

02,13

## Технология изготовления высококачественных туннельных переходов на основе Nb|Al-AlN|NbN

© А.М. Чекушкин, Л.В. Филиппенко, М.Ю. Фоминский, В.П. Кошелец

Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН,  
Москва, Россия

E-mail: chekushkin@hitech.cplire.ru

Поступила в Редакцию 29 апреля 2022 г.

В окончательной редакции 29 апреля 2022 г.

Принята к публикации 12 мая 2022 г.

Представлено описание технологии изготовления туннельных переходов сверхпроводник–изолятор–сверхпроводник (СИС) высокого качества с предельными характеристиками: значение энергетической щели  $V_g = 3.2–3.4$  мВ, плотность туннельного тока  $J$  до  $35$  кА/см<sup>2</sup>, параметр качества  $R_j/R_n$  (отношение подщелевого сопротивления к сопротивлению в нормальном состоянии) до 30, площади переходов до  $1$  мкм<sup>2</sup>. СИС-переходы включены в микрополосковую линию NbTiN|SiO<sub>2</sub>|Al.

**Ключевые слова:** сверхпроводниковые устройства, туннельный переход сверхпроводник–изолятор–сверхпроводник, плазмохимическое травление.

DOI: 10.21883/FTT.2022.10.53080.49NN

### 1. Введение

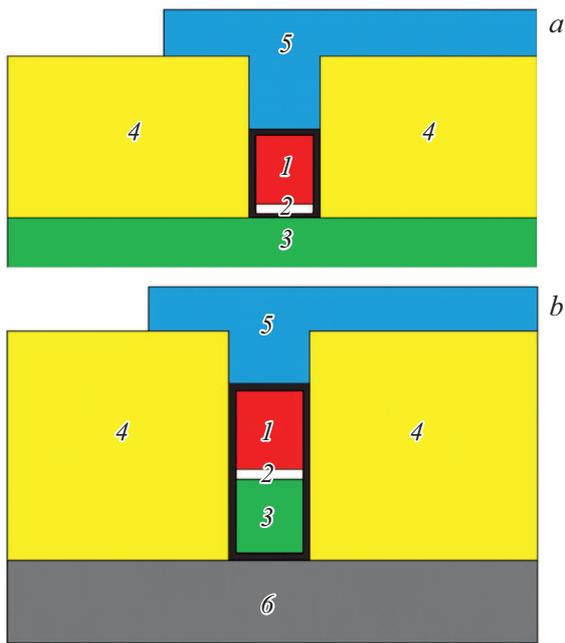
Современные задачи радиоастрономии предъявляют высокие требования к качеству и параметрам используемых СИС-приемников. Для приемников с рабочими частотами до 1 ТГц, например [1,2], ключевыми параметрами являются высокая прозрачность туннельного барьера (токи  $35$  кА/см<sup>2</sup> и выше), субмикронные площади туннельного перехода ( $1$  мкм<sup>2</sup> и ниже), а также малые токи утечки на сопротивлениях ниже щелевого напряжения. Джозефсоновские переходы на основе Nb с туннельным барьером из оксида алюминия (Nb|Al-AIO<sub>x</sub>|Nb) не позволяют реализовать требуемые параметры [3,4], поэтому для решения поставленных задач было предложено использовать джозефсоновские туннельные переходы на основе Nb|Al-AlN|NbN [5]. Выбор барьера из нитрида алюминия обусловлен тем, что барьер из оксида алюминия (AIO<sub>x</sub>) при значениях произведения площади перехода  $S$  на его сопротивление в нормальном состоянии  $R_n R_n S \approx 20$  Ω · мкм<sup>2</sup> и менее деградирует, что приводит к ухудшению вольт-амперных характеристик (ВАХ). Кроме того, важным преимуществом барьера из нитрида алюминия является возможность использовать NbN в качестве верхнего электрода туннельной структуры. Это, в свою очередь, позволяет увеличить щелевое напряжение с  $2.8$  мВ для структур из ниобиевых электродов до  $3.7$  мВ для электродов из Nb и NbN.

