

# ОСАЖДЕНИЕ ТОНКИХ МЕДНЫХ ПЛЕНОК С ПОМОЩЬЮ ПОТОКОВ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМЫ НА ПОВЕРХНОСТЬ МЕТАЛЛОВ Fe, V, Ti

А. А. Ерискин<sup>1</sup>, В. Н. Колокольцев<sup>2</sup>, Г. С. Спрыгин<sup>2</sup>, П. В. Силин<sup>1</sup>,  
 В. Я. Никулин<sup>1</sup>, А. М. Мезрин<sup>3</sup>, А. И. Гайдар<sup>4</sup>, Е. Н. Перегудова<sup>1</sup>,  
 А. А. Татаринова<sup>5</sup>, Ф. Л. Туан<sup>5,6</sup>, Л. Х. Кхием<sup>7</sup>, А. С. Дорошкевич<sup>5,8</sup>

*В статье описан метод осаждения потоками высокотемпературной плазмы тонких пленок меди ( $\sim 0.5 - 2.5$  мкм толщиной) на поверхность металлов Fe, V и Ti. Для генерации потоков плазмы использовалась установка типа плазменный фокус с энергозапасом  $\sim 4$  кДж. Изучение элементного состава медных пленок осуществлялось методом спектрометрии резерфордовского обратного рассеяния (POP). Помимо Cu на поверхности металлов выявлено наличие атомов C, O, N, H. Установлено, что профили распределения данных элементов и их глубина залегания зависят от материала подложки Fe, V и Ti. Глубина залегания атомов Cu для подложек Fe, V и Ti составила  $\sim 106$ ,  $\sim 120$  и  $\sim 160$  нм, соответственно; для атомов C  $\sim 150$ ,  $\sim 120$  и  $\sim 200$  нм. Обнаружен переходный слой в исходных образцах металлов Fe, V и Ti толщиной  $\sim 0.01$ , 0.5 и 0.2 мкм, соответственно. Он возникает после механической обработки образцов и содержит в себе различные примеси.*

**Ключевые слова:** метод осаждения пленок, спектрометрия резерфордовского обратного рассеяния, плазменный фокус, металлы.

- 
- <sup>1</sup> ФИАН, 119991 Россия, Москва, Ленинский пр-т, 53; e-mail: subzerno@gmail.com.
- <sup>2</sup> Институт металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова РАН, 119334 Россия, Москва.
- <sup>3</sup> Институт проблем механики им. А. Ю. Ишлинского РАН, 119526 Россия, Москва.
- <sup>4</sup> ФГБНУ “Научно-исследовательский институт перспективных материалов и технологий”, 105187 Россия, Москва.
- <sup>5</sup> Объединенный институт ядерных исследований, 141980 Россия, Дубна.
- <sup>6</sup> Ханойский центр облучения, Вьетнамский институт атомной энергии, 100925 Вьетнам, Ханой.
- <sup>7</sup> Институт физики, Вьетнамская академия наук и технологий, 11108 Вьетнам, Ханой.
- <sup>8</sup> ФГБНУ “Донецкий физико-технический институт им. А. А. Галкина”, 283048 Россия, Донецк.

*Введение.* Выполненные исследования обусловлены необходимостью разработки новых материалов, предназначаемых для использования в различных технологиях, например, в микроэлектронике при создании микрочипов, в медицине при создании имплантов и др.

В связи с тенденцией миниатюризации элементов микрочипов широкое распространение получают тугоплавкие металлы и их сплавы, поскольку они по функциональным характеристикам превосходят традиционно используемые медь и алюминий.

Однако общим недостатком тугоплавких металлов является их меньшая проводимость и плохая адгезия к поверхности полупроводника [1–6]. Частично эти проблемы решаются путем нанесения тонких пленок Au, Pd и Ag на поверхность тугоплавких металлов или подбором композиционных слоев из этих металлов. Для этих целей обычно используют метод магнетронного распыления или ионно-лучевого легирования [7–12]. Так как эти металлы достаточно дорогие, то при производстве микросхем стремятся заменить их на более дешевые, например, на Al, Cu. Однако адгезия Cu и Al с поверхностью тугоплавкого металла невысокая [13, 14]. Улучшить качество этих пленок можно за счет высокотемпературной термообработки и химического травления, но при этом имеет место снижение качества микрочипов и уменьшение выхода годной продукции.

В работе предлагается метод напыления тонких пленок меди с использованием плазменных высокоскоростных потоков, получаемых на установке типа плазменный фокус. Для этой цели использовалась установка ПФ-4 (ФИАН) электроразрядного типа с энерговкладом  $\sim 4$  кДж. На установке ПФ-4 можно генерировать высокоскоростные плазменные потоки ( $> 10^7$  см/с), содержащие ионы Cu. При такой скорости ионы Cu проникают под поверхность металла на глубину до нескольких десятков и более нанометров, что улучшает адгезию медной пленки с поверхностью металла.

Предлагаемый метод получения пленок меди, помимо применения в производстве микрочипов, может быть использован и в ряде других технологий материалов:

- для получения сплавов Ti–Cu, которые привлекли широкое внимание благодаря их многообещающему применению в биомедицинских имплантатах с хорошими механическими свойствами и биосовместимостью. Медь является эффективным антимикробным элементом в сплавах на основе титана, обеспечивая долговременные антибактериальные свойства, хорошую износостойкость и хорошую коррозионную стойкость [15–18]. Ванадий увеличивает пластичность и может входить в состав Ti-сплавов [19];
- для получения электрических контактов. Порошковые материалы на основе меди с добавкой 0.25–1.5% Ti применяют в качестве материалов для электрических кон-

тактов, а также электродов для контактной сварки [20]. Использование порошковой металлургии при создании таких материалов с массовым содержанием титана до 1.5% позволяет получить высокую прочность, износостойкость, жаростойкость и эрозионную стойкость. В то же время в этом количестве титан несколько увеличивает электросопротивление меди;

- для получения покрытий на солнечных батареях на борту космических аппаратов. Композиты на основе титана ( $TiO_2$  + добавки W, Co, Cu или Fe) представляют интерес для повышения фотокаталитической активности в видимой области спектра для более эффективного использования солнечной энергии в фотокаталитических процессах разрушения органических загрязнений с помощью известного фотокатализатора  $TiO_2$  [21];

- в качестве аналога магнетронному напылению. Так, в работе [22] исследовано взаимопроникновение железа и меди в тонких двухслойных пленках при послойном магнетронном распылении на кремниевую подложку и фотонном отжиге. Резюмируя результаты, представленные в этой работе, необходимо отметить, что без отжига получаются слабоадгезионные покрытия, а после отжига радикально меняется состав полученных покрытий, образуются новые соединения, увеличиваются толщины ранее нанесенных слоев, что можно отнести к серьезным недостаткам таких способов получения различного рода покрытий;

- для металлизации диэлектриков. В работе [23] описан метод металлизации диэлектрических подложек из стеклокерамики и поликора для нужд микрэлектроники. Авторы этой работы отмечают, что при раздельном напылении ванадия, а затем меди адгезия составляет 0.5–0.6 кг/мм<sup>2</sup>, а при одновременном напылении ванадия и меди адгезия составляет 0.8 кг/мм<sup>2</sup>.

