

ские исследования» Омского государственного технического университета (ОмГТУ).

SPIN-код: 6043-3790

ORCID: 0000-0001-5926-8376

AuthorID (SCOPUS): 7003871581

ResearcherID: G-5570-2013

ЮРЬЕВА Алла Владимировна, кандидат химических наук, доцент (Россия), доцент кафедры «Химическая технология и биотехнология»; научный сотрудник научно-образовательного центра «Химические исследования» ОмГТУ.

SPIN-код: 8329-7125

ЭККЕРТ Алиса Олеговна, аспирантка кафедры «Химическая технология и биотехнология» ОмГТУ.

УМАНСКИЙ Илья Юрьевич, аспирант кафедры «Химическая технология и биотехнология» ОмГТУ.

КОЛЕСНИКОВ Лев Васильевич, доктор физико-математических наук, профессор (Россия), профессор кафедры «Экспериментальная физика» Кемеровского государственного университета.

SPIN-код: 4074-2171

AuthorID: 20823

МАТЯШ Юрий Иванович, доктор технических наук, профессор (Россия), профессор кафедры «Ва-

гоны и вагонное хозяйство» Омского государственного университета путей сообщения.

AuthorID (РИНЦ): 380261

КОРНЕЕВ Сергей Александрович, доктор химических наук, профессор (Россия), профессор кафедры «Основы теории механики и автоматического управления» ОмГТУ.

SPIN-код: 8127-1512

ORCID: 0000-0002-0554-5451

ResearcherID: M-4889-2016

Адрес для переписки: kirovskaya@omgtu.ru

Для цитирования

Кировская И. А., Юрьева А. В., Эккерт А. О., Уманский И. Ю., Колесников Л. В., Матяш Ю. И., Корнеев С. А. Исследование активности поверхности полупроводников типа А^{III}В^V. Возможности их использования в сенсорной технике // Омский научный вестник. 2018. № 5 (161). С. 111–115. DOI: 10.25206/1813-8225-2018-161-111-115.

Статья поступила в редакцию 28.09.2018 г.

© И. А. Кировская, А. В. Юрьева, А. О. Эккерт,

И. Ю. Уманский, Л. В. Колесников, Ю. И. Матяш,
С. А. Корнеев

УДК 621.382

DOI: 10.25206/1813-8225-2018-161-115-118

Р. Б. БУРЛАКОВ

Омский государственный
университет им. Ф. М. Достоевского,
г. Омск

ПРОСТОЙ СПОСОБ ОЦЕНКИ ТОЛЩИНЫ НАНОМЕТРОВОЙ ПРОЗРАЧНОЙ ПЛЕНКИ SiO В ПРОЦЕССЕ ЕЕ ТЕРМОВАКУУМНОГО ОСАЖДЕНИЯ

Рассмотрен модифицированный простой способ оценки толщины нанометровой прозрачной пленки SiO в процессе ее термовакuumного осаждения. Для оценки толщины пленки на рабочей подложке используется интерференционная окраска прозрачной пленки, одновременно осаждаемой на контрольной подложке, расположенной на значительно меньшем расстоянии от малого испарителя по сравнению с расстоянием от малого испарителя до рабочей подложки. Использование этого способа позволяет упростить технологию изготовления нанометровых прозрачных пленок.

Ключевые слова: нанометровые пленки, термовакuumное осаждение, оценка толщины нанометровой пленки.

Введение. Производство современных микроэлектронных изделий основано на использовании тонких полупроводниковых, диэлектрических и металлических слоев на поверхности полупроводниковых или диэлектрических пластин. Поэтому контроль толщины поверхностных слоев в процессе их создания является важной задачей при изготовлении качественных и надежных микроэлектронных устройств. Полупроводниковая технология требует применения бесконтактных и неразрушающих ме-

тодов контроля, исключающих загрязнение и повреждение микроэлектронных структур. С этой точки зрения, наиболее удобны оптические методы, которые могут применяться в широком диапазоне температур, в условиях вакуума и при высоких давлениях.

Достоинством оптических методов также является принципиальная возможность автоматизации процесса измерения и совместного использования их с другими методами измерения.

