

**Мироненко И.Г.¹, Иванов А.А.¹, Мельник В.И.¹,
Велькин Д.В.², Орлова М.В.³, Яковлев О.В.⁴**

¹Санкт-Петербургский государственный электротехнический
университет «ЛЭТИ»

²ОАО «Завод Магнетон»

³Военный институт (военно-морской политехнический)

ВУНЦ ВМФ «Военно-морская академия»

⁴Курский государственный университет

Влияние температуры послеростового отжига на свойства многослойных нанокompозитных сегнетоэлектрических пленок

Представлены результаты экспериментальных исследований многослойных нанокompозитных сегнетоэлектрических пленок на диэлектрической подложке от технологических режимов их формирования. Показано влияние температуры послеростового отжига на диэлектрические свойства сегнетоэлектрической структуры. Установлено, что при определенной температуре отжига, возможно снижение диэлектрических потерь в многослойной сегнетоэлектрической пленке с сохранением высокой управляемости и стабилизацией диэлектрической проницаемости в широком температурном диапазоне.

Ключевые слова: Сегнетоэлектрические пленки, многослойные сегнетоэлектрические пленки, СВЧ устройства на СЭП, технология формирования СЭП.

Создание температурно стабильных многослойных сегнетоэлектрических пленок (МНСЭП) с высокой диэлектрической проницаемостью, низкими потерями в мм-диапазоне длин волн и приемлемым коэффициентом управления, представляется сложной задачей. Ее решение включает этапы определения количества слоев в МНСЭП, их толщин и концентраций бария в каждом из них, выбор технологических режимов напыления, а также параметров послеростового отжига. В зависимости от условий формирования, тонкие (порядка ~1мкм) многослойные нанокompозитные сегнетоэлектрические пленки могут быть как поликристаллическими, так и монокристаллическими. В поликристаллических пленках границы зерен оказывают негативное влияние на их электрофизические свойства, поэтому необходимо формировать многослойную структуру, в которой каждый слой будет представлять собой монокристаллическую пленку.

Формирование пленок на подложке осуществлялось методом ионно-плазменного ВЧ распыления на установках Tokuda, Leybold, Kurt J. Lesker. Отработка режимов напыления, осуществлялась на однослойных сегнетоэлектрических пленках, которые получались из разнокомпонентных мишеней состава $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$ (BSTO) с концентрацией бария x от 0 до 1 и шагом 0.1. Пленки на подложках формировались разной толщины (от 100нм до 900нм с дискретом 100нм). Каждый образец пленки распылялся при определенной температуре подложки. Диапазон температур варьировался от 300°C до 450°C. После процесса распыления, осуществлялся послеростовой отжиг в воздушной среде при температуре от 800°C до 1000°C. Аналитические результаты измерений параметров образцов пленок, позволили получить данные о качественном и количественном содержании материалов

компонентов в их составе, на основании этого была проведена корректировка технологического процесса напыления, в частности по рабочему давлению газовой смеси для каждой распыляемой мишени. Были получены значения постоянных решеток в пленках с разным компонентным составом сформированных при разных температурах осаждения, отжига, а также их различной толщине. Например, постоянная решетки a для состава с $x=0.6$, может варьироваться от значения 3,9637Å до 3,9695Å. Постоянная решетки a для состава с $x=0.5$, может варьироваться от значения 3,9575Å до 3,9603Å. Постоянная решетки a для состава с $x=0.3$, может варьироваться от значения 3,9451Å до 3,9502Å.

Напыление многослойных сегнетоэлектрических пленок выполнялось на основе полученных результатов по однослойным структурам. Толщины и концентрационная зависимости каждого слоя определялись из эффективной диэлектрической проницаемости многослойной плёнки на основе [1-3]. Известно, что соотношение бария-стронция в сегнетоэлектрике определяет температурный фазовый переход и поведение структуры кристаллической решетки в температурном диапазоне (кубическая, тетрагональная и т.д.). Поэтому при формировании МНСЭП необходимо было обеспечить согласованность слоев по фазовым переходам и структурному поведению кристаллической решетки. Нарушение этих требований приводило к высокой неравномерности диэлектрической проницаемости в рабочем температурном диапазоне, уменьшению возможной максимальной толщины напыляемой сегнетоэлектрической структуры и ограничивало количество технологических режимов напыления и отжига, вследствие разрушения МНСЭП.

Пленки формировались на подложках Al_2O_3 с r – срезом. Процесс напыления слоев проводился в аргон-кислородной среде при рабочем давлении газовой смеси для каждой мишени и находился в пределах $8,9 \cdot 10^{-3} - 1,1 \cdot 10^{-2}$ Торр для различных начальных температур подложек. Затем каждый полученный образец проходил отжиг в воздушной среде при заданной температуре.