#### *Материалы и методы.*

Метод нанесения медной пленки. Нанесение пленок Cu на образцы металлов Fe, V и Ti осуществлялось на установке типа плазменный фокус ПФ-4 [24] (ФИАН), которая является одной из модификаций устройства Z-пинч, по методике, описанной в [25].

На рис. 1 представлена принципиальная схема установки ПФ-4, которая состоит из системы коаксиальных медных электродов – анода и катода, отделенных друг от друга керамическим изолятором. Электроды изготовлены из бескислородной меди, изолятор – из вакуумно-плотной керамики. Электроды помещены в камеру, заполненную рабочим газом (азотом) при давлении 1.2 Торр. Источником энергии являлась конденсаторная батарея, состоящая из 4 малоиндуктивных конденсаторов типа ИК-40-5

ёмкостью 48 мкФ. При напряжении  $\sim 12$  кВ энергетический вклад в разряд составлял  $\sim 3.6$  кДж. Подача напряжения с батареи конденсаторов на анод ПФ происходила при поступлении пускового импульса на управляющий электрод газонаполненного трехэлектродного разрядника. Характерное время нарастания тока составляет 3 мкс, максимальный ток разряда при заданном напряжении равен 0.3 МА.

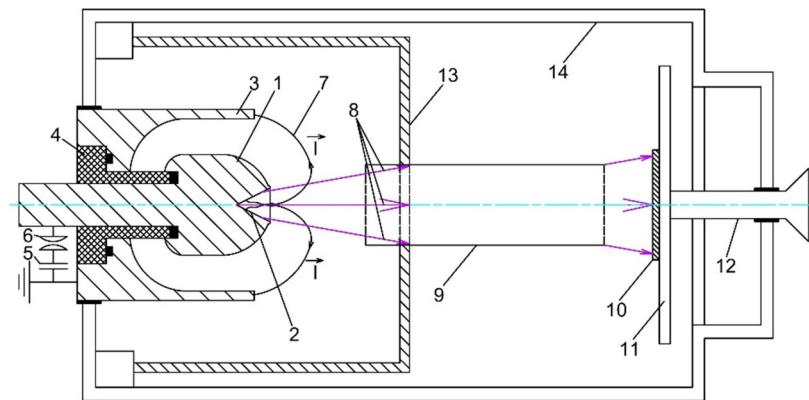


Рис. 1: Схема нанесения Cu пленок на установке ПФ-4: 1 – Cu анод; 2 – коническая выемка в наконечнике; 3 – Cu катод; 4 – изолятор (вакуум-плотная керамика); 5 – конденсаторная батарея; 6 – управляемый газонаполненный трехэлектродный разрядник; 7 – токовая плазменная оболочка; 8 – потоки плазмы рабочего газа и ионов меди; 9 – трубка из стали X18H10T; 10 – образец; 11 – держатель образца; 12 – вакуумный шток; 13 – защитный экран из дюраля; 14 – вакуумная камера.

В процессе работы установки ПФ происходят следующие процессы: фаза формирования скользящего токового разряда над поверхностью изолятора; фаза отрыва электрического разряда от изолятора и формирование токово-плазменной оболочки (ТПО); фаза ускорения ТПО, фаза радиального сжатия ТПО и формирование Z-пинча на оси установки в виде воронки с узкой частью у анода (рис. 1). Процесс сжатия ТПО сопровождается выбросом плазмы рабочего газа (азота) в виде струи со скоростью  $\sim (2 \div 6) \cdot 10^7$  см/с, при электронной плотности в диапазоне  $10^{18} \div 10^{19}$  см $^{-3}$  [26]. Плотность потока энергии в плазменной струе достигает  $10^{10}$  Вт/см $^2$ .

При формировании Z-пинча возникает пучок электронов, направленный в сторону анода, который расплавляет материал анода (медь), что приводит к кумулятивному выбросу плазмы металла (Cu). При этом ионы рабочего газа движутся в сторону образца (рис. 1). Таким образом, на поверхность образцов металлов воздействует плазма металла (Cu), плазма и ионы рабочего газа (азота). Металлическая плазма содержит ионы и

атомы меди, а также различные примеси, поступающие с анодного узла установки ПФ. Скорость плазменных струй зависит от энергетического вклада в разряд.

В работе скорость разлета металлической плазмы (меди), а также плотность потока энергии и электронная плотность в плазменном потоке меди не измерялись, однако, учитывая значительное расстояние от анода до подложки ( $\sim 170$  мм), можно утверждать, что их значения будут намного ниже упомянутых ранее. Даже без трубы скорость плазменного потока уменьшается почти на порядок на расстоянии  $\sim 3$  см [27]. Таким образом, скорость плазмы и атомов меди на выходе из трубы будет на несколько порядков ниже, чем указанная величина  $\sim 10^7$  см/с.

На пути движения плазменных струй располагались мишени: образцы Fe, V и Ti, которые облучались 10 импульсами плазмы (под 1 импульсом подразумевается совместное воздействие всех вышеперечисленных плазменных и ионных потоков за время одного разряда конденсаторной батареи). Образцы облучали без дополнительного нагрева с естественным охлаждением, происходящим в течение интервалов между импульсами  $\sim 3$  мин. Воспроизводимость параметров плазменных струй (плотности потока энергии) контролировали по амплитуде особенностей на осциллограмме производной разрядного тока [24].