В настоящее время существует много методов для измерения толщины тонких пленок на подложках: спектрофотометрические методы [1–4], методы эллипсометрии и рентгеновской дифрактометрии [5–9] и др. [10–13]. Среди перечисленных методов более простым является лазерный рефлектометрический метод измерения толщины тонких прозрачных пленок на подложке, который использует только информацию о коэффициенте отражения трехслойной системы «воздух (вакуум)-пленка-подложка» [13]. Разработанная на основе перечисленных методов аналитическая аппаратура позволяет измерять толщину пленок от единиц (и даже менее) нанометров до сотен нанометров (и более). Однако основные недостатки существующих приборов — сложность (а следовательно, большая стоимость) и трудность создания встраиваемой технологической аналитической аппаратуры неизбежно приводят к поиску более простых способов контроля толщины нанометровых прозрачных пленок в процессе их нанесения, к которым относится способ, предлагаемый в настоящей работе. Этот способ основан на явлении, открытом Ньютоном [14], согласно которому цвет тонких прозрачных слоев определяется их толщиной, и использует явление «интерференции лучей равного наклона» на поверхности плоско-параллельного прозрачного слоя. В обзоре Метфессела [15] рассмотрены различные варианты метода, использующего цвета интерференции для определения толщины пленок. В настоящей работе предложен модифицированный простой способ оценки толщины нанометровой прозрачной пленки SiO в процессе ее термовакуумного осаждения на рабочей подложке, при этом для оценки толщины пленки на рабочей подложке используется интерференционная окраска прозрачной пленки, одновременно осаждаемой на контрольной подложке, расположенной на значительно меньшем расстоянии от малого испарителя по сравнению с расстоянием от малого испарителя до рабочей подложки.

Простой способ оценки толщины нанометровой прозрачной пленки SiO в процессе ее термовакуумного осаждения. Предлагаемый простой способ оценки толщины нанометровой прозрачной пленки SiO в процессе ее термовакуумного напыления реализуют в вакуумной камере установки типа УВН-2М1, которая состоит из базовой плиты 1 и цилиндрического колпака 2, изготовленных из нержавеющей стали (рис. 1). Колпак 2 снабжен смотровым оптическим окном 3. В вакуумной камере установлены: резистивный испаритель 4, подвижная заслонка 5, которая в одном из двух положений перекрывает поток испаряемых частиц в направлениях к поверхности рабочей подложки 6; держатель 7 подложек 6, установленный над заслонкой 5; электрический нагреватель 8 подложек, расположенный над подложкой 6; термопара 9, расположенная между электронагревателем и подложкой; высоковольтный катодный электрод 10, используемый при ионной очистке поверхности подложки 6 в плазме самостоятельного газового разряда; металлический экран 11.

Для осуществления контроля процесса нанесения нанометровых прозрачных пленок испаряемого материала в вакуумной камере установлен цилиндрический кварцевый элемент 12 так, что его нижнее основание находится в плоскости отверстия испарителя 4 материала, при этом внутри кварцевого элемента 12 (выше плоскости отверстия испарителя 4) расположена контрольная подложка 13, которая доступна как для осаждения испаряемого материала, так и для наблюдения ее поверхности через оптическое окно 3 вакуумной камеры. Кроме этого, внутри вакуумной камеры (ниже плоскости отверстия испарителя 4) установлен источник излучения видимого диапазона длин волн, который состоит из вольфрамовой лампы накаливания 14 и металлического отражателя излучения 15, при этом металлический экран 16 перекрывает потоки света и молекул испаряемого материала от испарителя 4 к окну 3.

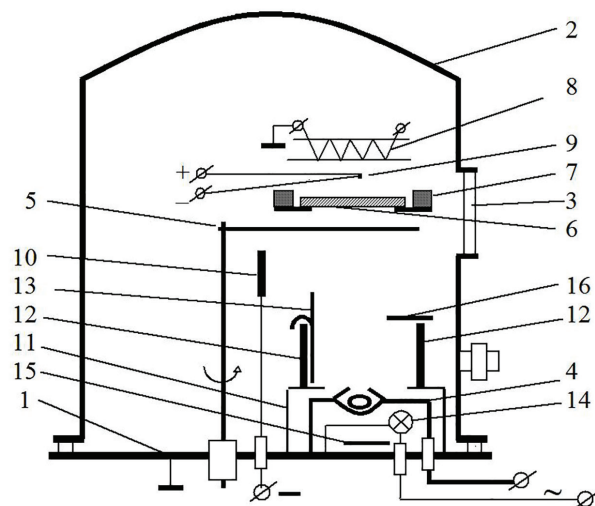


Рис. 1. Схема вакуумной камеры установки УВН-2М1:
1 — базовая плита; 2 — цилиндрический колпак;
3 — смотровое окно; 4 — резистивный испаритель;
5 — подвижная заслонка; 6 — рабочая подложка;
7 — держатель подложек; 8 — электрический нагреватель подложек; 9 — термопара; 10 — высоковольтный катодный электрод; 11 — металлический экран;
12 — цилиндрический кварцевый элемент;
13 — контрольная подложка;
14 — вольфрамовая лампа накаливания;
15 — металлический отражатель;
16 — металлический экран

