

Л.В. Коломиец, проф., д-р техн. наук, В.В. Ковальчук, доц., канд. физ.-мат. наук,
О.В.Грабовський, ст.викл., Л.Н.Жеребцова, ст.викл.
Одесский институт измерительной техники

Измерение толщины кластерного слоя методом кварцевого резонатора

В статье описан метод измерения толщины кластерного в процессе его изготовления, основанный на применении кварцевого резонатора. Показано, что в условиях вакуумного осаждения кремния применение кварцевого резонатора со слабой зависимостью частоты от температуры позволяет измерять толщину напыленного слоя с точностью ~5%. Получено хорошее согласие результатов измерения по кварцевому резонатору с данными по измерению углов многократного рассеяния протонов в кремниевых пластинах.
кварцевый резонатор, контроль, толщина, кластерный слой

В измерительной технике находят широкое применение гетероструктуры, в состав которых входят тонкие пленки, используемые в качестве гетеропереходов [1,2]. Материал и толщина пленок выбираются с учетом ее состава, геометрических размеров, физико-химических свойств и других особенностей [3]. Как правило, предпочтение отдается таким пленкам, которые обладают соразмерной с подложкой зонной структурой, хорошей радиационной и температурной стойкостью. В этом контексте перспективными являются пленки, имеющие кластерную морфологию [4]. Технология изготовления таких пленок, как составляющих гетеропереходов для приборов электронной техники, представляет собой комплекс сложных технологических процессов, один из этапов которого сводится к измерению толщины, который, в свою очередь, представляет серьезную современную проблему [5].

В работе поставлена задача описания оборудования и методик, применяемых для изготовления тонких пленок, определяемых нами как кластерная подсистема и используемых в качестве составляющей гетероперехода (ГП) типа $nSi-(Si-KП)-pCu_2S$ [6].

Нами исследовались процессы формирования кластеризованных пленок (КП) кремния, которые были синтезированы из паровой фазы на подложку монокристаллической кремниевой пластины. В качестве подложки использовались монокристаллы площадью $0,28 \text{ см}^2$, толщиной в несколько мкм. Подложка наносилась на поверхность серебрянных электродов кристаллического кварца, являвшегося основой пьезокварцевого резонатора. Кристаллическая структура КП соответствовала «сильно размытой текстуре» (определяемой нами как кластерный растр на кремнии). Исследованные образцы КП синтезировались методом открытого испарения порошка Si в вакууме. Их толщина контролировалась с помощью микроинтерферометра МИИ-4. Электронно-микроскопические исследования осуществлялись на микроскопе ПЭМ-100. Процесс формирования КП проводился с помощью пьезокварцевого датчика с постоянной 1670 кГц/мм. Датчик подключался к стандартному прибору КИТП-1 (кварцевый измеритель толщины пленки), предварительно проградуированному на монокристаллы кремния. Градуировочный график строился таким образом, чтобы использовать его для малых толщин наносимой на подложку КП кремния. Оперативный контроль толщины КП производился методом кварцевого резонатора [5] с элементами методики, предложенной проф. Т.А.Яхно с сотр. [7]. Схема установки вакуумного осаждения кремния представлена на рис.1. В камере 1, где поддерживается вакуум $\sim 1 \cdot 10^{-6}$ Торр, расположены пластины кварцевого измерителя 2 на ситаловой основе, лодочка из фольги тантала 4, в которой находится испаряемый кремний 3. Через контакты 5 на тантал подается напряжение, которое нагревает кремний до температуры испарения. Ток

варьировался в пределах 10-15 А. Задавая силу тока можно получать различные толщины КП и их различную морфологию.

Другой возможностью нагревания танталовой лодочки стала подача на электроды через контакты 5 импульсов напряжения, длительность которых задавалась таймером. Частота следования импульсов изменялась от 0,1 до 0,01 Гц и выбиралась такой, чтобы обеспечить восстановление вакуумных условий в вакуумной камере в промежутке между разрядами. Энергия, которая выделялась при разряде изменялась от импульса к импульсу. Для контроля параметров разряда служит схема измерения энергии, выделяемой на электродах за один импульс (рис. 1).

Микрофотография пленки 7, обработанная с помощью туннельной микроскопии, кластерного растра на кремнии [8,9], позволяет оценить геометрические размеры нанокластеров кремния ($15 \div 20 \text{ \AA}$), которые отненены углеродом. При получении особо тонких пленок толщиной $\sim 25\text{-}50 \text{ \AA}$ передача энергии, выделяемой при подаче тока на тантал, должна быть достаточной для того, чтобы плотность потока испаряемых атомов кремния была постоянной.

