

Российская академия наук

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МИКРОСТРУКТУР РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

УДК 537.9
№ государственной регистрации 01201170369
Инв. №

УТВЕРЖДАЮ

Директор ИФМ РАН,
профессор



З.Ф. Красильник З.Ф. Красильник

«25» *апреля* 2012 г.

ОТЧЕТ
О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ
(ПРОМЕЖУТОЧНЫЙ)

«Развитие центром коллективного пользования научным оборудованием комплексных исследований в области формирования и исследования многослойных наноструктур на основе Si, GaAs и GaN для пассивных и активных элементов нанoeлектроники и нанофотоники миллиметрового и инфракрасного диапазонов длин волн»

Государственный контракт №16.552.11.7007 от "29" апреля 2011 г.
в рамках Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2013 годы»,
мероприятие 5.2, шифр заявки «2011-5.2-552-001-005»

Этап 3. ПРОВЕДЕНИЕ ДОПОЛНИТЕЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Научный руководитель,
зам. директора по НИР,
доктор физ.-мат. наук

подпись, дата


25, 04, 2012

В. И. Шашкин

Нижний Новгород 2012


СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Научный руководитель,
зав. отд., д.ф.-м.н.


подпись и дата

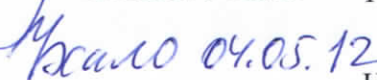
В. И. Шашкин (введение,
разделы 1,2,3,4 заключение)

Исполнители темы
Ответственный
исполнитель,
в.н.с., д.ф.-м.н.


подпись и дата


Ю. Н. Дроздов (разделы
1,2,3)

Зав. лаб., д.ф.-м.н.
ведущий электроник,
к.ф.-м.н.



подпись и дата

Н.И. Чхало (раздел 5)

Нач. отдела закупок
ИФМ РАН



подпись и дата

В.Р. Закамов (раздел 4)


подпись и дата


О.В. Вилкова (раздел 2)

н.с., к.ф.-м.н.


подпись и дата


П.В. Волков (раздел 3)

с.н.с., к.ф.-м.н.


подпись и дата


М.Н. Дроздов (разделы 1,3)

Ученый секретарь ИФМ,
к.х.н.


подпись и дата

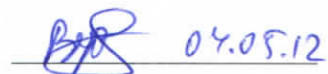
Г.Л. Пахомов (раздел 2)

с.н.с., к.ф.-м.н.


подпись и дата

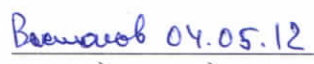
А.Ю. Аладышкин (раздел 2)

с.н.с., к.ф.-м.н.


подпись и дата


С.Н. Вдовичев (раздел 2)

н.с., к.ф.-м.н.


подпись и дата


Н.В. Востоков (раздел 4)

с.н.с., к.ф.-м.н.


подпись и дата

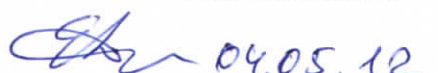
С.А. Гусев (раздел 2)

н.с., к.ф.-м.н.


подпись и дата

В.М. Данильцев (раздел 4)

с.н.с., к.ф.-м.н.


подпись и дата

Е.В. Демидов (раздел 4)

н.с., к.ф.-м.н.	<u>Спирин 04.05.2012</u> подпись и дата	К.Е. Спирин (раздел 2)
м.н.с.	<u>Травкин 04.05.2012</u> подпись и дата	В.В. Травкин (раздел 4)
н.с., к.ф.-м.н.	<u>Пестов 04.05.2012 г.</u> подпись и дата	А.Е. Пестов (раздел 5)
Технолог 1 категории	<u>Торопов 04.05.2012</u> подпись и дата	М.Н. Торопов (раздел 5)
технолог	<u>Тропанова 04.05.2012</u> подпись и дата	А.Н. Тропанова (раздел 4)
Инженер исследователь	<u>Гудков 04.05.12</u> подпись и дата	Е.Ю. Гудков (раздел 4)
Лаборант	<u>Благодаткин 04.05.12</u> подпись и дата	А.В. Благодаткин (раздел 4)
м.н.с.	<u>Юрасов 04.05.12</u> подпись и дата	Д.В. Юрасов (раздел 4)
Инженер- исследователь	<u>Юнин 04.05.2012</u> подпись и дата	П.А. Юнин (разделы 1,3)
Нормоконтролер	<u>Мурель 04.05.2012</u> подпись и дата	А.В. Мурель

РЕФЕРАТ

Отчет 112 страниц, 4 таблицы, 32 рисунка, 64 источника, 5 приложений.

НИЗКОБАРЬЕРНЫЕ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫЕ ДИОДЫ, ПРИБОРЫ ВИДЕНИЯ В МИЛЛИМЕТРОВОМ ДИАПАЗОНЕ ДЛИН ВОЛН, ЦЕНТР КОЛЛЕКТИВНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ

Выполнены научные исследования и работы по развитию Центра коллективного пользования «Физика и технология микро- и наноструктур» (ЦКП ИФМ РАН). Выполнены исследования в интересах сторонних организаций.

Заключены договора на поставку нового спецоборудования (система напыления и быстрого термического отжига контактов, генератор сигналов серии 50 ГГц, станция ожижения гелия с системой сбора газообразного гелия). Закупленное ранее в рамках темы спецоборудование (рентгеновский дифрактометр Bruker D8 Discover и лазерный генератор изображения μPG101) прошло этап пуско-наладочных работ и успешно введено в эксплуатацию.

Разработаны новые методики исследований и виды услуг, обновлен Перечень услуг ЦКП ИФМ РАН. В частности, предложен простой вариант учета отклонений от линейной зависимости периода решетки и упругих модулей твердого раствора от концентрации при рентгенодифракционном анализе эпитаксиальных слоев, а также показано, что при анализе системы AlGaAs в масс-спектрометре TOF.SIMS 5 и использовании распыляющих ионов Cs^+ близкой к линейной является зависимость $Y(\text{CsAl}^+)/Y(\text{CsAs}^+)$ от $x(\text{AlAs})$ в положительной моде анализируемых ионов и $Y(\text{AlAs}^-)/Y(\text{As}^-)$ от $x(\text{AlAs})$ в отрицательной моде. Разработанные методики снижают систематические ошибки измерений, и нашли применение в практике работы ЦКП ИФМ РАН.

Экспериментально исследована возможность управления эффективной высотой барьера в диодах Шоттки на кремниевых структурах, выращенных методом молекулярно-пучковой эпитаксии. Представлены результаты исследований диодов с пониженной высотой барьера в одноэлементном смесителе на частотах вблизи 94 ГГц. Показано, что минимальные потери преобразования $16 \div 12,5$ дБ обеспечивают диоды с $R_j = 3 \div 9$ кОм при уровнях мощности гетеродина $10 \div 40$ мкВт.

Демонстрируются первые литографические изображения в резистах, полученные с помощью метода проекционной литографии на длине волны 13,5 нм. Приводятся данные по скоростям засветки фоторезиста и загрязнения поверхности коллектора. Анализируются факторы, ограничивающие пространственное разрешение проекционной схемы.

СОДЕРЖАНИЕ

Обозначения и сокращения	7
ВВЕДЕНИЕ	8
1 Проведение исследований в интересах сторонних организаций	11
1.1 Организация исследований в интересах сторонних организаций в ЦКП ИФМ РАН	11
1.2 Исследования в интересах сторонних организаций, выполненные в ЦКП ИФМ РАН	12
2 Поставка спецоборудования и проведение пуско-наладочных работ	14
2.1 Формирование договоров на поставку спецоборудования	14
2.1.1 Система напыления и быстрого термического отжига контактов	14
2.1.2 Генератор сигналов серии 50 GHz	19
2.1.3 Станция ожижения гелия с системой сбора газообразного гелия	20
2.2 Проведение пуско-наладочных работ и ввод в эксплуатацию вновь закупленного оборудования	23
2.2.1 Рентгеновский дифрактометр Bruker D8 Discover	23
2.2.2 Лазерный генератор микро-изображений μ PG101	32
3 Разработка новых методик измерений и новых видов услуг	35
3.1 Анализ концентрации твердых растворов (Al,Ga)As методами вторично-ионной масс-спектрометрии и рентгеновской дифрактометрии	35
3.1.1 Введение	35
3.1.2 Учет отклонения от закона Вегарда при РД-анализе твердых растворов AlGaAs	37
3.1.3 Эксперимент и обсуждение результатов	39
3.1.4 Заключение	42
3.2 Способ учета параметра сдвига при восстановлении распределения состава полупроводниковых структур по глубине в методе ВИМС	42
3.2.1 Введение	42
3.2.2 Прямая и обратная задачи послойного анализа	43
3.2.2.1. Функция разрешения по глубине	43
3.2.2.2 Алгоритм восстановления	45
3.2.2.3 Учет сдвига профиля при восстановлении	47
3.2.3 Результаты восстановления модельных и экспериментальных профилей	48
3.2.4 Заключение	53
3.3 Новые виды услуг	54

4 Проведение экспериментальных исследований тестовых структур по формированию диодов с пониженной высотой барьера	56
4.1 Модификация высоты барьера в диодах Шоттки на кремнии при использовании сильнолегированных 3D- и 2D-слоев	56
4.1.1 Введение	56
4.1.2 Эксперимент	56
4.1.3 Экспериментальные результаты и их обсуждение	58
4.2 Исследования диодов с пониженной высотой барьера в планарном смесителе миллиметрового диапазона длин волн	63
4.2.1 Введение	63
4.2.2 Конструкция и характеристики планарного смесителя	64
4.2.3 Заключение	69
5 Экспериментальные исследования возможностей миниатюризации элементов полупроводниковых схем за счет использования литографии экстремального ультрафиолета	70
5.1 Описание стенда ЭУФ литографа	70
5.2 Формирование наноструктур на стенде ЭУФ литографа-мультипликатора. Первые экспериментальные результаты	72
5.3 Обсуждение результатов	77
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	80
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	82
Приложение А Перечень организаций – заказчиков исследований	88
Приложение Б Справка о метрологическом обеспечении измерений ЦКП «Физика и технология микро- и наноструктур»	89
Приложение В Перечень сертифицированного оборудования. Перечень аттестованных методик ЦКП «Физика и технология микро- и наноструктур»	91
Приложение Г Актуализированный перечень услуг ЦКП ИФМ РАН	96
Приложение Д Методики аналитических измерений, разработанные на этапе 3	98

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

В настоящем отчете о НИР применяются следующие обозначения и сокращения:

- МЛЭ - молекулярно-лучевая эпитаксия;
- МОГФЭ – металлоорганическая газофазная эпитаксия;
- АСМ – атомно-силовая микроскопия;
- ПЭМ - просвечивающая электронная микроскопия;
- ВИМС – вторично ионная масс-спектрометрия;
- РД - рентгеновская дифрактометрия
- ФЛ - фотолюминесценция;
- КТ – квантовая точка;
- КЯ – квантовая яма;
- ТМГ – триметилгаллий;
- ТЭБ – триэтилбор;
- ТМИ – триметилиндий;
- МС – монослой, слой монокристалла, по толщине совпадающий с периодом повторения кристалла в направлении нормали к поверхности;
- МП – металл-полупроводник;
- ВАХ – вольт-амперные характеристики;
- ЭУФ – экстремальный ультрафиолет;
- АЦП - аналого-цифровой преобразователь;
- МК – микроконтроллер;
- БУ - буферный усилитель;
- ПЧ - промежуточная частота

ВВЕДЕНИЕ

Основанием для проведения НИР является государственный контракт №16.552.11.7007 от "29" апреля 2011г. по теме "Развитие центром коллективного пользования научным оборудованием комплексных исследований в области формирования и исследования многослойных наноструктур на основе Si, GaAs и GaN для пассивных и активных элементов нанoeлектроники и нанофотоники миллиметрового и инфракрасного диапазонов длин волн", выполняемый в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2013 годы».

В области научных исследований проект направлен на решение проблемы получения изображений объектов в миллиметровом диапазоне длин волн в реальном масштабе времени на основе матриц высокочувствительных планарных детекторов, созданных методами нанотехнологий. В ходе проекта должна быть доказана возможность создания компактного матричного детекторного приёмника миллиметрового диапазона длин волн.

Основной объем финансирования по проекту направлен на развитие Центра коллективного пользования «Физика и технология микро- и наноструктур», ЦКП ИФМ РАН, закупку спецоборудования и развитие методик исследований.

В Техническом задании на этапе 3 «Проведение дополнительных исследований» было предусмотрено выполнение следующих работ:

- Проведение исследований в интересах сторонних организаций.
- Поставка спецоборудования и проведение пуско-наладочных работ.
- Разработка новых методик измерений и новых видов услуг
- Проведение экспериментальных исследований тестовых структур по формированию диодов с пониженной высотой барьера
- Экспериментальные исследования возможностей миниатюризации элементов полупроводниковых схем за счет использования литографии экстремального ультрафиолета.

В настоящем отчете приведены результаты выполненных работ.

В разделе 1 описаны формы организации работ в интересах сторонних организаций в ЦКП ИФМ РАН, приведены характерные примеры из списка работ 2012 года.

В разделе 2 описаны работы по заключению договоров на поставку нового спецоборудования (система напыления и быстрого термического отжига контактов, генератор сигналов серии 50 GHz, станция ожижения гелия с системой сбора газообразного гелия). Закупленное ранее в рамках темы спецоборудование (рентгеновский

дифрактометр Bruker D8 Discover и лазерный генератор изображения μ PG101) прошло этап пуско-наладочных работ и успешно введено в эксплуатацию, см. подраздел 2.2.

Разработаны новые методики исследований и виды услуг, обновлен Перечень услуг ЦКП ИФМ РАН (раздел 3). В частности:

- предложен простой вариант учета отклонений от линейной зависимости периода решетки и упругих модулей твердого раствора от концентрации при рентгенодифракционном анализе эпитаксиальных слоев. Способ состоит в построении поправочной кривой, с помощью которой результаты анализа, полученные с помощью существующих вычислительных программ, корректируются на последнем этапе анализа;
- показано, что при использовании в масс-спектрометре TOF.SIMS 5 распыляющих ионов Cs^+ и анализирующего пучка Bi^+ , близкой к линейной является зависимость $Y(\text{CsAl}^+)/Y(\text{CsAs}^+)$ от $x(\text{AlAs})$ в положительной моде анализируемых ионов и $Y(\text{AlAs}^-)/Y(\text{As}^-)$ от $x(\text{AlAs})$ в отрицательной моде;
- реализованы алгоритмы решения прямой и обратной задач послойного анализа в масс-спектрометре TOF.SIMS 5. Подробно обсуждены детали применения метода регуляризации Тихонова к решению обратной задачи интегрального уравнения свертки в Фурье-пространстве. Разработанный алгоритм протестирован как на смоделированных, так и на экспериментальных профилях. Было показано, что предложенный подход позволяет повысить информативность послойного анализа и разрешение метода по глубине. В ряде случаев восстановление с учетом сдвига экспериментального профиля позволяет избежать существенных систематических погрешностей при определении глубины залегания тонких слоев.

Разработанные методики снижают систематические ошибки измерений, и нашли применение в практике работы ЦКП ИФМ РАН.

В плане экспериментальных исследований по формированию диодов с пониженной высотой барьера в разделе 4 приведены экспериментальные результаты исследования управления эффективной высотой барьера в диодах Шоттки на кремниевых структурах, выращенных методом молекулярно-пучковой эпитаксии. Показано, что управление возможно как при использовании сильнолегированных поверхностных однородных (3D) слоёв ($\sim 10^{20} \text{ см}^{-3}$), так и приповерхностных (2D) дельта-слоёв ($\sim 10^{13} \text{ см}^{-2}$), обеспечивающих туннельное прохождение тока через барьер на границе металл-полупроводник. Изучены зависимости эффективной высоты барьера от параметров сильнолегированных слоёв.

Проведённое моделирование электронного транспорта в структурах позволило качественно объяснить наблюдаемые экспериментальные результаты.

Представлены также (подраздел 4.2) результаты исследований диодов с пониженной высотой барьера в одноэлементном смесителе на частотах вблизи 94 ГГц при пониженной мощности гетеродина. Для смещения частот использовалась планарная антенна, в которую были включены низкобарьерные диоды с дифференциальным сопротивлением R_j при нулевом смещении в диапазоне 2÷9 кОм. Измерения коэффициента отражения в канале промежуточной частоты показывают, что минимальные потери преобразования 16÷12,5 дБ обеспечивают диоды с $R_j=3÷9$ кОм при уровнях мощности гетеродина 10÷40 мкВт.

За счет внебюджетных средств выполнены разработки в области рентгеновской литографии (раздел 5). Демонстрируются первые литографические изображения в резистах, полученные с помощью метода проекционной литографии на длине волны 13,5 нм. Приводятся данные по скоростям засветки фоторезиста и загрязнения поверхности коллектора. Анализируются факторы, ограничивающие пространственное разрешение проекционной схемы.

На отчетном этапе были достигнуты следующие значения индикаторов и показателей:

- по результатам исследований с использованием научного оборудования Центра защищена 1 кандидатская диссертация;
- число организаций-пользователей научного оборудования Центра – 9 организаций;
- количество молодых специалистов, привлеченных к проведению исследований (молодые специалисты, начавшие участвовать в работах по контракту на 3-ем этапе его выполнения, первом этапе в отчетном году) – 4 человека.

1 ПРОВЕДЕНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ В ИНТЕРЕСАХ СТОРОННИХ ОРГАНИЗАЦИЙ

1.1 Организация исследований в интересах сторонних организаций в ЦКП ИФМ РАН

Согласно действующему «Положению о Центре коллективного пользования научным оборудованием “ФИЗИКА И ТЕХНОЛОГИЯ МИКРО- И НАНОСТРУКТУР” (ЦКП ИФМ РАН)», основной целью деятельности ЦКП является обеспечение доступа заинтересованным организациям и исследовательским группам к современному дорогостоящему научному оборудованию для проведения исследований на условиях центра коллективного использования, а также оказание услуг исследователям и научным коллективам как базовой организации, так и иным заинтересованным пользователям. Основные научные направления ЦКП: физика поверхности, физика твердотельных наноструктур, физика сверхпроводников, многослойная рентгеновская оптика, а также технология и применение тонких пленок, поверхностных и многослойных структур.

Услуги коллективного пользования научным оборудованием могут предоставляться как на возмездной, так и на безвозмездной основе. Оказание услуг на возмездной основе осуществляется на основе договора между организацией-заказчиком и ИФМ РАН. Используется Типовой договор на проведение научных исследований и оказание услуг. Перечень типовых услуг ЦКП, используемое оборудование и форма заявки представлены на сайте ЦКП в сети Интернет.

Услуги на безвозмездной основе оказываются без оформления договора. Как правило, это небольшие по объему работы, оформление договора на которые признается нецелесообразным. Они выполняются в порядке оказания научно-технического содействия, либо в рамках выполнения совместных НИР, и часто служат рекламой возможностей ЦКП на начальном этапе работ с организацией-заказчиком. Документом, подтверждающим наличие заявки, служит Письмо на бланке организации-заказчика на имя руководителя ЦКП с просьбой выполнить некоторые работы. Документом, подтверждающим факт выполнения услуги, служит «Акт о выполнении услуг ЦКП ИФМ РАН». Следует отметить, что в настоящее время большой объем работ выполняется в ЦКП ИФМ РАН в рамках совместных НИР ИФМ РАН с другими научными организациями.

1.2 Исследования в интересах сторонних организаций, выполненные в ЦКП ИФМ РАН

На этапе 3 выполнялись разнообразные работы для сторонних организаций - заказчиков услуг, см. Приложение А к настоящему отчету. Как описано в предыдущем подразделе, работы для сторонних организаций различаются по типу оформления:

- 1) договора на возмездной основе,
- 2) услуги по письму на безвозмездной основе,
- 3) совместные работы, не оформленные документами на настоящее время.

В соответствии с требованиями «Методических указаний по оформлению отчетности о достижении заданных значений индикаторов и показателей», в отчетность по индикатору И5.2.3 и в Справку, Приложение 18.6, включены только организации, работы с которыми относятся к типу 1 и 2, т.е. имеют документальное подтверждение. Не включена сюда работа по письму «частного естествоиспытателя» Мокшанова О.А. из села Высокая Гора, Татарстан, заявка от 12 марта 2012. Заявка была на измерение химической чистоты образцов алюминия, и по решению руководства ЦКП она была выполнена.

Новым типом договора на услуги стал для ЦКП ИФМ РАН договор с ОАО «КБ «Икар», Нижний Новгород на исследование кристаллографических свойств слоев на рентгеновском дифрактометре и морфологии поверхности слоев тонкопленочных структур методом оптической профилометрии. Работы с этим заказчиком ведутся уже несколько лет, и было решено опробовать специальную форму долгосрочного договора на услуги. Поскольку заранее невозможно указать, какое число образцов и когда поступят, то в договоре не записана общая стоимость работ, а указана только стоимость измерения одного образца (в Приложении к Договору приведен расчет стоимости услуг). По каждой отдельной партии образцов составляется Акт сдачи-приемки и проводится оплата работы. Эта форма удобна для заказчика работ, однако, выявились трудности для исполнителя. Поскольку нет заранее согласованной суммы, нельзя отнести затраты на выполнение работ до появления Акта сдачи-приемки. В то же время, после составления Акта работы закончены, и финансирование их не должно проводиться. Выход был найден путем искусственного смещения срока окончания работ и оформления Акта сдачи-приемки.

Основной объем запросов идет на аналитические измерения с использованием современного оборудования ЦКП ИФМ РАН: TOF.SIMS-5, Bruker D8 Discover, Talysurf CCI 2000, электронные микроскопы. На приборе TOF.SIMS-5 выполняются масс-спектрометрические измерения: исследование примесного состава слоев, послойный элементный анализ структур. Время-пролетный масс-спектрометр TOF.SIMS-5 является уникальным по возможностям прибором с широким спектром приложения к

разнообразным задачам материаловедения. В то же время, его высокая стоимость (52 млн. руб.) не позволяет закупить такой прибор другим организациям региона. В ЦКП ИФМ РАН он был приобретен за счет средств предыдущего госконтракта по мероприятию 5.2. На новом дифрактометре Bruker D8 Discover (приобретен в рамках настоящего госконтракта) выполняется и обычный рентгенофазовый анализ, и более сложные виды исследования эпитаксиальных слоев. Большой набор съемных приставок делает его похожим на некий комбайн с набором «навесных орудий». Интерферометр белого света Talysurf CCI 2000 (также приобретен в рамках госконтракта по мероприятию 5.2) пользуется большим спросом, поскольку высокая информативность и точность (чувствительность по оси z 0,2 нм) восстановления 3-х мерной карты поверхности сочетаются в этом приборе с простотой управления и обработки данных. Это позволило использовать Talysurf CCI 2000 в режиме прямого доступа для всех сотрудников ИФМ РАН, аспирантов и студентов-дипломников с записью в журнал работ. Такая же возможность была предоставлена сотрудникам НИИ «Полюс» им. М.Ф. Стельмаха, г. Москва, по письму – заявке от 28.02.2012 для сравнения результатов измерений шероховатости поверхностей подложек лазерных гироскопических зеркал на различных приборах.

Наращивание объемов работ для сторонних организаций сдерживается низким уровнем платежеспособного спроса организаций региона, с одной стороны, и ограниченными возможностями по предоставлению бесплатных услуг – с другой.

2 ПОСТАВКА СПЕЦБОРУДОВАНИЯ И ПРОВЕДЕНИЕ ПУСКО-НАЛАДОЧНЫХ РАБОТ

В разделе 2 описаны работы по заключению договоров на поставку нового спецоборудования, подраздел 2.1. Это система напыления и быстрого термического отжига контактов, генератор сигналов серии 50 GHz, станция ожижения гелия с системой сбора газообразного гелия. В соответствии с планом работ получена часть 2 установки СММ-2000, часть 1 от которой была получена на предыдущем этапе. Закупленное ранее в рамках темы спецоборудование (рентгеновский дифрактометр Bruker D8 Discover и лазерный генератор изображения μ PG101) прошло этап пуско-наладочных работ и успешно введено в эксплуатацию, см. подраздел 2.2.

2.1 Формирование договоров на поставку спецоборудования

На этапе 3 были продолжены работы по закупке спецоборудования для ЦКП ИФМ РАН в соответствии с планом работ по госконтракту.

2.1.1 Система напыления и быстрого термического отжига контактов

При выполнении измерений электрических параметров образцов разных типов в ЦКП ИФМ РАН требуется хорошо воспроизводимое формирование надежных электрических контактов, а также тонких и ультратонких диэлектрических слоёв и металлических слоев высокого структурного качества. В эти задачи входит напыление различных металлов (как легко испаряемых, так и тугоплавких) и быстрое вжигание контакта для сохранения неизменных электрических свойств образцов. Проработка этого вопроса специалистами ЦКП позволила сформулировать общие требования к установке:

- Несколько процессов физического вакуумного осаждения (PVD) включая резистивное термическое испарение (RTE) и испарение электронным лучом (EBD).
- Рабочая камера из нержавеющей стали со смотровым окном (фронтальная загрузка).
- Быстрая откачка (криогенный высоковакуумный насос 1500 л/с с компьютеризированным манометрическим контролем вакуума).
- Режим соосаждения из разных источников.
- Контроль скорости испарения и осаждения (мониторинг толщины).
- Сменные используемые подложки до 100 мм.
- Вращающийся столик - подложкодержатель с возможностью охлаждения, диаметром 150 мм.
- Нагреватель подложек от комнатной температуры до 600 °С.

- Полностью автоматизированная система контроля параметров и управления процессами SCADA на базе Windows 7 Professional, включая ПК и соответствующие интерфейсные устройства.
- Входное напряжение 220 В; 12. Сертификация; 11. Обучение работе на установке и пусконаладка.

Маркетинговый анализ показал, что оптимальным вариантом с точки зрения технологических возможностей установки, совместимости с условиями эксплуатации в ИФМ РАН (вес, габариты, чистота процессов), доступности, сопровождения (российское представительство, поставщик) и цены может быть установка Amod производства фирмы Angstrom Engineering Inc. (Канада) в специально проработанной с представителями фирмы комплектации. Комплектация отражена в Таблице 2.1, которая является Приложением №1 к Договору поставки оборудования №НЭА-02/01 от «30» января 2012 г.

Таблица 2.1 Спецификация системы напыления и быстрого термического отжига контактов

№	№ кат.	Наименование	Цена за единицу, Рубли с НДС 18%	Кол.	Цена, Рубли, с НДС 18%
1	CS-06	<p>Angstrom Amod Series система напыления. (продвинутая система компьютерного управления системой)</p> <p>Корпус и основная платформа</p> <ul style="list-style-type: none"> • Универсальная Amod 20"x20" основной вакуумный проходной фланец • Опорная рама системы с порошковым покрытием и встроенным электрическим блоком. <p>Система управления</p> <ul style="list-style-type: none"> • Станция управления с ПК на базе Window 7 Professional • Система управления установкой SCADA на базе Windows • Автоматический и ручной режим управления системой 	4 392 000,00	1 шт.	4 392 000,00

		<ul style="list-style-type: none"> Система защитных блокировок и предупреждения Различные варианты управления допуском (учетные записи) к управлению системой CSA SPE-1000 сертификация <p>Вакуумная откачка и измерения</p> <ul style="list-style-type: none"> Brooks СТИ 1500 л/с криогенный высоковакуумный насос в комплекте Cryo-Torr 8F (производство Brooks Automation) <p>Гелиевый компрессор модели 8200 10' набор для инсталляции (монтажный комплект)</p> <ul style="list-style-type: none"> Форвакуумный лопастной насос Varian DS 302 (8,2 куб.фут/мин – 14 м³/час) Granville-Phillips вакуумный манометр с компьютеризированным интерфейсом 			
2	PU-07	Опция замены лопастного насоса на безмасляный насос модели TriScroll Dry Pump Varian (9 куб.фут/мин – 15 м ³ /час)	96 075,00	1 шт.	96 075,00
3	VC-03	<p>20-дюймовая кубическая камера из алюминия</p> <ul style="list-style-type: none"> Фронтальная дверь камеры на петлях Два набора подвижных защитных экранов - заслонок (Экраны сменяются (чередуются) для уменьшения времени простоя системы) Поверхность камеры обработана (дробеструйная обработка) Базовое давление будет меньше чем 9 x 10⁻⁸ Торр когда система чистая и пустая. <p>Смотровое окно для фронтальной двери камеры</p>	658 800,00	1 шт.	658 800,00

		<ul style="list-style-type: none"> Смотровое окно смонтировано для трубку во избежание осаждения Смотровое окно расположено примерно на высоте держателя образцов 			
4	DS-01	<ul style="list-style-type: none"> 1 источник резистивного испарения и источник питания - опция 2500ВА трансформатор и SCR контроллер питания Изменяемое на выходе значение напряжения до 10В обеспечивает широкий диапазон напряжения без необходимости замены кабелей в трансформаторе 	150 975,00	2 шт.	301 950,00
5	DS-14	<ul style="list-style-type: none"> 6 x 7сс Источник электронно-лучевого испарения с несколькими тиглями - опция Telemark 6 тиглевый источник электронно-лучевого испарения Размер тигля 7 сс (куб.см) 6 кВт источник питания Программируемый контроллер по двум осям. Автоматизированный контроллер рецептов с индексацией тиглей. 	1 894 050,00	1 шт.	1 894 050,00
6	DC-01	<ul style="list-style-type: none"> Управляемая на базе компьютера система контроля скорости осаждения и толщины пленки SQS-242 Sigma программное обеспечение для контроля осаждения SQM-242 Sigma PCI карта (схема) системы контроля осаждения 	247 050,00	1 шт.	247 050,00
7	DC-08	<ul style="list-style-type: none"> 1 QSM – датчик скорости осаждения. Датчик смонтирован на жесткий кронштейн для предотвращения потерь калибровки при аварийном или любом другом движении Датчик охлаждается водой для увеличений точности. 	76 860,00	3 шт.	230 580,00
8	SS-01	Вращающееся основание	197 640,00	1 шт.	197 640,00

		<p>(столлик подложек)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Разбитый на секции держатель образцов для установки подложек Ø150 мм или образцов меньших размеров • Другие виды образцов заказчика доступны по запросу • Расстояние от источника до подложки варьируется от конфигурации. • 0-50 об./мин. возможность постоянного вращения 			
9	SS-03	<p>Нагреватель с обратной стороны подложки на основе кварцевой лампы (IR нагрев)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Температурный контроль нагрева подложки от комнатной температуры до 600°C. • Многоступенчатая система заслонок для увеличения эффективности нагрева • PID контроллер температуры использующий бесконтактную термопару • Исполнение для других диапазонов температур по индивидуальному запросу заказчика (по доп. заявке.) 	307 440,00	1 шт.	307 440,00
10	SH-02	<p>Заслонка подложки</p> <ul style="list-style-type: none"> • Контролируемая автоматически заслонка подложки с пневматически механизмом • Закрывает подложку диаметром до 100 мм. 	68 625,00	1 шт.	68 625,00
11	CW-01	<p>Ионный источник</p> <ul style="list-style-type: none"> • Kaufman and Robinson EN400, 5A источник ионов • Конфигурация источника для увеличения времени жизни катода • Модуль катода • Модуль разрядника • Модуль автоматического управления • 1 датчик массового расхода (MFC) 	1 185 840,00	1 шт.	1 185 840,00

14	CW-02	Принадлежности для испарителей включая: (8) 7сс графитовых тиглей для источника e-beam (10) S38 открытых лодочек для металлов как Au, Ag, Cu и др. (резистивное испарение) (10) B12 проволочных нитей накаливания для Al, или похожих материалов Материалы (таблетки для электронно-лучевого испарения -5 штук.	288 225,00	1 шт.	288 225,00
15	CW-03	Комплект ЗИП на первый год работы: -Катод датчика вакуума в камере -Катод нагревателя подложки -Кольцевое уплотнение (прокладка) для вакуумной камеры для фронтальной двери - Кристалл кварца - Gold 6 MHz (20 Pack) - Кольцевое уплотнение Viton для межслойного соединения резистивного испарителя -Комплект для замены всех типов предохранителей и размеров для Amod -Заслонки для стенок камеры	142 740,00	1 шт.	142 740,00
16	TN-01	Пуско-наладка и обучение – 2 дня	Включено	1	Включено
Итого (п.1-16) с НДС, Рубли:					10 011 015,00
в т.ч. НДС – 18%, Рубли:					1 527 103,98

Был заключен Договор поставки оборудования №НЭА-02/01 от «30» января 2012 г., копия договора прилагается.

