7а). При повышении температуры подложки до 350 °С наблюда-

ется укрупнение зерен. Однако и в этом случае поверхность пленок достаточно гладкая, выступов на поверхности пленки нет. Размер зерен пленок, осажденных при температурах 200 и 350 °С равен 100 и 150 нм соответственно. Сравнение структуры пленок алюминия, легированных иттрием и нелегированных, осажденных при скорости 10 нм/с кремниевые подложки. Температура подложки: а – 100; б – 200 и в – 350 °С и температурах подложки 100, 200 и 350 °С показывает, что легированные пленки имеют в 1,5–2 раза более мелкое зерно, чем нелегированные.

Исследование влияния отжига в течение 300–420 с при температуре 500 °С на структуру пленок алюминия, легированных иттрием, осажденных при температурах подложки 100, 200 и 350 °С показало, что размеры зерен увеличиваются незначительно (см. рис. 8). Средний размер зерен пленок, осажденных при температуре подложки 100 °С равен 75 нм, осажденных при 200 и 350 °С – 120 и 160 нм соответственно.

На рис. 8 представлены электронно-микроскопические снимки микрорельефа поверхности пленок алюминия, содержащих 1 % окиси алюминия, осажденных на монокристаллической подложке кремния ориентации (111). При температуре подложки 120 °С и скоростях осаждения 3 и 10 нм/с на поверхности кремниевой подложки кристаллизуются мелкозернистые пленки с размером зерен 30 и 40 нм (рис. 8а, б). При скорости осаждения 3 нм/с пленки имеют слабо выраженный рельеф поверхности, характерной особенностью которого является наличие отдельных холмиков, имеющих форму многогранников (рис. 8а).

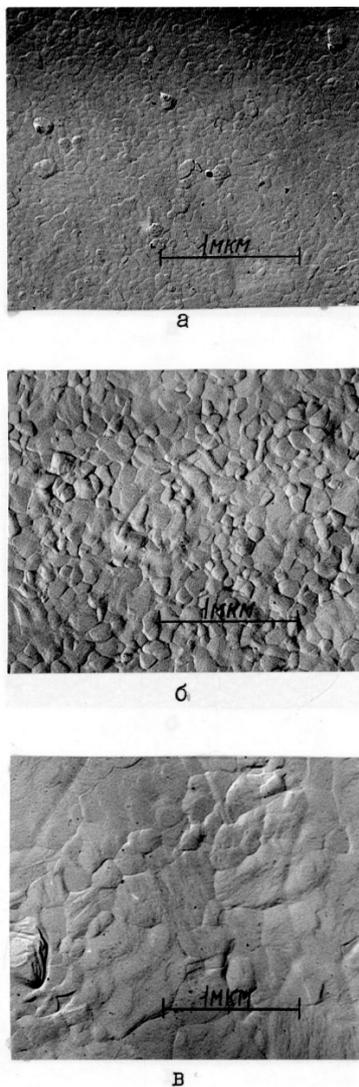


Рисунок 7. Влияние скорости осаждения на микрорельеф пленок Al, легированных Y, осажденных на кремниевые подложки при температуре 120 °С. Скорость осаждения: а – 3,33; б, в – 8,33 нм/с

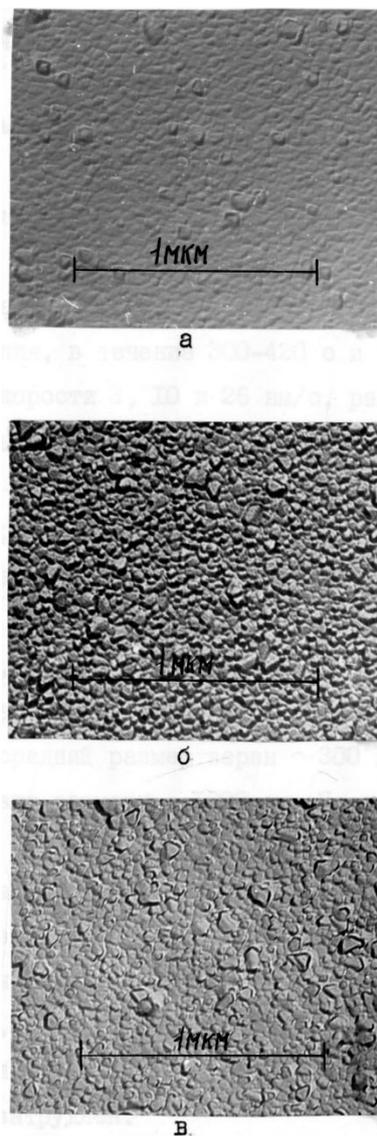


Рисунок 8. Влияние температуры подложки на микрорельеф пленок Al, легированных Y, осажденных при скорости 10 нм/с при температуре подложки: а – 100; б – 200 и в – 350 °С