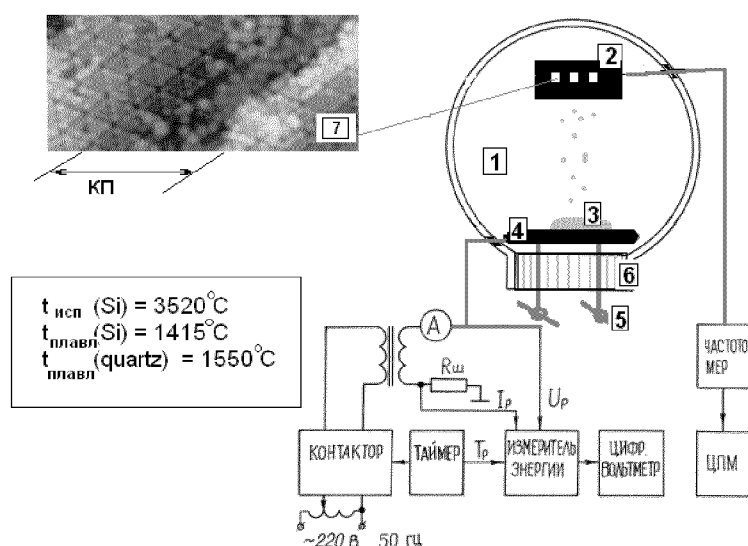


Рисунок 1 – Схема экспериментальной установки для получения кластеризованной пленки

Кварцевый измеритель толщины 2 и держатель подложки 4 расположены симметрично относительно оси вакуумной камеры с целью обеспечения одинаковых условий осаждения кремния. Основой кварцевого измерителя служит пластинка кварцевого резонатора, определяющего частоту стабильного автогенератора. Поскольку генерируемая частота зависит от массы кварцевого резонатора, по уходу генерируемой частоты, с учетом предварительной калибровки, можно определить толщину пленки, осевшей на кварцевой пластине, а следовательно, и на образце, который находится в таких же условиях. Масса напыленного на единицу поверхности кварца слоя Δm_c и изменение частоты кварцевого резонатора Δf связаны простым соотношением:

$$\Delta m = \frac{m_g}{f_{g2}} \Delta f, \quad (1)$$

где m_g – масса кварцевой пластины единичной площади;
 f_g – резонансная частота.

Чувствительность метода кварцевого резонатора очень высока. Так, например, для кристалла с резонансной частотой $f=5$ МГц, массой $m_g=100$ мг чувствительность $\frac{m_g}{f_g} = 0,02$ мкг/Гц, т.е., регистрируя уход частоты кварцевого резонатора на 1 Гц, в принципе можно контролировать приращение массы в сотые доли микрограмма.

Кварцевый резонатор чувствителен к изменению температуры. Чтобы учесть уход резонансной частоты от температуры в наших измерениях использовавшиеся кварцевые резонаторы были подвергнуты специальному отбору по результатам измерений температурной зависимости резонансной частоты. Были использованы 40 резонаторов марки РК170 и РК171 с частотой собственного резонанса 5...10 МГц. Наиболее типичные зависимости $f(T)$ приведены на рис.2.

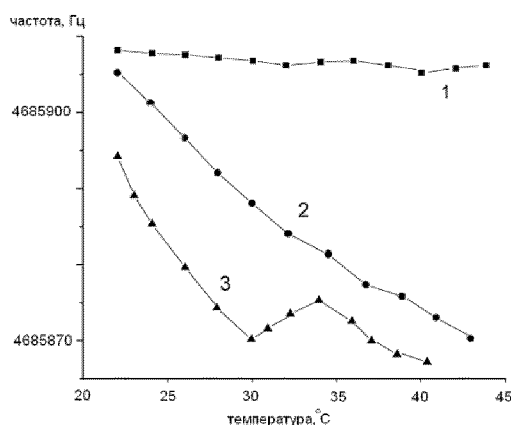


Рисунок 2 – Температурные зависимости частоты кварцевого резонатора от температуры

Как видно, температурная кривая 1 характеризуется слабой зависимостью частоты от температуры (~5% резонаторов). Приблизительно 75% резонаторов описывались графической зависимостью 2. Для более сложных зависимостей – кривая 3 – отмечено ~ 20% резонаторов.