2.1.2 Генератор сигналов серии 50 GHz

В настоящее время в ЦКП ИФМ РАН проводятся разнообразные работы, для осуществления которых требуется генератор сигналов синтезаторного типа с высокой стабильностью частоты в диапазоне до 50 ГГц и выходной мощностью выше 10 мВт. В частности, это работы:

- исследование умножителей частоты на полупроводниковых сверхрешетках. В зависимости от мощности входного сигнала, которая должна быть более 5 мВт, и частоты сигнала измеряется мощность гармоник в терагерцовом диапазоне;

- спектрометрические исследования внутримолекулярных энергетических переходов, гигагерцового и терагерцового диапазонов частот. Для стабилизации частоты сигнала возбуждающего излучения применяются опорные синтезаторы диапазона до 50 ГГц. Такие же синтезаторы применяются в качестве гетеродина супергетеродинного спектрометра с гармоническим смесителем;

- подавление помех в измерительной аппаратуре с помощью фильтров с динамическим диапазоном более 100дБ. Для измерения АЧХ и настройки таких фильтров требуются генераторы с высокой стабильностью частоты и большой мощностью выходного сигнала.

Предварительное маркетинговое исследование показало, что наиболее подходящим генератором сигналов для наших работ является генератор сигналов серии PSG компании Agilent Technologies E8257D-550 (Frequency range from 250 kHz to 50 GHz) с опцией 1EU. Согласованная с компанией комплектация отражена в Таблице 2.2, которая является Приложением к Договору поставки №НН_02_12ТМ от «27» января 2012 г.

Таблица 2.2 Спецификация генератора сигналов

№	Модель Описание	Цена, вкл. НДС, руб.	К-во	Стоимость, вкл. НДС, руб.
1.	E8257D Аналоговый генератор сигналов с опциями: 550, 1EU, CD1, UNT, UNU	2 601 675,66	1	2 601 675,66
2.	11500FC16 Гибкий коаксиальный кабель, 48 дюймов, соединители 2,4 мм (вилка) - 2,4 мм (розетка), от 0 до 50 ГГц	148 324,34	1	148 324,34
Итого:				2 750 000,00
В том числе НДС 18%:				419 491,53

Был заключен Договор поставки оборудования №НН_02_12ТМ от «27» января 2012 г., копия договора прилагается.

2.1.3 Станция ожижения гелия с системой сбора газообразного гелия

Исследование термодинамических, низко- и высокочастотных транспортных свойств низкоразмерных сверхпроводниковых (например, Nb), ферромагнитных (например, Co, Fe, пермаллой) и полупроводниковых (таких как Ge/Si, InAs/GaAS) структур, новых сверхпроводящих соединений на основе Fe, а также гибридных гетероструктур сверхпроводник-ферромагнетик (например, Nb/Co) являются одним из основных научных направлений в ИФМ РАН. Для изучения электрофизических свойств таких структур необходимо исследование особенностей магнитосопротивления (зависимости электрического сопротивления образца от приложенного магнитного поля) и вольт-

амперных характеристик в широком температурном интервале при наличии магнитного поля. Спектр криогенного оборудования в ИФМ РАН постоянно расширяется. Так, например, в конце 2009 года был приобретен гелиевый криостат производства компании РТИ (Россия) с соленоидом на 14 тесла, а в 2011 году поставлен сверхвысоковакуумный низкотемпературный сканирующий туннельный микроскоп производства компании Омикрон (Германия). К сожалению, в настоящее время в ИФМ РАН отсутствует система сбора и ожижения гелия, что приводит к значительным потерям гелия при проведении низкотемпературных исследований и вынуждает исследователей составлять график проведения экспериментов в соответствии с графиком работы внешних организаций, производящих жидкий гелий, что является крайне неудобным. Для существенного снижения издержек представляется необходимым установить систему сбора гелия и закупить автономную станцию ожижения гелия. Покупка современного криостата замкнутого цикла позволила бы существенно расширить класс изучаемых соединений и спектр решаемых задач. Проведенные маркетинговые исследования показали, что использование криогенных систем замкнутого цикла Гиффорда-МакМагона, не потребляющих жидкий гелий при первоначальном охлаждении системы и во время работы, представляется весьма перспективным и позволяет проводить экспериментальные исследования с малыми финансовыми затратами на покупку сжиженных газов.

Специалистами ЦКП ИФМ РАН были сформулированы основные требования к системе сбора и ожижения гелия:

- Возможность автоматической круглосуточной работы станции при минимальном участии оператора.
- Возможность получать несколько десятков литров жидкого гелия в сутки при использовании системы сбора газообразного гелия. Отметим, что слишком большая производительность (свыше 100 литров в сутки) будет скорее недостатком, т.к. имеющееся криогенное оборудование не сможет потреблять такое количество гелия постоянно.
- Совместимость с имеющимся газовым и криогенным оборудованием, в частности, с транспортными дьюарами и стандартными баллонами для газообразного гелия.
- Наличие компрессора и гелиевого газгольдера.
- Низкое энергопотребление.
- Наличие в Российской Федерации фирмы, производящей сервисное обслуживание и, при необходимости, ремонт установки.

Современные модели станций ожижения гелия удовлетворяют перечисленным требованиям. В ходе маркетинговых исследований в рамках проекта был выполнен сравнительный анализ моделей ожижительных станций. В качестве оптимального варианта выбрана портативная станция для ожижения гелия LHeP18 на базе криорефрижератора PT415 с производительностью 18 л/сутки производства компании

CryoMech (США). В состав такой станции входит сосуд дьюара 150 л с головкой криорефрижератора, гелиевый компрессор CP1010 (водяное охлаждение) с функцией контроля температуры криоголовки, сверхпроводящий уровнемер с монитором, электронный прессостат (блок поддержания избыточного давления в дьюаре). В России аналогов таких портативных станций не выпускается.

Согласованная с компанией комплектация отражена в Таблице 2.3, которая является Приложением к Договору поставки №120216/2 от 21.03.2012 г.

Таблица 2.3 Спецификация

№ п/п	Наименование	Технические характеристики	Кол-во, шт.	Цена, руб.
Криогенное спецоборудование в составе:				
1	Гелиевый ожижитель 18 Производитель: CryoMech Inc., США	Производительность по жидкому гелию, л/сутки – 18 Накопительная емкость, литров – 150 Время выхода на рабочий режим, часов - < 36 Энергопотрбление (380/420VАС, 3 фазы, 50Гц), кВт – 9,2 Вес, кг - 463	1	4 615 000,00
2	Система замкнутого водяного охлаждения (чиллер TAEvo 031) Производитель: МТА, Италия	Холодопроизводительность, кВт – 9,9 Водяной бак, литров – 115 Напор водяного насоса, бар – 3 Энергопотрбление (380/420VАС, 3 фазы, 50Гц), кВт – 3,4 Вес, кг - 200	1	405 000,00
3	Система сбора газообразного гелия Производитель: CryoMech Inc., США	Объем мягкого газгольдера, м ³ – 8,5 Датчик заполнения газгольдера - наличие Производительность закачного компрессора, нл/мин - 130 Рабочее давление закачного компрессора, бар - 165 Обвязка и фитинги для сбора всей системы и подключения 12-ти баллонов высокого давления (*сами баллоны в систему не входят) – наличие Система очистки гелия - наличие Энергопотребление (380/420VАС, 3 фазы, 50Гц), кВт - 3	1	4 080 000,00
Итого с НДС:				9 100 000,00

Был заключен Договор поставки №120216/2 от 21.03.2012 г., копия договора прилагается.

2.2 Проведение пуско-наладочных работ и ввод в эксплуатацию вновь закупленного оборудования

Полученное в конце 2011 года спецоборудование прошло этап пуско-наладочных работ и к настоящему времени успешно введено в эксплуатацию. Это крупные установки, имеющие важное значение для развития ЦКП ИФМ РАН: рентгеновский дифрактометр Bruker D8 Discover и лазерный генератор микро-изображений μ PG101.

В последующих пунктах более подробно описаны особенности этих приборов с точки зрения их использования для выполнения измерений в ЦКП.

2.2.1 Рентгеновский дифрактометр Bruker D8 Discover

Рентгеновская дифрактометрия (РД) - оперативный и высокоинформативный метод анализа эпитаксиальных слоев. В настоящее время на РД- оборудовании в ЦКП ИФМ РАН выполняется анализ структур, выращенных в реакторах молекулярно-пучковой, газофазной эпитаксии, лазерного и магнетронного напыления, несколько сот образцов в год с 10 реакторов ИФМ РАН, НИФТИ ННГУ им. Н.И. Лобачевского, ИХВВ РАН, ИПФ РАН и ряда предприятий города Нижнего Новгорода. Типы структур весьма разнообразны: сверхрешетки и структуры с квантовыми ямами и квантовыми точками на основе полупроводниковых твердых растворов GeSi, AlGaAs, InGaAs, InGaP, AlGaN для диодных, транзисторных, лазерных и микромеханических приложений; слои высокотемпературных сверхпроводников YBCO для высокочастотных резонаторов и стандартов напряжений; разнообразные монокристаллические подложки и буферные слои. По данным РД от тестовых образцов производится калибровка потоков в реакторах эпитаксиального роста, с чем связано требование оперативности исследований. Требования к исследованиям постоянно повышаются, требуется, в частности:

- 1 повысить угловое и спектральное разрешение (это повышает предельную длину когерентности решетки исследуемых структур);
- 2 повысить интенсивность рентгеновского пучка (это увеличивает длину спектра когерентного рассеяния и ведет к увеличению разрешения по глубине);
- 3 повысить чувствительность к приповерхностным тонким слоям;
- 4 обеспечить возможность построения полюсных фигур для анализа текстурированных образцов;
- 5 обеспечить возможность съемки 2-мерных сечений обратного пространства за время менее 1 часа для анализа частично релаксированных слоев;
- 6 обеспечить возможность съемки на малых углах методами рентгеновской рефлектометрии;

7 совместить эти возможности в одном приборе с быстрой перестройкой из одного режима в другой.

Закупленная модель рентгеновского лабораторного дифрактометра D8 Discover фирмы Bruker удовлетворяют перечисленным требованиям. Этого удалось добиться за счет целого ряда новых технических решений:

- 1 используются бездисперсионные монохроматоры с 4-х кратным отражением и анализаторы с 3-х кратным отражением;
- 2 перед кристалл-монохроматором используются параболическое многослойное зеркало (зеркало Гёбеля), которое собирает расходящийся пучок в параллельный (из 1° в 0.05°), что повышает интенсивность пучка после монохроматора;
- 3 рентгено-оптическая схема позволяет использовать скользящие углы падения и отражения вблизи углов полного внешнего отражения, что повышает чувствительность к приповерхностным слоям;
- 4 прецизионный гониометр с поворотом по нескольким осям, ω , φ , χ , θ , обеспечивает возможность построения полюсных фигур;
- 5 применение в моделях последнего года выпуска линейных детекторов позволило проводить одновременную регистрацию спектров в достаточно большом интервале углов θ , что существенно сократило время регистрации 2-мерных сечений обратного пространства;
- 6 имеется вариант узкого параллельного пучка для рефлектометрии и программы обработки этих данных;
- 7 в модели 2011 года выпуска отдельные блоки рентгенооптической схемы легко заменяются без ручной юстировки прибора, что делает прибор высоко универсальным. Это достигнуто благодаря тому, что система управления автоматически распознает установленные компоненты и проводит необходимую конфигурацию. Эта опция названа фирмой «Да-Винчи-дизайн».

Имеется и целый ряд других важных особенностей, например, держатель образцов с диаметром более 100 мм, XY-сканированием с подвижкой 80 мм по двум осям и горизонтальным расположением образца. Особенно это важно для мелких или сыпучих образцов, крепление которых в вертикальной плоскости затруднено. За счет надежной радиационной защиты и автоматизации управления, включая этап юстировки образца, прибор стал безопасным для персонала в радиационном отношении.

Прибор имеет следующую комплектацию:

1. D10_A01_3 Большой кабинет и защита
2. D10_A02_A Генератор 3кВт

3. D10_A03_3 Кронштейн под трубокдержатель, включая направляющие для оптики линейного и точечного фокуса под излучения излучения Cr, Co, Cu
4. D10_A05_2 Вертикальный гониометр
5. D10_A06_C Управляющий компьютер
6. D10_A07_4 Электропитание 220V(-10%) - 240V(+6%) 3р 50/60Hz
7. D10_A08_C Блок DISCOVER
8. D10_B03 Зеркало Гёбеля, излучение Cu, длина 60мм
9. D10_B16 Автоматический поглотитель
10. D10_B36 Приспособления для 4-кратного монохроматора
11. D10_B31 4-кратный монохроматор-SCC4(Ge022) сим
12. D10_P15 Центральная подвеска Эйлера, моторизованные оси Chi, Phi, X, Y, и Z
13. D10_P18 Вакуумный вращающийся прободержатель 5"
14. D10_P33 Ножевой коллиматор (KEC) для вакуумного прободержателя
15. D10_Y01 Кристалл Si(111) для HRXRD
16. D10_S01 Направляющие для вторичной оптики
17. D10_S03 Моторизованные вторичные щели
18. D10_D01 Сцинтилляционный детектор, NaI
19. D10_E01 Плата управления детектором
20. D10_S21 PATHFINDER с 3-кратным кристаллом-анализатором Ge(022) и автоматической оптикой TWIN
21. D10_M03 Кронштейн для первичной оптики, H 258 мм
22. D10_M06 Кронштейн для вторичной оптики, H 258 мм
23. D10_M09 Универсальный кронштейн для детектора с моторизованной щелью
24. D10_M13 Переходник для кронштейна детектора, H258 мм
25. D10_M23 Установочные узлы для автоматического поглотителя
26. D10_K23 Фильтр Ni для излучения Cu
27. D10_K99 Комплект фиксированных щелей
28. D10_K85 Коллиматор, длинный, 1.0 мм
29. D10_K86 Коллиматор, длинный, 0.5 мм
30. D10_K87 Коллиматор, длинный, 0.3 мм
31. D10_K37 Диагональная щель 1мм
32. D10_R04 Трубка со сменным фокусом, длинный тонкий фокус, анод Cu, 2.2 кВт
33. D10_E03 Управляющая плата
34. D10_E03 Управляющая плата
35. D10_E03 Управляющая плата

36. D10_V07 Трубкадержатель, одна степень свободы моторизованная, одна степень - ручная
37. D10_V10 Шкаф для приспособлений - DISCOVER
38. D10_V11 Шкаф для приспособлений - DISCOVER
39. D10_V22 Направляющие для гониометра

Дополнительное оборудование

40. ERL-5000 C Система водяного охлаждения, вода-вода
41. D10_B25 2-кратный монохроматор-ACC2(Ge022) асимм.
42. D10_B35 Приспособления для 2-кратного монохроматора
43. D10_B21 POLYCAP, параллельно-лучевая капиллярная оптика
44. D10_D02 Позиционно-чувствительный детектор LYNXEYE
45. D10_M17 Универсальный крепеж детектора
46. D10_V35 Лазерная система позиционирования
47. D10_R04 Трубка (запасная) со сменным фокусом, длинный тонкий фокус, анод Cu, 2.2 кВт

Программное обеспечение

48. P500A101 DIFFRAC.MEASUREMENT CENTER, управляющее программное обеспечение
49. P500B101 DIFFRAC.EVA, базовое аналитическое программное обеспечение
50. P500H101 DIFFRACplus LEPTOS - программное обеспечение для анализа данных рефлектометрии, дифрактометрии высокого разрешения, дифрактометрии под скользящими углами
51. 7KP28028AE PDF2, полный комплект на день заказа
52. P500M101 MULTEX – программа для текстурного анализа

Прибор имеет сертификат средства измерения, см. рис. 2.1. Дифрактометр был размещен в комнате 238 ИФМ РАН, см. рис. 2.2. Расположение основных компонент прибора представлено на рис. 2.3.

В процессе наладки и при последующей работе по анализу разнообразных образцов выявилось целый ряд деталей, которые нельзя было заранее понять, основываясь только на рекламный проспектах фирмы-изготовителя.

- Выявилось, что выбор системы охлаждения типа «вода-вода» был правильным – это малошумящая система, которая использует в первом конуре обратную систему водоснабжения института.

- Горизонтальное расположение образца, действительно, оказалось намного удобнее вертикального, особенно для сыпучих порошков.
- Включение в комплект монохроматора 2-х кратного отражения, а не только 4-х кратного, оказалось очень полезным, поскольку более простой монохроматор воспроизводимо встает на свою позицию, когда нужно снимать монокристаллы, и легко демонтируется, когда нужно снимать поликристаллы. Монохроматор высокого разрешения с 4-х кратным отражением требует дополнительной подъюстировки, поэтому его использование можно ограничить случаями, где есть необходимость в повышенном разрешении.
- Включение в комплект обычного сцинтилляционного детектора, а не только нового 196-и канального, оказалось очень эффективным, поскольку область применимости линейного детектора заметно ограничена, а комплект старого детектора содержит хорошо отработанный набор (PATHFINDER): регулируемая цель, щель Соллера, кристалл-анализатор с 3-х кратным отражением.

На рисунках 2.4 – 2.6 приведено несколько примеров спектров, полученных на приборе в различных рабочих режимах. На рисунке 2.4 демонстрируется выигрыш в интенсивности, полученный в режиме высокого разрешения. На рисунке 2.5 показана возможность построения высокоинформативных карт двумерных сечений обратного пространства, а на рисунке 2.6 продемонстрирована работа прибора в режиме рефлектометрии, когда на малых углах падения анализируются тонкие покрытия.



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

СЕРТИФИКАТ

об утверждении типа средств измерений

PATTERN APPROVAL CERTIFICATE OF MEASURING INSTRUMENTS

DE.C.31.076.A № 24447

Действителен до
" 01 " июля 2011 г.

Настоящий сертификат удостоверяет, что на основании положительных результатов испытаний утвержден тип **дифрактометров рентгеновских D8**
(модели D8 ADVANCE, D8 DISCOVER)

наименование средства измерений
Фирма "Bruker AXS GmbH", Германия
наименование предприятия-изготовителя

который зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений под № 21685-06 и допущен к применению в Российской Федерации.

Описание типа средства измерений приведено в приложении к настоящему сертификату.

Заместитель
Руководителя

В.Н.Крутиков

" 02 " июля 2006 г.

Заместитель
Руководителя

Продлен до
" 01 " июля 2016 г.

" 19 " июля 2011 г.



240447

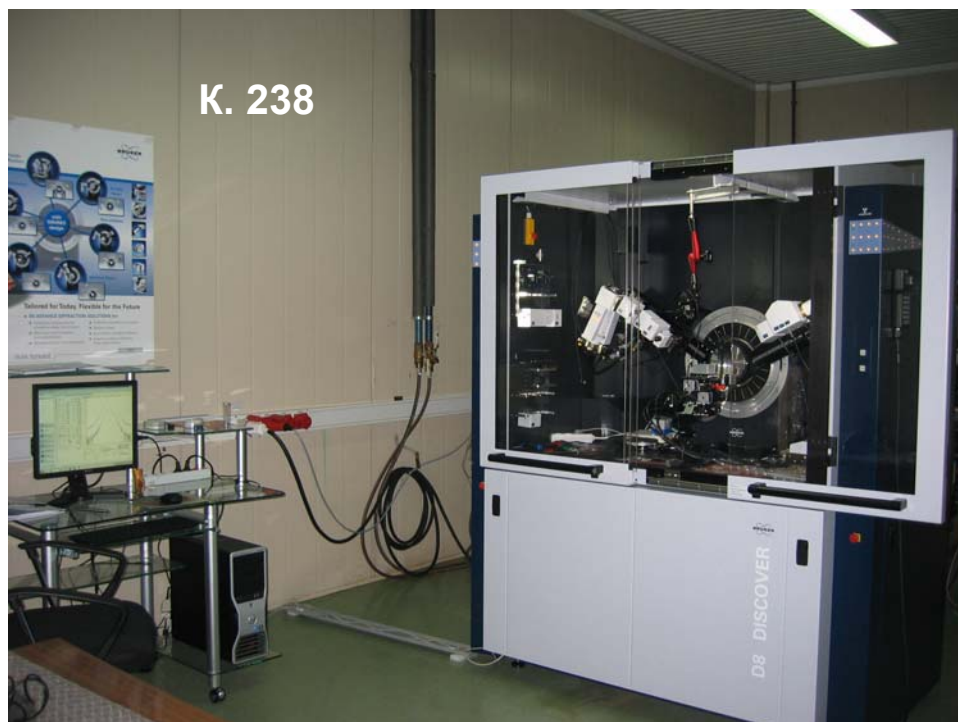


Рисунок 2.2 Размещение прибора D8 Discover в к. 238 ИФМ РАН

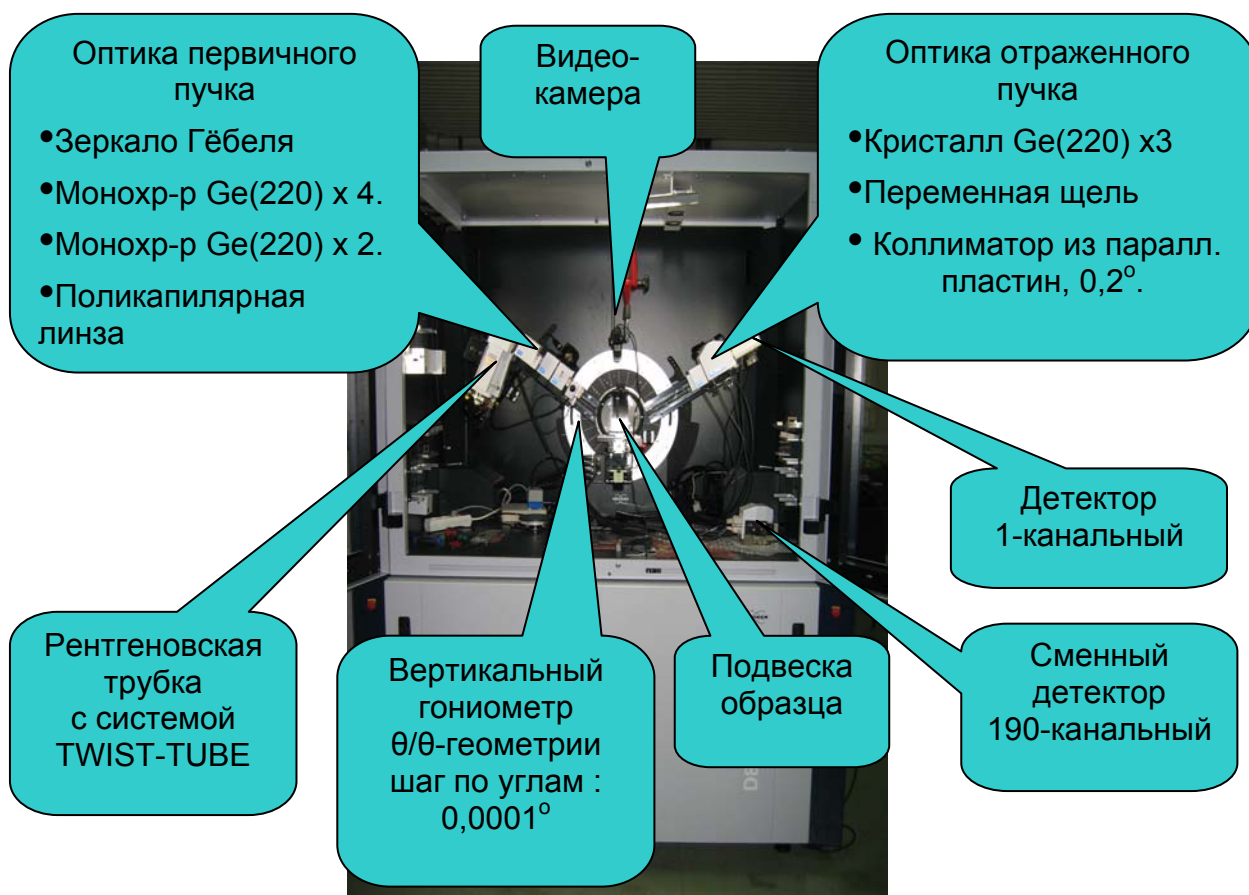


Рис. 2.3 Расположение основных компонент дифрактометра

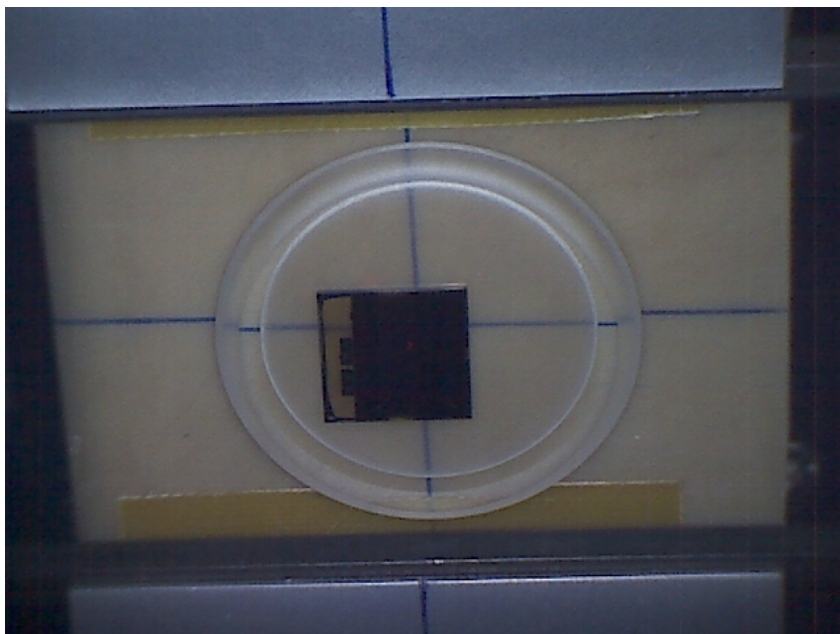
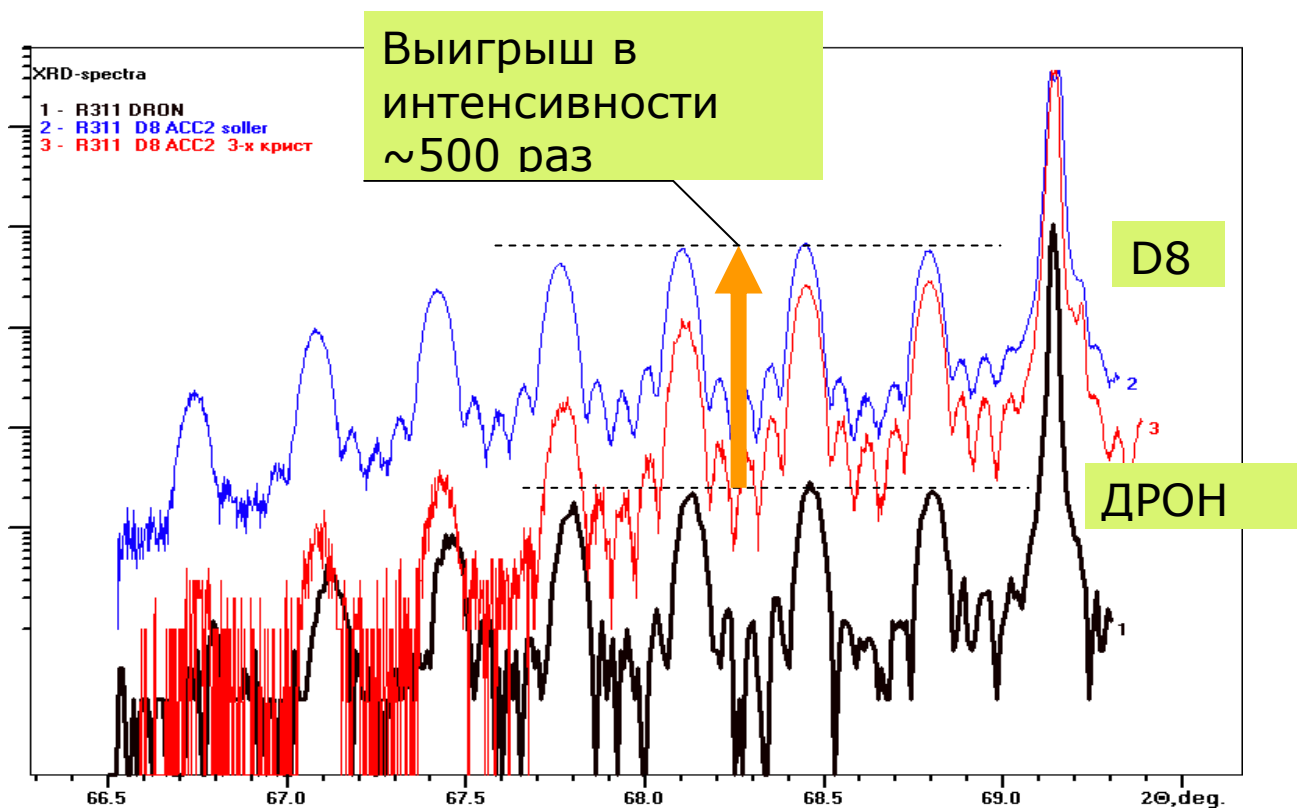


Рисунок 2.4 Пример съемки периодической структуры R311, $5[\text{GeSi}/\text{Si}]\text{Si}(100)$ и вид образца на столике, зарегистрированный видеокамерой прибора. Выигрыш в интенсивности по сравнению с ранее использованным дифрактометром составил 500 раз при одинаковом разрешении. Конфигурация: зеркало Гёбеля и монохроматор $2\text{Ge}(220)$ на первичном пучке; щель Соллера (спектр 2) 3-х кратный анализатор $3\text{Ge}(220)$ –спектр 3, и сцинтилляционный детектор на отраженном пучке.

