

УДК 539.264

С. С. Медведева, Д. А. Коива, А. А. Шемухин, П. Н. Черных

ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ СТРУКТУР В ПРОЦЕССЕ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ

7

Исследовано изменение параметров тонкопленочных структур в процессе ионной имплантации. С помощью метода рентгеновской рефлектометрии были определены толщины тонкопленочных структур до и после имплантации. Методом рентгеновской дифрактометрии была установлена кристаллическая структура пленок, оценен средний размер зерна, а также, на основе метода решения уравнения Вульфа-Брэгга была выявлена экспериментальная постоянная решетки. Продемонстрирована возможность использования методики контролируемой ионной имплантации для изменения размеров зерен формируемых структур.

In this paper were investigated the change of parameters of structures of thin film during ion implantation. Thickness of thin films before and after ion implantation were investigated by X-ray reflectivity. Also, crystal structure, average crystallite size and lattice constant were investigated by X-ray diffraction. The possibility of using ion implantation technique as method of changing grains size in structures was demonstrated.

Ключевые слова: рентгеновская рефлектометрия, рентгеновская дифрактометрия, ионная имплантация, размер зерна, толщина пленки.

Key words: X-ray reflectivity, X-ray diffractometry, ion implantation, crystallite size, thickness of thin films.

Тематика исследований рентгеновскими методами структурных и морфологических свойств наноразмерных объектов, в частности тонких пленок металлов, является актуальной для задач поиска рентгеногомогенных и рентгенопрозрачных материалов в большом диапазоне приложений: от инструментального развития рентгеновской оптики до создания рентгеновского микроскопа наноразмерного разрешения.

Удачным модельным объектом рентгенопрозрачных и рентгеногомогенных материалов служат металлические тонкопленочные структуры с контролируемым размером зерна. На сегодня ионная имплантация — один из наиболее распространенных методов такого контроля [1; 2]. Данный метод уже более 30 лет успешно используется в кремниевой промышленности, а в последнее время набирает все большую популярность в применении и к металлическим тонкопленочным структурам [3; 4].

Для исследования изменения параметров тонкопленочных структур в процессе ионной имплантации необходимо использовать высоко-



точные гибкие методики неразрушающего анализа. К ним можно отнести рентгеновские методы контроля параметров тонкопленочных структур, основанные на измерении угловой зависимости интенсивности отражения рентгеновского излучения и рентгеновской дифракции [5; 6]. Исследование диаграммы отражения рентгеновского излучения (метод рентгеновской рефлектометрии) позволяет судить о толщинах, плотности слоев, учитывать интегральные параметры шероховатости. Метод рентгеновской дифрактометрии применяют для идентификации и количественного определения кристаллических фаз в порошковых и твердых образцах, изучения структуры и размера кристаллитов, качества, однородности твердых материалов и тонких пленок [6; 7].

Объектом исследования в данной работе были выбраны две тонкопленочные структуры типа $\text{Si}/\text{SiO}_2//\text{Me}$, где Me – тонкая металлическая пленка, в качестве которой использовался Ni толщиной 167 нм и Fe толщиной 43 нм.

Структуры были получены методом ионно-плазменного осаждения. В основе этого метода лежит способ нанесения на подложки Si/SiO_2 в вакууме тонких пленок материалов, выбиваемых с поверхности мишени при воздействии на нее пучка ионов аргона с энергией 1КэВ. Рост тонкопленочных структур производился в камере ИПН при давлении $7,5 \cdot 10^{-5}$ Па. Осаждение пленок осуществлялось при следующих параметрах: энергия ионов -1000eV (для пленок Ni и Fe); ток пучка ионов Аргона-207mA (для слоя Fe); ток пучка ионов Аргона-247mA (для слоя Ni). Скорость роста данных материалов тоже различна, для тонкой пленки никеля она оставляет приблизительно $1,3 \text{ \AA}/\text{с}$; для железа – $8,2 \text{ \AA}/\text{с}$. Более подробно особенности данного метода роста наноразмерных структур описаны в работе [8].