### 2. Изготовление

Существует ряд методов изготовления джозефсоновских переходов. Наиболее развитой, надежной и хорошо воспроизводимой является технология изготовления СИС-переходов на основе ниобия и его соединений

при помощи планарных многослойных структур. В зависимости от поставленных задач, в качестве подложки для образцов выбирается либо высокоомный кремний ( $> 10000$  Ω · см), либо аморфный кварц. Процесс изготовления образцов на основе СИС-переходов можно разделить на следующие основные этапы (рис. 1): формирование слоя базового электрода, формирование слоя СИС-переходов, анодизация и напыление изоляции, формирование слоя верхнего электрода и слоя золотых контактов. При усложнении технологии изготовления могут возникать и дополнительные этапы, например слой изоляции, дополнительные слои металлизации, если необходимо сформировать различные линии передач (микрополосковые, копланарные или их объединение). На выбранную подложку методом магнетронного распыления наносится слой Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> толщиной  $100$  нм. Этот слой необходим, чтобы избежать травления материала подложки при последующих технологических операциях. В работе использовано два способа формирования СИС-переходов для структуры Nb|Al-AlN|NbN: травлением верхнего слоя NbN и травлением трехслойной структуры насквозь. Последний необходим для создания приемных структур с рабочей частотой до 1 ТГц, что существенно превышает „щелевую“ частоту ниобия ( $700$  GHz); в качестве нижнего электрода приемного элемента использовалась пленка сверхпроводника NbTiN с большей величиной энергетической щели, а в качестве верхнего — пленка Al.

Важным критерием при разработке технологической карты для изготовления образцов является минимальный воспроизводимый элемент микроэлектронной структуры. Методы химического жидкостного травления в этом плане имеют существенные ограничения, связанные с изотропным травлением, и не позволяют воспроизводимо получать элементы субмикронных размеров. Метод сухого травления позволяет преодолеть



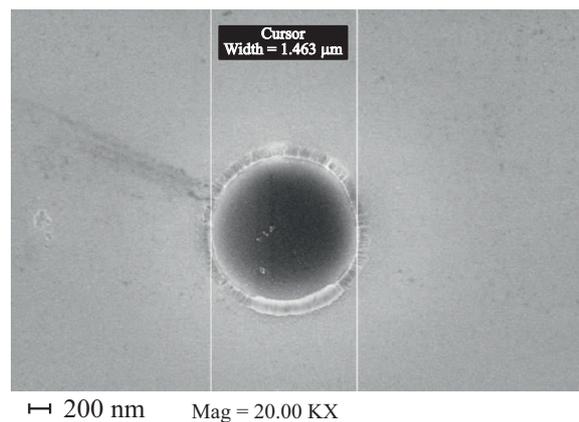
**Рис. 1.** Латеральный разрез СИС-перехода. *a)* Схема формирования СИС-перехода при помощи одного травления: 1 — NbN (толщина 80 nm) (стравливаемый слой); 2 — Al-AlN (толщина 7–1 nm соответственно), 3 — Nb (толщина 200 nm), этот слой выполняет роль базового электрода; 4 — слой изолятора SiO<sub>2</sub> толщиной 250 nm; 5 — верхний электрод, выполняемый из алюминия (толщина 300 nm). *b)* Схема формирования СИС-перехода при помощи сквозного травления трехслойной структуры: 1 — NbN (толщина 80 nm); 2 — Al-AlN (толщина 7–1 nm соответственно); 3 — Nb (толщина 80 nm); 6 — NbTiN (толщина 325 nm), который выполняет роль базового электрода; 4 — слой изолятора SiO<sub>2</sub> (толщина 350 nm); 5 — верхний электрод, выполняемый из алюминия (толщина 450 nm).