Повышение скорости осаждения приводит к формированию весьма развитого рельефа пленок, размеры зерен при этом увеличиваются незначительно, их форма становится более округлой (рис. 8б, 8в) и температурах подложки 100, 200 и 350 °С показывает, что легированные пленки имеют в 1,5–2 раза более мелкое зерно, чем нелегированные.

### Выводы

1. Введение легирующих добавок иттрия или окиси алюминия позволяет получать мелкозернистые пленки алюминия, размер зерен которых в 5–6 раз меньше, чем в нелегированных пленках, осажденных в тех же условиях.

2. Процессы рекристаллизации в легированных пленках замедленны, о чем свидетельствуют данные по расчету энергии активации рекристаллизации в легированных пленках и результаты исследования структуры и микрорельефа поверхности этих пленок, показывающие, что размер зерен в пленках после отжига в течение 300–420 с и температуре отжига 500 °С увеличивается незначительно.

3. Для легированных пленок алюминия толщиной 0,8–1,5 мкм при формировании металлизации СВЧ-транзисторов наиболее приемлемы следующие режимы нанесения: температура подложки 120 °С и скорость осаждения 10–26 нм/с, поскольку при этих условиях

пленки имеют совершенную поликристаллическую структуру, мало зависящую от скорости осаждения и температуры отжига.

4. Проведенные структурные исследования позволяют предположить, что легированные иттрием и окисью алюминия пленки алюминия, обладающие более стабильной структурой и мало подверженные изменениям при воздействии высоких температур, будут обладать и более высокой стойкостью к деградационным процессам в металлизации, в том числе и массопереносу под действием высоких плотностей тока (электромиграция) в токоведущих дорожках СВЧ-транзисторов по сравнению с нелегированными пленками.

Таким образом, проведенные исследования показали [39–42], что введение в матрицу алюминия иттрия или окиси алюминия позволяет значительно повысить энергию активации отказов СВЧ-транзисторов, возникающих при испытании на долговечность.

### Литература

1. Vashchenko, V. A. Physical limitations of semiconductor devices / V. A. Vashchenko, V. F. Sinkevitch. – New York : Springer, 2008. – 337 p.
2. Kapur, P. Technology and Reliability Constrained Future Copper Interconnects. I. Resistance Modeling / P. Kapur, J. P. McVittie, K. C. Saraswat // IEEE Transaction on Electron Devices. – 2002. – Vol. 49, № 4. – P. 590-597.
3. Effect of plasma spraying regimes on structure and properties of Ni<sub>3</sub>Al coatings / E. E. Kornienko, D. O. Mul', O. A. Rubtsova [et al.]. – DOI: 10.1134/S0869864316060147 // Thermophysics and Aeromechanics. – 2016. – Vol. 23 (6). – P. 919–927.
4. Патент SU 1292628 СССР, МПК H01L 21/28 (2006.01). Способ формирования омических контактов к кремнию : № 3886882/25 : заявл. 19.04.1985 : опубл. 20.03.2012 / Шепурев С. А., Снитовский Ю. П., Принцев Г. В. – 1 с. – Текст : непосредственный.
5. Патент SU 1709864 СССР, МПК H01L 21/28 (2006.01). Способ создания омических контактов к кремнию : № 4789079/25 : заявл. 08.02.1990 : опубл. 20.03.2012 / Снитовский Ю. П., Сенько С. Ф., Воробьев О. А., Баранов И. Л. – 1 с. – Текст : непосредственный.
6. Lee, C. A. Contact and thin film problems of submicron devices structures / C. A. Lee // Thin Solid Films. – 1979. – Vol. 64, № 1. – P. 1–8.
7. Control of dispersed-phase temperature in plasma flows by the spectral-brightness pyrometry method / A. V. Dolmatov, I. P. Gulyaev, P. Yu. Gulyaev, V. I. Jordan. – DOI: 10.1088/1757-899X/110/1/012058 // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2016. – Vol. 110, № 1. – P. 012058.
8. Cui, H. Z. Influence of micropores on structural instability of the combustion wave / H. Z. Cui, A. A. Grigoryevskaya, P. Yu. Gulyaev // Yugra State University Bulletin. – 2019. – № 4 (55). – P. 33-40.
9. Analysis and optimization of gas-thermal spray process in terms of condensed phase velocity and temperature / A. V. Dolmatov, I. P. Gulyaev, E.A. Lyskov [et al.]. – DOI: 10.1134/S0869864317010097 // Thermophysics and Aeromechanics. – 2017. – Vol. 24 (1). – P. 83–94.
10. Hecht, L. C. Contact resistance response surface of sintered Al films on (100) silicon / L. C. Hecht // Journal of Vacuum Science and Technology. – 1979. – Vol. 16, № 2. – P. 328–330.
11. Пожела, Ю. Физика быстродействующих транзисторов / Ю. Пожела. – Вильнюс : Мокслас, 1989. – 264 с. – Текст : непосредственный.
12. Hartsough, L. D. Resistivity of bias-sputtered Ti–W films / L. D. Hartsough // Thin Solid Films. – 1979. – Vol. 64, № 1. – P. 17–23.
13. Dolmatov, A. V. Investigation of structure formation in thin films by means of optical pyrometry / A. V. Dolmatov, I. V. Milyukova, P. Y. Gulyaev. – DOI: 10.1088/1742-6596/1281/1/012010 // Journal of Physics: Conference Series. – 2019. – Vol. 1281. – P. 012010.
14. Borodina, K. Thermal analysis of reaction producing K<sub>x</sub>TiO<sub>2</sub> / K. Borodina, S. Sorokina, N. Blinova // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. – 2018. – Vol. 131. – № 1. – P. 561-566. DOI: 10.1007/s10973-017-6840-0.