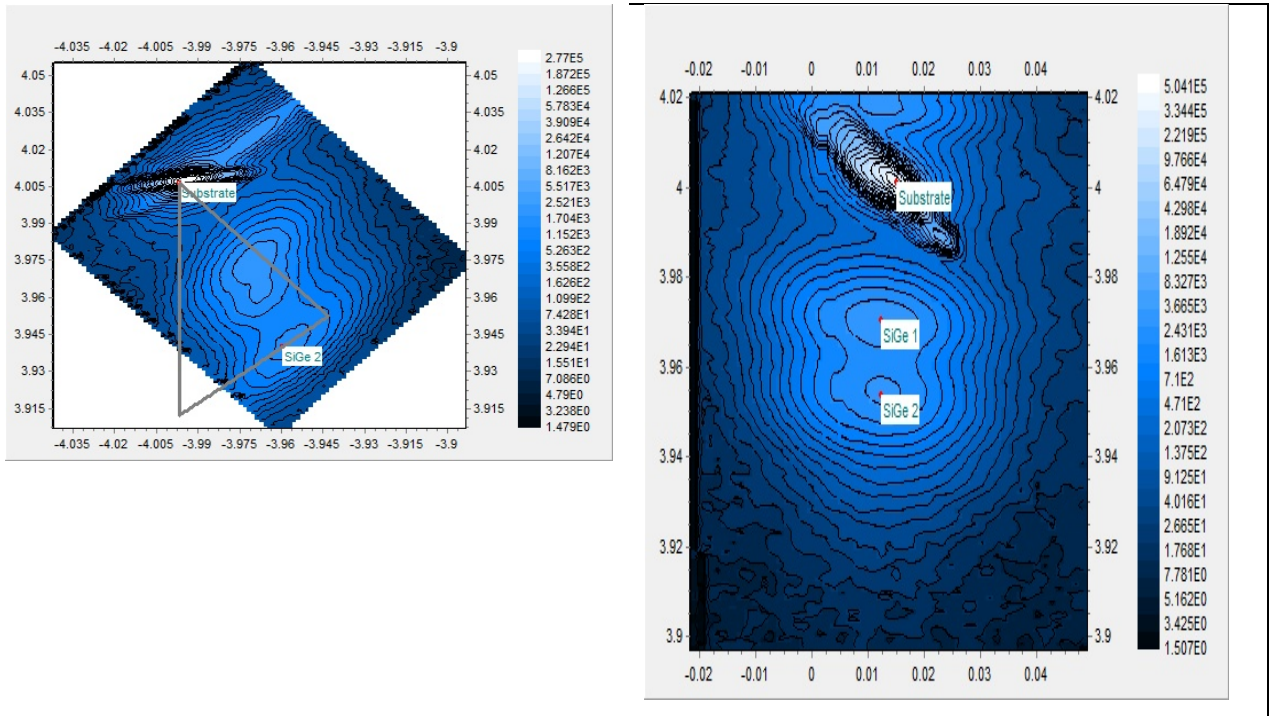


Рисунок 2.5 Карты двумерных сечений обратного пространства для образца с двумя частично релаксированными слоями GeSi на подложке Si. Области отражений (004) – справа, и (224) – слева. Видны пики подложки и двух слоев, а также их положение относительно треугольника релаксации.

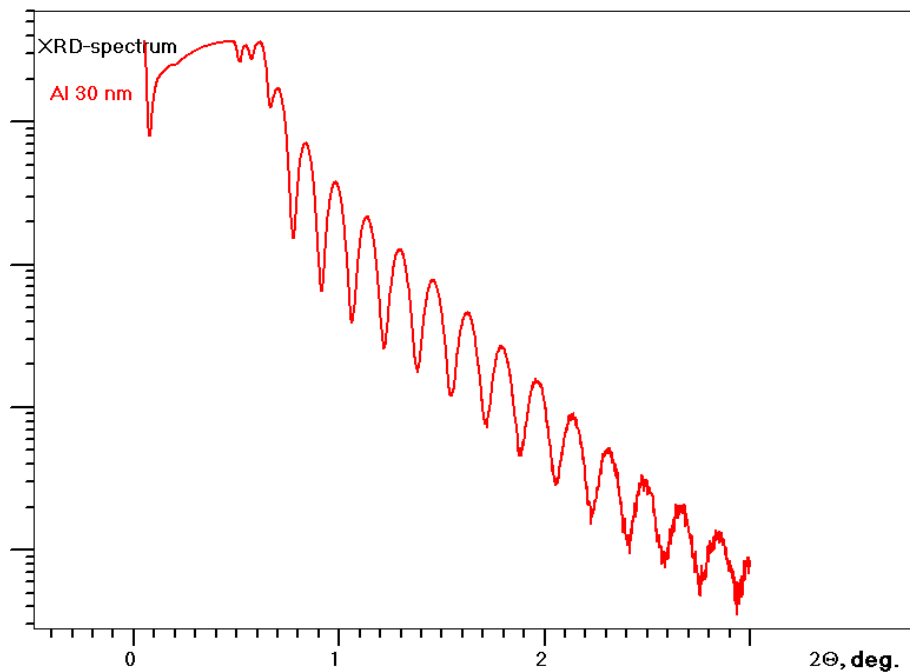


Рисунок 2.6 Рентгеновская рефлектометрия слоя Al толщиной 30 нм на подложке GaAs

Рентгеновский дифрактометр был самой крупной позицией из закупаемого спецоборудования, таким образом, с его вводом в эксплуатацию основную задачу проекта в области оснащения ЦКП ИФМ РАН новым оборудованием можно считать выполненной.

2.2.2 Лазерный генератор микро-изображений μ PG101

В Центре коллективного пользования "Физика и технология микро- и наноструктур" активно ведутся научные исследования полупроводниковых, металлических и сверхпроводящих гетеро- и наноструктур. Одним из важнейших этапов формирования лабораторных образцов микро- и наноструктур является фотолитография, однако этот процесс в обычном его исполнении требует больших затрат на изготовление фотошаблонов, процессы засветки, проявки, совмещения. Для ЦКП на много более выгодной была бы установка, ориентированная на создание единичных образцов наноструктур. Анализ показал, что такие установки, действительно, существуют. Это установки бесконтактной лазерной литографии, где луч лазера наносит рисунок на фоторезист под управлением компьютера.

Лазерный генератор изображения (установка бесконтактной лазерной литографии) предназначена для создания топологии микроструктур на кремнии, стекле, различных пленках и любых других плоских образцах, покрытых фоторезистами с минимальными размерами элемента до 1 мкм без использования фотошаблонов, формируя рисунок графическими средствами компьютера. Она обеспечивает автоматическое послойное совмещение и возможность формирования 3D структур. Такая установка, μ PG101 лазерный генератор изображения компании Heidelberg, Германия, была закуплена в 2011 году на предыдущем этапе выполнения госконтракта, а на текущем этапе произведена ее установка и ввод в эксплуатацию.

На рисунках 2.7 и 2.8 показано фото установки и окно программы управления с изображением изготовленной структуры во время тестовых испытаний.



Рисунок 2.7 Установка μPG101 - лазерный генератор изображения, в лаборатории ЦКП ИФМ РАН

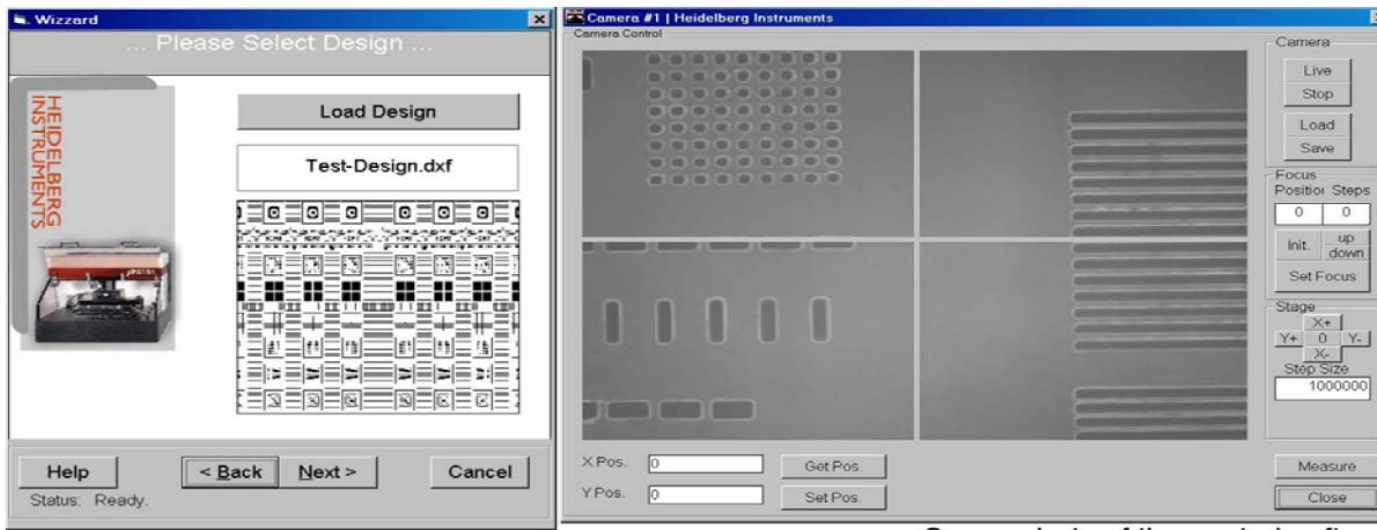


Рисунок 2.8 Окно программы управления установки μ PG101с изображением изготовленной структуры во время тестовых испытаний

3 РАЗРАБОТКА НОВЫХ МЕТОДИК ИЗМЕРЕНИЙ И НОВЫХ ВИДОВ УСЛУГ

3.1 Анализ концентрации твердых растворов (Al,Ga)As методами вторично-ионной масс-спектрометрии и рентгеновской дифрактометрии

3.1.1 Введение

Полупроводниковые слои AlGaAs широко используются в современной оптоэлектронике. Задачей настоящей работы было определение чувствительности и построение градуировочных кривых для времяпролетного (*time-of-flight*) масс-спектрометра TOF.SIMS-5 при послойном анализе концентрации матричных элементов в слоях твердого раствора (Al,Ga)As. В качестве независимого метода анализа для серии тестовых образцов использован метод рентгеновской дифрактометрии (РД), для которого имеются надежные данные по положению дифракционных пиков $Al_xGa_{1-x}As$ в зависимости от концентрации твердого раствора.

Известно [1], что чувствительность ВИМС к примесным атомам достаточно легко определяется по калибровочному образцу, поскольку в области малых концентраций при неизменной матрице сохраняется линейная зависимость интенсивности регистрируемых ионов от концентрации атомов в матрице. Однако чувствительность к атомам, концентрация которых составляет единицы и десятки процентов (матричные элементы), существенно нелинейна и зависит от самой этой концентрации. Теоретические расчеты здесь отстают от эксперимента, см., например, [2], поэтому одновременно продолжается развитие теории и экспериментальных приемов калибровки, необходимых для надежного анализа полупроводниковых гетероструктур. Подобные работы проводятся во многих группах, использующих приборы этого типа, по причине того, что к настоящему времени результаты не доведены до уровня, когда фирма-изготовитель могла бы включить процедуру калибровки в состав математического обеспечения прибора. Ранее нами исследованы особенности калибровки профилей TOF.SIMS-5 для системы Ge_xSi_{1-x} [3]. Было, в частности, показано, что использование кластерных ионов CsGe и CsSi позволяет получить близкую к линейной зависимость от состава твердого раствора, а также повышает разрешение по глубине [4].

Существуют трудности и в РД-анализе концентрации твердых растворов по изменению периода кристаллической решетки. Они связаны с отклонением от закона Вегарда. Под законом Вегарда в современной литературе понимается линейный характер

зависимости периода решетки твердых растворов замещения от концентрации [5]. Обычно считается, что в первом приближении и упругие модули твердого раствора изменяются "по Вегарду", т.е. линейно. Известны работы по теоретической оценке этого эффекта [6], однако более надежны экспериментальные результаты, в частности, для системы $Al_xGa_{1-x}As$ это работы [7-10]. Наиболее полно изучены зависимости периода решетки и упругих модулей слоев $Al_xGa_{1-x}As$ от состава в работе [7], где показано, что период решетки в ненапряженном состоянии хорошо аппроксимируется квадратичной зависимостью:

$$a(x) = 0.565359 + 0.000921 x - 0.0001124 x^2 \text{ [нм]} \quad (1)$$

Компонента C_{11} тензора упругих модулей практически остается постоянной,

$$C_{11}(x) = 118.9 \text{ [ГПа]}, \quad (2)$$

а компонента C_{12} меняется по кубическому закону:

$$C_{12}(x) = 53.7 + 4.85 x + 11.9 x^2 - 13.0 x^3 \text{ [ГПа]} \quad (3)$$

Соответствующий сдвиг $\Delta\theta$ пика $(004)Al_xGa_{1-x}As$ на $CuK_{\alpha 1}$ - излучении относительно пика подложки $(004)GaAs$ с учетом пуассоновской (тетрагональной) деформации слоя достаточно хорошо аппроксимируется квадратичной зависимостью [7]:

$$\Delta\theta(x) = 425.9 x - 47 x^2 \text{ [угл.с.]} \quad (4)$$

Прямое сравнение зависимости (4) с результатами расчета по (1-3) показывает, что точность аппроксимации не хуже 2 угл.с. Нетрудно убедиться также, что приближение малых углов $\Delta\theta$, использованное в (4), даже для чистого $AlAs/GaAs$ вносит погрешность менее 0,5 угл. с.

Нетривиальный характер зависимостей (1-3) позволил авторам [7] объяснить расхождения в данных более ранних РД-исследований этой системы [8-10]. Тем не менее, практическое использование зависимости (4) встречает на своем пути ряд трудностей:

1- сдвиг слабого пика слоя, расположенного на склоне сильного пика подложки, не дает напрямую применить (4) для тонких слоев или малых концентраций;

2- разориентация плоскостей (001) слоя и подложки из-за отклонения среза подложки от точной ориентации (001) не позволяет измерить положение пика слоя непосредственно по кривой качания;

3- частичная релаксация упругой деформации слоя за счет образования дислокаций несоответствия может потребовать более полного анализа с привлечением асимметричных отражений;

4- загрязняющие примеси в слое могут исказить период решетки.

Целью настоящей работы было: разработка простого способа корректировки данных РД с учетом отклонений от закона Вегарда; исследование методами РД и ВИМС серии

тестовых образцов; поиск таких ионов (в положительной и отрицательной модах анализа), которые позволяют однозначно нормировать профили послойного анализа в системе $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ для прибора TOF.SIMS-5.

3.1.2 Учет отклонения от закона Вегарда при РД-анализе твердых растворов AlGaAs

В настоящей работе использован следующий путь преодоления вышеописанных трудностей и учета поправок, связанных с отклонением от закона Вегарда. Снимается кривая качания с широкой щелью перед детектором. К ней подгоняется вычисленная кривая дифракционного отражения (КДО). КДО вычисляется по динамической теории рассеяния рентгеновских лучей. Теория учитывает интерференцию отражений от слоя и подложки, а также отклонение среза (через параметр асимметрии). Это позволяет преодолеть вышеописанные трудности №1 и 2. Вид экспериментальной кривой качания позволяет достаточно надежно идентифицировать образцы с дислокационной релаксацией (трудность №3). Наличие побочных пиков интерференционного толщинного контраста, пример такого спектра см. на рис. 3.1, обычно считается свидетельством отсутствия релаксации, поскольку длина когерентности решетки совпадает с толщиной слоя.

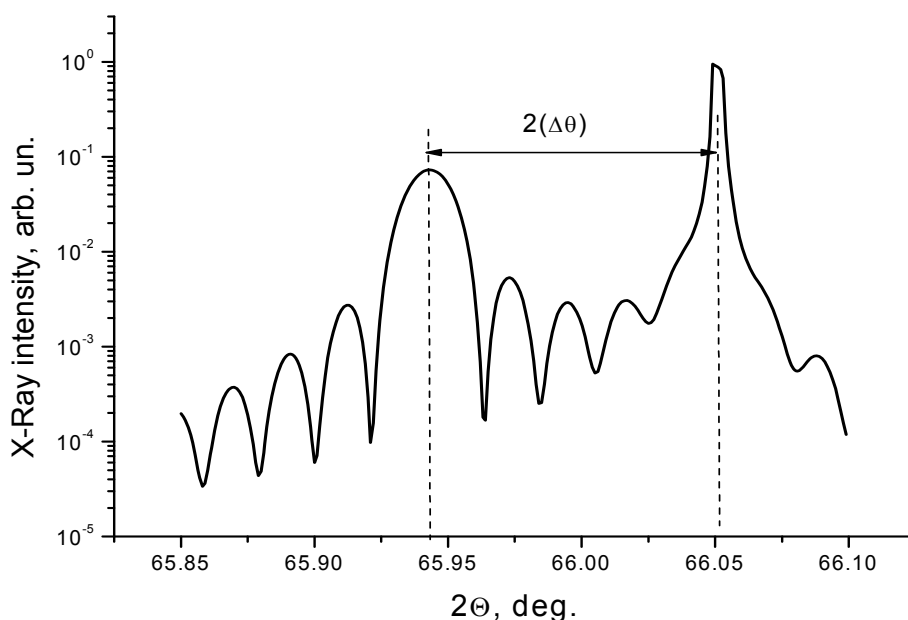


Рисунок 3.1 Вид рентгенодифракционного спектра высокого разрешения для слоя $\text{Al}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{As}$ толщиной 0.5 мкм в окрестности пика подложки (004)GaAs на $\text{CuK}\alpha_1$ -излучении.

Дополнительное затруднение при использовании (1-4) вызывает то, что вычислительные алгоритмы по расчету КДО и подгонке вычисленного спектра к экспериментальному обычно присутствуют в комплекте прибора в виде готового программного продукта, модификация которого невозможна. Не всегда известно даже, какие приближения заложены в расчеты, в частности, отклонения от вегардовских зависимостей обычно не заложены, поскольку универсальные алгоритмы используются для анализа большого числа твердых растворов, а "прогиб" вегардовской зависимости известен лишь для нескольких систем. Наше предложение состоит в том, чтобы относиться к вычислительной программе как к "черному ящику", а поправки вводить в результирующие значения $x(\text{AlAs})$. Для определения поправок следует вычислить по имеющейся программе набор КДО для слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ на сингулярной подложке $\text{GaAs}(001)$ в окрестности пика (004) для $\text{CuK}_{\alpha 1}$ - излучения при разных $0 < x_j < 1$. Толщину слоя нужно задавать достаточно большой, чтобы пик слоя не смещался к пику подложки. Для слоя толщиной 2 мкм сдвиг в 1 угл. с. возникает при $x < 0.05$. По вычисленным спектрам находим связь $\Delta\theta$ и x для программы – «черного ящика». Далее для этих значений $\Delta\theta_j$ рассчитываем по (4) исправленные значения x_j^* , какими они должны быть при этих $\Delta\theta$, получая в результате поправочную кривую $\delta x = x^* - x$. Эту процедуру легко проделать для любой существующей программы. В качестве примера на рис. 3.2 приведены результаты для нашей программы МЕРА [11], основанной на линейной зависимости периода решетки и упругих модулей от концентрации твердого раствора. Полученная поправка в дальнейшем применяется к результатам определения по данной программе состава слоев AlGaAs при подгонке вычисленного спектра к экспериментальному.

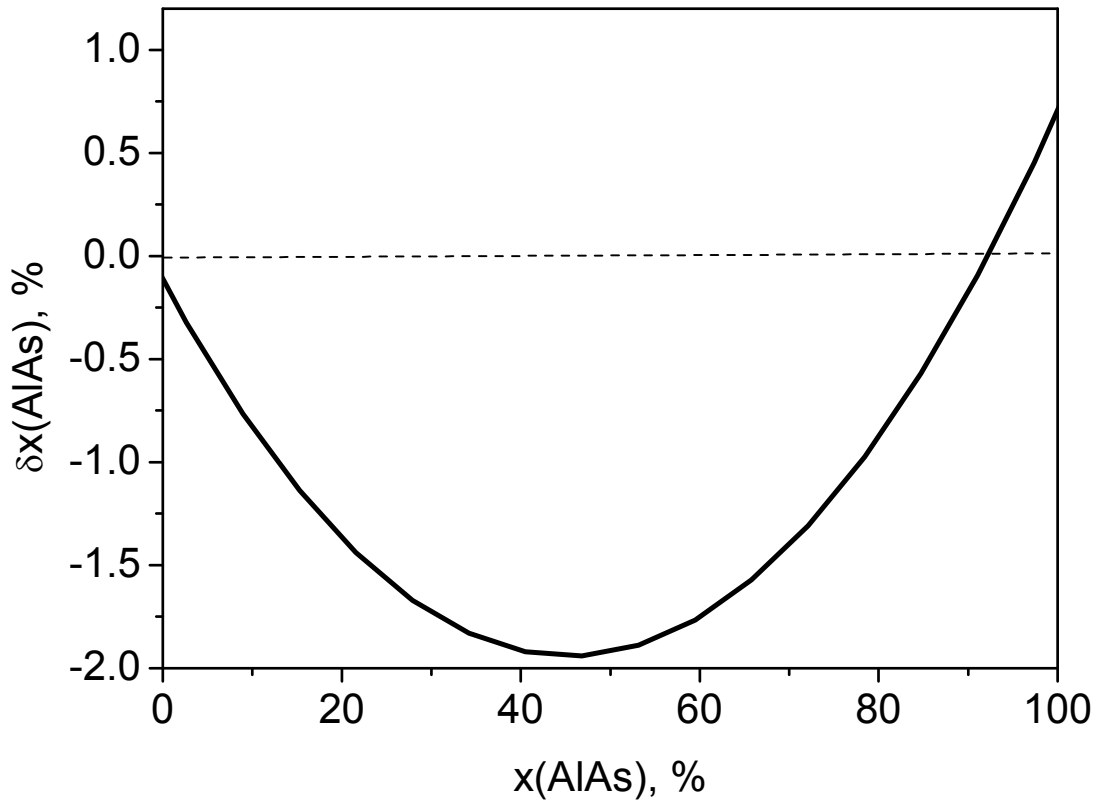


Рисунок 3.2 Поправочная зависимость $\delta x(x)$ для программы МЕРА для учета отклонений от закона Вегарда.

3.1.3 Эксперимент и обсуждение результатов

В качестве образцов были использованы структуры с толстыми слоями AlGaAs, выращенными методом газофазной эпитаксии на подложках GaAs(100). РД - измерения проведены на дифрактометре ДРОН-4 в двухкристальной схеме с монохроматором Ge(400) на $\text{CuK}_{\alpha 1}$ - излучении. Записывались кривые качания в окрестности пика GaAs(400). Вычисленные по динамической теории спектры подгонялись к экспериментальным с учетом параметра асимметрии. Отклонение среза измерялось с помощью методики, описанной в работе [12]. Это позволило учесть перекрытие пика слоя с пиком подложки и сдвиг пика, обусловленный вицинальностью среза подложки.

Послойный ВИМС-анализ выполнен на приборе TOF.SIMS-5. Послойное травление осуществлялось с помощью пучка ионов Cs^+ с энергией 2 кэВ, размер кратера 200×200 мкм². Для анализа использовался пучок ионов Vi^+ с большой энергией (25 кэВ), но низкой

интенсивностью, область анализа $40 \times 40 \text{ мкм}^2$ по центру кратера травления. Определен выход разнообразных положительных и отрицательных простых ионов и кластеров на участках профилей, где интенсивность во время травления слоя выходит на стационарное значение вдали от переходных областей. На рис. 3.3 приведены полученные зависимости интенсивности выхода некоторых ионов в зависимости от состава, определенного по рентгеновским данным. Используются относительные интенсивности, поскольку абсолютные значения зависят от многих параметров съемки, например, размера кратера анализа, тока анализирующего пучка ионов и других. Для нормировки удобно использовать интенсивность выхода ионов, в состав которых не входят замещающие друг друга элементы твердого раствора (Al и Ga), иначе в области малых концентраций интенсивность будет малой, и возникнут большие погрешности за счет шумов. Остаются ионы, куда входит As (атомы с постоянной концентрацией 50% по глубине структуры) и Cs, который появляется из-за внедрения ионов травящего пучка в приповерхностные слои. В положительной моде анализируемых ионов были использованы CsAs^+ и Cs_2As^+ . Выход ионов Cs^+ имел слишком высокую интенсивность, которая выходит за пределы линейности детектора. Интенсивность As в +-моде слишком мала, и вносит большую погрешность в относительную интенсивность. В отрицательной моде интенсивность выхода ионов Cs^- очень мала, а для As^- и As_2^- - достаточно велика, поэтому они и использованы для нормировок. Анализируемые ионы подбирались с учетом аналогичных соображений. В их состав входил Al: Al^+ , CsAl^+ , Cs_2Al^+ ; AlAs^- , Al_2As^- . Точность полученных зависимостей ограничена несколькими факторами:

- РД-оценка имеет большую погрешность в области низких x ;
- ограниченное количество использованных образцов дает недостаточную статистику;
- неоднородность состава слоев по глубине.

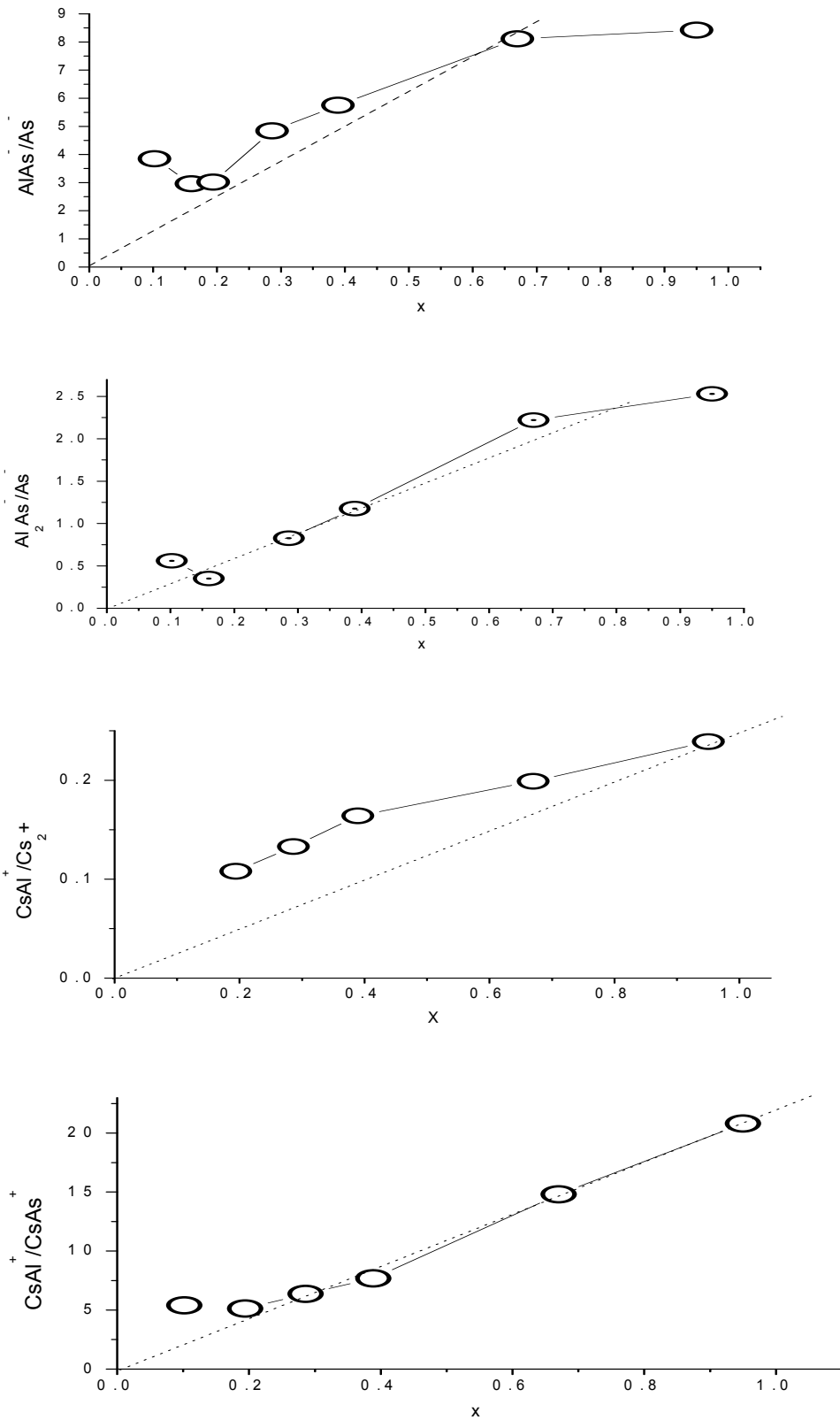


Рисунок 3.3 Зависимость отношений выхода некоторых положительных (a, b) и отрицательных (c, d) ионов от концентрации x слоев $Al_xGa_{1-x}As$.

Тем не менее, рис. 3.3 показывает явно нелинейный характер зависимости для одних ионов и близкий к линейному – для других. Очевидно, что проявляются сильные матричные эффекты, обычные для ВИМС, где выход ионов определяется не только составом образца, но и свойствами поверхности образца во время послойного травливания. Свойства поверхности AlGaAs существенно меняются при изменении состава образца. Это было видно, например, во время послойного анализа при переходе из слоя GaAs в слой AlGaAs, когда существенно уменьшался выход ионов As^+ , $CsAs^+$, Cs_2As^+ , хотя концентрация атомов мышьяка оставалась равной 50%.

Матричные эффекты приводят к тому, что зависимость выхода большинства ионов от x существенно нелинейна. Наиболее близкими к линейным, а значит, наиболее удобными в использовании, оказались зависимости $Y(CsAl^+)/Y(CsAs^+)$ от $x(AlAs)$ в положительной моде анализируемых ионов и $Y(Al_2As^-)/Y(As^-)$ от $x(AlAs)$ в отрицательной моде. Полученные данные позволяют нормировать профили послойного анализа в системе $Al_xGa_{1-x}As/GaAs$, снятые с помощью масс-спектрометра TOF.SIMS 5.

3.1.4 Заключение

1. Предложен простой вариант учета отклонений от линейной зависимости периода решетки и упругих модулей твердого раствора от концентрации при рентгенодифракционном анализе эпитаксиальных слоев. Способ состоит в построении поправочной кривой, с помощью которой результаты анализа, полученные с помощью существующих вычислительных программ, корректируются на последнем этапе анализа.

2. Показано, что при использовании в масс-спектрометре TOF.SIMS 5 распыляющих ионов Cs^+ и анализирующего пучка Bi^+ , близкой к линейной является зависимость $Y(CsAl^+)/Y(CsAs^+)$ от $x(AlAs)$ в положительной моде анализируемых ионов и $Y(AlAs^-)/Y(As^-)$ от $x(AlAs)$ в отрицательной моде.

3. Разработанные методики снижают систематические ошибки измерений, и нашли применение в практике работы ЦКП ИФМ РАН.

3.2 Способ учета параметра сдвига при восстановлении распределения состава полупроводниковых структур по глубине в методе ВИМС

3.2.1 Введение

Методы диагностики полупроводниковых структур постоянно совершенствуются в связи с повышением требований микро- и оптоэлектроники. Одним из таких методов

является масс-спектрометрия вторичных ионов (ВИМС). Как правило, для послойного анализа полупроводниковых наноструктур методом ВИМС требуется высокое разрешение по глубине на уровне 1 – 1.5 нм. Один из способов достижения высокого разрешения – совершенствование методики эксперимента. В частности, использование для распыления низкоэнергетических первичных ионов с энергией меньше 1 кэВ и регистрация кластерных вторичных ионов позволяют получить повышенное разрешение по глубине [4].

Однако и в этих случаях экспериментальный профиль будет содержать артефакты ионного распыления, выражающиеся в сдвиге к поверхности и уширении измеренных профилей концентрации элементов [13]. Добиться более высокой точности можно только дополнительной обработкой экспериментальных данных, например, проведением восстановления («deconvolution») истинного профиля из экспериментального с учетом функции разрешения по глубине [14-18].

В современной полупроводниковой технологии часто требуется сформировать структуры с тонкими δ -легированными слоями, залегающими близко к поверхности. Такого типа структуры используются, в частности, для производства детекторов микроволнового излучения на основе диодов Шоттки с пониженной эффективной высотой барьера [19]. Глубина залегания δ -слоя и форма профиля концентрации примеси являются важными параметрами, определяющими транспортные свойства диодов. Метод ВИМС позволяет проводить анализ таких структур, однако сдвиг и уширение профиля в эксперименте могут вносить существенную систематическую погрешность в определение глубины залегания и толщины слоя. В данной работе предлагается алгоритм обработки экспериментальных профилей ВИМС, обсуждаются его особенности и возможности на примере как смоделированных, так и экспериментально измеренных профилей. Особое внимание уделяется определению возникающего в эксперименте сдвига профиля и его учету при восстановлении.

3.2.2 Прямая и обратная задачи послойного анализа

3.2.2.1. Функция разрешения по глубине

Как и в любом измерительном методе, в методе ВИМС происходит искажение истинных параметров объекта в процессе измерения. Искажение профилей распределения концентрации элементов по глубине выражается в уширении и сдвиге к поверхности экспериментального профиля по сравнению с истинным и описывается сверткой истинного профиля с функцией разрешения по глубине [13]:

$$I(z)/I_0 = \int g(z - z_0) X(z_0) dz_0, \quad (5)$$

где $I(z)/I_0$ – нормированный экспериментальный профиль распределения концентрации элемента, $X(z_0)$ – истинный профиль, $g(z-z_0)$ – функция разрешения по глубине (ФР) («depth resolution function, DRF»).