эту проблему. Кроме того, он обладает рядом преимуществ по сравнению с жидкостным химическим травлением: процесс сухого химического травления позволяет существенно повысить точность изготовления образцов требуемого размера, исключить из производства большое количество токсичных веществ, уменьшить степень бокового подтравки, уменьшить количество побочных продуктов травления по сравнению с жидкостным химическим травлением.

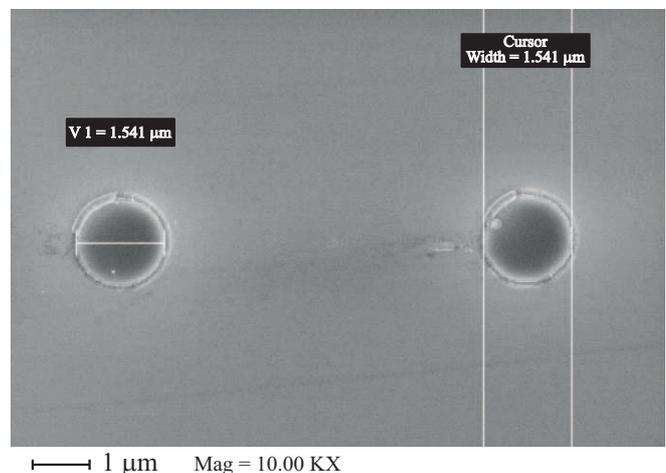
Для изготовления образцов с одним травлением на подложке при помощи фоторезистивной маски формируется паттерн нижнего электрода. Затем в едином вакуумном цикле происходит напыление СИС-структуры Nb|Al-AlN|NbN с характерными толщинами слоев 200|7(1)|80 nm. Затем в диметилформамиде, нагретом до 60°C, происходит удаление фоторезиста с нанесенным на него металлическим слоем методом взрывной литографии (lift-off). После этого с помощью фоторезистивной маски формируется слой, определяющий геометрию СИС-переходов. Далее в установке плазмохимического травления в атмосфере газа CF<sub>4</sub>

происходит травление верхнего слоя NbN, анодизация поверхности Nb и торцов СИС-переходов, напыление слоя изоляции SiO<sub>2</sub>, после чего происходит лифт-офф. Финальным этапом изготовления является напыление верхнего электрода из алюминия.

Были произведены эксперименты по изучению точности и равномерности травления СИС-переходов микронного размера. Образцы при этом травилась в атмосфере CF<sub>4</sub>, под давлением  $8 \cdot 10^{-2}$  mbar. Равномерность травления изучалась на площади  $15 \times 15$  mm<sup>2</sup>, а размеры контролировались при помощи сканирующего электронного микроскопа. На этой площади были изготовлены СИС-переходы одинакового диаметра: 1.5 μm. Полученные размеры СИС-переходов при однослойном травлении Nb составили: минимум 1.46 μm (рис. 2), максимум 1.54 μm (рис. 3). Разница составила 80 nm, а отклонение от заданного размера составило 40 nm. Примечательно, что образцы, расположенные в непосредственной близости друг от друга, имеют одинаковые размеры (рис. 3). Кроме того, наблюдался градиент изменения линейного



**Рис. 2.** Фотография СИС-перехода в СЭМ и измеренный диаметр перехода.



**Рис. 3.** Фотография СИС-переходов в СЭМ. Измеренные диаметры переходов.

размера перехода: самый большой находился слева внизу подложки, а самый маленький справа сверху.