При напылении Cu пленок на установке плазменный фокус на подложки поступают химические элементы с конструкционных элементов анодного узла, что может заметно снижать качество пленок. Наряду с этим, вакуумная камера установки используется в других экспериментах, после которых на стенках камеры оседают сторонние химические элементы. Если не ограничивать размеры плазменного потока, то при движении последнего на значительные расстояния от анода, он расширяется и попадает на стенки камеры, огибая подложку. При этом часть атомов примесей десорбируется со стенок камеры и оседает на подложке.

Для предотвращения попадания посторонних примесей на образец верхняя часть разрядной камеры была отделена дюралюминиевым защитным экраном от остальной части (рис. 1). Ее объем составляет  $\sim 160$  см<sup>3</sup> и ограничен конструкцией разрядной камеры. С этой же целью нанесение покрытия осуществлялось через трубку из нержавеющей стали типа X18H10T диаметром 12 мм и длиной 70 мм (рис. 1). При установке трубы размеры плазменного потока ограничиваются и при этом снижается температура плазмы рабочего газа, а также металлической плазмы (меди), что уменьшает повреждение поверхности мишени. Наши предыдущие исследования [25] показали, что материал трубы не имеет существенного значения, так как значительная часть распы-

ленного материала передней части трубки не достигала образца и оседала на внутренней поверхности трубки.

Подготовка образцов и методы определения элементного состава. В экспериментах использовались образцы металлов Fe, V и Ti размером  $\sim 2 \times 20 \times 20$  мм<sup>3</sup>. Образцы были отшлифованы и отполированы до зеркального блеска пастой ГОИ, затем промыты дистиллированной водой и обезжирены этанолом. Элементный состав на поверхности образцов контролировали с помощью сканирующего электронного микроскопа EVO-40 с приставкой для рентгеновского микроанализа.

Распределение химических элементов и глубину их залегания в исходных образцах Fe, V и Ti контролировали методом количественного послойного анализа на атомно-эмиссионном спектрометре тлеющего разряда GDS 850A (LECO).

Толщину пленки Cu определяли на цифровом профилометре XP-200 (производства AMBIOS, США).

Профили распределения химических элементов и глубина залегания Cu в образцах Fe, V и Ti определялись методом резерфордовского обратного рассеяния (POP) ионов гелия с энергией 2.451 МэВ (ОИЯИ, Дубна) [28, 29]. Разрешение детектора 25 кэВ. Результаты обрабатывали по стандартной методике с использованием программы SIMNRA 7.02 [14].

Схема регистрации обратнорассеянных ядер гелия  ${}^4\text{He}^+$  представлена на рис. 2.

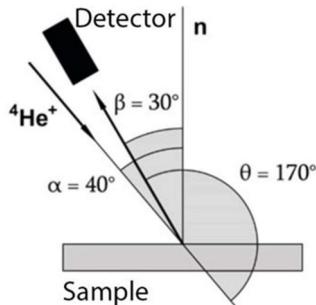


Рис. 2: Схема регистрации обратнорассеянных в образце ионов  $\text{He}^+$ :  $\mathbf{n}$  – нормаль к поверхности образца;  $\alpha$  – угол между падающим пучком ионов и нормалью  $\mathbf{n}$ ;  $\beta$  – угол между нормалью  $\mathbf{n}$  и пучком рассеянных ионов, летящих в детектор;  $\theta$  – угол рассеяния, равный углу между ионами, прошедшими через образец, и рассеянными ионами, летящими в детектор.

На рис. 2 показана геометрия расположения детектора относительно анализирующего пучка ионов  $\text{He}^+$  и исследуемого образца Fe, углы были равны  $\alpha = 40^\circ$ ,  $\beta = 30^\circ$ ,

$\theta = 170^\circ$ . Для образцов V и Ti углы были равны, соответственно, для V:  $\alpha = 10^\circ$ ,  $\beta = 0^\circ$ ,  $\theta = 170^\circ$ ; для Ti:  $\alpha = 0^\circ$ ,  $\beta = 10^\circ$ ,  $\theta = 170^\circ$ .

Угол  $\alpha$  – между нормалью  $\mathbf{n}$  к образцу и направлением падающего луча;  $\beta$  – между нормалью  $\mathbf{n}$  и направлением рассеяния, при котором снимается спектр;  $\theta$  – угол обратного рассеяния.

Метод РОР позволяет обнаруживать тяжелые элементы. Для обнаружения легких элементов необходимо было изменить на скользящий угол падения пучка ионов гелия, соответственно, изменив положение детектора. В этом случае метод имеет название: детектирование упругорассеянных ядер отдачи (ERDA – elastic recoil detection analysis). Для определения профиля распределения концентрации H<sub>2</sub> по глубине (водород всегда присутствует на любом образце, от него практически невозможно избавиться) с использованием метода ERDA перед детектором помещалась Al-фольга. Ее толщина выбиралась такой, чтобы ионы гелия, рассеянные ядрами всех элементов под углом 30°, поглощались в ней практически полностью, а потери энергии протонов отдачи минимизировались.

Определение атомных концентраций и глубин залегания элементов в образцах металлов Fe, V и Ti. Атомные концентрации и глубины залегания элементов в образцах металлов Fe, V и Ti определялись с помощью модельных расчетов. Для определения глубины залегания элементов использовались значения атомной плотности химических соединений Fe, V и Ti [8]. Глубину залегания элементов рассчитывали, исходя из средней плотности слоя, по формуле (1):

$$D = \sum Ci \cdot Pi, \quad (1)$$

$D$  – средняя плотность слоя [ат./см<sup>3</sup>],  $Ci$  – атомная концентрация элемента  $i$  в слое (доля от 100%),  $Pi$  – атомная плотность элемента  $i$  [ат./см<sup>3</sup>].

Для H<sub>2</sub> и O<sub>2</sub> табличные значения  $Pi$  принимались для газов в молекулярном состоянии.

Измерения адгезии. Адгезию пленок меди качественно определяли путем механического истирания при визуальном контроле отражения света от пленки. При наличии пленки Cu наблюдается характерный красно-желтый цвет. По мере утоньшения пленки цвет изменяется, становится более желтым. Истирание поверхности образцов Fe, Ti, V с пленкой Cu на поверхности проводили войлочным диском, смоченным спиртом, с небольшим содержанием полировальной пасты. Количественные измерения параметров адгезии пленок меди на металлических поверхностях не проводились.

