13.1;13.3;06.3 Наноструктурирование при наклонном напылении алюминия

© О.С. Трушин¹, А.А. Попов¹, А.Н. Пестова¹, Л.А. Мазалецкий¹, А.А. Акулов²

¹ Ярославский филиал Физико-технологического института им. К.А. Валиева РАН, Ярославль, Россия ² Ярославский государственный университет им. П.Г. Демидова, Ярославль, Россия E-mail: otrushin@gmail.com

Поступило в Редакцию 1 марта 2021 г. В окончательной редакции 22 марта 2021 г. Принято к публикации 23 марта 2021 г.

Экспериментально обнаружено формирование регулярных массивов наноколонн с высоким аспектным отношением (длина/поперечный размер) в процессе роста тонких пленок Al при наклонном напылении на кремниевую подложку методом электронно-лучевого испарения. Установлено, что оптимальные условия для наноструктурирования реализуются при углах падения испаряемого материала на подложку более 80° (скользящее напыление).

Ключевые слова: пленки алюминия, электронно-лучевое испарение, напыление под углом, эффект затенения, наноструктурирование.

DOI: 10.21883/PJTF.2021.12.51064.18748

Прогресс в области микроэлектроники во многом обусловлен совершенствованием технологии получения тонких пленок. Управляя параметрами текстуры пленок в процессе их роста, можно направленно изменять их свойства, достигая тем самым требуемых функциональных характеристик. Перспективным методом формирования пленок с особыми свойствами является их наноструктурирование в процессе роста. Формирование однородных и хорошо упорядоченных массивов наноструктур на поверхности позволяет существенно изменять электрофизические, магнитные и оптические свойства пленок. Одним из известных технологических приемов, позволяющих обеспечить рост наноструктур, является напыление под углом. Это относительно недорогая технология, которая легко реализуется в условиях массового производства. Данный метод получения пленок привлек к себе в последние годы значительный интерес, ему посвящено множество работ [1,2]. Известно, что этим методом можно получать наноструктуры разной формы и размера: от наклонных нанопроволок и наноспиралей до вертикальных наноколонн [1]. Установлено, что причиной наноструктурирования пленок в условиях наклонного напыления является эффект затенения, состоящий в том, что кристаллиты, получившие случайное преимущество в росте на начальных этапах, подавляют в дальнейшем рост соседей, перехватывая поток падающих на поверхность атомов и тем самым формируя поры. Данный эффект убедительно воспроизводится в рамках компьютерного моделирования методами Монте-Карло [3] и молекулярной динамики [4]. Целью настоящей работы является нахождение оптимальных условий наноструктурирования пленок алюминия в условиях наклонного напыления на кремниевую подложку. Наноструктурированные пленки алюминия находят применение при создании газовых сенсоров, эмиссионных катодов [5], в нанокатализе, а

также в качестве анодного материала для литий-ионных аккумуляторов [6].

Подходящей технологией для экспериментов по наклонному напылению является электронно-лучевое испарение. Этот метод сочетает достаточно высокий рабочий вакуум и однородный поток распыляемого материала. Подобные экспериментальные исследования уже проводились в работах [5,6], однако в отличающихся условиях геометрии эксперимента. В настоящей работе эксперименты по напылению пленок алюминия на наклонную подложку проводились на установке электронно-лучевого испарения "Оратория-9". Условия напыления были следующими: базовый вакуум 4 · 10⁻⁶ Тогг, энергия электронов 8 keV, ток 1.2 А. В качестве под-



Рис. 1. Схема эксперимента по напылению пленок.



Рис. 2. *а* — поперечный срез пленки Al; *b* — вид сверху на поверхность пленки Al. Изображения получены методом сканирующей электронной микроскопии (Supra 40).

ложки использовался фрагмент стандартной пластины монокристаллического кремния с ориентацией (001) со слоем термического окисла толщиной 300 nm прямоугольной формы размером 20 × 15 mm. Чтобы обеспечить одинаковые условия напыления для разных углов наклона подложки, была изготовлена специальная оснастка, позволяющая одновременно располагать шесть образцов с варьируемыми углами. Расстояние от испарителя до подложки составляло около 1 m. Такое значительное удаление от источника напыляемого материала обеспечивало высокий уровень однородности потока. Схема проведения эксперимента представлена на рис. 1. За одно напыление было получено шесть образцов с разными углами напыления в диапазоне от 50 до 85°. Температура подложки во время эксперимента была равна комнатной. Скорость роста пленок при изменении угла наклона положки от 50 до 85° менялась от 3.5 до 1.3 nm/s.