В конкретном примере реализации простого способа оценки толщины нанометровой прозрачной пленки SiO резистивный испаритель 4 имеет форму трубки с диаметром $6 \pm 0,5$ мм и длиной $4,5 \pm 5$ мм с отверстием диаметром $4 \pm 0,5$ мм на поверхности трубки на одинаковых расстояниях от ее концов и выполнен из танталовой фольги толщиной 0,1 мм. Испаряемым материалом является монооксид кремния (SiO) в виде гранул с диаметром 3 ± 4 мм. Расстояние между отверстием испарителя 4 и центром рабочей подложки 6 равно 200 ± 250 мм, при этом отверстие испарителя 4 расположено на перпендикуляре к центру подложки 6. Цилиндрический кварцевый элемент 12 выполнен в виде отрезка кварцевой трубы длиной 35 ± 36 мм с внутренним диаметром 66 ± 67 мм и внешним диаметром 71 ± 72 мм. Контрольная подложка 13 выполнена из железной фольги с толщиной $0,2 \pm 0,25$ мм, полученной из покрытой слоями олова железной фольги (используемой в пищевой промышленности) путем удаления слоев олова в 40 % водном растворе гидроксида калия (KOH) при температуре (80 ± 90) °С, в который (в процессе удаления олова) добавляется 30 % перекись водорода (H₂O₂). Поверхность контрольной подложки 13, обращенная к испарителю 4, является цилиндрической поверх-

рителя 4) расположена контрольная подложка 13, которая доступна как для осаждения испаряемого материала, так и для наблюдения ее поверхности через оптическое окно 3 вакуумной камеры. Кроме этого, внутри вакуумной камеры (ниже плоскости отверстия испарителя 4) установлен источник излучения видимого диапазона длин волн, который состоит из вольфрамовой лампы накаливания 14 и металлического отражателя излучения 15, при этом металлический экран 16 перекрывает потоки света и молекул испаряемого материала от испарителя 4 к окну 3.

В конкретном примере реализации простого способа оценки толщины нанометровой прозрачной пленки SiO резистивный испаритель 4 имеет форму трубки с диаметром $6 \pm 0,5$ мм и длиной $4,5 \pm 5$ мм с отверстием диаметром $4 \pm 0,5$ мм на поверхности трубки на одинаковых расстояниях от ее концов и выполнен из танталовой фольги толщиной 0,1 мм. Испаряемым материалом является монооксид кремния (SiO) в виде гранул с диаметром 3 ± 4 мм. Расстояние между отверстием испарителя 4 и центром рабочей подложки 6 равно 200 ± 250 мм, при этом отверстие испарителя 4 расположено на перпендикуляре к центру подложки 6. Цилиндрический кварцевый элемент 12 выполнен в виде отрезка кварцевой трубы длиной 35 ± 36 мм с внутренним диаметром 66 ± 67 мм и внешним диаметром 71 ± 72 мм. Контрольная подложка 13 выполнена из железной фольги с толщиной $0,2 \pm 0,25$ мм, полученной из покрытой слоями олова железной фольги (используемой в пищевой промышленности) путем удаления слоев олова в 40 % водном растворе гидроксида калия (KOH) при температуре (80 ± 90) °С, в который (в процессе удаления олова) добавляется 30 % перекись водорода (H₂O₂). Поверхность контрольной подложки 13, обращенная к испарителю 4, является цилиндрической поверх-

ностью с радиусом, равным радиусу внутренней цилиндрической поверхности кварцевого элемента 12. Высота контрольной подложки 13 равна 50±52 мм, а расстояние между ее линейными границами равно 60±62 мм. Контрольная подложка 13 снабжена, по крайней мере, двумя элементами для ее крепления внутри кварцевого элемента 12, которые выполнены путем резки контрольной подложки 13 параллельно ее линейным границам на расстоянии 5÷6 мм от границ на глубину 15÷16 мм и последующей гибки подрезанных участков подложки 13 относительно верхнего края кварцевого элемента 12.