Для обеих структур была произведена имплантация ионами аргона. Пленка железа была имплантирована дозой 10^{15} ионов на см^2 при энергии 80 кэВ. Пленка никеля имплантировалась дозой 10^{16} ионов на квадратный сантиметр при энергии 220 кэВ. Эксперименты по ионной имплантации были проведены на ускорителе HVEE-500 Лаборатории ионно-пучковых технологий НИЯФ МГУ.

Для всех четырех образцов для определения толщины были сняты кривые рентгеновской. Также для оценки среднего размера зерна и анализа кристаллической структуры были сняты рентгеновские дифрактограммы. В данной работе было исследовано четыре тонкопленочные структуры – два образца до ионной имплантации, два – после имплантации:

- 1965 – $\text{Si}/\text{SiO}_2//\text{Ni}(167 \text{ нм})$
- 1965(2) – $\text{Si}/\text{SiO}_2//\text{Ni}$ – образец 1965 после ионной имплантации
- 1970 – $\text{Si}/\text{SiO}_2//\text{Fe}(43 \text{ нм})$
- 1970 – (2) – $\text{Si}/\text{SiO}_2//\text{Fe}$ – образец 1970 после ионной имплантации.

Для исследования изменения толщин тонкопленочных структур после ионной имплантации кривые рентгеновской рефлектометрии были сняты в угловом диапазоне от 0,3 до 5 градусов с шагом 0,01 градус при временной выдержке 1 с на каждую точку.



На рисунке 1 представлена экспериментальная и расчетная кривые рентгеновской рефлектометрии для тонкопленочных структур железа, полученные до и после ионной имплантации соответственно. Толщина пленок определялась по периоду осцилляций на кривой рентгеновской рефлектометрии при помощи специального программного обеспечения LEPTOS 7.0 [9]. Угловая область моделирования кривой рентгеновской рефлектометрии выбиралась из расчета оптимального отношения сигнал/шум на экспериментальной кривой. По результатам обработки данных были определены толщины пленок Fe до и после ионной имплантации, которые составили $(42,98 \pm 2)$ нм и $(45,54 \pm 2)$ нм соответственно.

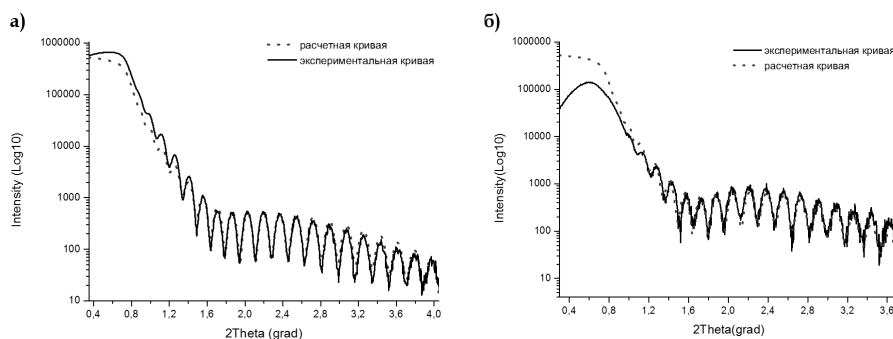


Рис. 1. Экспериментальная и расчетная кривые рентгеновской рефлектометрии тонкопленочной структуры железа:
а – до имплантации; б – после имплантации

Для никелевых структур также были сняты кривые рентгеновской рефлектометрии (не приводятся). Толщина тонкопленочных структур определялась аналогичным методом, по совпадению периода осцилляций экспериментальной и расчетной кривых. По результатам обработки данных толщины пленок Ni до и после ионной имплантации составили $(167,2 \pm 2)$ нм и $(168,9 \pm 2)$ нм соответственно.

Как видно из полученных результатов, для обеих структур толщина пленки после ионной имплантации увеличилась, для пленки железа – на 2,56 нм, а для никелевой структуры – на 1,7 нм.

Для определения среднего размера зерна тонкопленочных структур до и после имплантации были сняты дифрактограммы образцов до и после ионной имплантации в угловом диапазоне от 30 до 100 градусов по шкале 2θ с шагом 0,01 градус при временной выдержке 1 с на каждую точку.

На рисунке 2 даны дифрактограммы никелевых структур. По полученным данным методом Дебая-Шеррера (1) были определены средний размер зерна и кристаллическая структура пленки (рис. 2); с помощью специального программного пакета Diffrac. Eva [9] была установлена экспериментальная постоянная решетки.

