

Б-20

ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ  
ДУБНА



1794/2-76

10/11-76

9 - 9538

Н.И.Балалыкин, Ю.Бух, В.В.Катрасев, А.В.Скрыпник

ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК ВОЛЬФРАМА

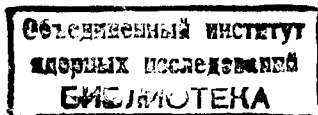
**1976**

9 - 9538

Н.И.Балалыкин, Ю.Бух, В.В.Катрасев, А.В.Скрипник

## ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК ВОЛЬФРАМА

Направлено в "Thin Solid Films"



В настоящее время большое внимание уделяется получению тугоплавких металлических пленок. Так, например, они могут применяться в полупроводниковой технологии в качестве контактов и электродов, где до сих пор используются пленки из алюминия и золота<sup>/1/</sup>. Во время работы полупроводниковых элементов на их электродах развиваются различные паразитные явления - окисление, выгорание, нежелательные процессы, связанные с электромиграцией. В интегральных схемах типа металл-окисел-полупроводник /МОП-технология/ уже применяется молибден в качестве тугоплавкого материала электродов /Т-МОП-технология/ /4/.

Предполагается, что при изготовлении элементов с высокой плотностью широкое применение найдет и самый тугоплавкий металл - вольфрам / $T_{пл} = 3410^{\circ}C$ /.

В Отделе новых методов ускорения разработана и сконструирована вакуумная установка для получения тонких пленок с использованием электронно-плазменного /ЭП/ испарителя<sup>/2/</sup>. Модернизация вакуумной системы позволила перейти на работу в безмасляном вакууме при давлении не хуже чем  $8 \cdot 10^{-7}$  Тор.

Подложки из меди, алюминия и кремния устанавливались над ЭП испарителем на высоте 100 мм. При испарении температура подложек поддерживалась в диапазоне от  $30^{\circ}C$  до  $400^{\circ}C$ . Необходимо отметить, что без принудительной стабилизации температура подложек повышалась до  $100 \div 160^{\circ}C$  вследствие радиационного нагрева и нагрева от эффектов конденсации.

Пленки вольфрама наносились при различных режимах работы испарителя. Ток накала термокатода менялся в пределах  $I_k = 25 \div 35$  А, ток разряда  $I_p = 1,0 \div 3,0$  А

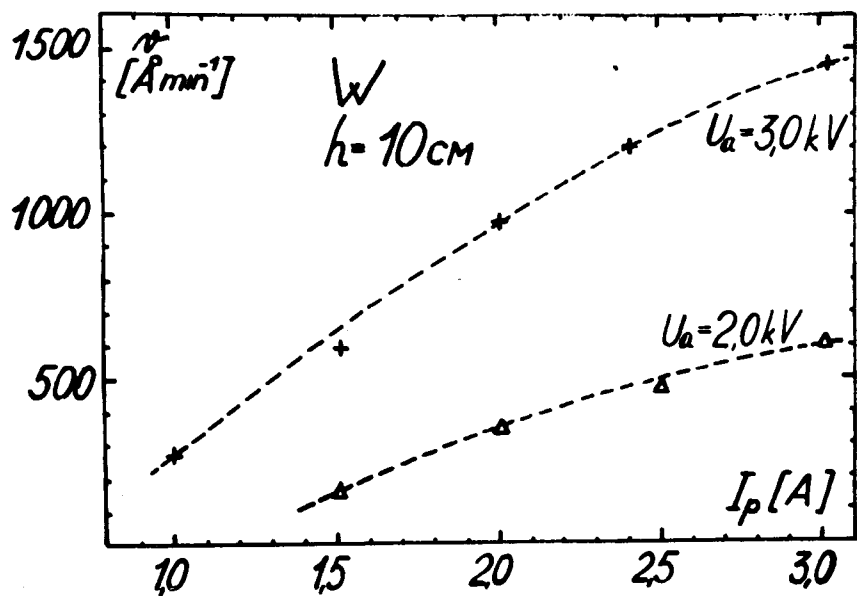


Рис. 1. Рабочие характеристики ЭП испарителя для вольфрама.