Двадцатиднослойные МНСЭП, напыленные по последовательной схеме (1-2-3-2-1-2 и т.д.) из трех мишеней с различной концентрацией бария в составе BSTO и отожженные при температурах 925 °С и 900 °С имеют следующие значения постоянных решеток - a по центрам слоев, рис. 1. Как видно из рисунка, для слоев с одинаковой концентрацией x_i при температуре отжига 925 °С постоянные решетки по слоям, изменяются относительно среднего значения в меньшей степени, чем при температуре в 900 °С.

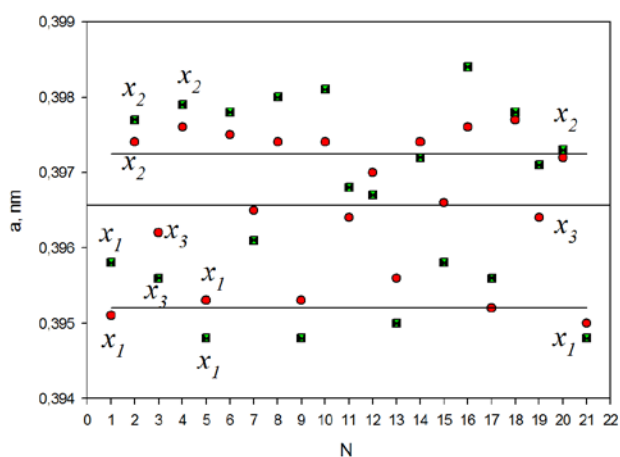


Рис. 1. Зависимость величин постоянных решеток a от концентрации x_i , номера слоя N в структуре МНСЭП и температуры послеростового отжига: ● - 925 °С, ■ - 900°С.

Такое незначительное изменение температуры оказывает существенное влияние как на неравномерность поверхности МНСЭП рис. 2, так и на ее электрофизические свойства.

На рис. 2 показаны поверхности МНСЭП для разных режимов отжига, полученные на атомно силовом микроскопе.

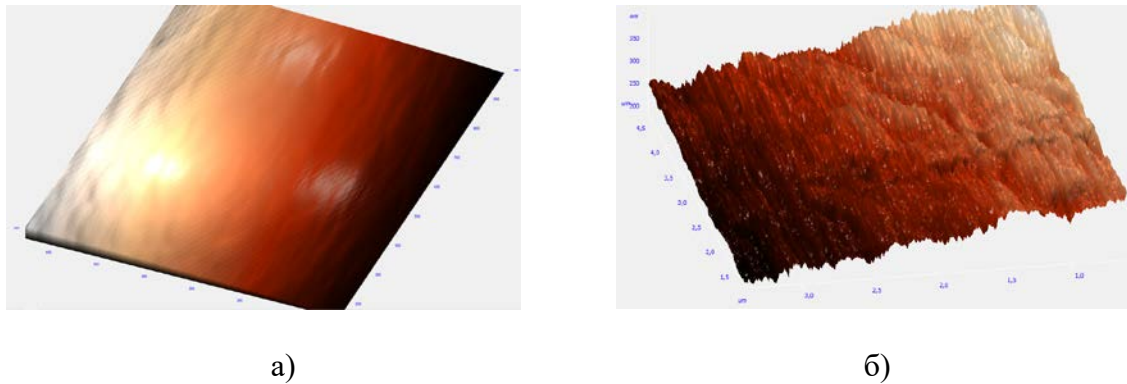


Рис. 2. Поверхности МНСЭП при различных температурах послеростового отжига: а) 925 °С, б) 900 °С

Можно сделать вывод о том, что больший разброс значений постоянной решетки приводит к более развитой поверхностной структуре пленки рис. 2.б. На рис. 3. представлены экспериментальные температурные зависимости емкости и тангенса угла диэлектрических потерь на частоте 1МГц в зависимости от управляющего напряжения для пленки, отожженной при температуре 925 °С. На рис. 4 изображены экспериментальные данные для пленки напыленной при том же режиме, но отожженной при температуре 900 °С. Видно, что режим послеростового отжига существенно влияет на температурную зависимость диэлектрической проницаемости (емкости планарного конденсатора), коэффициента управления диэлектрической проницаемостью и тангенсом угла диэлектрических потерь.