Полученные экспериментальные образцы далее подвергались различным видам анализа. Исследования морфологии поверхности полученных пленок проводились методами сканирующей электронной микроскопии (Supra 40) и атомно-силовой микроскопии (СММ-2000). Проведенные исследования показали, что для углов наклона подложки выше 70° наблюдается процесс наноструктурирования пленки, сопровождаемый увеличением пористости. При этом степень пористости растет с ростом угла наклона.

На рис. 2, *а* представлен вид поперечного среза пленки, напыленной под углом $\varphi = 85^{\circ}$, полученный методом сканирующей электронной микроскопии. Видно, что в данных условиях формируется наклонная волокнистая структура, состоящая из наноколонн длиной несколько сотен нанометров и диаметром от нескольких десятков до сотни нанометров.

Более полное представление о морфологии пленки дает вид сверху на ее поверхность, приведенный на рис.2, *b*. На основе анализа данного рисунка можно



Рис. 3. Изображение поверхности пленки Al, полученное методом атомно-силовой микроскопии (СММ-2000). Размер области сканирования $1.5 \times 1.5 \,\mu$ m.

заключить, что отдельные волокна алюминия имеют форму узких наноколонн толщиной менее 100 nm. Эти волокна разделены большим объемом пор.

Данные наблюдения также подтверждают результаты атомно-силовой микроскопии, представленные на рис. 3.

Анализ этого рисунка показывает, что поверхность пленок алюминия представляет собой совокупность наклонных нанозерен, разделенных большим количеством пор. Из-за специфики методики атомно-силовой микроскопии (в процессе сканирования зонд может совершать только вертикальные смещения) полученное изображение поверхности образца несколько отличается от того, которое дает сканирующая электронная микроскопия. В частности, на рис. 3 несколько зерен сливается в единый конгломерат, и размер зерен несколько больше, чем на рис. 2. Однако общий характер картины роста, полученный двумя указанными методами, вполне согласуется.

Таким образом, в результате проведенных экспериментов установлено, что при больших углах наклона подложки (более 70°) происходит наноструктурирование пленки алюминия. Оптимальные условия наноструктурирования достигаются при угле наклона подложки 85°. При этом формируется наклонная волокнистая структура с размерами волокон до 100 nm. Данная морфология может быть перспективной для применения в области наносенсорики и нанокатализа, а также для создания оптически активных поверхностей и в качестве анодного материала для литий-ионных аккумуляторов.

Финансирование работы

Работа выполнена на оборудовании Центра коллективного пользования научным оборудованием "Диагностика микро- и наноструктур" в рамках государственного задания ФТИАН им. К.А. Валиева РАН Минобрнауки РФ по теме № 0066-2019-0003 "Фундаментальные и прикладные исследования в области создания перспективных приборных наноструктур для хранения информации на новых физических принципах".

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- A. Barranco, A. Borras, A.R. Gonzalez-Elipe, A. Palmero, Prog. Mater. Sci., 76, 59 (2016). DOI: 10.1016/j.pmatsci.2015.06.003
- [2] M.M. Hawkeye, M.T. Taschuk, M.J. Brett, *Glancing angle deposition of thin films* (John Wiley & Sons, 2014), p. 1–299.
- B. Bouaouina, C. Mastail, A. Besnard, R. Mareus, F. Nita, A. Michel, G. Abadias, Mater. Design, 160, 338 (2018).
 DOI: 10.1016/j.matdes.2018.09.023
- [4] B.C. Hubartt, X. Liu, J.G. Amar, J. Appl. Phys., 114, 083517 (2013). DOI: 10.1063/1.4819446
- [5] L. Li, X. Xu, H. Chew, X. Huang, X. Dou, S. Pan, G. Li, L. Zhang, J. Phys. Chem. C, **112**, 5328 (2008).
 DOI: 10.1021/jp710230c
- [6] S.K. Sharma, M.-S. Kim, D.Y. Kim, J.-S. Yu, Electrochim. Acta, 87, 872 (2013). DOI: 10.1016/j.electacta.2012.09.028