Для послойного анализа существуют прямая и обратная задачи. Прямая задача заключается в моделировании экспериментального профиля по заданной модели структуры и описывается уравнением свертки (5). Обратная задача заключается в восстановлении истинного распределения элементов по глубине по имеющемуся экспериментальному профилю и требует решения интегрального уравнения свертки (5). Решение прямой и обратной задач послойного анализа возможно только тогда, когда известна ФР.

Согласно MRI (mixing – roughness – information depth) модели Хофмана [13] процессы ионного распыления описываются тремя основными вкладками – однородным атомным перемешиванием в приповерхностном слое, развитием поверхностной шероховатости и информационной глубиной выхода вторичных ионов. Таким образом, ФР может быть представлена в виде совокупности трех соответствующих вкладов и определяется тремя физически значимыми параметрами: L_m – толщина зоны перемешивания, σ – поверхностная шероховатость, λ – информационная глубина выхода вторичных ионов. Преимущество такого подхода в том, что параметры ФР обладают физической значимостью и предсказуемо зависят от используемого режима анализа. К недостаткам можно отнести то, что выражение для ФР при этом не представлено в аналитическом виде.

Экспериментально ФР может быть измерена, согласно (5), как профиль образца с тонким дельта-легированным слоем. Ранее [20] нами были определены параметры ФР для ряда полупроводниковых гетеросистем (Ge в Si, Si в GaAs, Mn в GaAs) и режимов работы ВИМС. Эксперимент проводился на времяпролетном масс-спектрометре TOF.SIMS-5 с использованием различных пучков первичных ионов. В качестве распыляющих ионов использовались Cs^+ и O_2^+ при энергиях 0.5, 1 или 2 кэВ и угле падения 45° . Анализ производился тяжелыми ионами Bi^+ с энергией 25 кэВ. Для определения параметров ФР был реализован численный алгоритм решения прямой задачи послойного анализа в рамках MRI модели. При этом использовалось непосредственное моделирование процесса распыления, а не свертка исходного профиля с соответствующими аналитическими функциями. Значения параметров L_m , σ и λ в случае различных структур и режимов работы масс-спектрометра определялись методом подгонки рассчитанных профилей под измеренные. Для этого по MRI модели рассчитывался экспериментальный профиль для структуры с δ -слоем, который затем подгонялся к измеренному варьированием положения

δ -слоя и параметров ФР. Определенные таким образом параметры ФР (L_m, σ, λ) и сдвиг ее максимума Δz относительно заданного в модели положения δ -слоя затем могут быть использованы при решении как прямой, так и обратной задачи послойного анализа для произвольных профилей концентрации.

3.2.2.2 Алгоритм восстановления

Обратная задача послойного анализа представляет собой обратную задачу интегрального уравнения свертки. Процедура восстановления сводится к решению уравнения (5) относительно $X(z_0)$, что является некорректной задачей по определению Адамара [21]. Фактически это означает, что из-за доступности экспериментального профиля только в виде конечного числа дискретных значений, непосредственное решение (5) неустойчиво по отношению к малым возмущениям левой части, т.е. к шуму. Для решения уравнений такого типа применяют регуляризацию – поиск устойчивого приближенного решения на основании некоторой априорной информации о его физических свойствах. В случае профилей концентрации элементов в полупроводниковых наноструктурах априорной информацией является их непрерывность, гладкость и положительность [14]. В настоящей работе предлагается использование метода регуляризации Тихонова при решении уравнения (5) в Фурье-пространстве [21]. Метод регуляризации Тихонова состоит в том, чтобы использовать априорную информацию о физическом смысле решения для ограничения класса функций, в котором это решение ищется. При этом составляется сглаживающий функционал Тихонова, минимизация которого дает искомое приближенное решение соответствующее заданным погрешностям.

Для удобства запишем уравнение (5) в операторной форме:

$$Az = u, \quad (6)$$

где A – интегральный оператор свертки, ядром которого является функция разрешения по глубине, z – истинный профиль распределения элемента по глубине, u – экспериментальный профиль ВИМС. Согласно теории решения некорректных задач [21], искомое решение уравнения (6) должно минимизировать сглаживающий функционал M^α следующего вида:

$$M^\alpha [z] = \|A_h z - u_\delta\|_L^2 + \alpha \|z\|_W^2, \quad (7)$$

где A_h – заданный с погрешностью h оператор свертки ($\|A_h - A\| \leq h$), u_δ – определенный с погрешностью δ экспериментальный профиль ($\|u_\delta - u\| \leq \delta$), α – параметр регуляризации. Преимущество такого подхода в том, что записанный таким образом функционал (7) является сильно выпуклым, что значительно облегчает поиск его экстремали, а для некоторых A позволяет найти решение в аналитическом виде. Использование априорной

информации о виде решения здесь выражается в том, что z полагается принадлежащим к определенному компактному классу функций. Нормы в (7) берутся в соответствующих гильбертовых пространствах, к которым принадлежат экспериментальный профиль u_δ (L – пространство интегрируемых с квадратом функций) и истинный профиль z (W – пространство Соболева функций интегрируемых с квадратом и имеющих интегрируемую с квадратом первую обобщенную производную). Отметим, что именно поиск решения в классе функций W учитывает априорную информацию о непрерывности и гладкости профиля. Условие положительности накладывается потом на уже полученное решение.

Функция z^α , минимизирующая функционал (7), будет различна в зависимости от значения параметра регуляризации α . В свою очередь, значение параметра регуляризации должно соответствовать паре чисел h и δ , характеризующих погрешности определения ФР и экспериментальных данных. Фактически это значит, что чем больше шум в экспериментальном профиле (больше значение δ), тем больше необходим «сглаживающий» эффект для соответствия априорной информации о гладкости. Соответственно больше должно быть значение параметра регуляризации α , стоящего в (7) перед членом, обеспечивающим это «сглаживание». Важно определить уровень погрешности в экспериментальных данных и однозначно поставить ему в соответствие значение параметра регуляризации и, следовательно, решение z^α . В нашем случае для выбора параметра регуляризации, обеспечивающего оптимальное соотношение между экспериментальными данными и априорной информацией, использовался обобщенный принцип невязки [21]. Отметим также, что при выборе параметра регуляризации мы полагали $h = 0$, считая, что основная погрешность вносится шумом в экспериментальном профиле. Это оправдано использованием гладкой ФР, получаемой решением прямой задачи по MRI модели и не содержащей в себе экспериментальных шумов и погрешностей.

Функции A и z имеют локальные носители, то есть определены на некотором интервале глубин $[0, 2a]$, где $2a$ – полная глубина на которой проводится послойный анализ. Эта величина определялась методом оптической интерферометрии кратера травления на интерференционном микроскопе белого света Talysurf CCI 2000 и использовалась также для калибровки шкалы глубин при послойном анализе. Локальность определения функций A и z означает, что интеграл в (5) берется в конечных пределах, а сами функции продолжаются периодически на всю числовую ось с периодом $2a$. Используя теорему о свертке и применяя дискретные преобразования Фурье, варьируем функционал (7) на множестве функций из W . При этом получается следующее выражение для m -ой компоненты Фурье-образа решения [21]:

$$\tilde{z}_m = \frac{\tilde{A}_m^* \tilde{u}_m \Delta x}{|\tilde{A}_m|^2 (\Delta x)^2 + \alpha \left(1 + \left(\frac{\pi m}{a} \right)^2 \right)}, \quad (8)$$

где \tilde{u} и \tilde{A} – Фурье-образы экспериментального профиля и функции разрешения по глубине, Δx – величина шага по глубине в эксперименте, $\tilde{A}^*(\omega) = \tilde{A}(-\omega)$, α – параметр регуляризации, a – половина глубины на которой проводился послойный анализ, $m \in \{0; n - 1\}$, n – количество точек на экспериментальном профиле.

Как видно из (8), предлагаемый метод дает простое выражение для решения обратной задачи послойного анализа. Стоит отметить, что преимуществами данного метода перед другими алгоритмами, например, итерационным алгоритмом с регуляризацией по методу Миллера [14-18], является простота программирования и скорость расчета. Использование быстрых преобразований Фурье позволяет сделать время вычисления достаточно малым.

Однако из-за особенностей используемых моделей и алгоритмов решения обратной задачи и регуляризации, любой метод восстановления имеет свои границы применимости. В частности, в эксперименте не должно наблюдаться деградации разрешения по глубине из-за наклона дна кратера травления или развития шероховатости с глубиной. Данный метод не всегда корректно работает для толстых слоев с очень резкими интерфейсами, поскольку число членов Фурье-разложения ограничено. Другим ограничением является невозможность правильно восстановить информацию о распределении концентрации в области порядка глубины перемешивания вблизи поверхности из-за нестационарности режима в начале распыления. Стоит также отметить, что влияние матричных эффектов, проявляющееся в нелинейной связи между интенсивностью вторичных ионов и концентрацией элемента в матрице, требует отдельного учета.

3.2.2.3 Учет сдвига профиля при восстановлении

Как уже говорилось, одним из неотъемлемых артефактов ионного распыления является сдвиг профиля концентрации к поверхности в процессе послойного анализа. В рамках MRI модели эффект объясняется однородным атомным перемешиванием в приповерхностном слое, вызванным каскадами столкновений проникающих в образец первичных ионов или атомов отдачи. Когда зона перемешивания достигает, например, тонкого слоя, содержащего атомы примеси, они затягиваются в зону перемешивания и в эксперименте наблюдается выход соответствующих вторичных ионов еще до того, как δ -слой окажется на поверхности. При этом максимум сигнала будет достигнут, когда слой полностью окажется в зоне перемешивания. Продолжение анализа приведет к постепенному очищению зоны перемешивания от атомов слоя и к экспоненциальному

спаду сигнала. При этом максимум сигнала будет смещен к поверхности относительно истинного положения слоя на величину, зависящую в первом приближении от глубины перемешивания и толщины слоя.

На наш взгляд, проблеме сдвига профиля при восстановлении уделялось недостаточно внимания в литературе. Это объясняется тем, что точность изготовления полупроводниковых наноструктур и методов их диагностики только в последние годы достигла такого уровня, когда сдвиг профиля при послойном анализе вносит существенную погрешность в измерения. Среди работ, посвященных восстановлению профилей ВИМС, можно выделить следующие подходы к проблеме учета сдвига. Авторы [14] предлагают учитывать сдвиг уже после восстановления, сдвигая целиком восстановленный профиль. При этом величина сдвига определяется интерполяцией зависимости длины пробега первичных ионов в образце от их энергии. Однако такой подход требует определения ФР для одного типа структур в большом диапазоне значений энергии распыляющих ионов, что требует значительного времени на проведение множества экспериментов. Некоторые авторы [17] вообще не упоминают о сдвиге при восстановлении. В работе [18] наблюдается сдвиг экспериментальных профилей в другую сторону – от поверхности, причем эта особенность никак не обсуждается.

Наш подход к учету сдвига экспериментального профиля относительно истинного при восстановлении состоит в совместном решении прямой и обратной задач послойного анализа. Сначала происходит моделирование процесса послойного анализа для структуры с δ -слоем по MRI модели. Полученный профиль будет представлять собой заданную на сетке ФР, которая затем и используется для решения обратной задачи. Важно, что при этом мы точно знаем сдвиг ФР относительно истинного положения дельта слоя. Это позволяет учесть сдвиг при последующем решении обратной задачи. Способ удобен тем, что учет сдвига происходит автоматически в процессе восстановления, и при этом не требуется дополнительных процедур по смещению всего профиля целиком. Стоит отметить, что такой подход был невозможен в работах других авторов, так как они определяли ФР аппроксимацией экспериментального профиля аналитической функцией [14-18]. При этом оставалось неизвестным истинное положение профиля и сдвиг ФР, а описывающие ФР параметры не имели прямой физической интерпретации.

3.2.3 Результаты восстановления модельных и экспериментальных профилей

Первой проверкой алгоритмов восстановления является их тестирование на модельных примерах. В нашем случае изначально задавался некоторый профиль распределения концентрации по глубине. По MRI модели моделировался результат послойного анализа

такой структуры, затем к нему искусственно добавлялся шум. При этом параметры модели и отношение сигнал-шум задавались некоторыми значениями, характерными для эксперимента ВИМС. Далее с теми же параметрами MRI модели и на том же интервале глубин рассчитывалась ФР. Затем проводилось решение обратной задачи по описанному выше алгоритму для смоделированного экспериментального профиля. Восстановленный при этом профиль потом сравнивался с исходным.

На рис. 3.4 приведен пример восстановления профиля концентрации, представляющего собой два гауссиана со стандартными отклонениями $\sigma_{gauss} = 1$ нм и расстоянием между максимумами 3 нм. Параметры MRI модели в этом случае: $L_m = 2.3$ нм; $\sigma = 0.6$ нм; $\lambda = 0.3$ нм. К смоделированному экспериментальному профилю добавлен шум с гауссовым распределением $\sigma_{noise} \propto \sqrt{I}$. Отношение сигнал-шум $SNR = 28$ дБ.

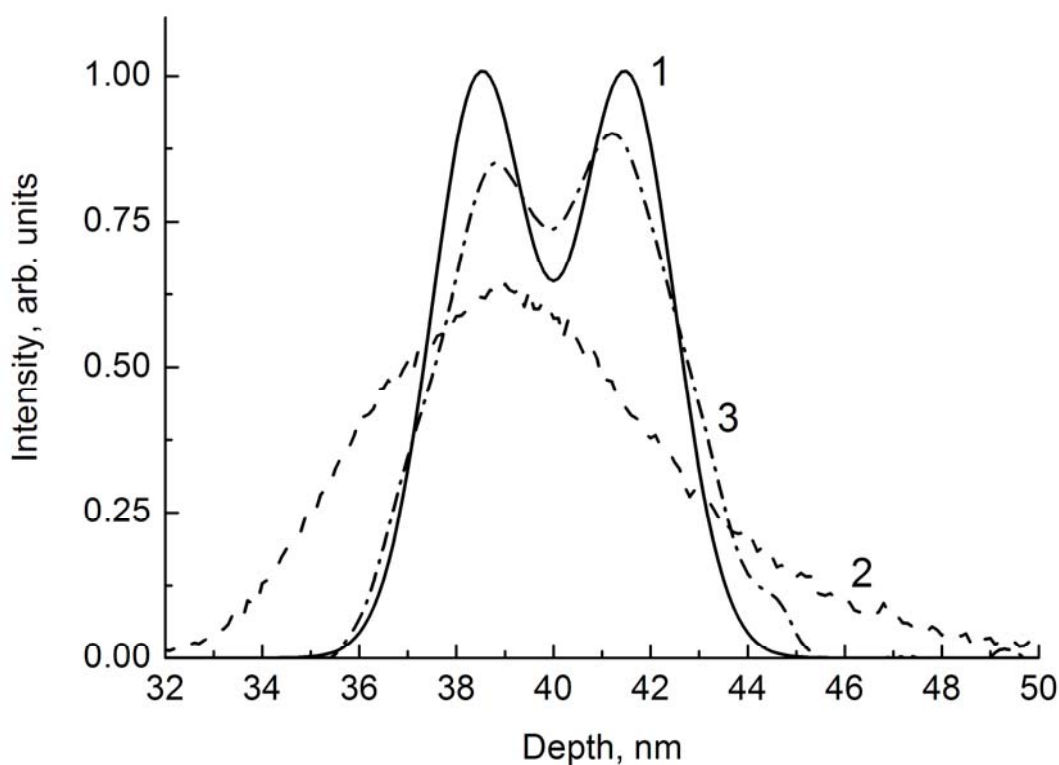


Рисунок 3.4 Восстановление модельного профиля, заданного в виде двух гауссианов. 1 – исходный профиль, 2 – смоделированный экспериментальный, 3 – восстановленный.

Видно, что на смоделированном экспериментальном профиле слои не разрешаются и выглядят как один толстый слой с неоднородной по толщине концентрацией. Заметен также и сдвиг смоделированного профиля относительно исходного. Восстановленный профиль ближе к истинному, на нем различимы два слоя. Таким образом, восстановление в ряде случаев позволяет существенно повысить информативность метода.

Некоторые количественные характеристики возможностей алгоритма можно

продемонстрировать на примере восстановления тонкого одиночного слоя. На рис. 3.5 приведены результаты восстановления профиля концентрации слоя толщиной 0.4 нм. Глубина залегания слоя была задана равной 5 нм. Параметры MRI модели: $L_m = 1.1$ нм; $\sigma = 0.6$ нм; $\lambda = 0.3$ нм. К смоделированному экспериментальному профилю добавлен шум с $SNR = 24$ дБ. В данном случае восстановление позволило уменьшить полную ширину на полувысоте (ПШПВ) пика слоя с 2.2 нм до 1.1 нм. Интенсивность пика в максимуме увеличилась с 0.39 до 0.86. Эти значения характеризуют выигрыш в разрешении по глубине, полученный при проведении процедуры восстановления.

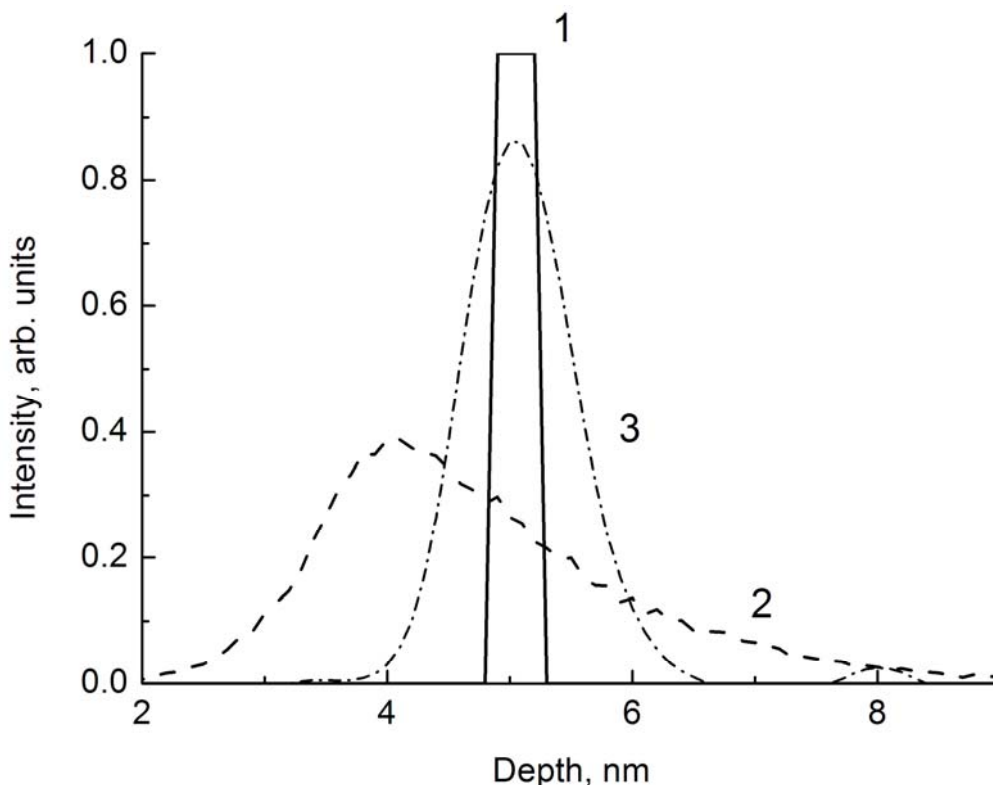


Рисунок 3.5 Восстановление модельного профиля тонкого слоя. 1 – исходный профиль, 2 – смоделированный экспериментальный, 3 – восстановленный.

Уменьшение ПШПВ пика слоя и увеличение интенсивности в максимуме в 2 раза согласуется с результатами по восстановлению тонких слоев итерационным алгоритмом с регуляризацией по методу Миллера [17].

На рис. 3.5 отчетливо виден сдвиг смоделированного экспериментального профиля относительно исходного. Учет этого сдвига проводился при восстановлении по описанному ранее методу. Видно, что положение максимума пика сдвинулось с 4,1 нм для смоделированного экспериментального профиля до 5 нм для восстановленного. При этом максимум восстановленного профиля совпадает с центром исходного слоя, что говорит о корректности учета сдвига при восстановлении. Учет сдвига позволяет избежать

погрешности в определении глубины залегания слоя. Для структур с залегающими близко к поверхности тонкими слоями величина этой погрешности может превышать 20%, что недопустимо при определении толщины туннельнопрозрачного барьера.

Работа алгоритма с экспериментальными данными рассмотрена на примере восстановления профиля полупроводниковых гетероструктур SiGe/Si. На рис. 3.6 приведены экспериментальные профили выхода вторичных ионов Ge в зависимости от глубины травления для структуры A1 с тремя δ -слоями Ge в Si, выращенной методом молекулярно-лучевой эпитаксии при низкой температуре с подавлением процессов сегрегации и диффузии.

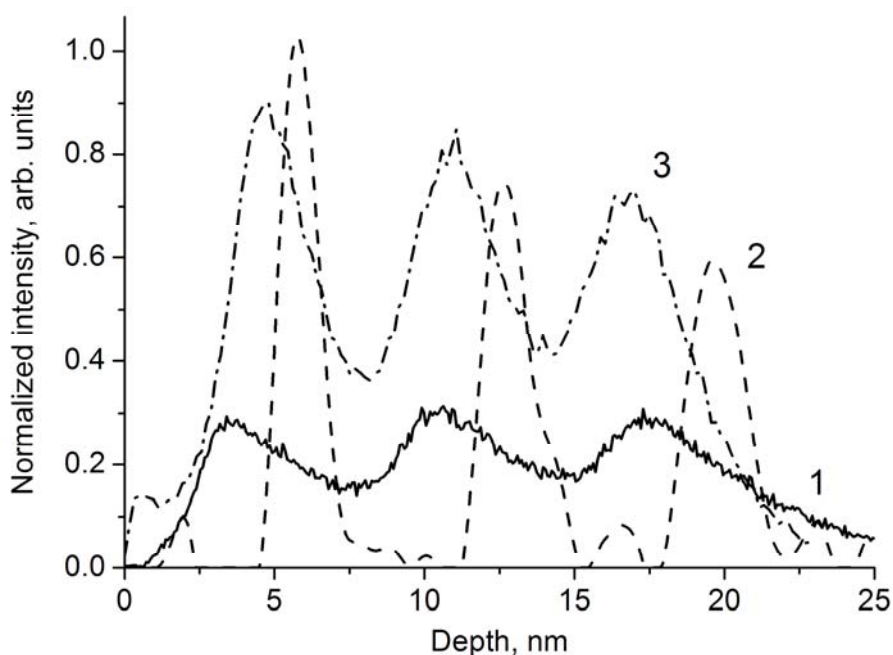


Рисунок 3.6 Восстановление профиля распределения Ge по глубине в структуре A1. Экспериментальные профили получены при различной энергии распыляющих ионов. 1 – эксперимент 2 кэВ, 2 – восстановленный профиль, 3 – эксперимент 0.5 кэВ.

Профили получены при энергиях распыляющих ионов Cs^+ 2 кэВ (быстрое травление с низким разрешением) и 0.5 кэВ (медленное травление с повышенным разрешением). Приведен также профиль, восстановленный из эксперимента при 2 кэВ. Заметно существенное различие между экспериментальными профилями, полученными при разных энергиях распыляющих ионов. Максимум сигнала от верхнего слоя сдвинут к поверхности на разную величину, что подтверждает возникновение сдвига при послойном анализе. Величина сдвига растет с увеличением энергии распыляющих ионов. На основе сравнения экспериментальных профилей с восстановленным можно полагать, что метод позволяет восстановить профиль 2 кэВ до уровня даже лучшего, чем прямые данные

эксперимента при 0.5 кэВ. Восстановление также позволяет учесть сдвиг, который не исчезает при использовании низкоэнергетических ионов. Эти результаты важны, в частности, при исследовании толстых структур. Можно существенно уменьшить время эксперимента, используя более высокие скорости травления высокоэнергетичными ионами и последующую процедуру восстановления.

Метод также применим для анализа процессов сегрегации и диффузии в полупроводниковых гетероструктурах. На рис. 3.7 приведен экспериментальный профиль распределения Ge в структуре A2 с 5 слоями по 3 монослоя Ge в Si.

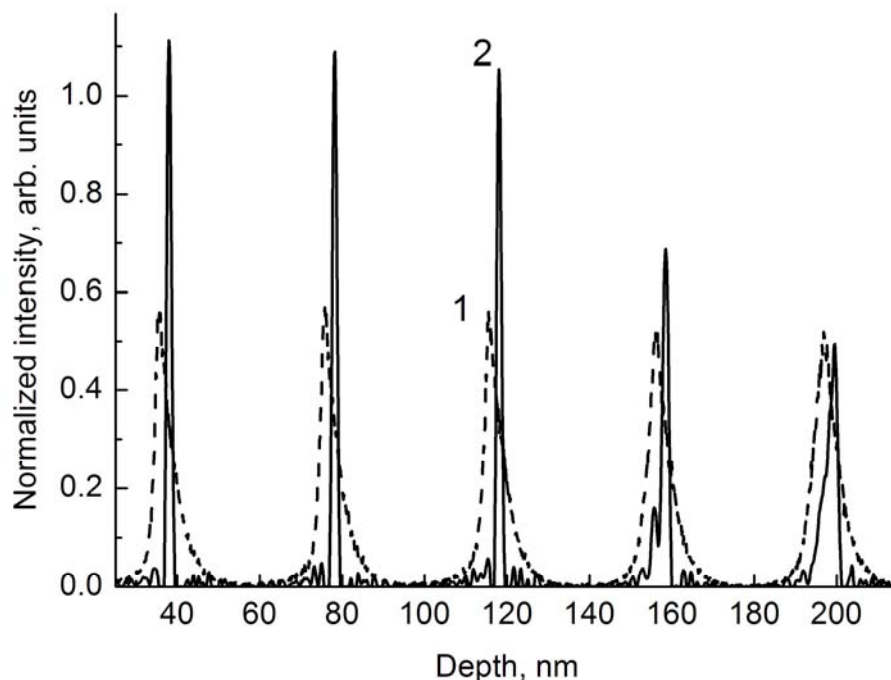


Рисунок 3.7 Восстановление профиля распределения Ge по глубине в структуре A2. 1 – эксперимент, 2 – восстановленный профиль. Для лучшего отображения профилей в одном масштабе интенсивность восстановленного профиля уменьшена в 2 раза.

Слои были выращены методом молекулярно-лучевой эпитаксии. Температура роста слоев менялась от 700°C для ближнего к подложке (крайний правый на рис. 3.7) до 365°C для верхнего слоя. Распыление проводилось ионами Cs⁺ 2 кэВ, параметры ФР для этого режима: $L_m = 2,3$ нм, $\sigma = 1,6$ нм; $\lambda = 0,3$ нм. На экспериментальном профиле различие между пиками слоев, выращенных при различных температурах, небольшое из-за того, что уширение и сдвиг при послойном анализе, по-видимому, сравнимы с длиной сегрегации Ge в Si при этих температурах. В этом случае невозможно надежно дать количественную оценку сегрегации Ge. На рис. 3.7 также приведен восстановленный профиль распределения Ge. Для лучшего отображения профилей в одном масштабе, значения интенсивностей на восстановленном профиле уменьшены в 2 раза. Видно, что

восстановление позволяет уменьшить влияние экспериментального искажения профилей и выделить уширение, связанное с сегрегацией в процессе роста. Для наглядности на рис. 3.8 приведены в логарифмическом масштабе экспериментальный и восстановленный профили для верхнего и нижнего слоев Ge. Восстановленный профиль слоя, выращенного при 365°C почти симметричен, что говорит о незначительной сегрегации Ge при этой температуре.

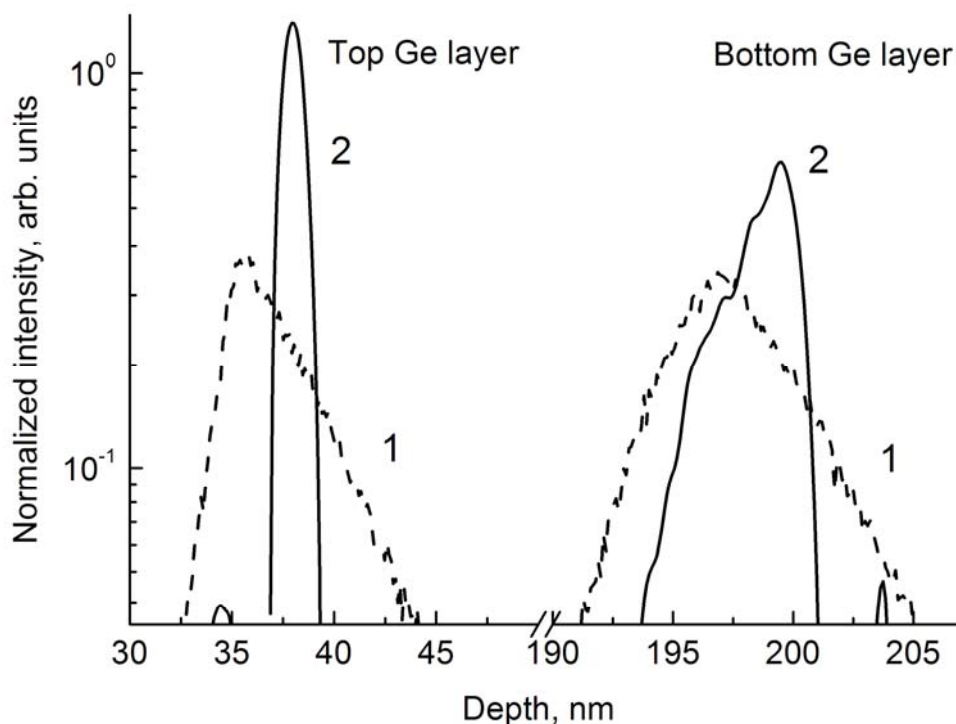


Рисунок 3.8 Фрагмент изображения экспериментального и восстановленного профилей распределения Ge по глубине в структуре A2 в логарифмическом масштабе. Верхний слой выращен при температуре 365°C, нижний – при температуре 700°C. 1 – эксперимент, 2 – восстановленный профиль.

Восстановленный профиль для слоя, выращенного при 700°C, заметно размыт в сторону поверхности, и по его экспоненциальному хвосту можно легко оценить длину сегрегации Ge в Si: $l_{seg}(700^\circ\text{C}) \approx 2,1$ нм.

3.2.4 Заключение

- В ходе работы реализованы алгоритмы решения прямой и обратной задач послойного анализа. Подробно обсуждены детали применения метода регуляризации Тихонова к решению обратной задачи интегрального уравнения свертки в Фурье-пространстве.
- Метод восстановления профилей концентрации реализован с учетом физических особенностей послойного анализа ионным распылением.
- Сдвиг экспериментального профиля при восстановлении проводится путем совместного

решения прямой и обратной задач послойного анализа, что не требует дополнительных измерений.

- Разработанный алгоритм протестирован как на смоделированных, так и на экспериментальных профилях. Было показано, что предложенный подход позволяет повысить информативность послойного анализа и разрешение метода по глубине. В ряде случаев восстановление с учетом сдвига экспериментального профиля позволяет избежать существенных систематических погрешностей при определении глубины залегания тонких слоев.
- Использование предложенного метода восстановления может значительно сократить время эксперимента при сохранении аналогичного разрешения по глубине.
- Также показано, что метод может быть применен для более точного количественного анализа процессов сегрегации и диффузии в полупроводниковых гетероструктурах.