*Результаты.* Для исследований выбирались достаточно однородные пленки Cu размером  $\sim 1$  см<sup>2</sup>.

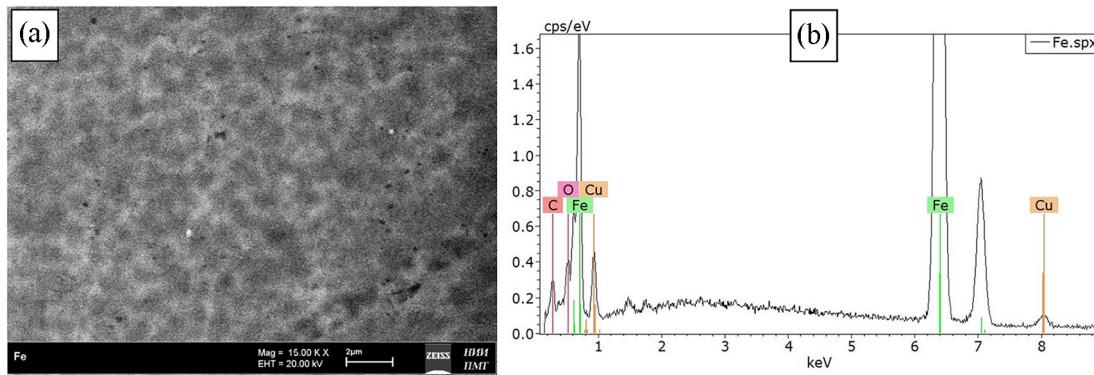


Рис. 3: (a) фотография поверхности медной пленки на железе, полученная с помощью сканирующего электронного микроскопа; (b) спектр элементов.

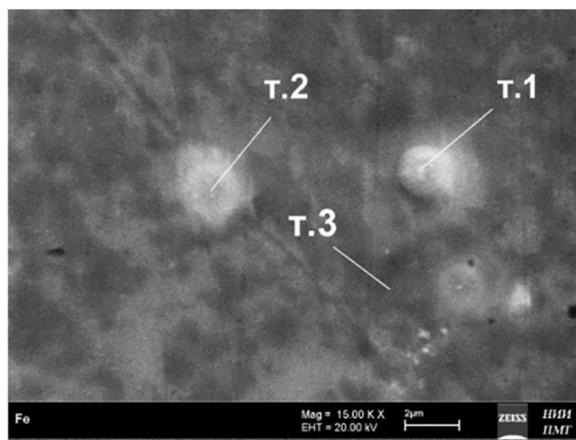


Рис. 4: Фотография поверхности медной пленки на Fe, полученная с помощью сканирующего электронного микроскопа. В точках “T.1”, “T.2” и “T.3” снимались рентгеновские спектры.

На рис. 3(а) показана структура поверхности медной пленки на подложке из железа, полученная с помощью сканирующей электронной микроскопии. Рентгеновский микролитография этой поверхности показан на рис. 3(б). Видно, что помимо материала подложки (Fe) и металла – меди имеется элемент – углерод, избавиться от которого не представлялось возможным. Накопление углерода в установке ПФ-4 с течением времени в основном связано с разрушением вакуумного уплотнительного кольца, изготовленного из

капролона. Поступление углерода и железа с нержавеющей трубки при взаимодействии с плазмой при этом незначительно. Концентрация азота незначительна и неотличима от фона на рис. 3(b), в связи с чем маркер для азота был отключен на всех спектрах.

На рис. 4 показаны три области (точки), рентгеноструктурный микроанализ из которых представлен на рис. 5, 6. “T.2” – оголенный участок, где присутствует только материал подложки – Fe (см. рис. 5(b)). “T.1” – микрочастица материала трубы, через которую облучалась подложка, состоящая в основном из элементов Si, Al, C и O (см. рис. 5(a)). Разумеется, эта микрочастица может содержать и железо (Fe), являющееся основой этой стали, из которой изготовлена трубка, рентгеноструктурный микроанализ которой представлен на рис. 6(b). “T.3” – пленка меди, спектр которой показан на рис. 6(a) и очень похож на спектр, показанный на рис. 3(b). Присутствуют незначительные примеси Si, Al, C, O.

Для трубы из нерж. стали в табл. 1 представлены значения концентраций элементов, обнаруженных с помощью рентгеновского микроанализа (соответствуют спектру на рис. 6(b)).

Таблица 1

*Концентрация элементов, входящих в состав трубы из нержавеющей стали типа X18H10T, через которую напылялись медные покрытия.*

*Данные соответствуют рис. 6(b)*

Spectrum: H18N10T.spx					
Element	AN unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	C Atom. [at.%]	C Error	(1 Sigma) [wt.%]
Carbon	6	4.04	3.96	15.98	0.95
Silicon	14	0.22	0.22	0.38	0.04
Chromium	24	12.23	11.99	11.18	0.37
Iron	26	74.84	73.36	63.67	2.02
Nickel	28	10.32	10.12	8.36	0.33
Titanium	22	0.26	0.25	0.25	0.04
Aluminium	13	0.10	0.10	0.18	0.04
Total:	102.02	100.00	100.00		

На рис. 7((a)–(f)) показаны профили распределения элементов в исходных образцах Fe, V и Ti, полученные методом количественного послойного анализа. На поверхности образцов видны примеси C, O, H и N – основные компоненты воздуха и воды. На глубине

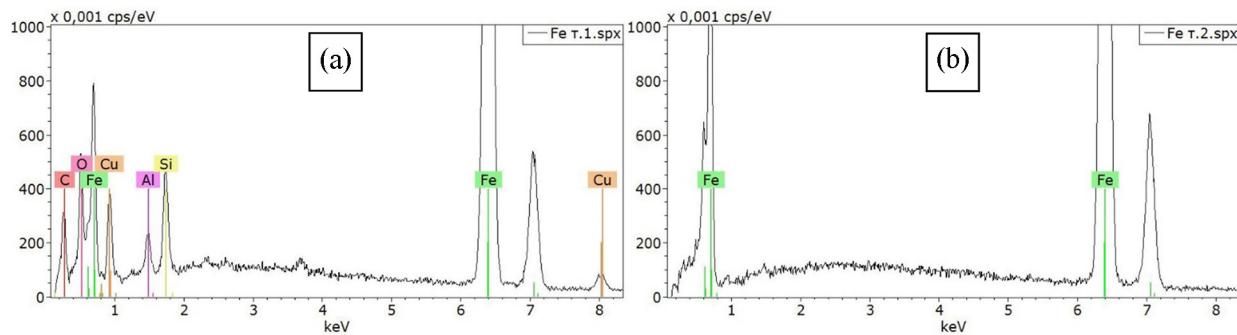


Рис. 5: (a) спектр элементов на поверхности пленки Cu на Fe в точке “T.1” на рис. 4; (b) спектр элементов на поверхности пленки Cu на Fe в точке “T.2” на рис. 4.