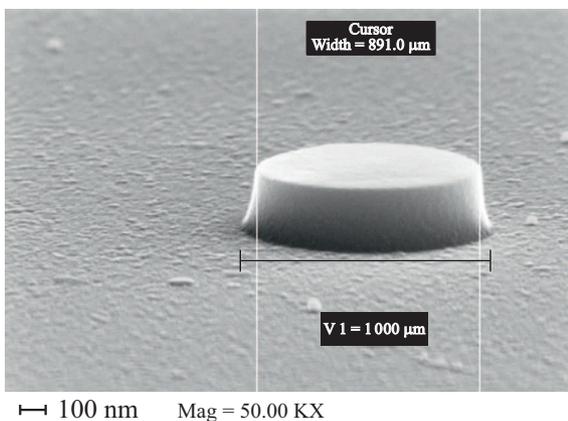
В рамках изучения влияния присутствия кислорода при плазмохимическом травлении был проведен следующий эксперимент: была изготовлена трехслойная структура Nb|Al-AlN|NbN (80|7|80 nm), затем была изготовлена резистивная маска на основе электронного резиста ma-N2403, затем для лучшей точности было произведено формирование окон для СИС-переходов методом электронной литографии, дозы засветки использовались одинаковые. Диаметр окна — 1  $\mu\text{m}$ . При помощи сканирующего электронного микроскопа контролировались следующие параметры: диаметр окна в резисте после проявления резиста, диаметр резиста и диаметр окна после процедуры травления. Травление проводилось в двух режимах:

1.  $\text{CF}_4$ , мощность 50 W, давление  $8 \cdot 10^{-2}$  mbar.
2.  $\text{CF}_4 + 3\% \text{O}_2$ , мощность 50 W, давление  $8 \cdot 10^{-2}$  mbar.

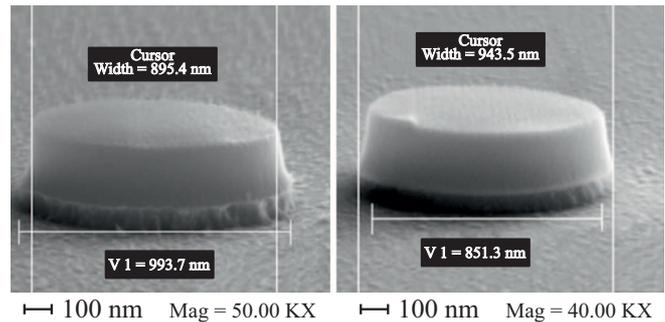
В нашем эксперименте контролировалась не только скорость травления, но и профиль травления — как у резиста, так и у металла. Это стало возможным благодаря сканированию электронным микроскопом под углом.

Разница в диаметре у основания резиста между проявлением у разных образцов составила 10 nm: 990 nm против 1000 nm. Оба образца имели трапециевидную форму в сечении, с верхним основанием 887 и 891 nm соответственно. Пример фотографии из СЭМ для одного из образцов показан на рис. 4.

После проведения травления нитрида ниобия были произведены измерения диаметра переходов, результаты которых изображены на рис. 5, a и b. Видно, что имеют место существенные различия, связанные с наличием или отсутствием кислорода в химически активной смеси газов при проведении плазмохимического травления. Это проявляется в том, что присутствие кислорода уменьшает анизотропность травления, увеличивает боковой подтрав, который привел к уменьшению латерального размера практически на 150 nm. Отсутствие кислорода в газовой смеси позволяет добиться более



**Рис. 4.** Фотография в СЭМ под углом: резистивная маска с заданным диаметром 1  $\mu\text{m}$ .



**Рис. 5.** a) Фотография в СЭМ после травления NbN в атмосфере  $\text{CF}_4$ : резистивная маска и NbN. b) Фотография в СЭМ после травления NbN в атмосфере  $\text{CF}_4 + 3\% \text{O}_2$ .

анизотропного травления, тем самым сохранить вертикальные стенки СИС-перехода и добиться более контролируемого и воспроизводимого получения размеров СИС-переходов, так как травление без кислорода приводит к уменьшению латерального размера по сравнению с размером маски на 7 nm.