3.3 Новые виды услуг

В ЦКП ИФМ РАН постоянно ведутся работы по совершенствованию методов анализа с использованием оборудования ЦКП. Новые методики и виды услуг появляются в ходе освоения возможностей нового дифрактометра Bruker D8 Discover. В подразделе 3.1 настоящего отчета предложена новая методика послойного элементного количественного анализа слоев AlGaAs с использованием кластерных ионов во вторично-ионном масс-спектрометре TOF.SIMS-5. Это также послужило основой для включения нового вида услуг.

В Приложении Г настоящего отчета приведен обновленный Перечень услуг ЦКП ИФМ РАН. В ходе выполнения настоящего этапа в Перечень дополнительно введена услуга №17 «Послойный анализ гетеросистем AlGaAs/GaAs методом вторично-ионной масс-спектрометрии на приборе TOF.SIMS-5» с использованием методики калибровки концентрации матричных элементов, описанной в п.3.1 настоящего отчета. Кроме того, усовершенствована методика рентгенодифракционного анализа эпитаксиальных слоев AlGaAs, предлагаемая в составе услуги №1. В результате работ по вводу в эксплуатацию и освоению возможностей нового дифрактометра Bruker D8 Discover добавлена услуга №6 «Рентгенофазовый анализ поликристаллических образцов». Это стало возможным благодаря быстрой перестройке прибора из основного режима высокого разрешения в режим низкого разрешения при высокой чувствительности. Bruker D8 Discover имеет программное обеспечение для выполнения этого вида работ и базу данных, включающую около 200000 стандартных спектров кристаллических фаз.

В то же время, включение новых измерительных методик в Перечень услуг ЦКП кроме разработки методики требует выполнения этапа экспериментального тестирования на сериях образцов, анализа результатов экспериментов по внутри- и межлабораторной воспроизводимости, а также по оценке точности путем измерения тестовых образцов. Поэтому новая методика восстановления профилей ВИМС, описанная в подразделе 3.2, в настоящее время не включена в список предлагаемых услуг. Она требует дополнительных этапов тестирования.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ТЕСТОВЫХ СТРУКТУР ПО ФОРМИРОВАНИЮ ДИОДОВ С ПОНИЖЕННОЙ ВЫСОТОЙ БАРЬЕРА

4.1 Модификация высоты барьера в диодах Шоттки на кремнии при использовании сильнолегированных 3D- И 2D-слоев

4.1.1 Введение

Для систем радиовидения в миллиметровом диапазоне длин волн необходимы чувствительные матричные приёмники. В качестве чувствительных элементов в них используются полупроводниковые диоды с пониженной высотой барьера, которые обеспечивают детектирование без напряжения смещения. Как показано теоретически и подтверждено экспериментами, оптимальная эффективная высота барьера таких диодов должна лежать в диапазоне 0.25-0.3 эВ [22].

Существуют два пути управления высотой барьера в диодах Шоттки. Первый – уменьшение плотности поверхностных состояний на границе металл-полупроводник, что должно приводить к откреплению уровня Ферми, и тогда высота барьера определяется разностью величин электронного сродства металла и полупроводника. Как показала практика, это не удаётся реализовать в полной степени. Второй путь – создание тонкого сильнолегированного слоя на границе металл-полупроводник. В этом случае перенос носителей облегчается их туннелированием через узкий потенциальный барьер в сильнолегированном слое. С этой целью находят применение как тонкие (до ~6 нм) однородно легированные n^{++} -слои [23], так и дельта-легированные слои, расположенные на расстоянии нескольких нанометров от границы металл-полупроводник [24]. Точным подбором уровня легирования и расстояния до границы можно осуществить управление эффективной высотой барьера модифицированных таким способом диодов Шоттки. Это показано теоретически и подтверждено экспериментально для диодов, изготовленных из арсенида галлия [25]. В данной работе представлены экспериментальные результаты по управлению эффективной высотой барьера диодов Шоттки на основе селективно легированных сурьмой кремниевых структур, выращенных методом молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ).

4.1.2 Эксперимент

Образцы были выращены на высоковакуумной установке МПЭ Riber Siva-21. Базовое давление в камере роста составляло $< 5 \cdot 10^{-11}$ мБар. Осаждение Si осуществлялось с помощью электронно-лучевого испарителя со скоростью 0,1 нм/с. Скорость роста и

толщины слоев кремния контролировались с помощью квадрупольного масс-спектрометра и кварцевого датчика измерения толщины. Сурьма испарялась из эффузионной ячейки. Контроль состояния поверхности производился *in situ* с помощью метода дифракции быстрых электронов (ДБЭ). Температура роста измерялась инфракрасным пирометром (для $T_p > 500^\circ\text{C}$) и термопарой. Для получения Si:Sb структур с сильнолегированными и дельта-легированными слоями использовалась методика селективного легирования, подробно изложенная в [26].

В эксперименте по модификации высоты барьера были изучены два типа структур, показанные на рис.4.1. На сильнолегированных подложках выращивались последовательно сильнолегированный буферный и нелегированный базовый слои, которые завершались слоями, обеспечивающими модификацию эффективной высоты барьера металл-полупроводник (с однородным n^{++} -слоем - 3D-легированная структура, с дельта-слоем - 2D-легированная структура). Толщина и глубина залегания этих слоёв выбирались заведомо больше оптимальных для получения низкобарьерных диодов. Уменьшение толщины поверхностных слоев достигалось их прецизионным травлением за счет циклического окисления Si в растворе $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2$ и удаления окисла в растворе $\text{HF}:\text{H}_2\text{O}$. Толщина стравленного слоя определялась измерением величины ступеньки на оптическом интерференционном микроскопе «Talysurf CCI 2000». Таким методом удавалось стравливать слои толщиной ~ 1 нм. Контакты диаметром 20-500 мкм формировались с использованием термического напыления алюминия и фотолитографии. Вольт-амперные характеристики (ВАХ) измерялись на автоматизированной установке, позволяющей регистрировать токи от 10^{-13} А в диапазоне температур от 80 до 360 К.

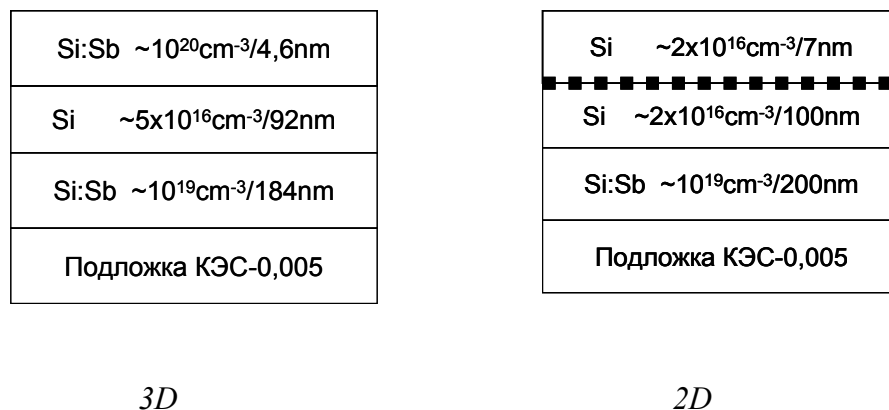


Рис. 4.1. Схема роста «3D структуры» с тонким однородно сильнолегированным поверхностным слоем (n^{++} -n) и «2D структуры» с приповерхностным дельта-легированным Si:Sb слоем. Квадратами показано положение дельта-слоя Sb.

4.1.3 Экспериментальные результаты и их обсуждение

3D-структура

Данный метод управления эффективной высотой барьера в диодах Шоттки был развит в экспериментальных работах по созданию n^{++} -слоёв методом имплантации и эпитаксиального роста и теоретически обоснован в [24]. На рис.4.2 показана трансформация вида ВАХ, происходящая по мере уменьшения толщины верхнего n^{++} -слоя, связанная с изменением механизмов токопереноса носителей в структуре. Кривая 1 является исходной и представляет ВАХ несплавленного омического контакта, обусловленного эффективным туннелированием носителей через тонкий барьер. Измерение удельного контактного сопротивления по методу Кокса-Стрека (для контактов разной площади) даёт значение $(2-3) \times 10^{-4} \text{ Ом} \cdot \text{см}^{-2}$. По мере уменьшения толщины n^{++} -слоя путём его травления происходит смена механизма проводимости на термополевой, что проявляется в появлении несимметричных токовых характеристик. Применив формулу (9) для расчёта изменения высоты барьера [24], можно построить его зависимость от толщины слоя при различных уровнях легирования (рис.4.3, кривые 1-3).

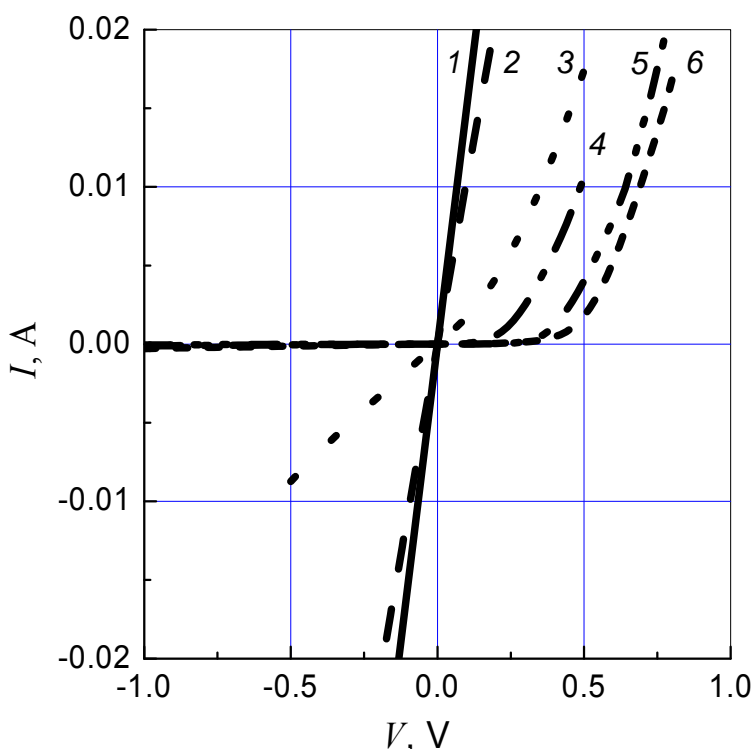


Рисунок 4.2 Последовательное (1-6) изменение ВАХ при уменьшении толщины верхнего однородного n^{++} -слоя (структура 3D). Диаметр контакта 50 мкм.

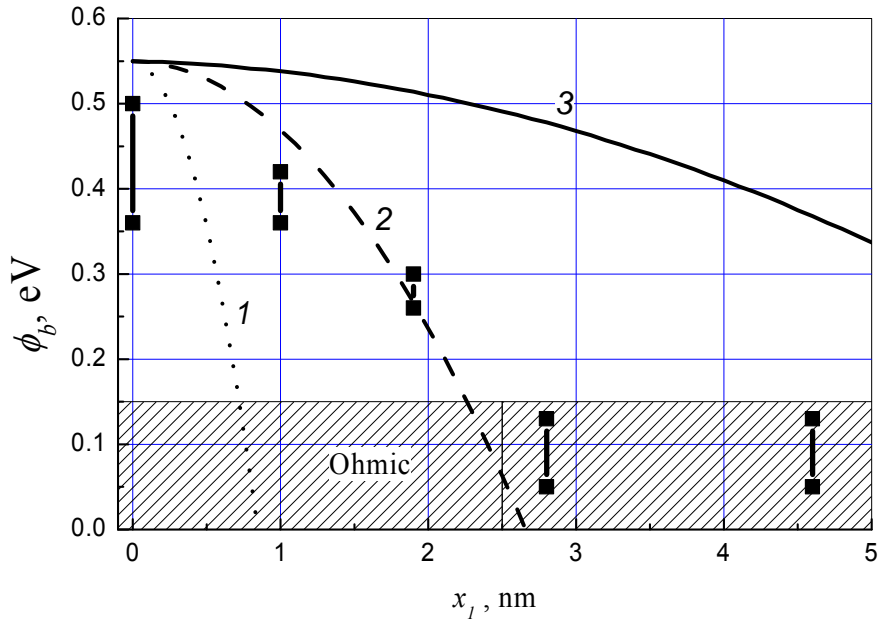


Рисунок 4.3 Рассчитанное изменение высоты барьера при изменении толщины n^{++} -слоя для концентрации доноров, см^{-3} : 1 – 10^{21} , 2 – 10^{20} , 3 – 10^{19} . Символами показаны экспериментальные результаты. Нижний предел определения высоты барьера из ВАХ установлен на уровне $\sim 0,15$ эВ.

$$\varphi_b \approx \varphi_{b0} - \frac{qN_{d1}}{2\epsilon\epsilon_0} \cdot x_1^2 \quad (9),$$

где φ_{b0} – высота барьера для диода Al/Si, которая из эксперимента для однородно-легированного слоя равнялась $\sim 0,55$ эВ, q – заряд электрона, ϵ_0 , ϵ – диэлектрическая проницаемость вакуума и полупроводника, соответственно, N_{d1} , x_1 – концентрация и толщина сильнолегированного слоя.

Видно, что экспериментальные данные (рис.4.3, символы) совпадают с расчётом при концентрации доноров 10^{20}см^{-3} в n^{++} -слое, что согласуется с экспериментальными данными по масс-спектропии вторичных ионов.

2D-структура

Встраивание дельта-слоя вблизи границы раздела металл-полупроводник также приводит к формированию узкого потенциального барьера треугольной формы и, соответственно, к появлению туннельной составляющей тока, как и в предыдущем случае. На рис.4.4,а показана трансформация экспериментальных ВАХ при уменьшении глубины залегания дельта-слоя, происходящей при последовательных шагах стравливания. Теория таких низкобарьерных диодов детально рассмотрена в работе [25]. Применение её к

кремниевым диодам Шоттки позволило рассчитать теоретические ВАХ, которые представлены на рис.4.4,b. В расчёте высота исходного барьера полагалась равной 0,6эВ, поверхностная концентрация доноров в дельта-слое - 10^{13}см^{-3} . Наглядное представление о происходящей смене механизмов переноса носителей через границу *Al/n-Si* можно получить из рассмотрения рис.4.5, где представлен рассчитанный с помощью программы [27] ход края зоны проводимости в зависимости от глубины залегания дельта-слоя применительно к данному случаю.

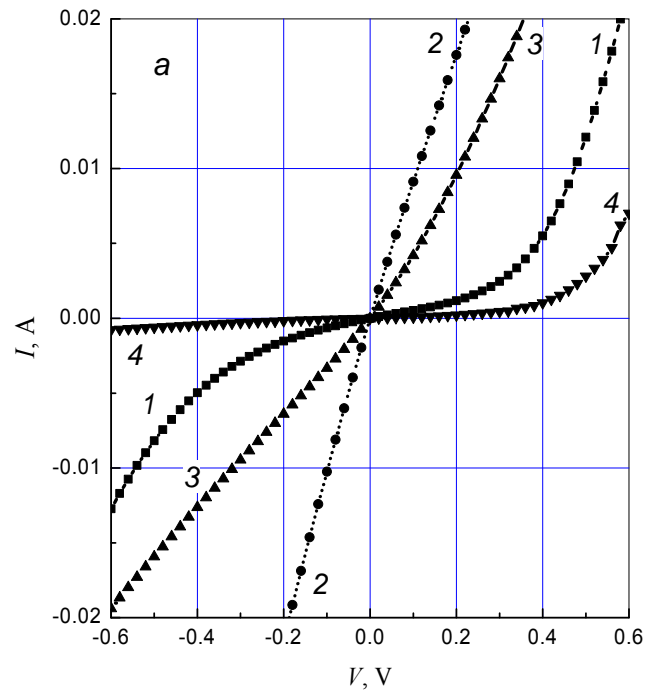
В исходной структуре дельта-слой располагается достаточно глубоко от поверхности (~7 нм) и образует потенциальную яму, заполненную электронами (рис.4.5, 1). При этом образуется широкий потенциальный барьер. Характер токопереноса термоэмиссионный или термополевой с максимумом прошедших электронов близи вершины барьера, что и приводит к почти симметричной ВАХ (рис.4.4, кривые 1). При стравливании, по мере приближении дельта-слоя к границе *Al/Si* положение максимума прошедших электронов снижается. При некоторой толщине верхнего нелегированного *Si* слоя реализуется туннельное прохождение электронов вблизи уровня Ферми (рис.4.5, 2). ВАХ при этом становится линейной и отвечает омическому контакту (рис.4.4, кривые 2). Дальнейшее приближение дельта-слоя к металлу приводит к его обеднению носителями (рис.4.5, 3-4), преобладанию термополевого механизма и выпрямляющему виду ВАХ (рис.4.4, кривые 3 и 4). При этом в зависимости от глубины залегания обеднённого дельта-слоя можно получить промежуточные значения эффективной высоты барьера, что приближенно описывается формулой (10).

$$\varphi_b \approx \varphi_{b0} - \frac{qN_{2D}}{\varepsilon\varepsilon_0} \cdot x_0 \quad (10),$$

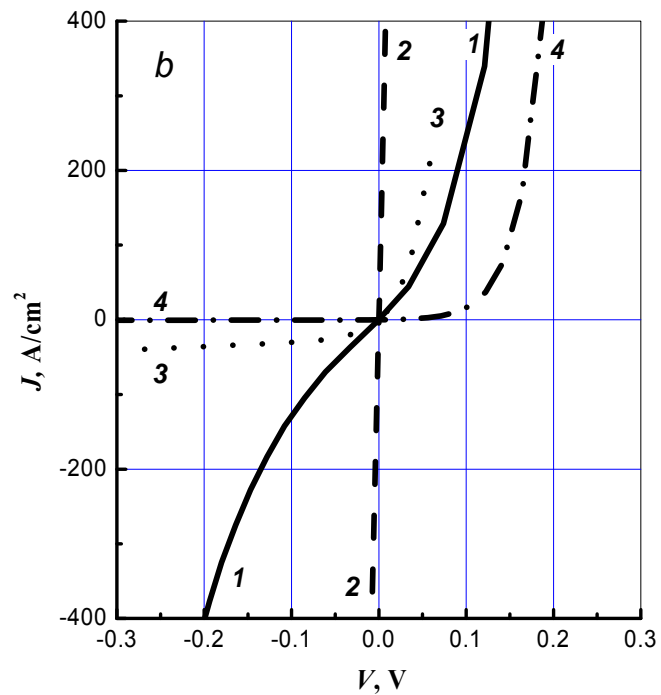
где N_{2D} , x_0 – поверхностная концентрация и глубина залегания дельта-слоя, соответственно.

Как видно из сравнения рис.4.4,a и рис.4.4,b теория качественно предсказывает изменение ВАХ. Некоторые отличия связаны с тем, что в расчётах не учтены последовательное сопротивление и ряд дополнительных факторов неидеальности реальных диодов.

Основной результат работы состоит в том, что показано, как при сильном поверхностном (3D-легирование) или приповерхностном дельта-легировании (2D-легирование) в структурах металл-полупроводник на основе кремния можно контролируемо снижать величину эффективной высоты барьера Шоттки и в предельном случае формировать омический контакт.



a)



б)

Рисунок 4.4 а) Последовательное (1-4) изменение ВАХ при уменьшении глубины залегания дельта-слоя (структура 2D). Диаметр контакта 50 мкм. б) Рассчитанные ВАХ при различной глубине залегания дельта-слоя, нм: 1 – 7; 2 – 4; 3 – 2; 4 – 1. Поверхностная концентрация доноров в дельта-слое 10^{13} см^{-3} .

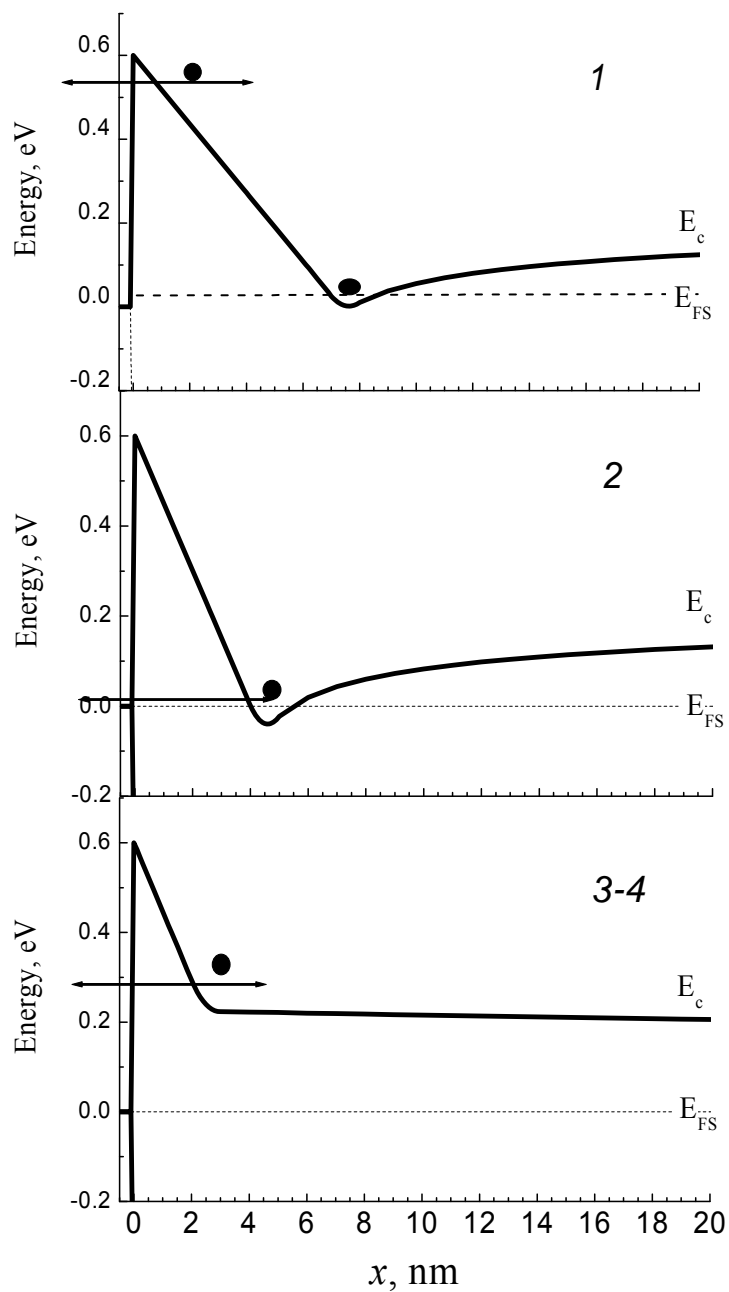


Рисунок 4.5 Рассчитанное изменение потенциального рельефа на границе с металлом при последовательном приближении дельта-слоя (2D) к поверхности кремния (1-4). Значение поверхностной концентрации доноров N_{2D} в дельта-слое выбрано равным 10^{13} см^{-3} .

4.2 Исследования диодов с пониженной высотой барьера в планарном смесителе миллиметрового диапазона длин волн

4.2.1 Введение

Для реализации радиовидения в миллиметровом диапазоне длин волн и, что крайне важно, - в реальном масштабе времени, необходимы неохлаждаемые чувствительные матричные приемники излучения [28]. Наиболее простыми являются детекторные приёмники с низкобарьерными диодами Мотта [29]. Они не требуют смещения [30] и имеют достаточную чувствительность для регистрации изображений объектов в режиме просвечивания и отражения излучения подсветки субмилливаттного уровня в диапазоне 90–100 ГГц [31,32]. Заметно большую чувствительность приёма можно достичь в режиме смещения сигналов [28,33], если обеспечить необходимый уровень гетеродинной накачки приёмной матрицы. Для диодных и транзисторных смесителей коротковолновой части миллиметрового диапазона на основе отработанных волноводных конструкций, теоретические расчёты и эксперименты показывают, что оптимальная мощность гетеродина $P_r=2\div 10$ мВт [33-36]. Примерно те же величины мощности накачки на входе (>2 мВт) характерны для квазиоптических конструкций, где смесительный диод с барьером Шоттки (ДБШ) интегрирован в приёмную антенну, как правило, сопряжённую с фокусирующей линзой [38,39]. Очевидным способом снижения необходимого уровня мощности гетеродина является использование диодов с пониженной высотой барьера. Это достигается за счёт легирования приповерхностной области [36] или использования, дополнительно, твердого раствора InGaAs (вместо GaAs) в качестве активного слоя [39]. В обоих случаях эффективная высота барьера контакта металл-полупроводник может быть снижена до значений $\Delta \leq 0,2$ эВ. Действительно, понижение барьера до $\Delta=0,35$ эВ позволило заметно уменьшить мощность гетеродина и получить при $P_r=0,5$ мВт (частота гетеродина $f_r=75$ ГГц) приемлемые потери преобразования $L \cong 12$ дБ без постоянного смещения [36]. В смесителе [39], интегрированном в планарную антенну, при $\Delta \approx 0,25$ эВ, $P_r=0,8$ мВт, $f_r=94$ ГГц и так же без постоянного смещения величина потерь преобразования L составила около 5 дБ.

При построении неохлаждаемого смесительного матричного приемника величина необходимой мощности гетеродина является фактором, ограничивающим число каналов. Если исходить из данных работы [40] по твердотельным источникам, то вблизи частоты 100 ГГц величина доступной мощности составляет $100\div 500$ мВт, а уже для 200 ГГц уменьшается примерно на порядок - до $10\div 50$ мВт. В этой связи, задача построения

эффективного смесителя с предельно малым уровнем мощности накачки, который не требует постоянного смещения, остаётся актуальной. Имея в виду следующий шаг - построение двумерного матричного приёмника, желательно, чтобы, как в работах [38,39], смесительный диод был интегрирован в планарную антенну, принимающую одновременно излучение гетеродина и сигнала.

В данной работе обсуждаются результаты исследования планарного смесителя диапазона 94 ГГц, использующего планарные низкобарьерные диоды, на основе контакта Мотта Al/GaAs с δ -легированным слоем кремния вблизи границы [29,30]. В зависимости от параметров легирования эффективная высота барьеров Δ изменялась в пределах $0,18 \div 0,23$ эВ. Площадь анода диодов составляет около 8 мкм^2 и их дифференциальное сопротивление R_j при нулевом смещении примерно соответствует диапазону $2 \div 9$ кОм. Приведены схемы согласования диодов в канале промежуточной частоты и данные измерений коэффициента преобразования сигнала L в зависимости от мощности гетеродина P_r .

4.2.2 Конструкция и характеристики планарного смесителя

Общая схема экспериментов по смешению сигналов частотного диапазона 94 ГГц представлена на рис. 4.6. Использовались два независимых источника на основе ламп обратной волны (ЛОВ): частота гетеродина f_r составляла 94,7 ГГц, частота сигнала – 94 ГГц. Для изменения мощности использовали аттенюаторы. Вывод излучения в пространство осуществляли с помощью рупоров. В качестве приёмной антенны смесителя использовалась модифицированная планарная щелевая антенна с интегрированным в неё диодом, разработанная ранее [30,41]. Эта антенна имеет резонансную частоту около 94 ГГц и поло су 8 ГГц, величина её волнового

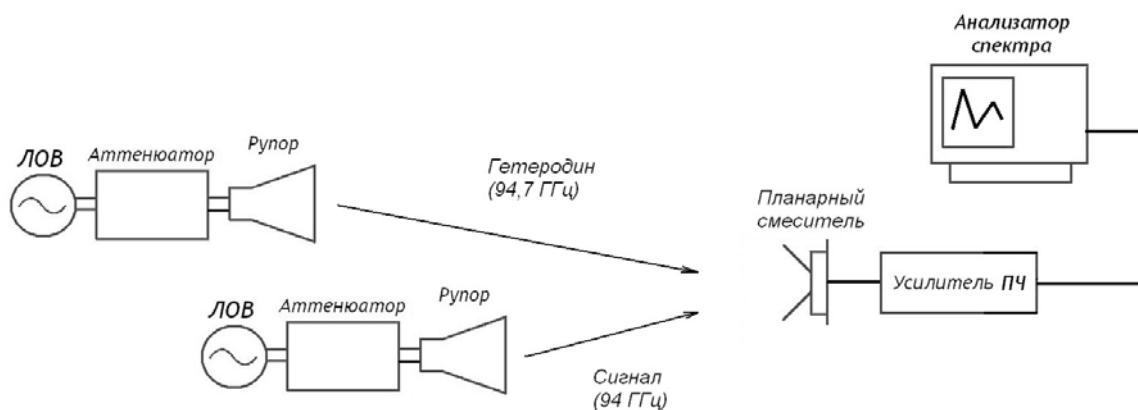


Рисунок 4.6 Схема экспериментов по смешению сигналов.

сопротивления составляет около 800 Ом. В режиме детектирования малых сигналов она обеспечивает хорошее согласование с низкочастотными диодами, имеющими дифференциальное сопротивление $R_j \gg 1$ кОм. Ориентация рупоров и приёмной антенны смесителя выбиралась так, чтобы обеспечить максимум принимаемой мощности. Величина мощности измерялась в режиме детектирования по известной методике [41]. Максимальная мощность гетеродина P_r , падающая на планарный смеситель, составляла около 40 мкВт.

Для согласования диодов на промежуточной использовались трансформирующие цепи на сосредоточенных элементах – индуктивностях и емкостях. Два варианта схем показаны на рис. 4.7. Трансформирующие цепи рассчитаны на оптимальное согласование линии 50 Ом с сопротивлением нагрузки $\rho=1$ кОм (а) и $\rho=2,2$ кОм (б) и обеспечивают замыкание смесительного диода по постоянному току. Для проверки работы схем согласования и настройки на частоту 700 МГц в антенны вместо диодов были включены резисторы с сопротивлением 1 и 2,2 кОм. Измерения коэффициента отражения S_{11} в зависимости от частоты для этих схем проведены с помощью векторного анализатора цепей E8361A (Agilent Technologies). Кривые представлены на рис. 4.8а. Видно, что для нагрузки с сопротивлением 1 кОм полоса согласования шире. Если в антенны включить диоды, то коэффициент отражения S_{11} начинает зависеть от уровня мощности зондирующего сигнала анализатора P_a . Этот эффект для двух схем согласования иллюстрируют кривые, представленные на рис. 4.8б и 4.8в. При этом оптимальное согласование для диодов с одним и тем же дифференциальным сопротивлением в разных схемах достигается при различных уровнях зондирующей мощности.

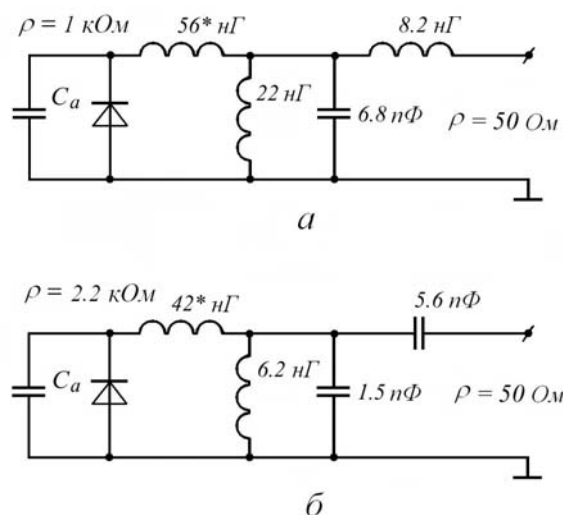


Рисунок 4.7 Схемы согласования смесительных диодов с линией 50 Ом канала ПЧ (C_a – ёмкость планарной антенны на ПЧ): а - при эквивалентном сопротивлении $\rho=1$ кОм и б - $\rho=2,2$ кОм.