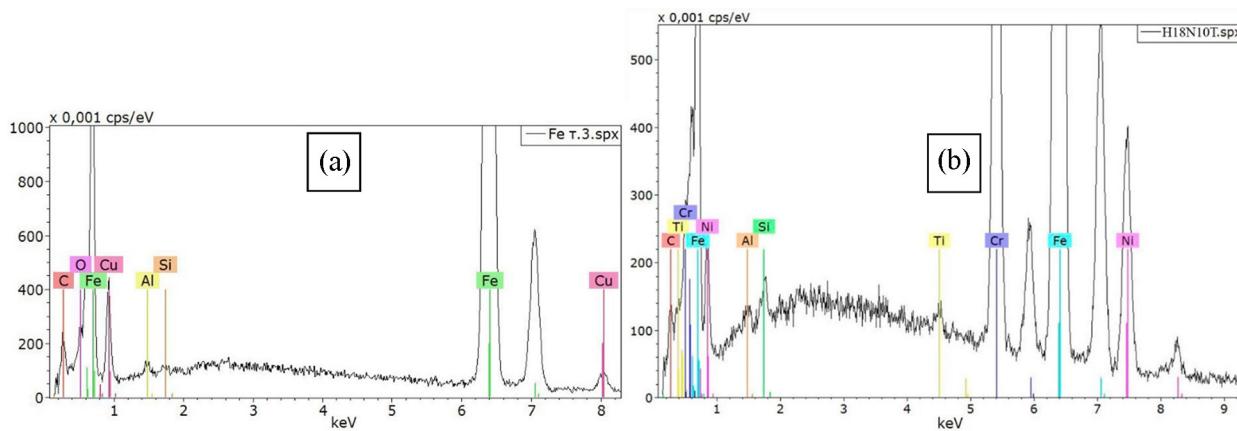


Рис. 6: (a) спектр элементов на поверхности пленки Cu на Fe в точке “T.3” на рис. 4; (b) спектр элементов трубки из нержавеющей стали типа X18H10T.

более  $\sim 5$  нм (приблизительная толщина окисного слоя) начинается переходный слой, толщина которого зависит от плотности металла – 0.01 мкм (Fe); 0.5 мкм (V); 0.2 мкм (Ti). Переходный слой возникает при механической обработке подложек и полировке, когда нарушается структура металла на границе между газовой средой и металлической поверхностью. Как видно из приведенных результатов, при одинаковых условиях обработки поверхности переходный слой у металлов Fe, V и Ti имеет разную толщину, что определяется различными физическими свойствами поверхности этих металлов.

Видно, что на поверхности исходных образцов металла присутствуют большие количества N и C, тогда как O и H наблюдаются в меньших концентрациях. Наличие этих элементов связано с поглощением пленками газов: паров  $\text{CO}_2$ ,  $\text{N}_2$  и  $\text{H}_2\text{O}$  из атмосферы. Частицы Fe и Si попадают в образцы V и Ti при шлифовании на стеклянной

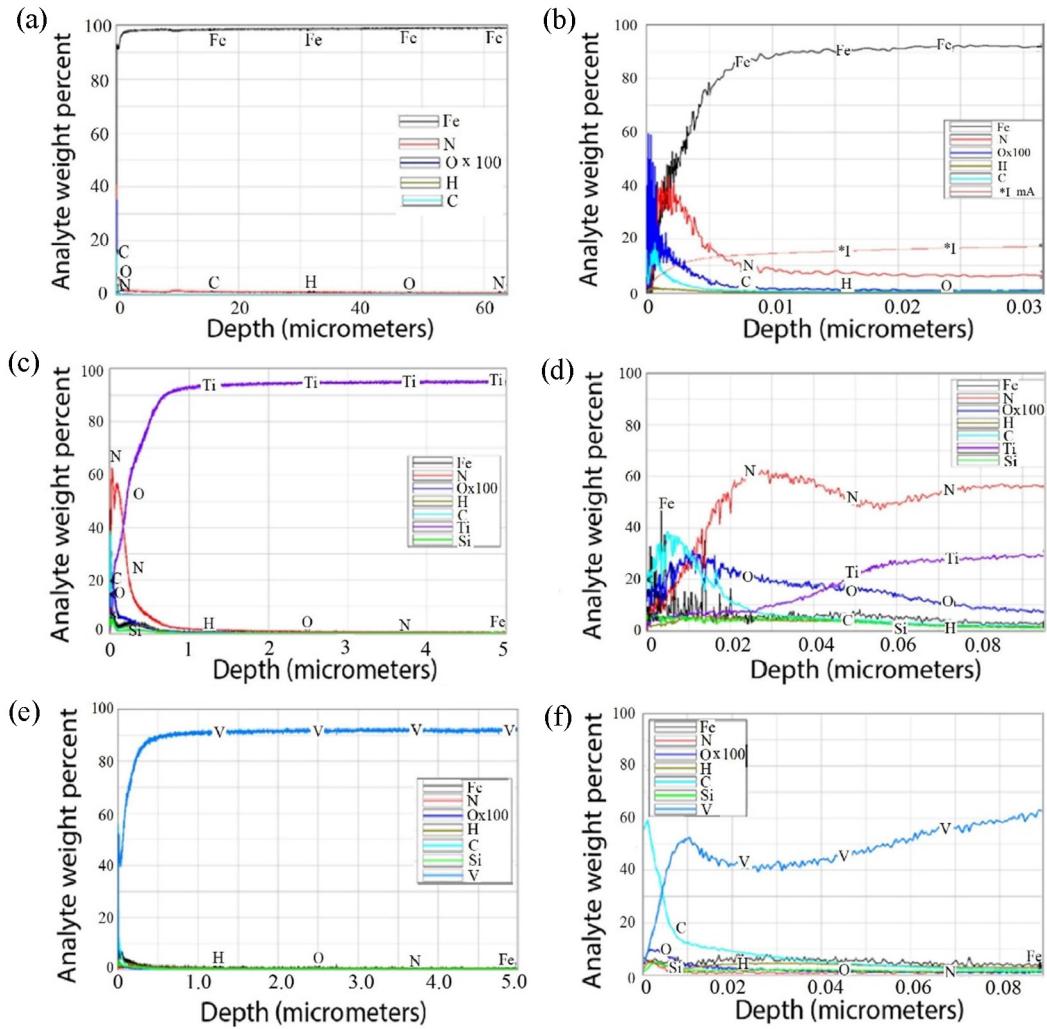


Рис. 7: Профили распределения и концентрации элементов в исходных образцах: Fe ((a), (b)), V ((c), (d)) и Ti ((e), (f)) по данным послойного количественного анализа.