Предлагаемый способ изготовления нанометровой прозрачной пленки SiO и оценки ее толщины в процессе термовакуумного осаждения реализуют следующим образом. Перед началом работы закрепляют танталовый испаритель 4 в массивных контактных зажимах, обеспечивающих пропускание по испарителю 4 электрического тока с измеримой величиной 50÷200 А, и заполняют испаритель 4 гранулами испаряемого материала (SiO). Подготовленные рабочие подложки 6 помещают в держатель подложек 7. Цилиндрический кварцевый элемент 12 с закрепленной внутри его контрольной подложкой 13 устанавливают в вакуумной камере. После этого откачивают воздух из вакуумной камеры до давления (10^{-3} – 10^{-4}) Па, включают источник излучения видимого диапазона длин волн, открывают заслонку 5 и производят нагрев испаряемого материала до температуры его испарения: в случае SiO — (1050–1100) °С. При этом испаренные молекулы испаряемого материала конденсируются как на поверхности контрольной подложки 13, обращенной к испарителю 4, так и на рабочих подложках 6, образуя на них нанометровые прозрачные пленки.

Процесс осаждения нанометровых пленок контролируют путем наблюдения за появляющимся цветом окраски поверхности контрольной подложки 13, обращенной к испарителю 4, через оптическое окно 3 вакуумной камеры. Начало осаждения нанометровой пленки испаряемого материала фиксируют по возникновению интерференционной окраски (рыжевато-коричневого цвета) пленки на участке поверхности (в виде полосы) в нижней области контрольной подложки 13. По мере осаждения и увеличения толщины осаждаемой прозрачной пленки на поверхности контрольной подложки 13 происходит изменение цветов интерференционной окраски прозрачной пленки в последовательности: коричневый-фиолетовый-синий-зеленый-желтый-оранжевый-красный. В качестве реперной точки измерения толщины выбирают толщину пленки, которой соответствует зеленый цвет окраски пленки, так как этому цвету соответствует максимум *кривой видности* среднего нормального человеческого глаза, который имеет место на длине волны излучения $\lambda = 0,55$ мкм. Для расчета толщины прозрачной пленки в области окраски зеленого цвета можно использовать формулу для максимума интенсивности излучения, отраженного от среды оптически более плотной:

$$2h\sqrt{n^2 - \sin^2 i_1} = m\lambda_0, \quad (1)$$

где h — толщина прозрачной пленки, n — показатель преломления материала прозрачной пленки, i_1 — угол падения излучения на пленку, λ_0 — длина волны излучения, m — целое число, которое называется *порядком интерференционного максимума*. Для конкретного примера реализации предлагаемого

способа эта формула приводит к значению толщины пленки $h = 147$ нм при значениях остальных параметров в этой формуле: $\lambda_0 = 0,55$ мкм, $m = 1$, $n_{\text{SiO}} = 1,996$, $i_1 = 45^\circ$.

В случае использования малого плоского испарителя толщину h осаждаемой пленки рассчитывают по формуле:

$$h = (M_e / \pi r^2) \cos \alpha \cos \beta, \quad (2)$$

где M_e — масса испаренного материала, ρ — плотность испаренного материала, r — расстояние от отверстия испарителя до рассматриваемой точки на подложке, α — угол испарения (между нормалью к плоскости отверстия испарителя и направлением на рассматриваемую точку на подложке), β — угол падения испаряемых молекул на подложку в рассматриваемой точке (отсчитываемый от нормали к подложке в этой точке). Используя формулу (2) для рассматриваемого случая, можно получить формулу для отношения толщины h_2 пленки в центре рабочей подложки 6 к толщине h_1 пленки в рассматриваемой точке на контрольной подложке 13:

$$\frac{h_2}{h_1} = \frac{r_1^2}{r_2^2} \frac{1}{\cos \alpha_1 \cos \beta_1}, \quad (3)$$

где r_2 — расстояние между отверстием испарителя 4 и центром рабочей подложки 6, r_1 — расстояние от отверстия испарителя 4 до рассматриваемой точки на контрольной подложке 13, α_1 и β_1 — углы испарения и падения (соответственно) для контрольной подложки 13. При получении формулы (3) учтено, что для рабочей подложки 6 угол испарения $\alpha_2 = 0$ и угол падения $\beta_2 = 0$, и поэтому имеют место равенства: $\cos \alpha_2 = 1$ и $\cos \beta_2 = 1$.