и напряжение, подаваемое на анод - тигель,  $U_a = 2,0 \div 3,0$  кВ.

Анод-тигель загружался монокристаллическим вольфрамом чистотой 99,99%. На рис. 1 приведены рабочие характеристики ЭП испарителя. Скорость образования вольфрамовых пленок варьировалась в пределах  $150 \div 1500 \text{ Å мин}^{-1}$ . Получение пленок вольфрама, исследованию которых посвящена эта работа, проводилось с постоянной скоростью  $800 \text{ Å мин}^{-1}$ .

Фазовый состав пленок исследовался на рентгенодифрактометрической установке ZEISS, структура поверхности - на сканирующем микроскопе JSM-35, химический состав определялся методом упругого рассеяния  $^3\text{He}$ .

Характеристические рентгенодифрактограммы на поликристаллических подложках из меди и алюминия и монокристаллической подложке из кремния, ориентированной в плоскости <111>, представлены на рис. 2-4. Проведенный анализ показал, что полученные пленки вольфрама одно-

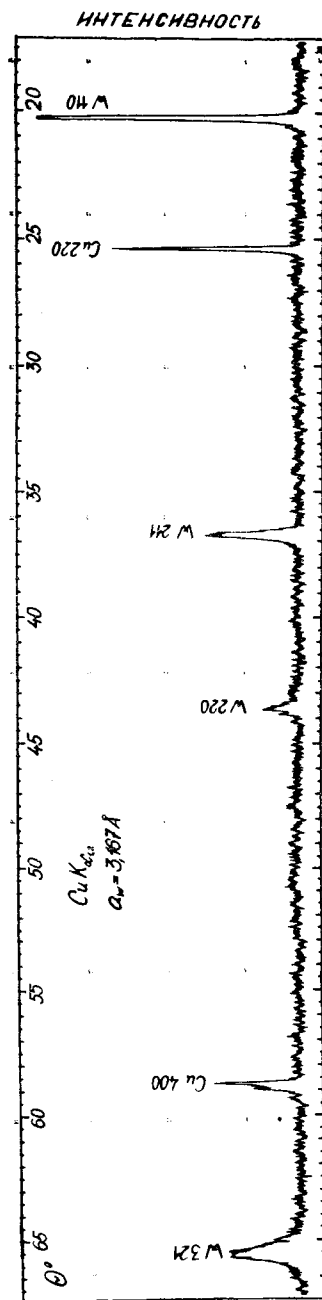


Рис. 2. Рентгенодифрактограмма пленки вольфрама на медной подложке.

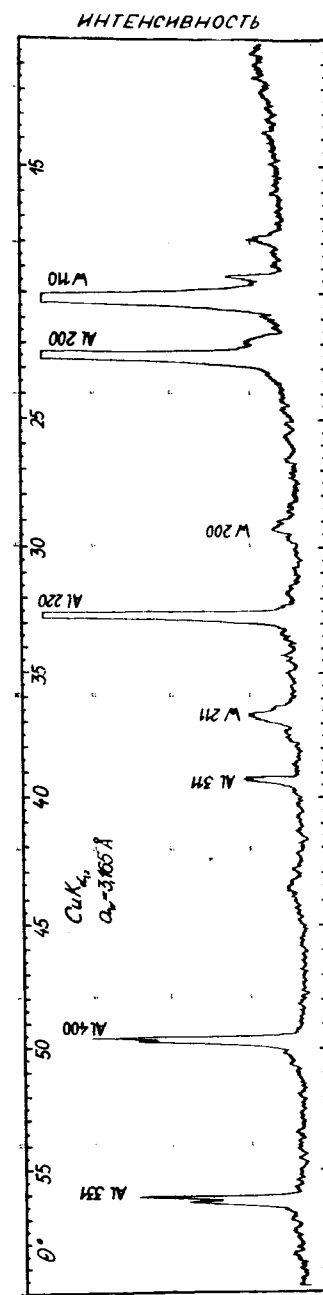


Рис. 3. Рентгенодифрактограмма пленки вольфрама на алюминиевой подложке.