пластине и со стального приспособления. Глубина проникновения примесей в Fe достигает  $\sim 20$  мкм (рис. 7(a)); в V и Ti составляет  $\sim 5$  мкм (рис. 7(c), (e)). Параметр  $I^*$  (рис. 7(b)) – ток плазмы в атомно-эмиссионном спектрометре тлеющего разряда GDS 850A. До 0.005 мкм ток стабилизируется и все показатели учитывать не следует.

На рис. 8((a), (c), (e)) представлены спектры POP образцов Fe, V и Ti (экспериментальная кривая 1) с нанесенными пленками. Рассчитанные спектры (кривая 2), представляющие собой сумму всех парциальных спектров, связанных с рассеянием ионов гелия  ${}^4\text{He}^+$  ядрами элементов, составляющих пленки Cu на поверхности образцов Fe, V и Ti – C, O, Cr и Fe [30].

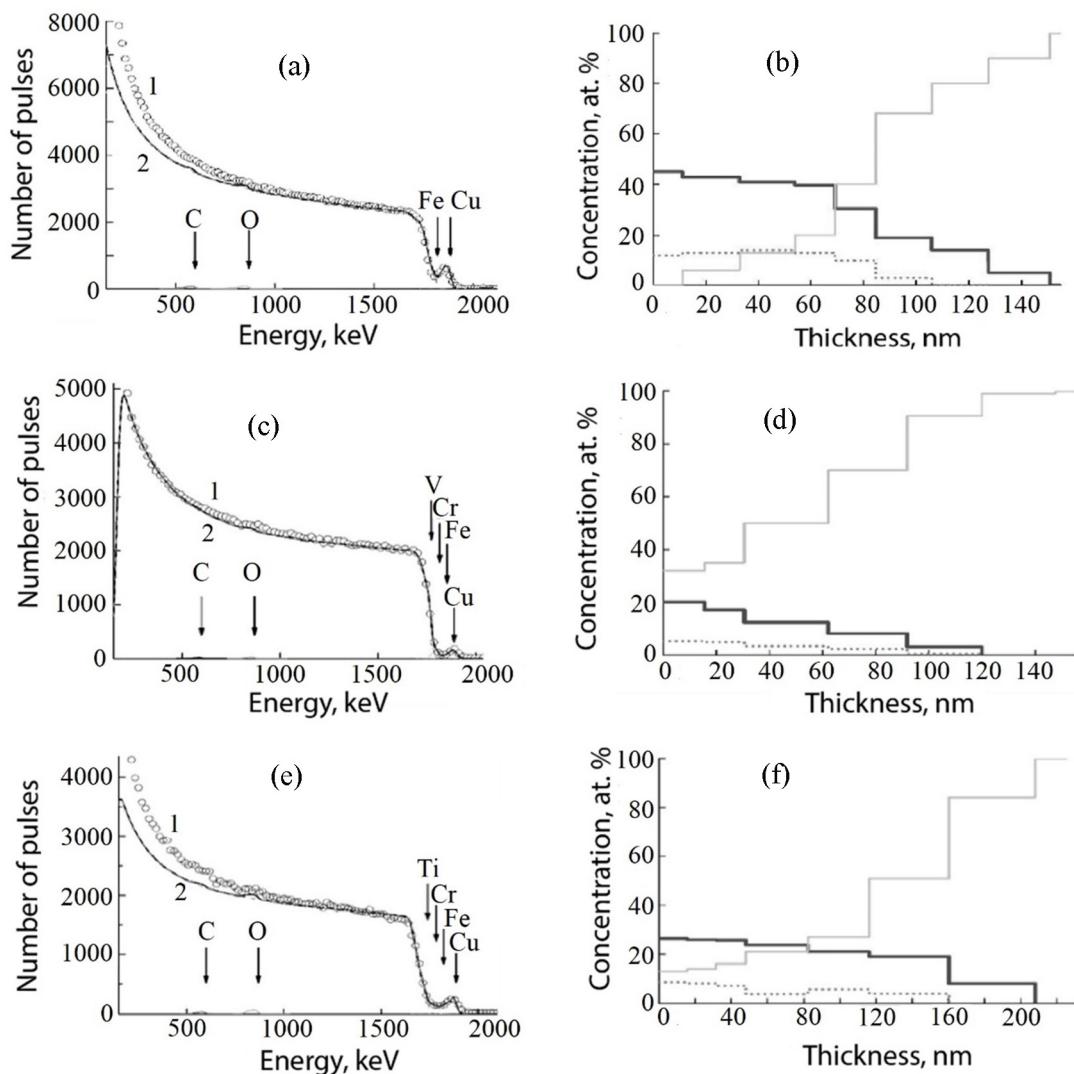


Рис. 8: Экспериментальный (1) и рассчитанный по программе SIMNRA (2) спектр обратного рассеяния ионов  ${}^4\text{He}^+$  в образцах Fe ((a), (b)), V ((c), (d)) и Ti ((e), (f)): углерод (C) – сплошная черная линия; медь (Cu) – пунктир; материал подложки – Fe, V и Ti – сплошная серая линия.

Азот, скорее всего, тоже присутствует (как и в исходных образцах), но его пик сливаются с пиком кислорода, поэтому его концентрацию в данном случае было невозможно точно определить без прибегания к другим методам. При моделировании в программе SIMNRA было принято решение не пытаться как-то делить суммарную концентрацию на N и O, а присвоить ее одному элементу (O) для упрощения процесса моделирования, а также в соответствии с микрорентгеновским анализом.