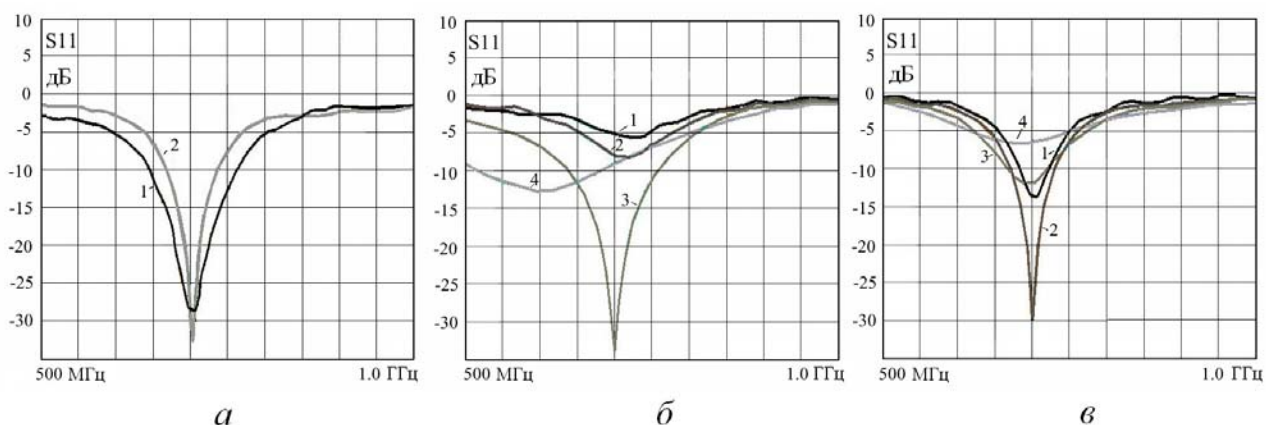


Рисунок 4.8 Зависимости коэффициентов отражения S11 от частоты в канале ПЧ: а – с резисторами 1 кОм (кривая 1) и 2,2 кОм (кривая 2) включенных в антенны с соответствующими схемами согласования; б и в – при включении диодов с $R_j=3\div4$ кОм в антенны при различных уровнях мощности зондирования P_a (1 при мощности -50 дБм, 2 – -25 дБм, 3 – -15 дБм, 4 – -5 дБм) в схемах согласования на $\rho=1$ кОм и $\rho=2,2$ кОм, соответственно.

Для диодов с $R_j=3\div4$ кОм оптимальное согласование в схеме рис. 4.7б ($\rho=2,2$ кОм) соответствует $P_a = -25$ дБм, а в схеме рис. 4.7а ($\rho=1$ кОм) - $P_a = -15$ дБм. При дальнейшем увеличении P_a согласование ухудшается и наблюдается сдвиг резонансной частоты в область низких частот. Такие изменения в согласовании в зависимости от мощности

зондирующего сигнала векторного анализатора цепей свидетельствуют об уменьшении эквивалентных сопротивлений диодов и увеличении их эквивалентных емкостей. Возрастание ёмкости связано с инжекцией носителей тока в базовый слой диода Мотта при прямых напряжениях, сравнимых или превосходящих эффективную высоту барьера Δ . Как показано в [41], в этой области прямых смещений ёмкость приобретает сильную, экспоненциальную зависимость от напряжения.

На рис. 4.9а и 4.9б представлены результаты измерения коэффициента отражения S_{11} в канале ПЧ в зависимости от мощности гетеродина P_r для диодов с $R_j=3\div 4$ кОм, включенных в схемы с $\rho=1$ и 2,2 кОм, соответственно. Измерения проводились при минимальном уровне зондирующей мощности векторного анализатора $P_a = -50$ дБм. Из рисунков видно, что при увеличении мощности гетеродина сначала достигается согласование диода с трактом ПЧ для схемы с $\rho=2,2$ кОм, затем – для схемы с $\rho=1$ кОм. Это свидетельствует об уменьшении эквивалентного сопротивления диодов примерно до 1 кОм при $P_r = -11$ дБм. При этом уровне мощности также наблюдается сдвиг оптимальной частоты согласования в сторону низких частот, что свидетельствует об увеличении эквивалентной емкости диодов. Подобное поведение было обнаружено для диодов с другими дифференциальными сопротивлениями. Для согласования в канале ПЧ при $R_j=2\div 2,5$ кОм требовалась несколько меньшая, а при $R_j=7\div 9$ кОм, соответственно, - несколько большая мощность гетеродина.

На рис. 4.10 приведены зависимости потерь преобразования от мощности гетеродина для различных смесительных диодов при использовании обеих схем согласования. Видно, что потери преобразования уменьшаются при возрастании мощности гетеродина до $P_r = -14$ дБм (40 мкВт). Лучшие результаты показывают диоды с R_j в диапазоне 3÷9 кОм, для них $L\approx 16\div 12,5$ дБ при $P_r=10\div 40$ мкВт. Насыщение величины потерь преобразования на этом уровне связано с ухудшением согласования на высокой частоте антенны и диодов, вследствие их малого эквивалентного сопротивления (< 1 кОм) и возросшей эквивалентной ёмкости. При малых уровнях накачки диоды с $R_j=3\div 4$ кОм демонстрируют более высокую эффективность смешения за счёт лучшего согласования в канале ПЧ. Наиболее низкоомные диоды с $R_j < 2,5$ кОм проигрывают по величине потерь преобразования во всём диапазоне P_r , что связано, видимо, с их плохим согласованием с антенной и слабой нелинейностью ВАХ.

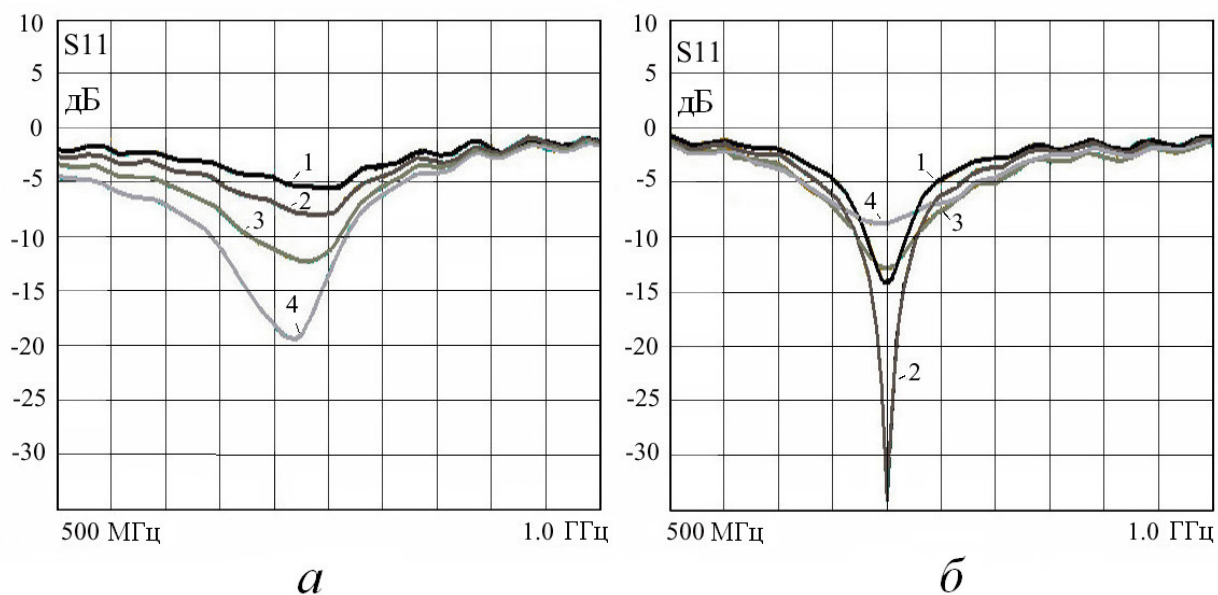


Рисунок 4.9 Зависимости коэффициентов отражения S_{11} от частоты в канале ПЧ для диодов с $R_j=3\div 4$ кОм от уровня мощности гетеродина P_r (1 при мощности -32 дБм, 2 – -23 дБм, 3 – -17 дБм, 4 – -11 дБм) в схемах согласования: *a* - на $\rho=1$ кОм и *б* - на $\rho=2,2$ кОм.

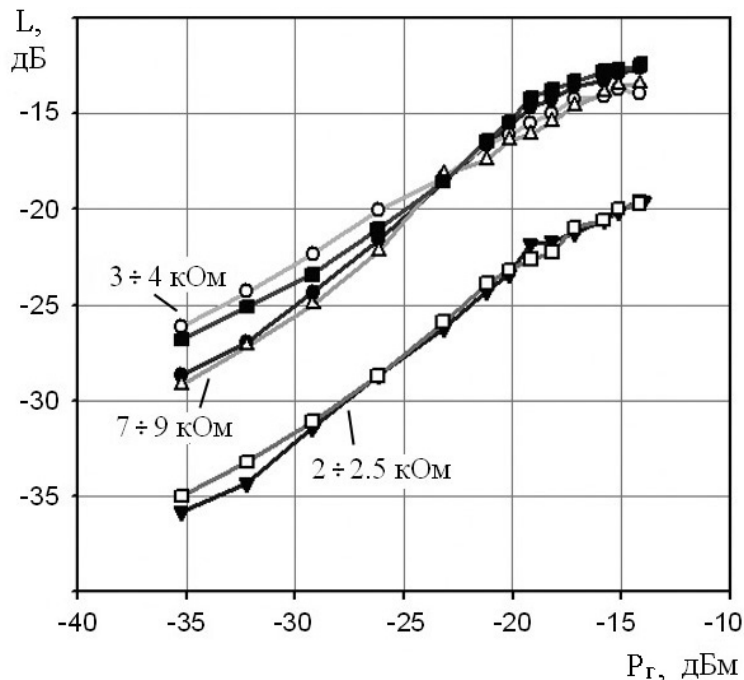


Рисунок 4.10 Величина потерь преобразования L в планарных смесителях с различными значениями R_j в зависимости от мощности гетеродина P_r (тёмные маркеры - схема с $\rho=1$ кОм, светлые - с $\rho=2,2$ кОм).

4.2.3 Заключение

Проведены эксперименты по преобразованию сигнала диапазона 94 ГГц вниз по частоте в планарном смесителе на основе модифицированной щелевой антенны с интегрированным в неё низкобарьерным диодом Мотта. Щелевая антенна имеет хорошее согласование с диодом, если его дифференциальное сопротивление заметно превосходит 1 кОм [30,41]. На выходе смесителя использовались цепи, трансформирующие импеданс диода и замыкающие его по постоянному току. Были апробированы две схемы, которые обеспечивали согласование на промежуточной частоте при условии, что эквивалентное сопротивление диода под действием мощного сигнала гетеродина снижается до 2,2 или 1 кОм.

Для низкобарьерных диодов Мотта с дифференциальными сопротивлениями при нулевом смещении в диапазоне $R_j=3\div 9$ кОм величины потерь преобразования составили 16-12,5 дБ при мощности гетеродина 10-40 мкВт, соответственно. Измеренные минимальные потери преобразования примерно на 6-7 дБ уступают лучшим параметрам смесителей на обычных ДБШ в трехмиллиметровом диапазоне длин волн [33-35,37]. Преимущество применения низкобарьерных диодов для смещения состоит в малой требуемой мощности гетеродина (40 мкВт), что примерно на 20 дБ меньше стандартной величины [33-35,37]. Полученные результаты сопоставимы с лучшими для квазиоптических планарных смесителей на низкобарьерных диодах Шоттки на InGaAs ($L\cong 12$ дБ при $P_r\cong 51$ мкВт) [39] и показывают возможность дальнейшего снижения мощности гетеродина (до 10 мкВт) при относительно небольшом увеличении потерь преобразования (до 16 дБ). Дополнительным преимуществом разработанной конструкции планарного смесителя является относительная простота, отсутствие цепей смещения и фокусирующих линз, что даёт возможность компактного расположения приёмных антенн в плоскости при их относительно слабом взаимовлиянии [41]. Все перечисленные выше характеристики являются весьма важными для рационального использования мощности гетеродина при квазиоптической накачке двумерной приёмной матрицы смесителей в перспективных системах радиовидения коротковолновой части миллиметрового

5 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВОЗМОЖНОСТЕЙ МИНИАТЮРИЗАЦИИ ЭЛЕМЕНТОВ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ СХЕМ ЗА СЧЕТ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ЛИТОГРАФИИ ЭКСТРЕМАЛЬНОГО УЛЬТРАФИ ОЛЕТА

В настоящее время признано, что проекционная литография экстремального ультрафиолетового диапазона (ЭУФ) на длине волны $\lambda=13,5$ нм наиболее рентабельна для массового изготовления современных интегральных схем. И хотя есть еще ряд нерешенных технических проблем, ожидается, что по этой технологии начнется производство микросхем с минимальными размерами элементов 22 нм в течение 2012–2013 гг. [42]. В перспективе при увеличении числовой апертуры объектива размеры элементов могут быть уменьшены до 16 нм, а при дальнейшем уменьшении рабочей длины волны излучения, до $\lambda=6,7$ нм, и до 8 нм.

К настоящему времени в мире работают три стенда проекционной нанолитографии, прототипы промышленных установок (α -tools), обеспечивающие разрешение линий до 22 нм и кружков – до 32 нм [43,44]. В конце 2011 г. компания ASML, Нидерланды, изготовила несколько установок с повышенной производительностью, так называемых (β -tools). Для изучения фоторезистов и отработки процессов ЭУФ-литографии используются несколько стендов с двузеркальными проекционными объективами с повышенной до $NA=0,3$ числовой апертурой [45].

В России до недавнего времени исследования по этой тематике ограничивались чисто теоретическими работами [46,47]. Все экспериментальные работы были направлены на развитие элементной базы для ЭУФ литографии, прежде всего это источники ЭУФ излучения, многослойная рентгеновская оптика и фоторезисты, а так же на разработку методов защиты и очистки оптики от загрязнений [48-51]. Ситуация изменилась в 2011 г. в связи запуском в работу в ИФМ РАН лабораторного стенда проекционной ЭУФ литографии [53].

В данной статье дается краткое описание стенда и приводятся первые экспериментальные результаты по ЭУФ литографии, полученные с его помощью.

5.1 Описание стенда ЭУФ литографа

Фотография стенда ЭУФ литографа ИФМ РАН приведена на рис. 5.1.



Рисунок 5.1 Фотография станда нанолитографа с лазерно-плазменным источником ЭУФ излучения.

Работа установки происходит следующим образом. ЭУФ излучение из источника собирается коллектором, представляющим собой сферическое многослойное зеркало с приемной угловой апертурой 1 страд. Отраженный пучок попадает на зеркало-гомогенизатор предназначенное для формирования на маске пучка ЭУФ излучения с П-образным распределением интенсивности размером $3 \times 3 \text{ мм}^2$. Подробнее система освещения маски описана в [54]. Далее с помощью проекционного объектива, образованного двумя асферическими зеркалами [55], изображение маски с 5-ти кратным уменьшением переносится на пластину с фоторезистом. Пластина с фоторезистом установлена на 2-х координатном столе. После экспонирования зоны $0,6 \times 0,6 \text{ мм}^2$,

пластина может переместиться в другую точку и процесс засветки повториться, т.е. рисунок может мультиплицироваться по пластине в области 5×5 мм².

Маска представляет собой многослойное зеркало *Mo/Si*, покрытое слоем, поглощающим излучение с длиной волны 13,5 нм. В поглощающем слое методами электронной литографии и плазмо-химического травления вскрыты окна с требуемым рисунком.

Первые эксперименты, проведенные с использованием разборной рентгеновской трубки в качестве источника ЭУФ излучения, показали, что из-за сильного теплового нагрева элементов оптической схемы, вызванного рассеянными электронами и излучением термокатода, происходит быстрая расстройка объектива, что не позволило получить литографические изображения. Для решения этой проблемы был разработан лазерно-плазменный источник (ЛПИ), описание которого дано в [56]. Источник был построен на базе твердотельного Nd:YAG лазера компании Солар-Тии. Рабочая длина волны лазера - 532 нм (2-й гармоника), энергия в импульсе по паспорту - 500 мДж, частота следования импульсов - 10 Гц. Эксперименты проводились при энергии в импульсе 250 мДж.

В качестве материала мишени был выбран молибден. Главным достоинством этого материала является относительно слабое поглощение излучения на длине волны 13,5 нм, что, как показали оценки и эксперименты, см. ниже, позволяет работать около полугода без очистки коллектора от загрязнения продуктами эрозии мишени, не смотря на малое, около 138 мм, расстояние между источником и мишенью.

5.2 Формирование наноструктур на стенде ЭУФ литографа-мультипликатора. Первые экспериментальные результаты

Ключевой характеристикой литографической установки является производительность или скорость засветки фоторезиста. В наибольшей степени она зависит от мощности источника ЭУФ излучения, чувствительности фоторезиста на рабочей длине волны и коэффициентов отражения зеркал. Спецификой литографов ЭУФ диапазона является использование достаточно узкополосных, $\delta\lambda/\lambda \approx 0,036$, брэгговских зеркал. В нашем случае, с учетом отражения от пяти зеркал и градиентного распределения периода по поверхности сферических и асферических подложек (брэгговское условие должно выполняться в каждой точке поверхности зеркала), все это накладывает жесткие требования на точность воспроизведения резонансного периода напыляемых *Mo/Si* многослойных зеркал. На рис. 5.2 приведены измеренные спектральные зависимости коэффициентов отражения каждого

зеркала и маски, а так же суммарное пропускание всей оптической системы (нижняя кривая).

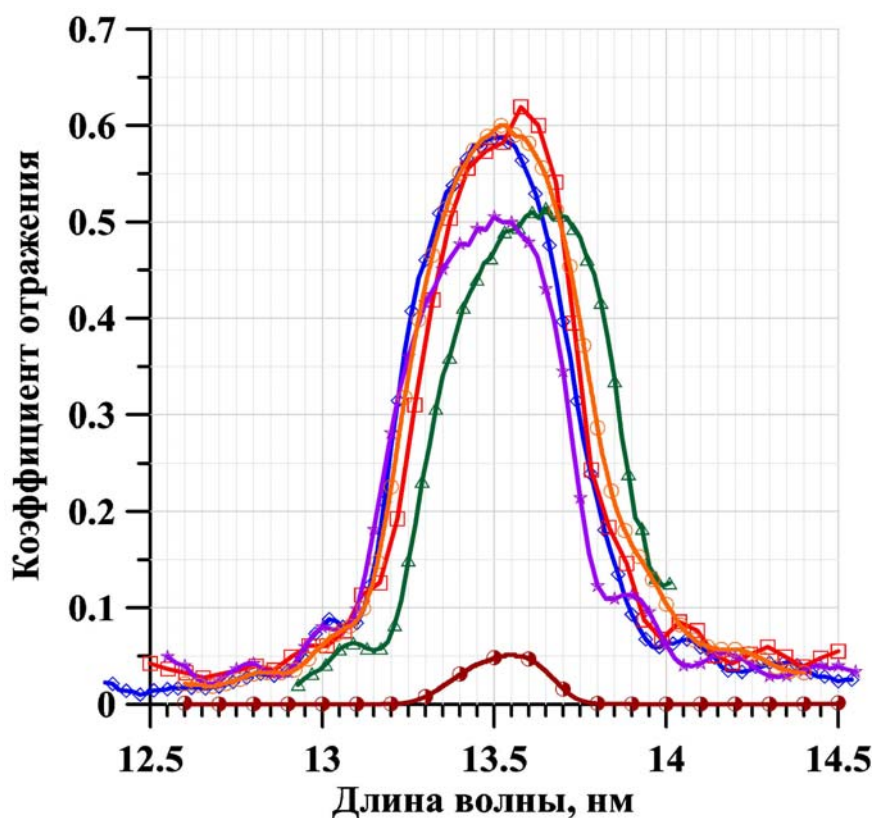


Рисунок 5.2 Спектральные зависимости коэффициентов отражения всех элементов схемы и интегральное пропускание системы без фильтра: —◇— - коллектор, —○— - гомогенизатор, —□— - маска, зеркала объектива —△— - M1 и —★— - M2, —●— - интегральное пропускание системы.

Как видно из рисунка, пропускание оптической системы без фильтра составило $T=5,6\%$ при спектральной полосе $\delta\lambda/\lambda=2\%$.

Для сравнения, в случае напыления зеркал с рекордными коэффициентами отражения $R=69\%$ [51] эффективность оптической системы составила бы $T=15,6\%$. Главной причиной уменьшения пропускания системы являются, прежде всего, низкие коэффициенты отражения зеркал объектива, что будет обсуждаться ниже, а так же разброс резонансных длин волн зеркал в пределах $13,57 \pm 0,08$ нм.

Традиционно для проекционной ЭУФ литографии коэффициент конверсии определяется как отношение ЭУФ энергии излученной в полупространство в 2-х процентной спектральной полосе в окрестности длины волны 13,5 нм (полоса пропускания традиционной оптической схемы с 6-ти зеркальным проекционным

объективом) к энергии лазерного импульса. В данной работе измерение коэффициента конверсии проводилось с использованием измерителя мощности с абсолютно калиброванными чувствительностью и спектральной полосой пропускания, которая с двумя Zr/Si отрезающими фильтрами составляла $0,0083 \text{ A/Bm} \pm 10\%$. Подробности о приборе можно найти в [57].

Телесный угол, из которого излучение из источника регистрировалось измерителем мощности, составлял $\Omega = 7,9 \cdot 10^{-5}$ страд. Измеренная в максимуме ЭУФ мощность составила 8,4 нВт, что в пересчете на полупространство, соответствует 0,7 мВт полной мощности, генерируемой источником. Соответственно коэффициент конверсии энергии лазерного излучения в ЭУФ составил 0,03%. Для фоторезиста с чувствительностью 5 мДж/см^2 производительность нанолитографа составила $1,8 \text{ см}^2/\text{час}$, что вполне достаточно для научных и технологических исследований.

Для изучения загрязнения коллектора продуктами эрозии мишени на коллектор устанавливался свидетель, представляющий собой многослойное Mo/Si зеркало, нанесенное на кремниевую подложку с размерами $15 \times 15 \text{ мм}^2$. Часть образца закрывалась экраном, а другая – подвергалась загрязнению. На рис. 5.3 приведена зависимость коэффициента отражения от координаты точки падения излучения с $\lambda = 13,5 \text{ нм}$ на свидетель.

Нижняя часть кривой соответствует области свидетеля, подвергнутой воздействию эрозионного потока в течение получаса, верхняя – закрытая часть. Как видно из рисунка, коэффициент отражения снизился примерно в 1,2 раза, что соответствует темпу загрязнения $1,15 \cdot 10^{-3} \text{ нм/импульс}$. При планируемой интенсивности исследований этот темп загрязнений позволит работать около полугода без очистки коллектора от загрязнений.

Эксперименты проводились с двумя масками. Первая маска представляла собой систему эквидистантных полос с периодом 100 мкм, которые на пластине изображались в виде полос с периодом 20 мкм. На рис. 5.4 слева приведено изображение полос, полученное с помощью интерференционного микроскопа на всем поле зрения проекционного объектива ($0,6 \times 0,6 \text{ мм}^2$), справа – фрагмент изображения с атомно-силового микроскопа. В качестве резиста использовался образец ВПР-13 с чувствительностью 5 мДж/см^2 [58].

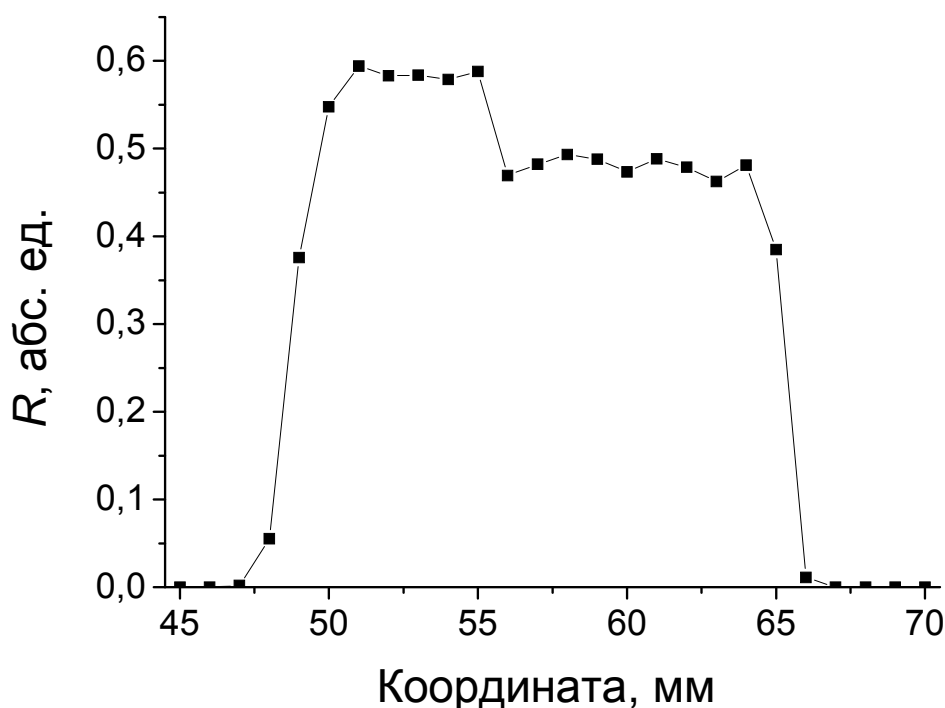


Рисунок 5.3 Зависимость коэффициента отражения Mo/Si зеркала-свидетеля от координаты точки падения излучения с $\lambda=13,5$ нм. Верхняя часть соответствует закрытой, а нижняя – открытой областям свидетеля.

Для оценки предельной разрешающей способности проекционной схемы использовалась маска, представляющая собой набор полос различной ширины, которые, в случае идеальной схемы, должны проецироваться в полосы шириной 4; 1.3; 1; 0.2; 0.06 и 0.03 мкм [59]. На рис. 5.5 приведены электронно-микроскопическое изображение маски – а), АСМ изображение микроструктур, сформированных методом проекционной ЭУФ литографии в фоторезисте – б) и его сечение, показанное линией – в).

Как видно, рисунок на пластине хорошо повторяет контур маски. Хорошо разрешаются линии шириной 4 и 1,3 мкм (линия шириной 1,3 мкм отмечена стрелками). Линии с размером от 1 мкм и ниже не разрешаются. Таким образом, разрешение оказалось примерно в 30 раз хуже, чем обеспечивают aberrации проекционного объектива [55]. Такому разрешению соответствует суммарная угловая ошибка зеркал проекционного объектива около 4 мкрад.

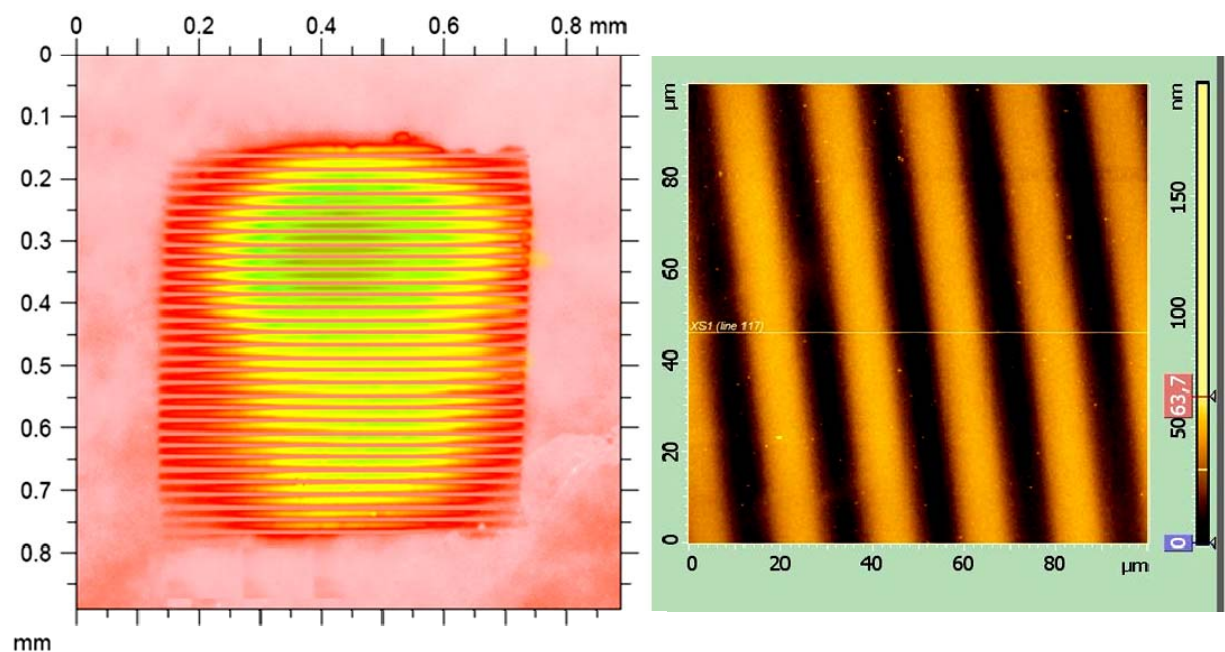


Рисунок 5.4 Изображение полос, сформированных в фоторезисте методом проекционной ЭУФ литографии: слева – по всему полю, справа – фрагмент, измеренный с помощью атомно-силового микроскопа.

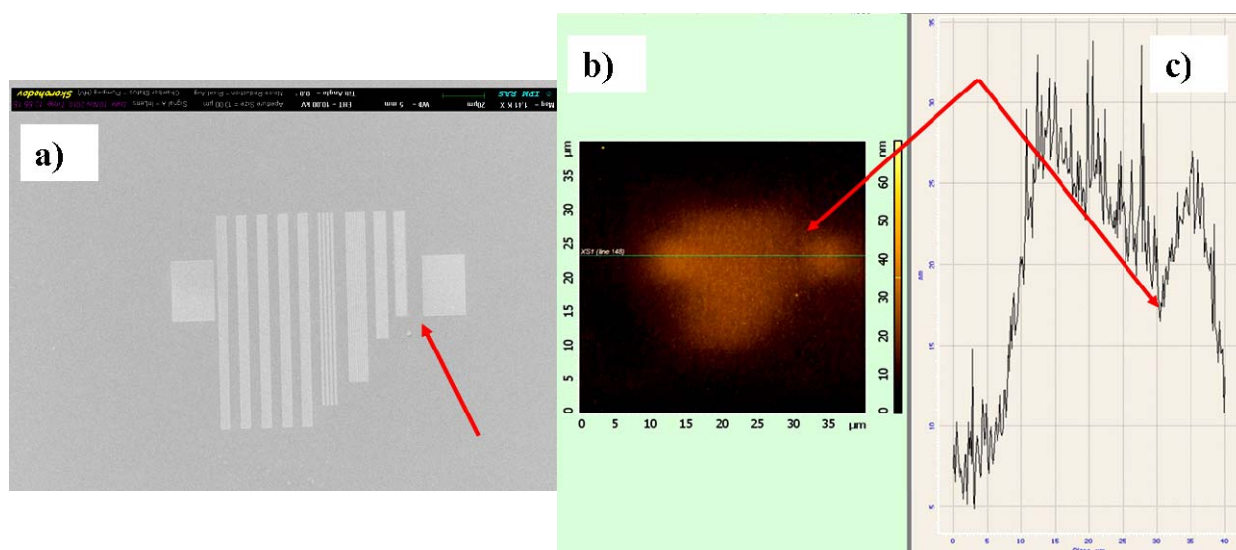


Рисунок 5.5 Электронно-микроскопическое изображение маски – а), АСМ изображение микроструктур, сформированных методом проекционной ЭУФ литографии в фоторезисте – б) и его сечение, показанное линией – с).

5.3 Обсуждение результатов

Проведенные первые эксперименты показали, что основные характеристики стенда ЭУФ литографа, за исключением предельного пространственного разрешения, оказались близкими к расчетным значениям, что позволило впервые в России начать полноценные работы в области практической ЭУФ литографии.