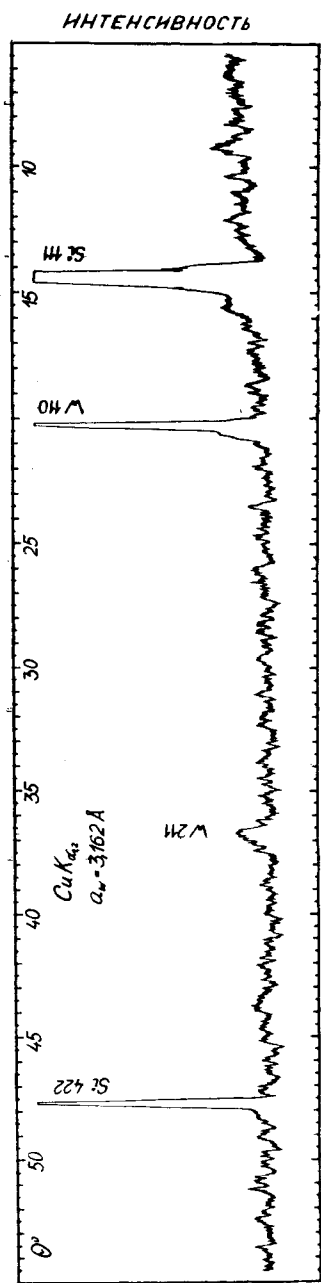


Рис. 4. Рентгенодифрактограмма пленки вольфрама на кремниевой подложке.

фазы, кристаллизуются в объемно-центрированной кубической решетке  $\alpha$ -W и характеризуются выраженной текстурностью в направлении  $|110|$ .

Прецизионный метод снятия рентгенодифрактограмм позволил с хорошей точностью определить постоянную решетки вольфрама. В зависимости от технологических условий она изменялась в пределах  $a = 3,162 \div 3,167 \text{ \AA}$ .

Присутствия  $\beta$ -фазы вольфрама, кристаллизующейся в примитивной кубической решетке, или метастабильной фазы вольфрама, кристаллизующейся в гранецентрированной кубической решетке, как описано в работах<sup>/3,4/</sup>, не наблюдалось.

Температура подложек во время конденсации не влияла на образование других фаз вольфрама, хотя в работе<sup>/4/</sup> она являлась определяющим фактором. Это можно объяснить тем, что атомы вольфрама получают от ЭП испарителя тепловую энергию значительно большую, чем требуемая для фазовых переходов. Например, для перехода  $\beta$ -W  $\rightarrow$   $\alpha$ -W она составляет  $0,7 \text{ эВ}^{/5/}$ .

В работах<sup>/5,6/</sup> отмечается, что для пленок  $\alpha$ -W характерна величина отдельных кристаллитов в диапазоне  $1500 - 2500 \text{ \AA}$ . На рис. 5 представлено образование отдельных кристаллитов на поверхности толстой вольфрамовой пленки при ее послойном нарастании /толщи на пленке порядка  $5 \text{ мкм}/$ . Величина отдельных кристаллитов достигает  $5000 - 10\ 000 \text{ \AA}$ . На рис. 6 хорошо видно разорвавшуюся пленку вольфрама на селективно протравленной поверхности кремния в плоскости  $\langle 111 \rangle$ .

Химический анализ пленок вольфрама производился методом упругого рассеяния частиц  $^3\text{He}$ , ускоренных электростатическим генератором до энергии  $E = 3,0 \text{ МэВ}$ . На рис. 7 представлен энергетический спектр рассеянных частиц /угол рассеяния  $135^\circ$ / от пленок вольфрама на Al и Si подложках. По характеру спектров можно судить о наличии примесей в пленках в зависимости от технологических условий конденсации. Начало главных пиков в спектре соответствует энергии частиц, отраженных от поверхности пленки. Значительная ширина этих пиков связана с потерями энергии в самих пленках. По потерям энергии в пленках были определены велич-

ны их толщины с точностью  $\pm 10 \text{ \AA}$ , которые с достаточной точностью совпали с аналогичными величинами, полученными при измерении кварцевым датчиком.