Точность метода измерения массы напыленного слоя с применением кварцевого резонатора во многом определяется стабильностью частоты генератора, в схему которого включен кварцевый резонатор [10]. Принципиальная электрическая схема стабильного кварцевого генератора изображена на рис.3. Генератор предназначен для работы в диапазоне 1...100 МГц и собран на чувствительном высокочастотном усилителе (Т1 - Т4) с кварцевым резонатором в цепи положительной обратной связи. Транзистор Т5 является буферным эмиттерным повторителем, уменьшающим влияние нагрузки на параметры генерируемого сигнала. Усилитель генератора выполнен по схеме: общий коллектор - общая база - общий коллектор (Т2 - Т4). Транзистор Т1 включен в цепь отрицательной обратной связи, нейтрализующей емкость кварцедержателя. Кроме того, отрицательная обратная связь стабилизирует амплитуду выходных колебаний. Корректирующая емкость C_2 увеличивает устойчивость генерации на высоких частотах. В рассматриваемой схеме генератора достигнута широкая полоса пропускания усилителя. Поэтому усилитель имеет ничтожно малый дополнительный набег фаз вплоть до частот ~ 100 МГц, что и обуславливает высокую стабильность частоты генераций. Сумма входного и выходного сопротивлений усилителя меньше эквивалентного сопротивления потерь кварцевого резонатора. Относительная нестабильность частоты генератора составляет величину $\sim 10^{-7}$. Генератор смонтирован на небольшой плате и размещен в вакуумной камере. Питание и съем результирующего сигнала осуществляются через вакуумно-плотный разъем. Такое размещение позволяет до предела укоротить проводники к кварцевым резонаторам и уменьшить наводки на схему.

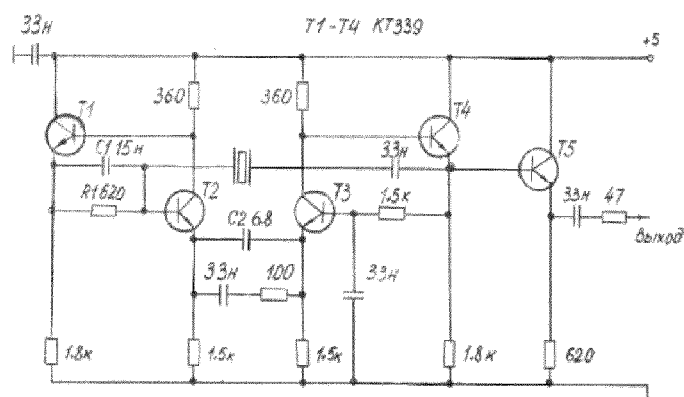


Рисунок 3 – Схема стабильного генератора

В момент испарения кремния выделяется энергия, часть которой в виде излучения, которое может разогревать пластинку кварцевого резонатора. Специально проведенные нами измерения показали, что температура подложки несколько возрастает на протяжении сеанса. Возвращение к прежней температуре происходит через 2-3 мин. Чтобы исключить вредное влияние температурного ухода частоты на результаты измерений, нами использовались резонаторы со слабой температурной зависимостью (кривая 1, рис.2).

На рис.4 представлена кривая, иллюстрирующая изменение во времени частоты резонанса кварцевого кристалла после напыления КП. Дрейф частоты после напыления обусловлен адсорбцией остаточных газов свеженанесенным слоем кремния. Применяя кристаллы со слабой температурной зависимостью, точность в определении ухода частоты Δf нам удавалось довести до 1 Гц.

Погрешность метода обусловлена точностью, с которой определялся уход резонансной частоты Δf и точностью в определении массы кристалла m_g . В нашем случае погрешность измерения толщины напыленного слоя составляла 5%.

Метод кварцевого резонатора позволил нам наладить методику изготовления КП с контролируемой и заранее заданной толщиной.

Нами применялся также альтернативный метод определения толщины уже готовых углеродных мишеней по многократному рассеянию ускоренного протонного пучка. Согласно теории многократного рассеяния заряженных частиц в тонких аморфных фольгах [9,10] существует однозначная зависимость между углом рассеяния заряженной частицы и толщиной мишени. В наших экспериментах использовался протонный пучок с энергией 75 кэВ и угловой расходимостью не более 10^{-4} рад.