Для случая формирования СИС переходов методом сквозного травления Nb|Al-AlN|NbN необходимо сформировать на подложке базовый электрод. Он выполняется из слоя NbTiN, который является одним из электродов для микрополосковой линии передач NbTiN| $\text{SiO}_2$ |Al. По всей площади подложки методом магнетронного распыления на постоянном токе наносится 325 nm NbTiN. Затем по фоторезистивной маске, по геометрии базового электрода, проводится плазмохимическое травление NbTiN в смеси газов  $\text{CF}_4 + 3\% \text{O}_2$  — рабочее давление  $8 \cdot 10^{-2}$  mbar, мощность, подаваемая на электрод, 50 W. Предпочтение формирования базового электрода методом плазмохимического травления, перед методом взрывной литографии, связано с тем, что первый позволяет добиться вертикальных стенок материала, что важно для СВЧ-свойств микрополосковой линии.

После того как слой базового электрода сформирован, происходит напыление СИС-структуры Nb|Al-AlN|NbN по всей площади подложки в одном вакуумном цикле. Вначале на подложку методом магнетронного DC напыления осаждается слой Nb, толщиной 80 nm, затем таким же способом происходит осаждение тонкого слоя Al, толщиной 7 nm, со скоростью 0.2 nm/s. После этого формируется барьер AlN за счет нитридации слоя Al в плазменном разряде азота. Важно отметить, что плазменный разряд инициируется благодаря подаче напряжения на алюминиевую мишень, а не на столик, на котором расположена подложка. Такой подход позволяет добиться нитридации поверхности Al без ущерба для самой пленки. Случай инициирования плазмы за счет подачи напряжения на столик, на котором находится подложка, приводил к ионной бомбардировке поверхности, что влекло за собой ухудшение параметров барьера AlN. Варьируя мощность разряда, а также время процесса, можно добиться разной толщины барьера, и как следствие, разного туннельного тока через него,

в диапазоне от  $200 \text{ A/cm}^2$  до  $35 \text{ kA/cm}^2$ . Финальным этапом является осаждение NbN, толщиной  $80 \text{ nm}$ . Его напыление происходит при помощи DC-магнетрона с Nb-мишенью в атмосфере смеси газов  $\text{Ar:N}_2$  10:1. Более подробно режимы изготовления пленок и их калибровка описаны в работе [6,7].

Слой, определяющий геометрию СИС-переходов, формируется при помощи фоторезистивной маски. Характерный диаметр переходов составляет  $0.8\text{--}1.1 \mu\text{m}$ . Также на изготавливаемых образцах присутствуют переходы большего диаметра (от  $2$  до  $4 \mu\text{m}$ ), необходимые для тестовых измерений и расчета  $R_n S$ . Вначале это плазмохимическое травление верхнего слоя NbN в атмосфере газа  $\text{CF}_4$ . В отличие от формирования нижнего электрода (NbTiN), где при травлении используется часть кислорода, при формировании СИС-переходов было решено использовать чистый газ  $\text{CF}_4$ . Такой подход позволил снизить скорость травления, что повышает воспроизводимость (характерное время травления —  $1 \text{ min}$ ), а также уменьшить уход резиста, который был существенно выше в случае наличия кислорода при травлении. Вторым шагом при травлении является ионное травление в атмосфере  $\text{Ar}$  в установке магнетронного напыления в режиме задания напряжения на держатель для образцов: давление  $6 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ , плотность мощности  $3.5 \text{ W/cm}^2$ . Финальное плазмохимическое травление слоя Nb производится также в атмосфере газа  $\text{CF}_4$ : давление  $8 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$ , мощность, подаваемая на электрод,  $50 \text{ W}$ . После этого по той же маске происходит анодирование поверхности NbTiN и торцов СИС-переходов в этиленгликолевом растворе пентабората аммония при напряжении  $8\text{--}9 \text{ V}$ . Затем напыление слоя изоляции  $\text{SiO}_2$  толщиной  $250 \text{ nm}$ . В растворе диметилформамида в ультразвуковой ванне производится lift-off, после чего производится контроль сформированных СИС-переходов при помощи оптического микроскопа.