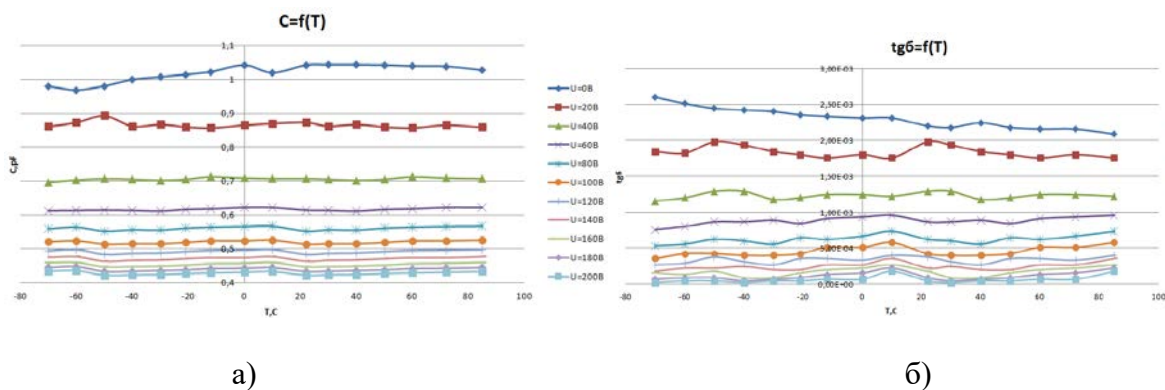


Рис. 3. Зависимость параметров щелевого планарного конденсатора в диапазоне температур и управляющего напряжения при $T_{отж} = 925 \text{ }^{\circ}\text{C}$: а) емкости, б) тангенса угла диэлектрических потерь.

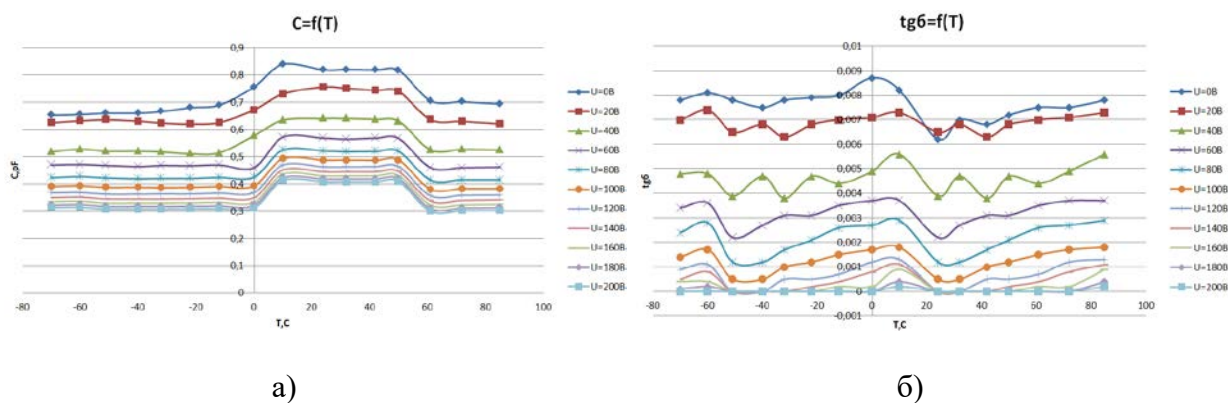


Рис. 4. Зависимость параметров щелевого планарного конденсатора в диапазоне температур и управляющего напряжения при $T_{отж} = 900 \text{ }^{\circ}\text{C}$: а) емкости, б) тангенса угла диэлектрических потерь.

На основании полученных результатов можно предположить, что линейризация постоянной решетки в слоях улучшает качественные характеристики МНСЭП. Таким образом, при определенных технологических режимах, можно добиться требуемых (с некоторой погрешностью) свойств пленок, которые обеспечат стабильную диэлектрическую проницаемость в широком диапазоне температур, с малыми значениями тангенса угла диэлектрических потерь и высокую управляемость.

Библиографический список

1. Щелевая линия [Текст]: пат. 2443042 Рос. Федерация: МПК Н01Р 3/08 / Мироненко И.Г., Иванов А.А., Карманенко С.Ф., Семенов А.А., Белявский П.Ю.; заявл. 19.11.2010; опубл. 20.02.2012.
2. В.М. Балашов, И.Г. Мироненко, А.А. Иванов, А.И. Фирсенков, Д.В. Велькин, О.В. Яковлев, Н.А. Емельянов, Технология и диэлектрические свойства многослойных нанокompозитных сегнетоэлектрических плёнок, Вопросы Радиоэлектроники сер. РЛТ, 2018, январь, выпуск 1.
3. I -ая Всероссийская научно-техническая конференция “Электроника и микроэлектроника СВЧ” 4 – 7 июня 2012г., г. Санкт-Петербург, И.Г. Мироненко, А.А. Иванов, А.А., А.А. Семенов, “Планарные линии передачи на основе нанокompозитных сегнетоэлектрических пленок”, стр.138 – 144.