15. 3-D ICs: A Novel Chip Design for Improving Deep Submicron Interconnect Performance and Systems-on-Chip Integration / K. Banerjee, Soure S. J., P. Kapur, K. C. Saraswat // Proceedings of the IEEE. – 2001. – Vol. 99, № 5. – P. 602–633.
16. Очистка пластин кремния перед первым окислением / М. И. Бакулина [и др.]. – Текст : непосредственный // Электронная техника. Сер. 2. Полупроводниковые приборы. – 1974. – Вып. 8. – С. 88–93.
17. Снитовский, Ю. П. Исследование деградационных процессов в металлизации на основе алюминия и совершенствование конструкции и технологии изготовления СВЧ-транзисторов : автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук. – Минск, 1983. – 20 с. – Текст : непосредственный.
18. Hansen, M. Constitution of binary alloys / M. Hansen. – New York : McGraw-Hill Inc., 1958. – 1305 p.
19. Патент SU 398663 СССР. Способ получения литых дисперсных сплавов : № 1707711/22-1 : заявл. 21.10.1971 : опубл. 01.01.1973 / Г. Л. Царев, И. С. Литманович. – 2 с. – Текст : непосредственный.
20. Алюминиевые сплавы. Металловедение алюминия и его сплавов : справочное руководство / под редакцией И. Н. Фридляндера. – Москва : Металлургия, 1971. – 352 с. – Текст : непосредственный.
21. Савицкий, Е. М. Перспективы исследования и применения редкоземельных металлов, сплавов и соединений / Е. М. Савицкий. – Текст : непосредственный // Редкоземельные металлы и сплавы. – Москва : Наука, 1971. – С. 5-17.
22. Сплавы редкоземельных металлов / Е. М. Савицкий, В. Ф. Терехова, И. В. Буров [и др.]. – Москва : АН СССР, 1962. – 267 с. – Текст : непосредственный.
23. Патент SU 598458 СССР, М. Кл Н01L 21/28. Способ многоуровневой металлизации больших интегральных схем : № 2385220/18-25 : заявл. 02.07.1976 : опубл. 25.07.1979 / В. М. Колешко. – 2 с. – Текст : непосредственный.
24. Терехова, В. Ф. Иттрий / В. Ф. Терехова, Е. М. Савицкий. – Москва : Наука, 1967. – 160 с. – Текст : непосредственный.
25. Сплавы на основе алюминия для систем металлизации полупроводниковых приборов и микросхем / Л. Я. Беленький [и др.] // Электронная техника. Сер. 6. Материалы. – 1978. – Вып. 9 (124). – С. 8–13.
26. Пилянкевич, А. Н. Практика электронной микроскопии. Методы препарирования / А. Н. Пилянкевич. – Москва ; Киев : Машгиз, 1961. – 176 с. – Текст : непосредственный.
27. Гуляев, П. Ю. Виновский критерий выбора параметров редукции температурного распределения частиц по их суммарному тепловому спектру / П. Ю. Гуляев, В. И. Иордан, И. П. Гуляев. – Текст : непосредственный // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2008. – Т. 51, № 9-3. – С. 69–76.
28. Методы и средства контроля чистоты и качества поверхности полупроводников / О. А. Фестваль [и др.]. – Текст : непосредственный // Обзоры по электронной технике. Сер. 6. Материалы. – 1976. – Вып. 9. – 35 с.
29. Increasing the noise immunity of optical-electronic systems based on video cameras with an optical converter / M. P. Boronenko, P. Yu. Gulyaev, A. E. Seregin, K. G. Poluhina. – DOI: 10.1088/1742-6596/643/1/012028 // Journal of Physics: Conference Series. – 2015. – Vol. 643. – P. 012028.
30. Старшинов, И. П. Использование метода светящихся точек для оценки загрязненности поверхности кремниевых пластин ионами / И. П. Старшинов, И. Г. Ерусалимчик. – Текст : непосредственный // Электронная техника. Сер. 2. Полупроводниковые приборы. – 1982. – Вып. 5. – С. 41–46.
31. Бороненко, М. П. Измерение скорости и температуры частиц в потоке низкотемпературной плазмы / М. П. Бороненко, И. П. Гуляев, А. Е. Серегин. – Текст : непосредственный // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2014. – Т. 57, № 3-2. – С. 70–73.