Ввиду того, что толщина NbTiN определяется глубиной проникновения магнитного поля, а толщина изоляции — требованием к характеристикам микрополосковой линии, необходимо локально сделать дополнительный слой изоляции, который представляет собой  $\text{SiO}_2$  толщиной  $100 \text{ nm}$ , чтобы обеспечить полноценное перекрытие изоляцией толщины NbTiN. Финальным этапом изготовления является формирование замыкателя: верхнего электрода микрополосковой линии из Al, толщиной  $450 \text{ nm}$ .

При формировании СИС-переходов используется реактивно-ионное травление, которое существенно повышает шероховатость поверхности. После удаления в этом процессе слоя Al-AIN среднее квадратическое значение отклонения профиля поверхности Nb может достигать  $11.6 \text{ nm}$  [8]. Это может негативно сказываться на характеристиках микрополосковой линии передач, ввиду того, что последующее плазмохимическое травление не селективно между Nb и NbTiN, что приводит к подтравливанию слоя NbTiN, при этом слой Nb работает как маска. Чтобы избежать ухудшения шероховатости

поверхности NbTiN, было решено напылить тонкий слой ( $5 \text{ nm}$ ) алюминия в цикле формирования трехслойной структуры СИС, который для плазмохимического травления во фторсодержащих газах работает как стоп-слой. Последующие измерения продемонстрировали, что этот слой не оказывает заметного влияния на вольт-амперные характеристики переходов, но позволяет избежать травления NbTiN.

### 3. Измерения

ВАХ СИС-перехода позволяет получить следующие его характеристики: значение энергетической щели в сверхпроводнике  $V_g$ , размытие щели  $\Delta V_g$ , плотность туннельного тока  $J$  и параметр качества, который определяется как отношение подщелевого сопротивления  $R_j$  к сопротивлению в нормальном состоянии  $R_n$  и характеризует подщелевой ток утечки. Измерения производились методом погружения криогенной вставки в дьюар с гелием при температуре  $4.2 \text{ K}$ . Для измерения

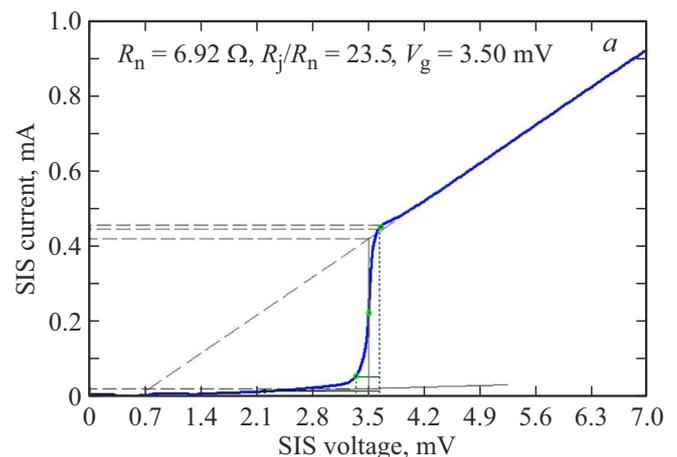


Рис. 6. ВАХ перехода Nb|Al-AIN|NbN при одном травлении,  $R_n S = 8 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$ .

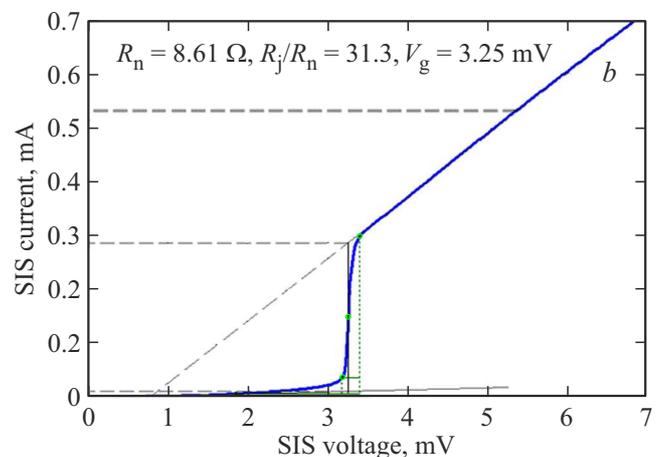


Рис. 7. ВАХ перехода Nb|Al-AIN|NbN при травлении навсквозь,  $R_n S = 8 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$ .