Из полученных дифрактограмм видно, что дифракционные пики Ni после ионной имплантации стали более узкими и сместились вправо, что может свидетельствовать об изменении размеров зерен и возникновении микронапряжений материала.

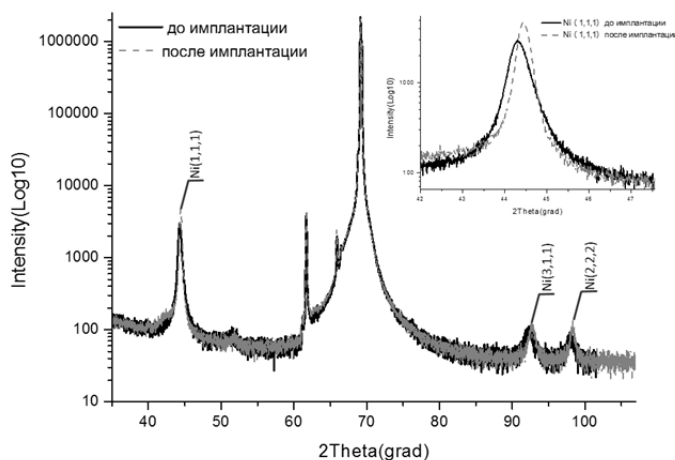


Рис. 2. Сравнение дифрактограмм никелевых структур до и после имплантации

По формуле Дебая-Шеррера для образцов был оценен размер зерна до и после имплантации:

$$L = \frac{k\lambda}{B(2\Theta)\cos\theta} \quad (1)$$

где L – средний размер кристаллитов, k – форм-фактор, $B(2\theta)$ - полная ширина пика на уровне половины интенсивности, θ - угол дифракции, λ – длина волны, нм.

По полученным результатам было оценено межплоскостное расстояние d (Å) (табл. 1).

Таблица 1

Оценка межплоскостного расстояния d (Å) для никеля

Дифракционный пик	До имплантации	После имплантации	Теоретическое значение
Ni(1,1,1)	2,04243	2,03676	2,034
Ni(3,1,1)	1,06818	1,06464	1,0624
Ni(2,2,2)	1,02106	1,01805	1,0172

В итоге были получены следующие значения среднего размера зерна: для тонкопленочной структуры Ni до имплантации размер зерна составил 209,6 Å, для образца после имплантации – 308,5 Å.

Для пленок железа до и после ионной имплантации были сняты дифрактограммы при таких же параметрах, как и для никелевых образцов (данные не приводятся).

По полученным дифрактограммам были определены средний размер зерна образцов, кристаллическая структура пленки, а также с помощью специального программного пакета DiffracEva – экспериментальная постоянная решетки.



Дифракционные пики Fe, как и пики Ni, после ионной имплантации стали более узкими и сместились вправо, что также может быть вызвано изменением размеров зерен и возникновением микронапряжений материала.

По полученным данным было оценено межплоскостное расстояние d (Å) (табл. 2).

Таблица 2

Оценка межплоскостного расстояния d (Å) для железа

Дифракционный пик	До имплантации	После имплантации	Теоретическое значение
Fe(1,1,0)	2,05029	2,03465	2,0268

11

В результате расчетов были получены следующие значения среднего размера зерна: для тонкопленочной структуры Ni до имплантации размер зерна составил 132,5 Å, для образца после имплантации — 204,6 Å. Видно, что межплоскостное расстояние в имплантированных образцах обоих типов незначительно уменьшилось, а средний размер зерна структур — увеличился.

В данной работе были исследованы изменения параметров тонкопленочных структур в процессе ионной имплантации. С помощью метода рентгеновской рефлектометрии были определены толщины тонкопленочных структур до и после имплантации. Для образцов обоих типов толщина пленок незначительно увеличилась: 1,7 нм — для пленки никеля и 2,5 нм — для железной пленки. По полученным данным из рентгеновских дифрактограмм было оценено межплоскостное расстояние d : для образцов обоих типов после имплантации оно уменьшилось, для образца Ni — d уменьшилось на 0,00567 Å, для Fe — на 0,01564 Å; а также установлен размер зерна: для образца Ni он увеличился на 9,89 нм, для Fe — на 7,21 нм.