Если для оценки толщины h_2 пленки в центре рабочей подложки 6 использовать зеленую полосу интерференционной окраски, соответствующую первому порядку интерференции ($m = 1$), на поверхности контрольной подложки 13 в ее нижней области, то в этой области толщина пленки $h_1 = 147$ нм. Если b — расстояние от середины зеленой полосы до нижнего основания подложки 13, а r — радиус подложки 13, то расстояние r_1 от отверстия испарителя 4 до середины зеленой полосы на подложке 13 можно определить по формуле: $r_1 = \sqrt{b^2 + r^2}$. Формула (3) приводит к значению толщины пленки $h_2 = 12,8$ нм в центре рабочей подложки 6 при следующих значениях остальных параметров в этой формуле: $r_1 = 36,25$ мм (если $b = 15$ мм, $r = 33$ мм), $\cos \alpha = 0,4138$, $\cos \beta = 0,9104$, $r_2 = 200$ мм, $h_1 = 147$ нм. Если в этом примере расчета толщины h_2 пленки в центре рабочей подложки 6 увеличить величину r_2 до значения $r_2 = 250$ мм, не изменяя значения остальных параметров, то величина h_2 будет уменьшена до значения $h_2 = 8,2$ нм.

При уменьшении внутреннего радиуса контрольной подложки 13 до 30 мм расчет по формуле (3) дает значение толщины пленки $h_2 = 10,3$ нм в центре рабочей подложки 6 при следующих значениях остальных параметров в этой формуле: $r_1 = 33,54$ мм (если $b = 15$ мм, $r = 30$ мм), $\cos \alpha = 0,4472$, $\cos \beta = 0,8944$, $r_2 = 200$ мм, $h_1 = 147$ нм. Такое уменьшение внутреннего радиуса r контрольной подложки 13 можно выполнить либо путем замены кварцевого элемента 12 с подложкой 13 с внутренним радиусом 33 мм другим кварцевым элементом 12 с подложкой 13, имеющих внутренний радиус 30 мм, либо путем

смещения кварцевого элемента 12 с подложкой 13, имеющих $r=33$ мм, по горизонтальной поверхности металлического экрана 11 в сторону уменьшения расстояния от отверстия испарителя 4 до контрольной подложки 13 на величину, равную 3 мм. Если во втором примере расчета толщины h_2 пленки в центре рабочей подложки 6 увеличить величину r_2 до значения $r_2=250$ мм, не изменяя значения остальных параметров, то величина h_2 будет уменьшена до значения $h_2=6,6$ нм.

Таким образом, из приведенных примеров оценки толщины h_2 пленки в центре рабочей подложки 16 следует, что предлагаемый способ для изготовления нанометровых прозрачных пленок позволяет осаждать на рабочей подложке 6 нанометровые пленки с толщинами в интервале 6,6–12,8 нм, если для контроля толщины пленки на рабочей подложке 6 использовать зеленую полосу интерференционной окраски, соответствующую первому порядку интерференции ($m=1$), на поверхности контрольной подложки 13 в ее нижней области. Для получения более толстых нанометровых прозрачных пленок на рабочей подложке 6 следует продолжить осаждение испаряемого материала, контролируя процесс осаждения и увеличения толщины пленок путем наблюдения изменения цветов интерференционной окраски прозрачной пленки на поверхности контрольной подложки 13. При этом зеленая полоса интерференционной окраски будет периодически появляться на поверхности контрольной подложки 13 в ее нижней области, соответствуя второму, третьему и четвертому порядку интерференционного максимума ($m=2, m=3, m=4$) в формуле (1).

Заключение. Таким образом, для осуществления описанного выше процесса изготовления нанометровых прозрачных пленок SiO не требуется использования дополнительного сложного оборудования, кроме традиционной установки типа УВН-2М1, для получения тонких пленок методом термовакuumного напыления, в которой расстояние от испарителя до рабочей подложки можно изменять от 150 до 250 мм. Следует отметить, что этот простой способ оценки толщины нанометровой прозрачной пленки в процессе ее нанесения можно использовать также при вакуумном нанесении нанометровых прозрачных пленок ZnS, ZnSe, MgF₂, CaF₂, GeO, WO₃, MoO₃, SnO₂. Использование описанного выше способа позволяет упростить технологию изготовления нанометровых прозрачных пленок этих материалов, применяемых при проведении физических экспериментов.