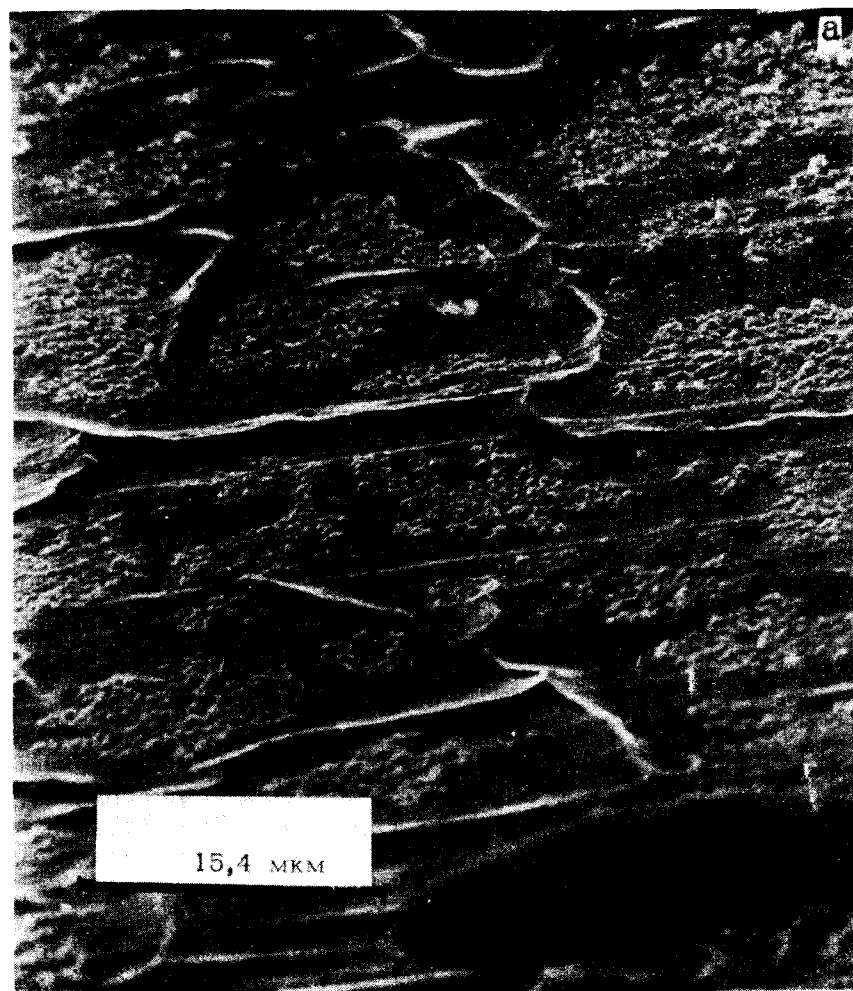
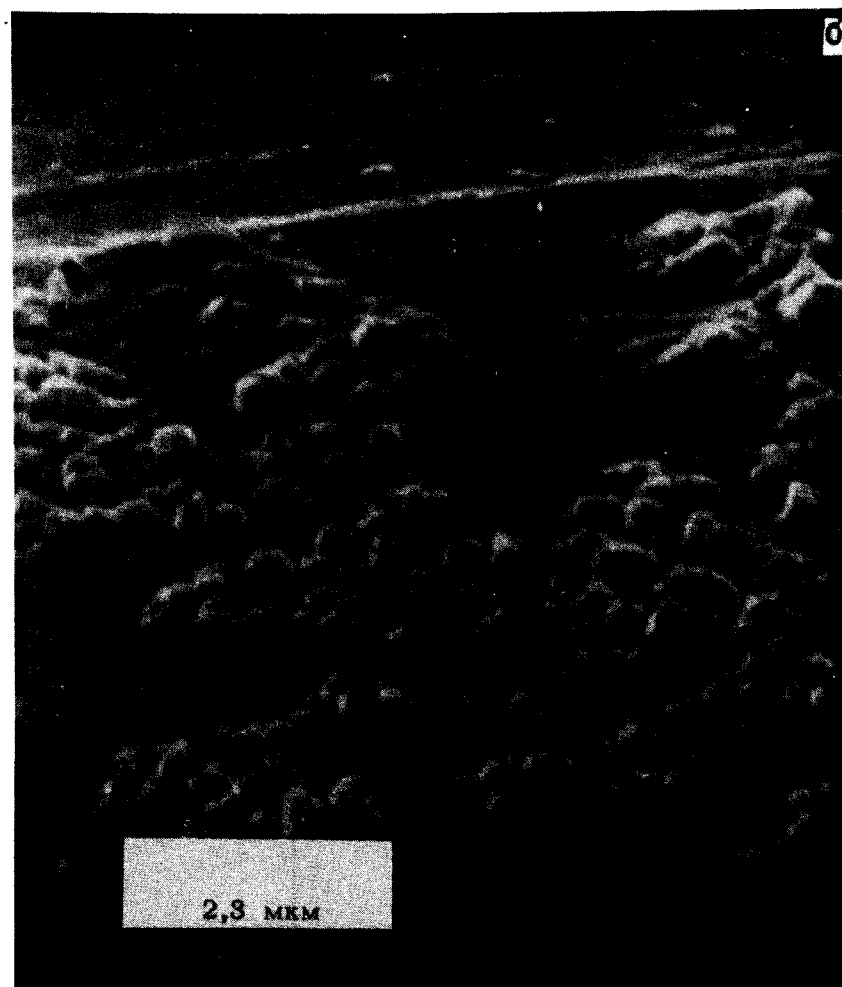