Полученные результаты демонстрируют возможность использования методики контролируемой ионной имплантации для изменения размеров зерен формируемых структур, что позволяет провести полномасштабные исследования зависимости свойств рентгенопрозрачности и рентгеногомогенности материалов в зависимости от контролируемого размера зерна.

Кроме того, на основе полученных результатов можно сделать вывод о том, что рентгеновские методы исследования, такие как рефлектометрия и дифрактометрия, на сегодня являются одними из самых мощных и неразрушающих инструментов для исследования изменения параметров тонкопленочных структур.

Авторы выражают благодарность за помощь в формировании тематики, плодотворные дискуссии и продуктивное взаимодействие проф. А.Г. Турьянскому, С.С. Гиже. Работа выполнена в Балтийском федеральном университете им. И. Канта в рамках реализации проектов по Постановлениям Правительства №218 (договор с Минобрнауки 02.G25.31.0086 от 23.05.2013) и №220.



Список литературы

1. Тетельбаум Д.И. 50 лет исследований в НИФТИ ННГУ в области физических проблем ионной имплантации // Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского. 2010. №5 (2). С. 250 – 259.
2. Вавилов В.С. Некоторые физические аспекты ионной имплантации // УФН. 1985. Т. 145, вып. 2. С. 48 – 69.
3. Герасименко Н. Н. Наноразмерные структуры имплантированных полупроводниках // Российский химический журнал. Т. XLVI. 2002. С. 75 – 88.
4. Ворогушин М.Ф., Глухих В.А., Манукян Г.Ш. Пучковые и ионно-плазменные технологии // Вопросы атомной науки и техники. 2002. №3 (81). С. 101 – 109.
5. Yasaka Miho. X-ray thin film measurement techniques // The Rigaku Journal. 2012. Vol. 28. № 1. P. 22 – 34.
6. Боуэн Д. К., Таннер Б. К. Высокора разрешающая рентгеновская дифрактометрия и топография. СПб., 2002.
7. Чернов А.А., Гиваргизов Е.И., Багдасаров Х.С. Современная кристаллография. М., 1980. Т. 3 : Образование кристаллов.
8. Goikhtan A., Sheludyakov S., Bogdanov E. Ion beam assisted deposition of novel thin film materials and coatings // Materials Science Forum. 2011. Vol. 674. P. 195.
9. Bruker: innovation with integrity. URL: www.bruker.com (дата обращения: 12.04.2014).

Об авторах

Светлана Сергеевна Медведева – магистрант, инженер НОЦ «Функциональные материалы», Балтийский федеральный университет им. И. Канта, Калининград.

E-mail: smedvedeva@innopark.kantiana.ru

Дарья Александровна Коива – инженер НОЦ «Функциональные материалы», Балтийский федеральный университет им. И. Канта, Калининград.

E-mail: dkoiva@innopark.kantiana.ru

Андрей Александрович Шемухин – канд. физ.-мат. наук, мл. науч. сотр. Лаборатории ионно-пучковых нанотехнологий, НИИЯФ МГУ, Москва.

E-mail: shemuhin@gmail.com

Павел Николаевич Черных – канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотр. Лаборатории взаимодействия ионов с веществом, НИИЯФ МГУ, Москва.

E-mail: chernykh@ionlab.ru

About the authors

Svetlana Medvedeva – master student, engineer of Research and Education Centre «Functional Nanomaterials», I. Kant Baltic Federal University, Kaliningrad.

E-mail: smedvedeva@innopark.kantiana.ru

Daria Koiva – engineer of Research and Education Centre «Functional Nanomaterials», I. Kant Baltic Federal University, Kaliningrad.

E-mail: dkoiva@innopark.kantiana.ru



Shemuhin Andrey Alexandrovich – PhD, junior scientific researcher Laboratory of Ion-Beam Nanotechnology MSU SINP, Moscow.

E-mail: shemuhin@gmail.com

Chernykh Paul Nikolaevich – PhD, senior researcher Laboratory of the ion interaction with substance, MSU SINP, Moscow.

E-mail: chernykh@ionlab.ru