ERDA-спектры, на которых виден пик водорода, не представлены, но полученные с их помощью глубинные профили распределения концентрации водорода учитывались при моделировании POP-спектров, показанных на рис. 8 ((a), (c), (e)).

Следует отметить, что на спектр POP (рис. 8) также влияют и другие химические элементы (рис. 5(a), 7), но их влияние незначительно из-за низкой концентрации. Заметим также, что пленки Cu в работе не исследовались методом послойного анализа на атомно-эмиссионном спектрометре GDS 850A, что было связано с необходимостью иметь достаточно однородные пленки размером  $\sim 20 \times 20$  мм<sup>2</sup>. Получать пленки Cu таких размеров на установке плазменный фокус ПФ-4 не представляло возможным. На рис. 9((a), (b)) показаны профили поверхности металлов V и Fe после нанесения на них медных пленок.

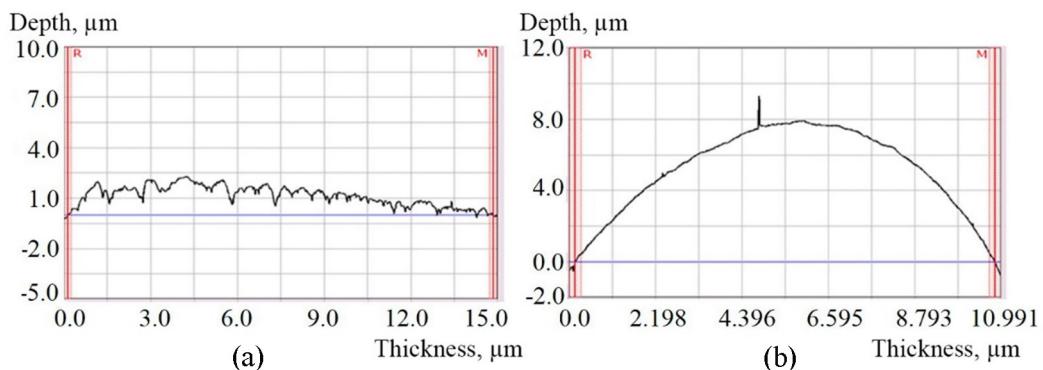


Рис. 9: Профиль поверхности Cu-пленки на образце V (a) и образце Fe (b).

Медные пленки на образце V имели толщину в пределах 0.5–2.5 мкм. В случае образцов Fe и Ti определить толщину пленки не удалось из-за недостаточной планарности образцов. В этом случае профилометр сканирует профиль поверхности образца, по которому практически невозможно определить толщину пленки (рис. 9(b)).

*Обсуждение.* Из результатов (рис. 8) следует, что глубина проникновения атомов C в Fe составляет  $\sim 150$ , в V  $\sim 120$  и в Ti  $\sim 210$  нм.

Глубина залегания атомов Cu зависит от плотности металла Fe (7.86 г/см<sup>3</sup>)  $\sim 105$ , V (6.11 г/см<sup>3</sup>)  $\sim 120$  и Ti (4.51 г/см<sup>3</sup>)  $\sim 160$  нм. Большая глубина залегания Cu в Ti связана с меньшей плотностью Ti и его оксидов по сравнению с Fe и V. Эти соображения подтверждаются данными о плотности основных оксидов металлов Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 5.24 г/см<sup>3</sup>, V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 4.87 г/см<sup>3</sup> и TiO<sub>2</sub> – 4.25 г/см<sup>3</sup> [31].

Исходные образцы металлов Fe, V и Ti в тонких поверхностных слоях  $\sim 5$  нм содержат около нескольких массовых процентов различных примесей C, O, H, N и других.

Глубина залегания этих примесей в небольших концентрациях для железа может достигать  $\sim 20$  мкм (рис. 7(а)). В ванадии и титане глубина залегания составляет около 5 мкм (рис. 7(с), (д)).

Таким образом, атомы Си, проникая на глубину около 100–150 нм, находятся в переходном слое металла, легированном различными примесями. Этот слой будет оказывать заметное влияние на электрические и механические свойства медных пленок [32, 33].

Пленки Си имеют неоднородную структуру островкового типа, на что указывает профиль сканирования (рис. 9(а)), а также данные со сканирующего электронного микроскопа (рис. 3). Учитывая, что в микроэлектронике используются проводящие дорожки с определенной толщиной в несколько сотен нанометров и менее, можно ожидать проникновения Си на достаточную глубину в толщину материала подложки, что должно обеспечить хорошую адгезию.

Несмотря на локальную довольно высокую шероховатость поверхности пленок (рис. 9(а)), медные пленки могут быть достаточно однородными на относительно больших площадях (рис. 3).

Анализируя поверхность полученных медных пленок (рис. 3(а)), можно сказать, что неконтролируемые примеси, поступающие с внутренней поверхности трубы из нержавеющей стали, в основном лежат на поверхности в виде микрочастиц, которые при необходимости можно удалить. Кроме того, в ПФ возможна очистка поверхности последующими импульсами от микрочастиц, находящихся на поверхности подложки.

*Выходы.* На установке “Плазменный фокус” были получены медные пленки достаточно однородного состава. Обнаружено незначительное содержание неконтролируемых примесей Si, Al, C, O. Толщина пленок меди на поверхности металлов железа, ванадия и титана составляет  $\sim 0.5\text{--}2.5$  мкм и имеет островковую структуру.

Определены профили и концентрации элементов С, О, Н и Н на поверхности исходных образцов металлов Fe, V и Ti. Показано, что на поверхности металлов в исходном состоянии существует “рыхлый” переходный слой толщиной до  $\sim 500$  нм, который может влиять на свойства медных пленок и их адгезию. Глубина проникновения атомов Си в этот слой составляет: для Fe  $\sim 100$  нм; для V  $\sim 120$  нм; для Ti  $\sim 160$  нм.

В случае V и Ti медь проникает в переходный слой с небольшим ( $\sim 5\text{--}20$  нм) окисным слоем на поверхности, в случае же Fe, величина переходного слоя в котором составляет 0.01 мкм, глубина проникновения меди в 10 раз больше этого переходного слоя и составляет  $\sim 100$  нм – здесь медь проникает также и в недеформированный металл под переходным слоем.

Авторы выражают благодарность к.т.н. И. В. Боровицкой за помощь в подготовке образцов металлов, и А.П. Кобзеву за исследование образцов методами РОР и ERDA.