Рис. 5 а,б. Поверхность вольфрамовой пленки на подложке из алюминия при различных увеличениях.

Наибольший интерес для нас представляло содержание в пленках кислорода, так как с его присутствием связано образование и стабилизация  $\beta\text{-W}^{3/2}$  характерным размером кристаллитов порядка  $50 \div 200 \text{ \AA}$ . Фаза  $\beta\text{-W}$  является сверхпроводящей при температуре  $T_C = 4,0 \text{ K}$  /  $\alpha\text{-W}$  переходит в сверхпроводящее состояние при  $T_C = 0,011 \text{ K}^{1/3}$ . Проведенная количественная оценка для



кислорода указывает на малое содержание его в пленках: до 1,2 атом %. На образование  $\beta$ -W существенное влияние оказывает парциальное давление кислорода в камере и скорость конденсации /соотношение числа частиц вольфрама и кислорода на подложке/. Получение чистых однофазных пленок  $\alpha$ -W в нашем случае явилось следствием высокой скорости конденсации вольфрама



Рис. 6. Поверхность разорванной пленки вольфрама на подложке из кремния.

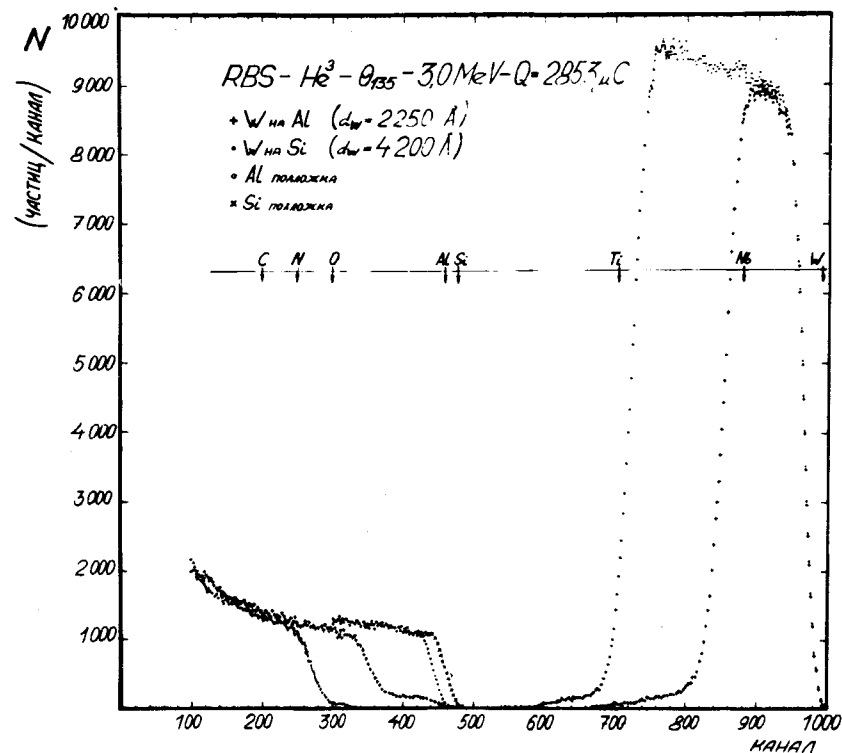


Рис. 7. Энергетический спектр рассеянных частиц  $^3\text{He}$  от пленок вольфрама на подложках из алюминия и кремния и от чистых подложек.

и малого парциального давления кислорода в рабочем объеме. В таблице приведено содержание примесей в полученных пленках вольфрама.

Таблица

Максимальные значения примесей, содержащихся в пленках вольфрама

Элемент	C	N	O	Nb
Содержание в ат. %	0,8	0,6	1,2	1,6

Наличие ниобия в пленках связано с применением в ЭП испарителя термокатодов из ниобиевой проволоки. Естественно, использование вольфрамового термокатода позволит полностью исключить содержание ниобия в конденсатах.