Низкое разрешение объектива на данном этапе исследований было ожидаемо, оно связано с шероховатостью многослойных зеркал, лежащей в среднечастотном диапазоне. Как было показано в [60], ошибки формы зеркал, так называемые низкочастотные шероховатости с латеральными размерами лежащими в диапазоне от сотен до 1 мм, приводят к искажениям изображения как целого, например, круги трансформируются в эллипсы, но при этом размытия изображения не наблюдается. Из рис. 5.4 видно, что по всему полю зрения объектива полосы не искажаются, что говорит о том, что аберрации объектива достаточно малы. Иными словами, качество изображения коррелирует с данными измерений аберраций объектива, $RMS \approx 2$ нм, [55].

Рассеяние на высокочастотных шероховатостях не приводит к размытию изображения, так как лучи рассеянные на них, выходят из брэгговского пика и для них не наблюдается интерференционного усиления. Шероховатости этого диапазона приводят только к потере интенсивности отраженного излучения. За размытие изображения (потерю разрешающей способности) ответственны шероховатости среднечастотного диапазона. Граница между высокочастотными и среднечастотными шероховатостями (l_{cr}) находится там, где угол рассеяния становится меньше, чем ширина брэгговского пика $\lambda / l_{cr} < \Delta \vartheta_{Br}$. В этом случае для рассеянных лучей также выполняется условие синхронизма и их интенсивность становится сравнимой с интенсивностью зеркальных лучей. Иными словами, шероховатости этого диапазона слабо влияют на интегральный коэффициент отражения зеркала, однако «разбрасывают» пучок по углам. При $\lambda = 13,5$ нм и $\Delta \vartheta_{Br} = 5^\circ$ граница находится $l_{cr} > \lambda / \Delta \vartheta_{Br} = 0,15$ мкм. Таким образом, шероховатости с латеральными размерами более 0,15 мкм приводят к размытию изображения.

В нашем случае коррекция (исправление) формы зеркал до нанометрового уровня производилась с помощью ионно-пучкового травления через маски на установке, описанной в [61]. Конструкция установки ионно-пучкового травления позволяет производить коррекцию крупногабаритных деталей при скользящих углах падения в

диапазоне $10-45^\circ$ по отношению к касательной поверхности. С учетом кривизны поверхности асферических зеркал, на периферии, даже при угле 45° , локальный скользящий угол падения был менее 30° . В работах [52,62] нами было показано, что при таких углах падения наблюдается развитие шероховатости.

На рис. 5.6 приведены профили шероховатости поверхности зеркал объектива до коррекции формы (в рамке) и после травления.



Рисунок 5.6 Профили шероховатости поверхности зеркал объектива до коррекции формы методом ионно-пучкового травления (в рамке) и после травления. Оба графика приведены в одном масштабе.

Оба графика приведены в одном масштабе. Среднеквадратическая шероховатость возросла с $0,3$ нм до 2 нм. При этом, как видно из рисунка, на поверхности появились структуры, с латеральными размерами $0,2-0,5$ мкм, которые, как отмечалось выше, и приводят к размытию изображения.

Дополнительным подтверждением этого является и то, что в случае, если бы эта шероховатость приводила только к потере отраженной интенсивности, то не трудно показать, что коэффициенты отражения зеркал были бы около 12% , в то время как на практике они составляют около 50% .

Следующим шагом станет изготовление новых зеркал, коррекция которых будет проводиться при нормальном падении ионов на деталь, при которых шероховатость не развивается [52,62,63] и после этого планируемое разрешение на уровне $30-40$ нм будет получено. В настоящее время установка ионно-пучкового травления, позволяющая

обрабатывать крупногабаритные детали при нормальных углах падения, уже запущена в работу [64].

Главным результатом данной работы стало создание впервые в России действующего стенда проекционной ЭУФ литографии. Эксперименты начались с осени прошлого года и уже произведено около тысячи засветок, которые с одной стороны, подтвердили работоспособность физических, конструкторских и технологических идей, заложенных в данную разработку и надежность работы установки, а с другой – понять основные проблемы и наметить пути их решения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Работы, запланированные на этап 3 госконтракта № №16.552.11.7007 от "29" апреля 2011г. по теме "Развитие центром коллективного пользования научным оборудованием комплексных исследований в области формирования и исследования многослойных наноструктур на основе Si, GaAs и GaN для пассивных и активных элементов наноэлектроники и нанофотоники миллиметрового и инфракрасного диапазонов длин волн", выполнены.

Выполнены научные исследования и работы по развитию Центра коллективного пользования «Физика и технология микро- и наноструктур» (ЦКП ИФМ РАН).

Заключены договоры на поставку нового спецоборудования (система напыления и быстрого термического отжига контактов, генератор сигналов серии 50 GHz, станция ожижения гелия с системой сбора газообразного гелия). Закупленное ранее в рамках темы спецоборудование (рентгеновский дифрактометр Bruker D8 Discover и лазерный генератор изображения μ PG101) прошло этап пуско-наладочных работ и успешно введено в эксплуатацию.

Разработаны новые методики исследований и виды услуг, обновлен Перечень услуг ЦКП ИФМ РАН. В частности:

- предложен простой вариант учета отклонений от линейной зависимости периода решетки и упругих модулей твердого раствора от концентрации при рентгенодифракционном анализе эпитаксиальных слоев. Способ состоит в построении поправочной кривой, с помощью которой результаты анализа, полученные с помощью существующих вычислительных программ, корректируются на последнем этапе анализа;
- показано, что при использовании в масс-спектрометре TOF.SIMS 5 распыляющих ионов Cs^+ и анализирующего пучка Bi^+ , близкой к линейной является зависимость $Y(\text{CsAl}^+)/Y(\text{CsAs}^+)$ от $x(\text{AlAs})$ в положительной моде анализируемых ионов и $Y(\text{AlAs}^-)/Y(\text{As}^-)$ от $x(\text{AlAs})$ в отрицательной моде;

Разработанные методики снижают систематические ошибки измерений, и нашли применение в практике работы ЦКП ИФМ РАН.

В плане экспериментальных исследований по формированию диодов с пониженной высотой барьера получены экспериментальные результаты управления эффективной высотой барьера в диодах Шоттки на кремниевых структурах, выращенных методом молекулярно-пучковой эпитаксии. Показано, что управление возможно как при использовании сильнолегированных поверхностных однородных (3D) слоёв ($\sim 10^{20} \text{см}^{-3}$),

так и приповерхностных (2D) дельта-слоёв ($\sim 10^{13} \text{ см}^{-2}$), обеспечивающих туннельное прохождение тока через барьер на границе металл-полупроводник. Изучены зависимости эффективной высоты барьера от параметров сильнолегированных слоёв. Проведённое моделирование электронного транспорта в структурах позволило качественно объяснить наблюдаемые экспериментальные результаты.

В плане создания систем миллиметрового видения представлены результаты исследований диодов с пониженной высотой барьера в одноэлементном смесителе на частотах вблизи 94 ГГц при пониженной мощности гетеродина. Для смешения частот использовалась планарная антенна, в которую были включены низкобарьерные диоды. Измерения коэффициента отражения в канале промежуточной частоты показали, что минимальные потери преобразования $16 \div 12,5$ дБ обеспечивают диоды с $R_j = 3 \div 9$ кОм при уровнях мощности гетеродина $10 \div 40$ мкВт.

За счет внебюджетных средств выполнены разработки в области рентгеновской литографии. Демонстрируются литографические изображения в резистах, полученные с помощью метода проекционной литографии на длине волны 13,5 нм. Приводятся данные по скоростям засветки фоторезиста и загрязнения поверхности коллектора. Анализируются факторы, ограничивающие пространственное разрешение проекционной схемы.

На отчетном этапе были достигнуты следующие значения индикаторов и показателей:

- по результатам исследований с использованием научного оборудования Центра защищена 1 кандидатская диссертация;
- число организаций-пользователей научного оборудования Центра – 9 организаций;
- количество молодых специалистов, привлеченных к проведению исследований (молодые специалисты, начавшие участвовать в работах по контракту на третьем этапе его выполнения, первом этапе в отчетном году) – 4 человека.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Prutton M. *Introduction to surface physics* (Oxford: Clarendon Press, 1994).
- 2 Hossain Z. M., Jonathan B. F., Johnson H. T. Differential sputter yields in $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ // *J. Appl. Phys.* - 2008. – V.103. – P.073508.
- 3 Дроздов М.Н., Дроздов Ю. Н., Лобанов Д. Н., Новиков А. В., Юрасов Д. В. Анализ чувствительности масс-спектрометра TOF. SIMS-5 к матричным элементам в слоях GeSi при регистрации комплексных ионов // *Поверхность РСНИ* – 2011. - №6. – С.93.
- 4 Дроздов М.Н., Дроздов Ю.Н., Лобанов Д.Н., Новиков А.В., Юрасов Д.В. Использование кластерных вторичных ионов Ge_2^- , Ge_3^- для повышения разрешения по глубине при послойном элементном анализе полупроводниковых гетероструктур GeSi/Si методом ВИМС // *ФТП*. – 2010. - Т.44. - №3. – С.418.
- 5 Вайнштейн Б. К., Фридкин В. М., Инденбом В. Л. // *Современная кристаллография. Том 2. Структура кристаллов*. М.: Наука, 1979. – С. 110.
- 6 Murphy S. T., Chroneos A., Jiang C., Schwingenschlögl U., Grimes R. W. Deviations from Vegard's law in ternary III-V alloys // *Phys. Rev. B.* – 2010. – V.82. – P.073201.
- 7 Gehrsitz S., Sigg H., Herres N., Bachem K., and Kohler K., Reinhart F. K. Compositional dependence of the elastic constants and the lattice parameter of $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ // *Phys. Rev. B.* – 1999. - V.60. – P.11601.
- 8 Wasilewski Z. R., Dion M. M., Lockwood D. J., Poole P., Streater R. W., SpringThorpe A. J. Composition of AlGaAs // *J. Appl. Phys.* – 1997. - V.81.- N.4. – P.1683.
- 9 Tanner B.K., Tumbull A.G., Stanley S.R., Kean A.H., McElhinney M. Measurement of aluminum concentration in epitaxial layers of $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ on GaAs by double axis x-ray diffractometry // *Appl. Phys. Lett.* – 1991. - V.59. – P.2272.
- 10 Goorsky M.S., Kuech T.F., Tischler M.A., Potemski R. M. Determination of epitaxial $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ composition from x-ray diffraction measurements // *Appl. Phys. Lett.* – 1991. - V.59. – P.2269.
- 11 Дроздов Ю.Н., Молдавская Л.Д. *Динамическое рассеяние рентгеновских лучей на многослойных эпитаксиальных структурах* // *Физика твердого тела. Лабораторный практикум под ред. проф. А.Ф. Хохлова. Том 1*. М.: Высшая школа. - 2001. - С. 171.
- 12 Дроздов Ю.Н., Дроздов М.Н., Новиков А.В., Юнин П.А., Юрасов Д.В. Прямое сравнение периодов сверхрешеток, измеренных методом рентгеновской дифрактометрии и оптической интерферометрии // *Изв. РАН. Сер. Физическая.* – 2011. – Т.75. - №1. - С.45.

- 13 Hofmann S. Sputter depth profile analysis of interfaces // Rep. Progr. Phys. – 1998. - V.61. – P.827.
- 14 Gautier B., Prost R., Prudon G., Dupuy J.C. Deconvolution of SIMS depth profiles of boron in silicon // Surf. Interface Anal. – 1996. - V.24. – P.733.
- 15 Gautier B., Prost R., Prudon G., Dupuy J.C. Effectiveness and limits of the deconvolution of SIMS depth profiles of boron in silicon // Surf. Interface Anal. – 1997. - V.25. – P.464.
- 16 Gautier B., Prudon G., Dupuy J.C. Toward a better reliability in the deconvolution of SIMS depth profiles // Surf. Interface Anal. – 1998. - V.26. – P.974.
- 17 Boulsina F., Berrabah M., Dupuy J.C. Deconvolution of SIMS depth profiles: Towards simple and faster techniques // Appl. Surf. Sci. – 2008. - V.255. – P.1946.
- 18 Lee J.W., Kim K.J., Kim H.K., Moon D.W. SIMS deconvolution of delta layers in silicon // J. Surf. Anal. – 2003. - V.10. – N.1. – P.16.
- 19 Шашкин В.И., Мурель А.В., Данильцев В.М., Хрыкин О.И. Управление характером токопереноса в барьере Шоттки с помощью delta-легирования: расчет и эксперимент для Al/GaAs // ФТП. – 2002. - Т.36. - №5. – С.537.
- 20 Дроздов Ю.Н., Дроздов М.Н., Новиков А.В., Юнин П.А., Юрасов Д.В. Послойный анализ структур с дельта-слоями методом ВИМС с учетом функции разрешения по глубине // *Тр. докл. 15-ого междунар. симп. Нанофиз. и Наноэлектр.* (Н.Новгород, Россия, 2011). - Т.2. - С.450.
- 21 Тихонов А.Н., Гончарский А.В., Степанов В.В., Ягола А.Г. // *Численные методы решения некорректных задач* (М., Наука, 1990).
- 22 Shashkin V.I., Drjagin Y.A., Zakamov V.R., Krivov S.V., Kukin L.M., Murel A.V., Chechenin Y.I. Millimeter-wave Detectors Based on Antenna-coupled Low-barrier Schottky Diodes // Int.J.Infrared and Milliwaves. – 2007. - V.28. – P.945.
- 23 Hariu T., Shibata Y. Control of Schottky barrier height by thin high-doped layer // Proc.IEEE. – 1975. - V.63. – P.1523.
- 24 Gossmann H.J., Schubert E.F. Delta doping in silicon // Critical Rev. Solid State and Mat. Sci. – 1993. - V.18. – P.1.
- 25 Шашкин В.И., Мурель А.В. Обобщенная теория токопереноса в низкобарьерных диодах Мотта с приповерхностным дельта-легированием: сопоставление с экспериментом // Микроэлектроника. – 2010. - В.39. – С.348.
- 26 Yurasov D. V., Drozdov M. N., Murel A. V., Shaleev M. V., Zakharov N. D. and Novikov A. V. Usage of antimony segregation for selective doping of Si in molecular beam epitaxy // J. Appl. Phys. – 2011. - V.109. – P.113533.

- 27 Tan I.H., Snider G.L., Hu E.L. A self-consistent solution of Schrödinger–Poisson equations using a nonuniform mesh // *J.Appl. Phys.* – 1990. - V.68. – P.4071.
- 28 Brown E.R. Fundamentals of Terrestrial Millimeter-Wave and THz Remote Sensing // *International journal of high speed electronics and systems.* - 2003. - V.13. - № 4 - P. 995.
- 29 Шашкин В.И., Мурель А.В., Дроздов Ю.Н. и др. Управление эффективной высотой барьера в эпитаксиальных структурах Al/n-GaAs, изготовленных в едином цикле МОГФЭ // *Микроэлектроника.* - 1997. - Т.26. - В.1. - С. 57.
- 30 Закамов В.Р., Мурель А.В., Шашкин В.И. Матричный детекторный приемник плотной компоновки для систем видения миллиметрового диапазона длин волн // *Контроль. Диагностика.* - 2009. - №. 5. - С.15.
- 31 Закамов В.Р., Шашкин В.И. Исследования диодов с пониженной высотой барьера в планарном смесителе миллиметрового диапазона длин волн // *Abstracts of 10th European Conference on Non-Destructive Testing, Moscow, June 7-11, - 2010, - P.327.*
- 32 Schneider M.V. // *Infrared and Millimeter Waves, Ed. by K.J. Button. 1982. - V.6, - Chapter 4, - P.209.*
- 33 Oh J.-H., Moon S.-W., Kang D.S. et. al. High-Performance 94-GHz Single-Balanced Diode Mixer Using Disk-Shaped GaAs Schottky Diodes // *IEEE Electron Device Letters.* - 2009. - V.30, - N3. - P.206.
- 34 Dieudonne J.-M., Adelseck B., Schmegner K.-E. et. al. Technology related design of monolithic millimeter-wave Schottky diode mixers // *IEEE Transaction on Microwave Theory and Techniques.* - 1992. - V.40, - N7. - P.1466.
- 35 Брянцева Т.А., Любченко В.Е., Юневич Е.О. Диоды Шотки с пониженным барьером на основе тонкопленочных контактов Au + Ge/GaAs/ // *Радиотехника и электроника.* - 1995. - Т.40, - В.8. - С.1306.
- 36 Ali-Ahmad W.Y., Bishop W.L., Crowe T.W. et.al. An 86-106 GHz Quasi-Integrated Low Noise Receiver // *IEEE Transaction on Microwave Theory and Techniques.* - 1993. - V.41, - N4. - P.558.
- 37 Gearhart S.S., Rebeiz G.M. A monolithic 250 GHz Schottky-diode receiver // *IEEE Transaction on Microwave Theory and Techniques.* - 1994. - V.42, - N12. - P.2504.
- 38 Marsh P., Pavlidis D., Hong K. MOVPE-Grown Millimeter-Wave InGaAs Mixer Diode Technology and Characteristics // *IEEE Transactions on Electron Devices* - 1997. - V.44, - N7. - P.1066.
- 39 Maestrini, Thomas B., Wang H. et.al. Schottky diode-based terahertz frequency multipliers and mixers // *Comptes Rendus Physique.* - 2010. - V.11, - Iss.7-8. P.480.

- 40 Шашкин В.И., Дрягин Ю.А., Закамов В.Р. и др. Планарные детекторы для многоэлементных систем радиовидения миллиметрового диапазона длин волн // Изв. Вузов – Радиофизика. - 2007. - Т.51, - №12. - С. 1077.
- 41 Шашкин В.И., Мурель А.В. Свойства контактов Мотта с ультра малым барьером металл-полупроводник // Физика Твёрдого Тела. - 2008. - Т.50, - №10. - С. 1883.
- 42 Wagner C. and Harned N. EUV lithography: Lithography gets extreme // Nature Photonics, - 2010. - V. 4. - No. 1. - P. 24.
- 43 Wood O., Raghunathan S., Deng Y. et al. Integration of EUV lithography in the fabrication of 22-nm node devices //Proc. SPIE, - 2009. - V.7271. - P. 727104.
- 44 Tawarayama K., Aoyama H., Kamo N. et al. Lithographic Performance of Extreme Ultraviolet Full-Field Exposure Tool at Selete // Japanese Journal of Applied Physics, - 2009. - V. 48. - P. 06FA02.
- 45 Gower M. // Photolithography microsteppers ([http:// microlithographyworld.com](http://microlithographyworld.com)).
- 46 Сейсян Р. Нанолитография СБИС в экстремально дальнем вакуумном ультрафиолете (обзор) // ЖТФ, - 2005. - Т. 75. - № 5. - С. 1.
- 47 Салашенко, Н.Н., Чхало Н.И. Коротковолновая проекционная литография // Вестник Российской Академии Наук, - 2008. - Т. 78. - № 5. - С. 13.
- 48 Кошелев К.Н., Банин В.Е., Салашенко Н.Н. Работы по созданию источников коротковолнового излучения для нового поколения литографии // УФН, - 2007. - Т.177. - №7. - С. 777.
- 49 Кривцун В.М., Кошелев К.Н., Якушев О.В. и др. Плазменная очистка многослойных зеркал в EUV-литографии // Труды 16-го Международного симпозиума «Нанофизика и нанoeлектроника», Нижний Новгород, Россия, 12-16 марта 2012. - Т. 2. - С. 565.
- 50 Булгакова С. А., Джонс, М. М.; Киселева, Е. А. и др. Влияние химического строения (co) полимеров-резистов на их чувствительность к радиационному излучению // Известия РАН. Серия физическая, - 2012. - Т. 76. - № 2. - С. 186.
- 51 Andreev S.S., Akhsakhalyan A. D., Bibishkin M. S. et al. Multilayer optics for XUV spectral region: technology fabrication and applications // Central European Journal of Physics, - 2003. - V. 1. - P.191.

- 52 Chkhalo N.I., Barysheva M. M., Pestov A. E. et al. Manufacturing and characterization the diffraction quality normal incidence optics for the XEUV range// Proc. SPIE, - 2011. - V. 8076. - P. 80760P-1.
- 53 Волгунов, Д.Г., Забродин И. Г., Закалов Б. А. Стенд проекционного ЭУФ-наноитографа-мультипликатора с расчетным разрешением 30 нм // Известия РАН. Серия физическая, - 2011. - Т. 75. - № 1. - С. 54.
- 54 Зуев С.Ю., Пестов А. Е., Полковников В. Н. Система освещения маски ЭУФ-наноитографа // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, - 2011. - № 6. - С. 10.
- 55 Зуев С.Ю., Пестов А. Е., Салашенко Н. Н. и др. Двухзеркальный проекционный объектив наноитографа на $\lambda=13.5$ нм. // Известия РАН. Серия физическая, - 2011. - Т. 75. - № 1. - С. 61.
- 56 Зуев С.Ю., Салашенко Н.Н., Торопов М.Н. и др. Лазерно-плазменный источник ЭУВ излучения // Труды 16-го Международного симпозиума «Нанофизика и наноэлектроника», Нижний Новгород, Россия, 12-16 марта 2012. - Т. 2. - С. 602.
- 57 Забродин И.Г. , Закалов Б. А., Зуев С. Ю. и др. Абсолютно калиброванный измеритель ЭУФ мощности для аттестации источников излучения на 13,5 нм. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, - 2007. - № 6. - С. 104.
- 58 Bulgakova S.A., Lopatin A.Ya., Luchin V.I. et al. PMMA-based resists for a spectral range near 13 nm // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, - 2000. - V. 448. - P.487.
- 59 Гусев С.А. Формирование магнитных наноструктур с применением фокусированных ионных пучков // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, - 2012. - № 7. - С. 1.
- 60 Dinger U., Eisert F., Lasser H. et al. Mirror substrates for EUV lithography: progress in metrology and optical fabrication technology // Proc. SPIE, - 2000. - V. 4146. - P. 35.
- 61 Chkhalo N. I., Salashchenko N. N. Projection XEUV-nanolithography. // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, - 2009. - V. 603. - Issues 1-2. - P. 62.
- 62 Вайнер Ю.А., Зорина М. В., Пестов А. Е. и др. Развитие микрошероховатости поверхности плавленого кварца и покрытий Cr/Sc при травлении ионными пучками // Известия РАН. Серия физическая, - 2011. - Т. 75. - № 1. - С. 65.

- 63 Барышева М.М., Вайнер Ю. А., Грибков Б. А. и др. Развитие шероховатости сверхгладких поверхностей при ионно-пучковом травлении // Известия РАН. Серия физическая, - 2012. - Т. 76. - № 2. - 190.
- 64 Забродин И.Г., Закалов Б.А., Каськов И.А., Пестов А.Е., Салашенко Н.Н., Чхало Н.И. Установка ионно-пучковой и плазмохимической прецизионной коррекции формы оптических поверхностей // Труды 16-го Международного симпозиума «Нанопфизика и наноэлектроника», Нижний Новгород, Россия, 12-16 марта 2012. - Т. 2. - С. 576.

Приложение А

к отчету о НИР «Развитие центров коллективного пользования научным оборудованием комплексных исследований в области формирования и исследования многослойных наноструктур на основе Si, GaAs и GaN для пассивных и активных элементов нанoeлектроники и нанофотоники миллиметрового и инфракрасного диапазонов длин волн». Этап 3. Проведение дополнительных исследований

Перечень организаций – заказчиков исследований в ЦКП ИФМ РАН

На этапе 3 организациями – заказчиками были:

1. ОАО «КБ «Икар», Нижний Новгород

Договор от 20.01.2012 № 926/140. Акт о выполнении услуг от 30.03.2012.

2. ФГУП «ННИПИ Кварц», Нижний Новгород

Договор от 30.09.2011 №148-Н10/11-259/120. Акт приема-сдачи от 30.03.2012.

3. ИПФ РАН, Нижний Новгород

Письмо от 06.03.2012 №11226-370/524 Акт о выполнении услуг от 20.03.2012

4. НИИ «Полус» им. М.Ф. Стельмаха, Москва.

Письмо от 28.02.2012. №470/2802-1. Акт о выполнении услуг от 05.03.2012

5. НИФТИ при ННГУ Нижний Новгород

Письмо от 06.04.2012 №95-15. Акт о выполнении услуг от 12.04.2012

6. Институт химии высокочистых веществ РАН

Письмо от 28.03.2012. №12115-9311/260. Акт о выполнении услуг от 12.04.2012.

7. Институт металлоорганической химии РАН

Письмо от 16.04.2012 №12115-07-2115/239. Акт о выполнении услуг от 20.04.2012.

Руководитель работ по контракту
зам. директора по НИР ИФМ РАН, д.ф.-м.н.

 В.И. Шашкин

«25» апреля 2012 г.



Приложение Б

к отчету о НИР «Развитие центром коллективного пользования научным оборудованием комплексных исследований в области формирования и исследования многослойных наноструктур на основе Si, GaAs и GaN для пассивных и активных элементов нанoeлектроники и нанofотоники миллиметрового и инфракрасного диапазонов длин волн». Этап 3. Проведение дополнительных исследований

Справка о метрологическом обеспечении измерений ЦКП «Физика и технология микро- и наноструктур»

В соответствии с годовыми планами ИФМ РАН постоянно проводится поверка приборов ЦКП ИФМ РАН в лабораториях Госстандарта. Это приборы измерения электрических величин, давления и дозиметрической аппаратуры рентгеновского диапазона.

Закупается современное аналитическое оборудование, сертифицированное фирмами-изготовителями. Оборудование идет в комплекте с набором методик и программным обеспечением. Из ранее закупленного сюда относятся, в частности, дифрактометры рентгеновские Philips X'Pert PRO MRD (Philips), Bruker D8 Discover, сканирующий электронный микроскоп Supra 50VP (Karl Zess), комплекс сканирующих зондовых микроскопов "Solver" (NT-MDT), комплекс фурье-спектроскопии высокого разрешения на основе BOMEM DA3.36, Фурье-спектрометр Vertex 80V (BRUKER OPTIC), комплект для СВЧ-измерений сверхпроводников на базе оборудования фирм Agilent и Tektonix. В рамках выполнения настоящего госконтракта это уже поставленные и введенные в эксплуатацию «Профилометр модели 130» и «Микроскоп зондовый сканирующий СММ-2000» с сертификатами средства измерения, аттестованные методики и контрольные образцы к ним, которые входят в комплект "Установка исследования многослойных Si, GaAs и GaN наноструктур методами микроскопии в процессе плазменного напыления-перепыления с контролем шероховатости и качества их поверхности". Аттестованные образцы (Мера рельефная Кварц-ХУ1400/Z90нм и Мера профильная ПРО-10, ОАО «Завод ПРОТОН-МИЭТ») будут в дальнейшем использованы при аттестации методик измерения на других, уже имеющихся измерительных приборах ЦКП ИФМ РАН, что обеспечит существенное продвижение ЦКП в его метрологическом обеспечении.

В ЦКП ИФМ РАН постоянно ведутся работы в области метрологии по совершенствованию методов анализа с использованием оборудования ЦКП. В Отчете по НИР представлены 2 новые разработки ЦКП ИФМ РАН: предложен простой вариант учета отклонений от линейной зависимости периода решетки и упругих модулей твердого

раствора от концентрации при рентгенодифракционном анализе эпитаксиальных слоев; подобран тип кластерных ионов, подходящих для количественного элементного послойного анализа слоистых структур в масс-спектрометре TOF.SIMS 5.

Руководитель работ по контракту
зам. директора по НИР ИФМ РАН, д.ф.-м.н.

 В.И. Шашкин

«25» апреля 2012 г.



Приложение В

к отчету о НИР «Развитие центром коллективного пользования научным оборудованием комплексных исследований в области формирования и исследования многослойных наноструктур на основе Si, GaAs и GaN для пассивных и активных элементов нанoeлектроники и нанофотоники миллиметрового и инфракрасного диапазонов длин волн». Этап 3. Проведение дополнительных исследований

Перечень сертифицированного оборудования. Перечень аттестованных методик ЦКП «Физика и технология микро- и наноструктур»

Сертификаты фирм-изготовителей имеют следующие приборы:

1. Дифрактометр рентгеновский Philips X'Pert PRO MRD Philips Нидерланды 2002.
2. Дифрактометр рентгеновский Bruker D8 Discover, Германия 2011.
3. Комплекс сканирующих зондовых микроскопов "Solver" в составе микроскопов: "Solver-P47", "Smena", "Solver P7LS" Компания НТ-МДТ, Зеленоград. Россия 1998, 2001, 2004.
4. Комплект для СВЧ-измерений, покомпонентно: Анализатор спектра Agilent E4407B, Цифровой осциллограф Tektonix TDS3000B США 2004.
5. Комплекс фурье-спектроскопии высокого разрешения на основе Фурье спектрометра WOMEM DA3.36 WOMEM. (В настоящее время ABB) Канада.
6. Фурье-спектрометр Vertex 80V BRUKER OPTIC GmbH Германия.
7. Сканирующий электронный микроскоп Supra 50VP Karl Zess Германия 2005.

Действующие Свидетельства об утверждении типа средств измерения и Свидетельства о поверке имеют следующие приборы:

1. Профилометр модели 130, ОАО «Завод ПРОТОН-МИЭТ», Свидетельство об утверждении типа средств измерения №26057, Свидетельство о поверке №203-2031.
2. Микроскоп зондовый сканирующий СММ-2000, ОАО «Завод ПРОТОН-МИЭТ», Свидетельство об утверждении типа средств измерения №42785, Свидетельство о поверке №203-185.
3. Мера профильная ПРО-10, ОАО «Завод ПРОТОН-МИЭТ», Свидетельство о поверке №203-2304.
4. Мера рельефная Кварц-ХУ1400/Z90нм. ОАО «Завод ПРОТОН-МИЭТ», Свидетельство о поверке №203-189.

В работе ЦКП используются современные методики анализа, разработанные фирмами-изготовителями аналитического оборудования и идущие в комплекте поставки оборудования.

В рамках настоящего госконтракта в комплекте поставки «Часть 1 оборудования «Высоковакуумная технологическая установка исследования многослойных Si, GaAs, GaN наноструктур методами микроскопии в процессе плазменного напыления-перепыления с контролем шероховатости поверхности» получены методики:

- Методика 1 сканирующей туннельной микроскопии Si, GaAs и GaN наноструктур;
- Методика 2 атомно-силовой микроскопии Si, GaAs и GaN наноструктур;
- Методика 3 сканирующей туннельной спектроскопии Si, GaAs и GaN наноструктур;
- Методика 4 электрофизических измерений Si, GaAs и GaN наноструктур;
- Методика 5 нанолитографии многослойных Si, GaAs и GaN наноструктур;
- Методика 6 магнито-резонансной и магнито-статической микроскопии многослойных Si, GaAs и GaN наноструктур;
- Методика 7 силовой модуляционной микроскопии для изучения упругости многослойных Si, GaAs и GaN наноструктур;
- Методика 8 вискозиметрической сканирующей микроскопии для изучения вязкости многослойных Si, GaAs и GaN наноструктур;
- Методика 9 адгезионной сканирующей микроскопии в установках для изучения адгезионной способности многослойных Si, GaAs и GaN наноструктур;
- Методика 10 исследования многослойных Si, GaAs и GaN наноструктур методами оптической и зондовой микроскопии в процессе плазменного напыления или перепыления;
- Методика 11 изучения ферромагнитных и пьезоэлектрических свойств Si, GaAs и GaN наноструктур;
- Методика 12 микронзондовой трассирующей щуповой диагностики для полноразмерного предварительного контроля морфологических параметров многослойных Si, GaAs и GaN наноструктур с точностью 10нм.

Кроме того, используются разработанные в ИФМ РАН оригинальные методики, защищённые патентами РФ или опубликованные в центральной печати:

Измерение толщины прозрачных объектов

- 1 *В.В. Иванов, Е.В. Катин, В.А. Маркелов, М.А. Новиков, А.Д. Тertyшник.* Интерферометрическое устройство для измерения физических параметров прозрачных слоев (варианты). Патент РФ № 2141621, приоритет от 4.02.1998.
- 2 *В.В. Иванов, Е.В. Катин, В.А. Маркелов, М.А. Новиков, А.Д. Тertyшник.* Интерферометрическое устройство для бесконтактного измерения толщины. Патент РФ № 2147728, приоритет от 10.11.1998.