использовалась коммутационная плата ЦАП–АЦП и система получения данных IRTECON [9]. Были измерены ВАХ изготовленных СИС-переходов: методом одиночного травления NbN (рис. 6) и методом травления структуры Nb|Al-AlN|NbN насквозь (рис. 7). Сравнение двух технологий (травление одного слоя или травление трех слоев в СИС-переходе) показало, что расположение СИС-перехода на электроде из NbTiN приводит к понижению энергетической щели с 3.5 до 3.25 V. Разработанные подходы и технологии будут востребованы при изготовлении приемных элементов малощумящих приемных систем THz-диапазона для новых наземных и космических радиоастрономических проектов [10,11].

#### 4. Заключение

Изготовлены туннельные переходы Nb|Al-AlN|NbN методом сквозного травления структуры. Измерения их ВАХ показали, что данный метод подходит для создания СИС-структур с высокой плотностью тока и площадью перехода порядка  $1\ \mu\text{m}^2$  и будут использованы при создании сверхчувствительных приемных устройств для новых радиоастрономических проектов.

#### Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 19-52-80023 БРИКС\_Т). Туннельные переходы были изготовлены в ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН в рамках государственного задания. Для изготовления образцов было использовано оборудование УНУ #352529 „Криоинтеграл“, развитие которой поддержано грантом МНВО РФ, соглашение № 075-15-2021-667.

#### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

#### Список литературы

- [1] A.V. Khudchenko, A.M. Baryshev, K.I. Rudakov, P.M. Dmitriev, R. Hesper, L. de Jong, V.P. Koshelets. IEEE Trans. Terahertz Sci. Technol. **6**, 1, 127 (2015).
- [2] K.I. Rudakov, A.V. Khudchenko, L.V. Filippenko, M.E. Paramonov, R. Hesper, D.A.R. da Costa Lima, A.M. Baryshev, V.P. Koshelets. Appl. Sci. **11**, 21, 10087 (2021). DOI: 10.3390/app112110087
- [3] A.W. Kleinsasser, R.E. Miller, W.H. Mallison, G.B. Arnold. Phys. Rev. Lett. **72**, 11, 1738 (1994).
- [4] B. Bumble, H.G. LeDuc, J. Stern. Proc. 9th Int. Symp. Space THz Technol., CIT, PC. 295 (1998).
- [5] M.Yu. Torgashin, V.P. Koshelets, P.N. Dmitriev, A.B. Ermakov, L.V. Filippenko, P.A. Yagoubov. IEEE Trans. Appl. Supercond. **17**, 2, 379 (2007).
- [6] A.M. Чекушкин, Л.В. Филиппенко, А.А. Ломов, D. Liu, S.-C. Shi, В.П. Кошелец. ЖТФ **91**, 10, 1577 (2021).
- [7] M.Y. Fominsky, L.V. Filippenko, A.M. Chekushkin, P.N. Dmitriev, V.P. Koshelets. Electronics 2021, **10**, 23, 2944 (2021). <https://doi.org/10.3390/electronics10232944>

- [8] A.M. Chekushkin, L.V. Filippenko, V.V. Kashin, M.Y. Fominsky, V.P. Koshelets. RENSIT **13**, 4, 419 (2021).
- [9] A.B. Ermakov, S.V. Shitov, A.M. Baryshev, V.P. Koshelets, W. Luinge. IEEE Trans. Appl. Supercond. **11**, 1, 840 (2001).
- [10] <https://www.eso.org/public/teles-instr/apex/> (accessed on 14 April, 2022).
- [11] <http://millimetron.ru/index.php/en/> (accessed on 14 April, 2022).

Редактор Е.В. Толстякова