Таким образом, разработанная методика дает возможность получать пленки вольфрама, конденсирующиеся с большими скоростями; от 150 до 1500  $\text{Å мин}^{-1}$ . Испарение вольфрама из ЭП испарителя производится в безмасляном вакууме при давлении не хуже чем  $8 \cdot 10^{-7}$  Тор.

Полученные пленки вольфрама однофазны ( $\alpha - W$ ), текстурны в направлении  $|110|$ , постоянная решетки  $a = 3,163 \div 1,367 \text{ \AA}$ .

Материал и температура подложек не оказывают существенного влияния на структурные свойства конденсатов.

Размеры отдельных кристаллитов в пленках достигают 5000 - 10000  $\text{Å}$ .

Общее содержание примесей в конденсатах вольфрама меньше, чем указано в аналогичных работах других авторов. Содержание кислорода не превышает 1,2 ат. %.

В заключение авторы благодарят сотрудников ЭИ САН в Братиславе Я.Шилдера и Ф.Захара за помощь при снятии рентгенодифрактограмм и сотрудников ИТК САН в Братиславе М.Ковача и Я.Андрика за помощь при исследовании поверхности образцов на сканирующем микроскопе.

#### Литература

1. R. Wagner et al. *J. Vac. Sci. Technol.*, 11, 582 /1974/.
2. Н.И. Балалыкин, Ю.В. Муратов, Н.В. Рубин. ОИЯИ, Р8-6855, Дубна, 1972.
3. S. Basavaiah, S. Pollack. *J. Appl. Phys.*, 39, 5548 /1968/.
4. K. Chopra, M. Randlett, R. Duff. *Appl. Phys. Lett.*, 9, 402 /1966/.
5. P. Petroff et al. *J. Appl. Phys.*, 44, 2545 /1973/.
6. A. Sinha et al. *J. Vac. Sci. Technol.*, 10, 436 /1973/.

Рукопись поступила в издательский отдел  
13 февраля 1976 года.