Измерение нелинейного отклика сверхпроводящих слоев

- 3 *E. E. Pestov, V. V. Kurin, Yu. N. Nozdrin,* "Third-order local nonlinear microwave response of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ and Nb thin films", IEEE Trans. on Appl. Supercond. 11, 131 (2001).
- 4 *A. Yu. Aladyshkin, A. A. Andronov, E. E. Pestov et al.,* "Study of the Nonlinear Response of Superconductors in the Microwave Band Using a Local Technique", Radiophys. and Quant. Elect. 46, 109 (2003).

C-V профилирование

- 5 *И.Р. Каретникова, И.М. Нефёдов, В.И. Шашкин.* О точности восстановления профиля легирования полупроводников на основе вольт-фарадных измерений в процессе электрохимического травления. ФТП, 2001, т.35, в.7, с.801-807.
- 6 *V. Shashkin, I. Karetnikova, A. Murel, I. Nefedov, I. Shereshevskii.* Approach to electrochemical C-V profiling in semiconductor with sub-Debye-length resolution. IEEE Trans. On Electron. Devices, 2000, v.47, N6, p.1221-1224.
- 7 *В.И. Шашкин, И.Р. Каретникова, И.М. Нефедов, А.В. Мурель, И.А. Шерешевский.* Простой метод восстановления тонкой структуры легирования полупроводников из C-V измерений в электрохимической ячейке, ФТП, 1997, т.31, N8, с.926-929.
- 8 *И.В. Ирин, А.В. Мурель.* Автоматизированный измерительный комплекс для электрохимического C-V профилирования. ПТЭ, 1993, №6, с.150.

Рентгенодифракционный анализ эпитаксиальных слоев и островков

- 9 *Ю.Н. Дроздов, Л.Д. Молдавская.* Динамическое рассеяние рентгеновских лучей на многослойных эпитаксиальных структурах. В сб. "Физика твердого тела. Лаб. практикум. Методы получения твердых тел и исследование их структуры" под ред. проф. Хохлова А.Ф., Том 1. М., Высшая школа, 2001, с. 171-202.
- 10 *Дроздов Ю.Н., Ю.Н. Сафьянов.* Рентгенография высокотемпературного сверхпроводника $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$. Там же, стр. 131-140.

- 11 Ю.Н.Дроздов, Л.Д.Молдавская, В.М.Данильцев, О.И.Хрыкин, А.В.Новиков, В.В.Постников. Рентгенооптическая схема для дифракционного исследования полупроводниковых квантовых слоев и точек. Поверхность. РСНИ, 2000, 1, 136-139.
- 12 Ю.Н. Дроздов, Л.Д. Молдавская, В.М. Данильцев, О.И. Хрыкин, А.В. Новиков, В.В. Постников, В.И. Шашкин. Сокращенный способ рентгеновского дифракционного сканирования обратного пространства эпитаксиальных слоев и островков. Поверхность. РСНИ, 2003, №1, с.114-118.

Послойный элементный анализ

- 13 М.Н. Дроздов, В.М. Данильцев, Н.Н. Салащенко, Н.И. Полушкин, О.И. Хрыкин, В.И. Шашкин. Послойный Оже-анализ сверхвысокого разрешения: проблема минимизации аппаратных погрешностей. Письма в ЖТФ, 1995, т.21, №18, с.1-7.
- 14 М.Н. Дроздов, В.М. Данильцев, Ю.Н. Дроздов, Д.В. Мастеров, О.И. Хрыкин, В.И. Шашкин. Сверхвысокое разрешение при послойном Оже-анализе гетероструктур InGaAs/GaAs с глубоко залегающими квантовыми ямами. Письма в ЖТФ, 1996, т.22, №18, с.61-67.
- 15 М.Н. Дроздов, В.М. Данильцев, Ю.Н. Дроздов, О.И. Хрыкин, В.И. Шашкин. Субнанометровое разрешение по глубине при послойном анализе с использованием скользящих Оже-электронов. Письма в ЖТФ, 2001, т.27, №3, с.59-66.
- 16 М.Н. Дроздов, В.М. Данильцев, Ю.Н. Дроздов, О.И. Хрыкин, В.И. Шашкин. Новый метод определения резкости гетеропереходов InGaAs/GaAs при послойном Оже-анализе. Письма в ЖТФ, 2001, т.27, №20, с.51-56.
- 17 М.Н.Дроздов, Ю.Н.Дроздов, Д.А.Пряхин, В.И.Шашкин, П.Г.Сенников, Х.-Й.Поль. Количественный безэталоный анализ концентрации изотопов $^{28,29,30}\text{Si}$ в кремнии методом ВИМС на установке TOF.SIMS-5. «Известия Российской Академии наук. Серия физическая». 2010. Т.74.№1.С.82-84.
- 18 М.Н.Дроздов, Ю.Н.Дроздов, Д.В.Мастеров, С.А.Павлов, А.Е.Парафин, Г.Л.Пахомов. Использование кластерных первичных ионов Bi^{3+} для послойного анализа ВТСП пленок YBaCuO методом ВИМС. «Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования». 2010, №7, с.53-57.
- 19 М. Н. Дроздов, Ю. Н. Дроздов, М. М. Барышева, В. Н. Полковников, Н. И. Чхало. Использование кластерных вторичных ионов для минимизации матричных эффектов при послойном анализе многослойных наноструктур La/B4C методом ВИМС. Поверхность РСНИ. вып.10, С. 14-18 (2010).
- 20 М.Н.Дроздов, Ю.Н.Дроздов, Д.Н.Лобанов, А.В.Новиков, Д.В.Юрасов. Использование кластерных вторичных ионов Ge^{2-} , Ge^{3-} для повышения разрешения по глубине при

послойном элементном анализе полупроводниковых гетероструктур GeSi/Si методом ВИМС. ФТП, 44, 3, 418-421 (2010).

21 М.Н. Дроздов, Ю. Н. Дроздов, Д. Н. Лобанов, А. В. Новиков, Д. В. Юрасов. Анализ чувствительности масс-спектрометра TOF. SIMS-5 к матричным элементам в слоях GeSi при регистрации комплексных ионов. Поверхность РСНИ. Вып.6, С. 93-96 (2011).

Руководитель работ по контракту

зам. директора по НИР ИФМ РАН, д.ф.-м.н.



В.И. Шашкин

«25» апреля 2012 г.

Приложение Г

к отчету о НИР «Развитие центром коллективного пользования научным оборудованием комплексных исследований в области формирования и исследования многослойных наноструктур на основе Si, GaAs и GaN для пассивных и активных элементов наноэлектроники и нанофотоники миллиметрового и инфракрасного диапазонов длин волн». Этап 3. Проведение дополнительных исследований

Актуализированный перечень услуг ЦКП ИФМ РАН

Таблица Г.1 Услуги ЦКП ИФМ РАН

№ п/п	Наименование услуги
1.	Рентгеновский дифракционный анализ эпитаксиальных слоев
2.	Анализ тонких слоев методом малоуглового рентгеновского рассеяния
3.	Определение параметров многослойных зеркал с помощью рентгеновской рефлектометрии.
4.	Определение отклонения среза подложек кремния, арсенида галлия и сапфира
5.	Рентгеновский дифракционный анализ эпитаксиальных слоев $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$
6.	Рентгенофазовый анализ поликристаллических образцов
7.	Определение параметров многослойных зеркал в диапазоне мягкого рентгена.
8.	Прецизионное измерение коэффициентов отражения многослойных зеркал в диапазоне мягкого рентгена
9.	Элементный анализ поверхности с помощью сканирующего электронного микроскопа
10.	Морфометрический анализ поверхности с помощью растрового электронного микроскопа
11.	Электронная литография с помощью сканирующего электронного микроскопа
12.	Анализ поверхности с помощью сканирующей зондовой микроскопии
13.	Измерение параметров шероховатости поверхности с помощью профилометра модели 130
14.	Анализ поверхности с помощью интерферометра белого света

15.	Послойный элементный анализ методом вторично-ионной масс-спектрометрии.
16.	Послойный анализ гетеросистем GeSi/Si методом вторично-ионной масс-спектрометрии на приборе TOF.SIMS-5
17.	Послойный анализ гетеросистем AlGaAs/GaAs методом вторично-ионной масс-спектрометрии на приборе TOF.SIMS-5
18.	Определение концентрации кислородсодержащих термодоноров в кремнии методом абсорбционной ИК спектроскопии.
19.	Определение квантовой эффективности в кремниевых светоизлучающих структурах, легированных эрбием.
20.	Определение электроактивных примесей в моноизотопном кремнии.
21.	Исследование спектров пропускания, фотопроводимости, люминесценции и стимулированного излучения полупроводниковых структур, кристаллов и диэлектрических материалов методом Фурье-спектроскопии.
22.	Измерение вольт-амперных характеристик сверхпроводящих мостиков и джозефсоновских переходов
23.	Измерение транспортных (осцилляции Шубникова – де Гааза) и оптических в терагерцовом диапазоне (фотопроводимость, циклотронный резонанс) характеристик полупроводниковых гетероструктур при низких температурах

Руководитель работ по контракту
зам. директора по НИР ИФМ РАН, д.ф.-м.н.



В.И. Шашкин

«25» апреля 2012 г.

Приложение Д

к отчету о НИР «Развитие центром коллективного пользования научным оборудованием комплексных исследований в области формирования и исследования многослойных наноструктур на основе Si, GaAs и GaN для пассивных и активных элементов наноэлектроники и нанофотоники миллиметрового и инфракрасного диапазонов длин волн». Этап 3. Проведение дополнительных исследований

Методики аналитических измерений, разработанные на этапе 3

В настоящем приложении приведены 3 методики, разработанные в ЦКП ИФМ РАН на этапе 3 выполнения госконтракта №16.552.11.7007.

Д1 Методика послойного элементного количественного анализа слоев AlGaAs с использованием кластерных ионов во вторично-ионном масс-спектрометре TOF.SIMS-5

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ИФМ РАН

 В.И. Шашкин



 2012 г.

Методика послойного элементного количественного анализа слоев AlGaAs с использованием кластерных ионов во вторично-ионном масс-спектрометре TOF.SIMS-5

1 Общие положения

- 1.1 Объект исследований – слои твердого раствора $Al_xGa_{1-x}As$.
- 1.2 Цель методики: определение распределения по глубине образца состава (x) слоев твердого раствора AlGaAs методом масс-спектрометрии вторичных ионов.
- 1.3 Особенности проведения измерений: методика включает в себя эксперимент по послойному анализу слоев твердого раствора AlGaAs, эксперимент для тестовой структуры в идентичных условиях, и нормировку профиля по результатам анализа тестовой структуры.

2 Средства измерений, программное обеспечение

Эксперимент по послойному анализу проводится на время-пролетном масс-спектрометре вторичных ионов TOF.SIMS-5 с техникой послойного анализа двумя ионными пучками. Используется программное обеспечение прибора.

3 Процедура определения состава слоев AlGaAs

3.1 Эксперимент по послойному анализу

Послойный ВИМС-анализ выполняется на приборе TOF.SIMS-5. Послойное травление осуществляется с помощью пучка ионов Cs^+ с энергией 2 кэВ, размер кратера

травления 200×200 мкм². Для анализа используется пучок ионов Bi^+ с большой энергией (25 кэВ), но низкой интенсивностью, область анализа 40×40 мкм² по центру кратера травления. Регистрируются как положительные, так и отрицательно заряженные вторичные ионы и кластеры. При этом обязательно регистрируются вторичные ионы CsAl^+ и CsAs^+ в положительной моде регистрации или Al_2As^- и As^- в отрицательной моде, поскольку для них, согласно [1], имеется линейная зависимость между интенсивностью выхода ионов и содержанием Al. Использование нормированных зависимостей $W^+ = Y(\text{CsAl}^+)/Y(\text{CsAs}^+)$ от $x(\text{AlAs})$ в положительной моде анализируемых ионов и $W^- = Y(\text{Al}_2\text{As}^-)/Y(\text{As}^-)$ от $x(\text{AlAs})$ в отрицательной моде позволяет уменьшить влияние матричных эффектов и добиться большей точности определения состава твердого раствора [1].

3.2 Измерение тестового образца

Для тестового образца с известным составом ($x_{\text{тест.}}$) и достаточно толстыми слоями твердого раствора AlGaAs в тех же условиях определяется выход вторичные ионы CsAl^+ и CsAs^+ в положительной моде регистрации или Al_2As^- и As^- в отрицательной моде на участках профилей, где интенсивность во время травления слоя выходит на стационарное значение вдали от переходных областей. Проводится нормировка интенсивностей, поскольку абсолютные значения зависят от многих параметров съемки, например, размера кратера анализа, тока анализирующего пучка ионов и других. Для нормировки используются CsAs^+ в положительной моде анализируемых ионов и As^- – в отрицательной моде по причине линейности нормированных таким образом зависимостей от состава твердого раствора [1]. Анализируются кластеры, содержащие Al: CsAl^+ в положительной моде и Al_2As^- в отрицательной моде. Определяется $W_{\text{тест.}}^+ = Y(\text{CsAl}^+)/Y(\text{CsAs}^+)$ в положительной моде анализируемых ионов и $W_{\text{тест.}}^- = Y(\text{Al}_2\text{As}^-)/Y(\text{As}^-)$ в отрицательной моде, отвечающие составу с $x_{\text{тест.}}$.

3.3. Нормировка профиля состава твердого раствора AlGaAs

На этом этапе профиль выхода вторичных ионов пересчитывается в профиль состава x твердого раствора $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ по соотношению

$$x = x_{\text{тест.}} \cdot W^+ / W_{\text{тест.}}^+$$

$$x = x_{\text{тест.}} \cdot W^- / W_{\text{тест.}}^-$$

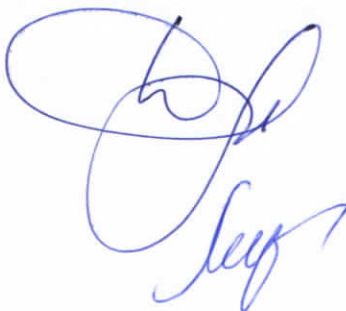
в каждой точке профиля.

Результаты представляются в виде графика зависимости состава от глубины травления, отсчитанной от поверхности образца.

Список использованной литературы

1. Ю.Н. Дроздов, М.Н. Дроздов, В.М. Данильцев, О.И. Хрыкин, П.А. Юнин. Анализ концентрации твердых растворов (Al,Ga)As методами вторично-ионной масс-спектрометрии и рентгеновской дифрактометрии. Труды XVI Международного симпозиума «Нанопфизика и нанопэлектроника», 12-16 марта 2012 г. Нижний Новгород. Том 1, с.239.

Разработал:
в.н.с. ИФМ РАН, д.ф.-м.н.



Ю.Н. Дроздов

Проверил:
с.н.с. отд.140

А.В. Мурель

**Д2 Методика определения состава эпитаксиальных слоев AlGaAs с
учетом отклонения от закона Вегарда**

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ИФМ РАН



В.И. Шашкин
В.И. Шашкин

2012
2012 г.

Методика определения состава эпитаксиальных слоев AlGaAs с учетом отклонения от закона Вегарда

1 Общие положения

1.1 Объект исследований – эпитаксиальные слои твердого раствора $Al_xGa_{1-x}As$ на подложках GaAs.

1.2 Цель методики: определение состава (x) эпитаксиальных слоев твердого раствора $Al_xGa_{1-x}As$ методом высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии с учетом отклонений от закона Вегарда.

1.3. Особенности проведения измерений. Методика включает в себя эксперимент по получению спектров высокого разрешения на рентгеновского дифрактометре Bruker D8 Discover и дальнейшую обработку полученных результатов с использованием прилагающегося к дифрактометру программного обеспечения Diffrac.Leptos v. 7.04. После этого с помощью поправочной кривой вводится поправка для учета отклонений периода решетки и упругих модулей твердого раствора $Al_xGa_{1-x}As$ от линейной зависимости от концентрации раствора.

2 Теоретическое основание методики

Современные методики анализа эпитаксиальных слоев твердого раствора включают расчет спектра рентгеновской дифракции по динамической теории и подгонку его под измеренный. При этом в процессе расчета варьируется значение состава слоя $Al_xGa_{1-x}As$. При совпадении рассчитанного и экспериментального спектров считается, что состав

определен верно. Однако такой подход содержит источник погрешностей, связанный с тем, что программы расчета спектров по динамической теории работают в приближении закона Вегарда и линейной зависимости упругих модулей от состава. Кроме того, такие программы обычно доступны в виде готового продукта без возможностей его модификации пользователем. В работе [1] показано, что учет отклонения от закона Вегарда может быть выполнен с помощью специальной процедуры введения поправки к результатам, полученным в каждой конкретной программе, используемой для расчета спектра дифракции.

Под законом Вегарда в современной литературе понимается линейный характер зависимости периода решетки твердых растворов замещения от концентрации. Закон Вегарда используется, в частности, при определении концентрации твердых растворов по изменению периода решетки, поэтому учет отклонения от линейности важен для получения правильных результатов. Эпитаксиально выращенный твердый раствор $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ на подложке GaAs наиболее полно изучен из большого набора полупроводниковых твердых растворов, в том числе, и в отношении отклонений от закона Вегарда. Прецизионные измерения спектров рентгеновской дифракции для таких структур с учетом отклонений нелинейной зависимости периода решетки и упругих констант от состава твердого раствора дают следующее выражение для сдвига дифракционного пика отражения (004) твердого раствора на $\text{CuK}_{\alpha 1}$ излучении относительно пика подложки [2]:

$$\Delta\theta(x) = 425,9x - 47x^2 \text{ [угл.с.]} \quad (1)$$

Однако применение (1) к измеренным спектрам в большинстве случаев затруднено из-за влияния ряда факторов, создающих значительные систематические погрешности определения $\Delta\theta$. Избежать этих погрешностей помогает то, что современные методики анализа эпитаксиальных слоев твердого раствора включают расчет спектра рентгеновской дифракции по динамической теории и подгонку его под измеренный. Введение поправки в результирующие значения – наиболее простой способ учета отклонений от закона Вегарда.

Для получения поправочной кривой в соответствии с [1] следует вычислить в используемой для анализа спектров программе набор спектров дифракции для слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ на сингулярной подложке GaAs(001) в окрестности пика (004) для $\text{CuK}_{\alpha 1}$ - излучения при разных $0 < x_j < 1$. Толщина слоя должна быть задана 2 мкм, т.е. достаточно большой, чтобы пик слоя не смещался к пику подложки. По вычисленным спектрам следует определить $\Delta\theta_j(x_j)$, и далее для этих значений $\Delta\theta_j$ рассчитать по (1) исправленные значения x_j^* . В результате получится связь между x^* и x – значением состава, полученным с учетом отклонения от закона Вегарда, и определяемым с помощью программы.

Для программы Diffrac.Leptos v. 7.04 аппроксимация зависимости $\delta x(x) = x^* - x$ полиномом второй степени приведена на рис. Д1. Видно, что максимальные погрешности возникают вблизи чистых компонент GaAs и AlAs (причина – различие периодов решеток в [2] и в базе данных PDF-2) и в области $x=0,5$ – из-за отклонений от закона Вегарда.

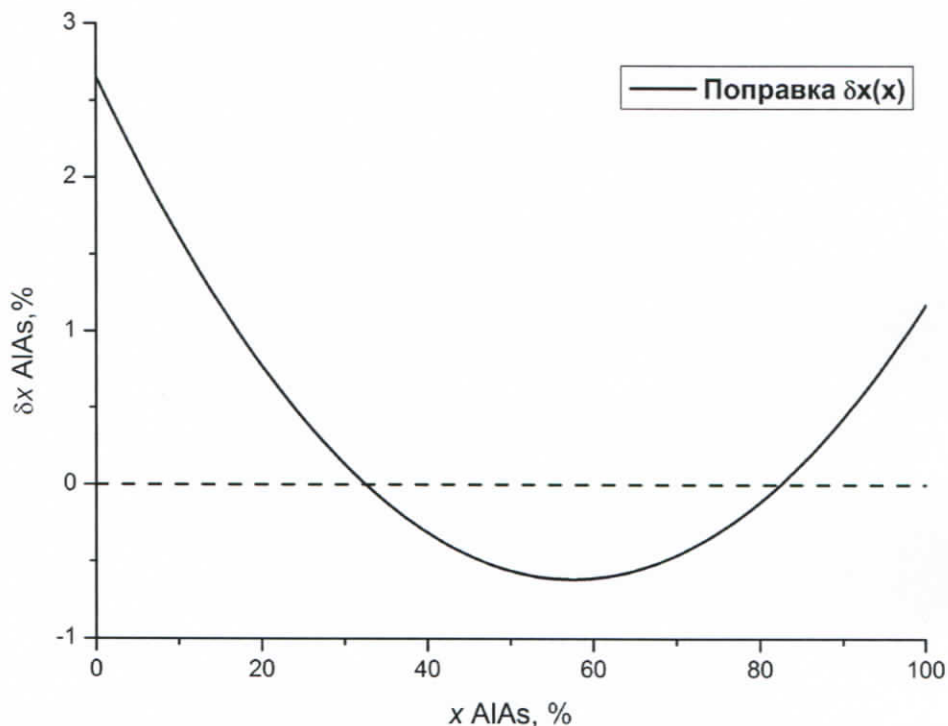


Рис. Д1. Поправочная кривая для программы Diffrac.Leptos v. 7.04.

Аппроксимация полиномом 2-го порядка дает:

$$\delta x(x) = 2,66 - 0,11x + 0,00099 x^2 \quad (2)$$

Это позволяет найти исправленное значение $x^* = x + \delta x$. Процедура дает возможность снизить погрешность определения концентрации твердого раствора до уровня 1% во всем интервале концентраций $0 < x < 1$. Условием достижения такой точности является:

- отсутствие других примесей в решетке слоя с концентрацией выше 10^{18} см^{-3} ;
- отсутствие дислокационной релаксации упругих деформаций слоя;
- достаточно большая толщина и концентрация твердого раствора, при которых пик слоя надежно регистрируется.

3 Средства измерений и программное обеспечение

Измерение экспериментальных спектров рентгеновской дифракции проводится на рентгеновском дифрактометре Bruker D8 Discover в схеме высокого разрешения с зеркалом Гёбеля и четырехкристалльным монохроматором 4Ge(220) согласно инструкции к прибору.

Для расчета спектров рентгеновской дифракции по динамической теории используется программа Diffrac.Leptos v. 7.04 из комплекта матобеспечения дифрактометра. Программа использует данные о периодах решеток GaAs и AlAs, приведенные в базе данных порошковой дифракции PDF-2 release 2011, которая входит в комплект матобеспечения дифрактометра.

4 Процедура определения состава слоев AlGaAs

4.1 Рентгенодифрактометрические измерения

Исследуемый образец эпитаксиального слоя AlGaAs на подложке GaAs помещается на держатель образцов дифрактометра. С узкими щелями после трубки и перед детектором проводится центрировка образца, поверхность образца выводится в центр рентгенооптической схемы гониометра. Затем согласно инструкции к прибору для угла отражения (004) подложки GaAs $2\theta = 66.058$ градуса снимается θ - 2θ скан образца с широкой щелью перед детектором – кривая качания, где присутствуют пики подложки и слоя. После этого процедура повторяется с поворотом образца в плоскости поверхности образца на 180° по углу ϕ для учета отклонения среза подложки от плоскости (001).

4.2 Определение состава твердого раствора AlGaAs в приближении закона Вегарда

В программе Diffrac.Leptos v. 7.04 рассчитывается спектр θ - 2θ сканирования образца эпитаксиального раствора AlGaAs на подложке GaAs. Варьированием параметров толщины и состава твердого слоя достигается соответствие между измеренным и рассчитанным спектрами. При этом определяется состав (x) твердого раствора в приближении закона Вегарда и линейности упругих постоянных. По двум спектрам определяется среднее $x = (x_1 + x_2)/2$.

4.3 Введение поправки к значениям состава с учетом отклонения от закона Вегарда и нелинейности упругих постоянных

Для учета поправок к полученному на предыдущем шаге значению x находится исправленное значение $x^* = x + \delta x$, оно и записывается в качестве результирующего значения.

Список использованной литературы

2. Ю.Н. Дроздов, М.Н. Дроздов, В.М. Данильцев, О.И. Хрыкин, П.А. Юнин. Анализ концентрации твердых растворов (Al,Ga)As методами вторично-ионной масс-спектрометрии и рентгеновской дифрактометрии. Труды XVI Международного симпозиума «Нанопфизика и наноэлектроника», 12-16 марта 2012 г. Нижний Новгород. Том 1, с.239.
3. S. Gehrsitz, H. Sigg, N. Herres, K. Bachem, and K. Kohler, F. K. Reinhart. Phys. Rev. B **60**, 11601 (1999).

Разработал:

в.н.с. ИФМ РАН, д.ф.-м.н.



Ю.Н. Дроздов

Проверил:

с.н.с. отд.140



А.В. Мурель

Д3 Методика проведения фазового анализа поликристаллических образцов рентгенодифрактометрическим методом

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ИФМ РАН



Машкин В.И. Шашкин

« 11 » *апреля* 2012 г.

Методика проведения фазового анализа поликристаллических образцов рентгенодифрактометрическим методом

1 Общие положения

- 1.1 Объект исследований – поликристаллические материалы и порошки кристаллических фаз.
- 1.2 Цель методики: определение фазового состава объекта исследования.
- 1.3 Особенности проведения измерений: методика включает в себя эксперимент по получению спектра рентгеновской дифракции и сравнение экспериментального спектра со стандартными спектрами из базы данных порошковой дифракции.

2 Средства измерений, программы обработки данных

Измерение экспериментальных спектров рентгеновской дифракции проводится на рентгеновском дифрактометре Bruker D8 Discover в геометрии параллельного пучка с зеркалом Гёбеля.

Для обработки полученных дифрактограмм используется программа Diffrac.EVA v. 2.0 из комплекта матобеспечения дифрактометра. В качестве базы данных для проведения фазового анализа используется приобретенная вместе с дифрактометром база данных порошковой дифракции PDF-2 release 2011.

3 Процедура определения фазового состава

3.1 Рентгенодифрактометрические измерения

3.1.1 Исследуемый образец, представляющий собой поликристаллический слиток или порошок кристаллического материала помещается на держатель образцов рентгеновского дифрактометра Bruker D8 Discover. С узкими щелями после трубки и перед детектором проводится подвижка образца в вертикальном направлении, поверхность образца выводится в центр гониометра. Угловые пределы сканирования выбираются в соответствии с априорной информацией о наличии в образце возможных фаз. Если такая информация отсутствует, проводится θ - 2θ сканирование в угловых пределах от 20° до 120° . Для CuK_α излучения в этих пределах находится большинство наиболее интенсивных отражений большинства известных кристаллических фаз.

Для предварительного определения фазового состава образца проводится измерение θ - 2θ скана в симметричной геометрии со щелями 1,5 мм на первичном пучке и 2 мм перед детектором. При этом устанавливается малое время накопления в точке (0,1 секунды) при шаге $0,1^\circ$. На полученной дифрактограмме видны особенности данного образца, в зависимости от которых возможны различные дальнейшие варианты записи дифрактограммы.

3.1.2 Для образцов с малым содержанием кристаллической фазы, на предварительной дифрактограмме будут наблюдаться очень слабые пики, соответствующие дифракции рентгеновского излучения на различных семействах атомных плоскостей фазы. Для анализа таких образцов требуется высокая чувствительность метода. Проводится повторное измерение θ - 2θ спектра в симметричной геометрии со щелями 1,5 мм в брэгговском направлении и щелями Соллера $2,5^\circ$ в аксиальном направлении на первичном пучке и щелью 2 мм в брэгговском направлении перед детектором. Время накопления в точке устанавливается от 1 до 3 секунд, шаг сканирования уменьшается до $0,05^\circ$. В зависимости от информации на предварительной дифрактограмме изменяются пределы сканирования по 2θ .

3.1.3 Для тонких поликристаллических пленок возможно использование преимущества геометрии параллельного пучка для увеличения объема фазы, дающей вклад в дифракцию. Это достигается при фиксированном малом угле падения рентгеновского излучения на образец $\omega = 0,5$ - 2° . Запись дифрактограммы осуществляется 2θ сканированием со щелью 1 мм перед детектором.

3.1.4 Для образцов, на предварительной дифрактограмме у которых наблюдается большое число перекрывающихся пиков, возможно повышение разрешения и отношения сигнал-фон путем записи дифрактограммы в симметричной геометрии с аксиальной щелью Соллера $2,5^\circ$ на первичном пучке и экваториальной щелью Соллера $0,2^\circ$ перед

детектором. При этом существенно уменьшается регистрируемая интенсивность, что должно быть скомпенсировано большим временем накопления в точке. Шаг по углу должен выбираться в зависимости от вида предварительной дифрактограммы таким, чтобы на полувысоте пиков находилось не менее трех точек спектра.

3.2 Обработка экспериментальной дифрактограммы

Обработка измеренной дифрактограммы проводится с помощью программы Diffraс.EVA v. 2.0. Перед проведением анализа дифрактограммы необходимо выполнить предварительные процедуры: вычитание фона, фильтрация $\text{CuK}_{\alpha 2}$ составляющей излучения. Обе процедуры выполняются стандартными средствами программы Diffraс.EVA v. 2.0, а их параметры определяются в зависимости от вида дифрактограммы.

3.3 Использование базы данных для проведения фазового анализа

Для проведения фазового анализа используются база данных порошковой дифракции PDF-2 release 2011 и программа Diffraс.EVA v. 2.0.

При отсутствии априорной информации о предполагаемом фазовом составе образца в программе Diffraс.EVA проводится автоматический поиск подходящих фаз по базе данных PDF-2. При этом в качестве возможных фаз по окончании поиска выводится список подходящих фаз в порядке соответствия положений и относительных интенсивностей наиболее сильных пиков фаз из базы данных таким пикам на измеренной дифрактограмме.

При наличии информации о возможном фазовом составе образца следует использовать фильтры и критерии, сужающие поиск. При наличии информации об элементном составе образца следует использовать химический фильтр, позволяющий указать присутствующие в образце химические элементы, составляющие кристаллические фазы.

В случае низкоинформативного спектра следует отказаться от автоматического фазового анализа и вручную выбрать из списка предложенных фаз подходящих кандидатов. При этом следует руководствоваться совпадением интенсивностей и угловых положений пиков из базы данных и пиков на измеренной дифрактограмме, метками качества соответствующей записи в базе данных, дополнительными замечками и информацией о корундовых числах данной фазы.

В случае многофазного образца идентификацию фаз по дифрактограмме следует проводить последовательно, отмечая фазы с наиболее интенсивными пиками и, последовательно исключая эти пики из измеренной дифрактограммы, проводить идентификацию побочных фаз с менее интенсивными пиками. Фазовый анализ считается

проведенным, когда все пики на измеренной дифрактограмме отнесены к своей фазе, а относительные интенсивности пиков из базы данных для всех фаз совпадают с экспериментальными.

Для проведения полуколичественного фазового анализа – грубой оценки относительных мольных концентраций компонентов образца – в программе Diffrac.EVA используется метод корундовых чисел. Для многих фаз из базы данных PDF-2 release 2011 существуют данные об интенсивности пиков данной фазы относительно пиков эталонного образца – корунда. В этом случае при хорошем совпадении интенсивностей пиков на измеренной дифрактограмме и карточке из базы данных программа проводит оценку мольных концентраций компонентов образца.

4. Представление результатов анализа

Результаты представляются в виде изображений экспериментального спектра с наложенными штриховыми спектрами идентифицированных фаз из базы данных. Используется программа Diffrac.EVA. Фазы, все пики которых перекрываются с пиками других фаз, указываются в списке «возможно присутствие».

Разработал:

в.н.с. ИФМ РАН, д.ф.-м.н.



Ю.Н. Дроздов

Проверил:

с.н.с. отд.140

А.В. Мурель