Библиографический список

1. Macleod H. A. Monitoring of optical coatings // Applied Optics. 1981. Vol. 20, Issue 1. P. 82–89. DOI: 10.1364/AO.20.000082.
2. Sullivan B. T., Clarke G. A., Akiyama T. [et al]. High-rate automated deposition system for the manufacture of complex multilayer coatings // Applied Optics. 2000. Vol. 39, Issue. 1. P. 157–167. DOI: 10.1364/AO.39.000157.
3. Wilbrandt S., Kaiser N., Stenzel O. In-situ broadband monitoring of heterogeneous optical coatings // Thin Solid Films. 2006. Vol. 502, no. 1-2. P. 153–157. DOI: 10.1016/j.tsf.2005.07.260.

4. Zhupanov V. G., Klyuev E. V., Alekseev S. V. [et al]. Indirect broadband optical monitoring with multiple witness substrates. // Applied Optics. 2009. Vol. 48, no. 12. P. 2315–2320. DOI: 10.1364/AO.48.002315.

5. Толмачев В. А. Определение толщины толстых прозрачных пленок с помощью метода многоугольной эллипсометрии // Оптический журнал. 2002. Т. 69, № 1. С. 73–76.

6. Boudreau M. G., Wallace S. G., Balcaitis G. [et al]. Application of in situ ellipsometry in the fabrication of thin-film optical coatings on semiconductors // Applied Optics. 2000. Vol. 39, no. 6. P. 1053–1058. DOI: 10.1364/AO.39.001053.

7. Котов Г. И., Кузубов С. В., Агапов Б. А. [и др.]. Определение толщины наноразмерных пленок широкозонных полупроводников класса A₂^{III}B₃^{VI} на подложках A^{III}B^V // Конденсированные среды и межфазные границы. 2012. Т. 14, № 4. С. 429–432.

8. Ralfa-Yuan H., Rancourt J. D., Cumbo M. J. Ellipsometric study of thermally evaporated germanium thin film // Applied Optics. 1997. Vol. 36, no. 25. P. 6360–6363. DOI: 10.1364/AO.36.006360.

9. Qianxi L., Xiaojiang Y., Geyang L. [et al]. Thickness measurement of nanometer films by XRD on nano-multilayers // Journal of Materials Science Letters. 2003. Vol. 22. P. 261–263.

10. Dobrowolski J. A., Ho F. C., Waldorf A. Determination of optical constants of thin film coating materials based on inverse synthesis // Applied Optics. 1983. Vol. 22, no. 20. P. 3191–3200. DOI: 10.1364/AO.22.003191.

11. Farrell T., Armstrong J. V., Kighley P. Dynamic optical reflectivity to monitor the real-time metalorganic molecular beam epitaxial growth of AlGaAs layers // Applied Physics Letters. 1991. Vol. 59, no. 10. P. 1203–1205.

12. Рябухо В. П., Ульянов С. С., Миненкова И. Ф. Формирование квазирегулярной интерференционной картины в спекл-модулированном лазерном пучке, отраженном от прозрачного оптически неоднородного слоя // Журнал технической физики. 2002. Т. 72, № 4. С. 72–75.

13. Белов М. А., Белов А. М., Городничев В. А. [и др.]. Лазерный рефлектометрический метод измерения толщины и оптических характеристик тонких пленок в процессе их роста // Вестник Московского государственного технического университета им. Н. Э. Баумана. Сер. Приборостроение. 2011. № 12. С. 16–24.

14. Newton I. Optice. Lausanne and Geneva, 1740. P. 225.

15. Метфессель Э. Тонкие пленки, их изготовление и измерение. М.-Л. Госэнергоиздат, 1963. 272 с.

БУРЛАКОВ Рудиарий Борисович, кандидат физико-математических наук, доцент (Россия), доцент кафедры «Прикладная и медицинская физика». AuthorID (РИНЦ): 37654
Адрес для переписки: burlakovrb@e-mail.omsu.ru

Для цитирования

Бурлаков Р. Б. Простой способ оценки толщины нанометровой прозрачной пленки SiO в процессе ее термовакuumного осаждения // Омский научный вестник. 2018. № 5 (161). С. 115–118. DOI: 10.25206/1813-8225-2018-161-115-118.

Статья поступила в редакцию 28.03.2018 г.

© Р. Б. Бурлаков