32. Киселев, В. Ф. Поверхностные явления в полупроводниках и диэлектриках / В. Ф. Киселев. – Москва : Наука, 1970. – 400 с. – Текст : непосредственный.
33. Григорьевская, А. А. Компьютерный эксперимент верификации инвариантных свойств Траце-критерия спиновой неустойчивости движения фронта горения / А. А. Григорьевская. – Текст : непосредственный // Математика : материалы 59-й Международной научной студенческой конференции. – Новосибирск : ИПУ НГУ, 2021. – С. 94–95.
34. Surface Treatment of (1102) Sapphire and (100) Silicon for Molecular Beam Epitaxial Growth / A. Christon, E. P. Richmond, B. R. Wilkins, A. R. Knudson // Applied Physics Letters. – 1984. – Vol. 44, № 8. – P. 196–198.
35. Бороненко, М. П. Телевизионная измерительная система наносекундного разрешения / М. П. Бороненко, П. Ю. Гуляев. – Текст : непосредственный // Доклады Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники. – 2014. – № 1 (31). – С. 60–64.
36. Коробцов, В. В. Влияние химической очистки поверхности кремния на эпитаксиальный рост кремния / В. В. Коробцов, А. П. Шапоренко, В. В. Балашов. – Текст : непосредственный // Микроэлектроника. – 1998. – Т. 27, № 5. – С. 367–369.
37. Гуляев, П. Ю. Байесовское восстановление цвета цифровых изображений / П. Ю. Гуляев, Ю. П. Гуляев, А. В. Долматов. – Текст : непосредственный // Вестник СГУГиТ. – 1997. – № 2. – С. 114–115.
38. Correction factor in temperature measurements by optoelectronic systems / N. Bikberdina, R. Yunusov, M. Boronenko, P. Gulyaev // Journal of Physics: Conference Series. – 2017. – Vol. 917. – P. 052031.
39. Snitovsky, Yu. P. The formation of ohmic contacts of molybdenum/silicon at ion implantation into the interface region / Yu. P. Snitovsky // 6<sup>th</sup> Int. Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects. (EFRE 2018 Sept. 16-22). – Tomsk, 2018. – P. 372.
40. Снитовский, Ю. П. Формирование омических контактов молибден/кремний при ионной имплантации в область границы раздела / Ю. П. Снитовский. – Текст : непосредственный // Известия вузов. Физика. – 2018. – Т. 61, № 8/2. – С. 155–159.
41. Солодуха, В. А. Управляемые процессы трансформации параметров кремниевых биполярных СВЧ-транзисторов ионными пучками / В. А. Солодуха, Ю. П. Снитовский, Я. А. Соловьев. – Текст : непосредственный // Вестник Югорского государственного университета. – 2018. – Вып. 4 (51). – С. 23–37.