Исследование выполнено в рамках государственных заданий РФ № 075-00715-22-00 и 0023-2022-0004, проекта H2020/MSCA/RISE/SSHARE номер 871284, проекта RO-JINR № 366/2021 п. 84, проекта сотрудничества Сербия – ОИЯИ № 178 2021 п. 7 и 8, гранта ICP.2022.04, Вьетнам, Международный центр физики при Институте физики.

## Л И Т Е Р А Т У Р А

- [1] T. Chen, Y. Liu, *Semiconductor nanocrystals and metal nanoparticles: Physical Properties and Device Applications*, in: *Advances in Materials Science and Engineering* (Boca Raton, CRC Press, 2017). <https://doi.org/10.1201/9781315374628>.
- [2] В. И. Калита, Д. И. Комлев, *Плазменные покрытия с нанокристаллической и аморфной структурой* (М., Лидер М, 2008).
- [3] М. Шмаков, В. Паршин, Технологии в электронной промышленности **2**, 64 (2007).
- [4] Н. Айнспрук, Д. Браун, *Плазменная технология в производстве СБИС* (М., Мир, 1987).
- [5] A. Lyubchyk, S. A. Filonovich, T. Mateus, et al., Thin Solid Films **591**, 25 (2015). <https://doi.org/10.1016/J.TSF.2015.08.016>.
- [6] T. L. Makarova, I. Zakharchuk, P. Geydt, et al., Carbon **96**, 1077 (2016). <https://doi.org/10.1016/J.CARBON.2015.10.065>.
- [7] С. Н. Салтыков, А. М. Ховив, Конденсированные среды и межфазовые границы **12**(1), 61 (2010).
- [8] Т. А. Седнева, Э. П. Локшин, М. Л. Беликов, А. Т. Беляевский, Неорганические материалы **50**(11), 1195 (2014). <https://doi.org/10.7868/S0002337X14110165>.
- [9] А. А. Тихонов, Д. А. Филиппов, И. Н. Маничева, Патент России на изобретение RU 2682504 C1 от 05.12.2017, опубликован 19.03.2019.
- [10] J. Meyer, *Ion implantation in semiconductors: silicon and germanium* (New York, Academic Press, 2012).
- [11] E. G. Petrov, Ye. V. Shevchenko, V. V. Gorbach, et al., AIP Adv. **12**(10), 105020, 1 (2022). <https://doi.org/10.1063/5.0119257>.
- [12] E. G. Petrov, V. V. Gorbach, A. V. Ragulya, et al., J. Chem. Phys. **153**(084105), 1 (2020). <https://doi.org/10.1063/5.0018574>.
- [13] Л. Борыняк, Ю. Непочатов, Технологии в электронной промышленности **5**, 67 (2007).
- [14] И. И. Климацев, В. А. Иовдальский, *Основы технологии и конструирования ГИС СВЧ-диапазона* (М., Техносфера, 2006).

- [15] M. Pezhman, R. A. Mohammad, B. L. Hengame, et al., Mater. Today Bio **17**(100447), 1 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.mtbiol.2022.100447>.
- [16] H. Donthula, B. Vishwanadh, T. Alam, et al., Acta Mater. **168**, 63 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.01.044>.
- [17] W. Xiang, Zh. Lin-Jie, N. Jie, N. Suck-Joo, Mater. Sci. Eng.: A **833**(142316), 1 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142316>.
- [18] W. Haodong, Yu Chun, Yu Zhiyuan, et al., Mater. Sci. Eng.: A **885**, 145599 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145599>.
- [19] L. Danyang, F. Guohua, H. Xiaoxu, et al., Acta Mater. **206**(116627), 1 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.116627>.
- [20] Л. А. Рябичева, О. П. Гапонова, Деформация и разрушение материалов **4**, 9 (2013).
- [21] М. Л. Беликов, Т. А. Седнева, Э. П. Локшин, Неорганические материалы **56**(7), 762 (2020). DOI: 10.31857/S0002337X20060020.
- [22] С. Н. Салтыков, А. М. Ховив, Конденсированные среды и межфазные границы **12**(1), 61 (2010).
- [23] В. И. Чипурин, И. А. Семёнов, Патент России на изобретение RU 2224389 С2 от 04.06.2002, опубликован 20.02.2004.
- [24] S. P. Eliseev, V. Ya. Nikulin, A. V. Oginov, A. A. Tikhomirov, Probl. At. Sci. Technol., Ser.: Plasma Phys. **12**, 147 (2006).
- [25] В. Н. Колокольцев, В. С. Куликаускас, Г. Г. Бондаренко и др., Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования **1**, 41 (2017). DOI: 10.7868/S0207352817010139.
- [26] С. Н. Полухин, В. Я. Никулин, П. В. Силин, Физика плазмы **48**(4), 328 (2022). DOI: 10.31857/S0367292122040114.
- [27] А. Н. Майоров, В. Я. Никулин, А. В. Огинов, А. М. Жукешов, Краткие сообщения по физике ФИАН **42**(7), 3 (2015). DOI: 10.3103/S1068335615070015.
- [28] А. П. Кобзев, Элементный анализ наноструктур на пучках заряженных частиц. Под ред. Сисакяна А. Н. *Ядерная физика и нанотехнологии. Ядерно-физические аспекты формирования, изучения и применения наноструктур* (ОИЯИ, Дубна, 2008).
- [29] L. Feldman, J. Mayer, *Fundamentals of surface and thin films analysis. Monograph* (North-Holland, New York, 1986).
- [30] M. Mayer, “SIMNRAUsersGuide”, (n.d.). <http://portal.if.usp.br/lamfi/sites/portal.if.usp.br.ifusp/files/simnra.pdf> (accessed April 23, 2025).
- [31] Е. К. Казенас, Ю. В. Цветков, *Испарение оксидов* (М., Наука, 1997).
- [32] V. N. Kolokol'tsev, I. V. Borovitskaya, L. I. Ivanov, et al., Inorg. Mater.: Applied Research **2**(2), 167 (2011). <https://doi.org/10.1134/S2075113311020134>.

- [33] В. Н. Колокольцев, И. В. Боровицкая, В. Я. Никулин, Физика и химия обработки материалов **6**, 18 (2008).

Поступила в редакцию 14 апреля 2025 г.

После доработки 9 июля 2025 г.

Принята к публикации 28 августа 2025 г.