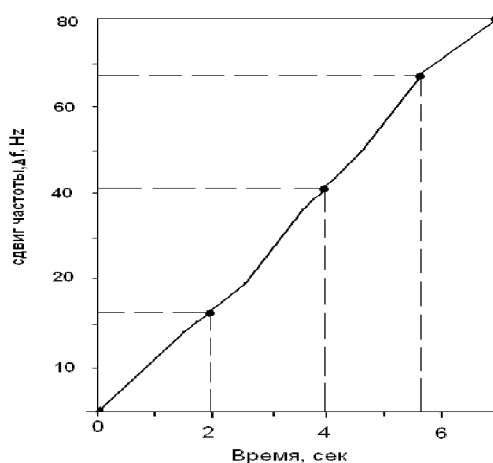


Рисунок 4 – Кинетические кривые синтеза кластеризованной пленки на подложку кремния, полученные с помощью пьезорезонансного датчика

Погрешность метода обусловлена точностью, с которой определялся уход резонансной частоты Δf и точностью в определении массы кристалла m_g . В нашем случае погрешность измерения толщины напыленного слоя составляла 5%.

Метод кварцевого резонатора позволил нам наладить методику изготовления КП с контролируемой и заранее заданной толщиной.

Нами применялся также альтернативный метод определения толщины уже готовых углеродных мишеней по многократному рассеянию ускоренного протонного пучка. Согласно теории многократного рассеяния заряженных частиц в тонких аморфных фольгах [9,10] существует однозначная зависимость между углом рассеяния заряженной частицы и толщиной мишени. В наших экспериментах использовался протонный пучок с энергией 75 кэВ и угловой расходимостью не более 10^{-4} рад.

В таблице приведены результаты измерения толщины КП методом кварцевого резонатора и методом многократного рассеяния протонов. Расчет толщины КП проводился с использованием кварцевого измерителя и измерений по многократному рассеянию протонов. Оба метода определения толщины КП дают близкие между собой значения. Описанный выше метод позволил нам измерять толщину слоя вещества (кремния) в процессе напыления в чистом виде, т.е. без учёта массы адсорбированного газа, что очень важно для определения толщины мишени в экспериментах с ионными пучками.

Таблица 1 – Сопоставление результатов измерения толщины кластеризованной пленки кремния

Номер мишени	Δf кварца, Гц	Толщина КП по данным кварца, мкм	Угол рассеяния протонов, $\alpha_{1/2}$, мрад	Толщина по данным рассеяния, мкм
1	80	1,034	2,02	1,063
2	105	1,368	2,95	1,681
3	120	1,519	3,65	2,001
4	136	1,748	4,15	2,332
5	156	2,006	4,15	2,332
6	200	2,584	5,62	3,004
7	320	4,134	7,44	4,002

Итак, в работе рассмотрена методика получения, закономерности формирования и управления толщиной КП, состоящей из нанокластеров как основной составляющей приборов с кластерной подсистемой. Предлагаемая методика открывает новые возможности для создания эффективных приборов нанометрового диапазона на основе кластерной подсистемы. Практическое разрешение зафиксированных нами проблем должно определить успех технологии получения КП. Прежде всего, это повышение рабочей частоты резонатора, что приводит к дальнейшему повышению его чувствительности.

При реализации описанного нами метода в конкретных условиях необходимо учитывать ряд особенностей:

а) упругие свойства напыленного вещества отличаются от упругих характеристик подложки;

б) плотность в тонком слое напыленного вещества меньше плотности этого вещества в массивном образце;

в) сдвиг частоты резонанса обусловлен не только массой нанесенного слоя, но также и напряжениями, возникающими на границе подложка-напыленный материал.

Список литературы

1. Zaidi S.H., Chu An-S., Brueck S.R.J. Optical properties of nanoscale, one-dimensional silicon grating structures // J. Appl. Phys. – 1996.-v. 80, №12. - P. 6997-7008
2. Alferov Z. L, Ustinov V. M., Zhukov A. E. Long-wavelength emission from self-organized InAs quantum dots on GaAs substrates // Microelectronics Journ. - 2000. - v. 31. - P.1-7
3. Халдеев Г.В., Петров С.Н. Компьютерное моделирование электрохимических процессов на межфазной границе // Успехи Химии.-1998. – №2. – С.107-124
4. Ковальчук В.В. Кластерная модификация полупроводниковых гетероструктур. – Наукове видання. К.: «Хай-Тек Пресс», 2007.- 304 с.
5. Sokolov S., Wong J. High accuracy analog needs more than jhamps//Electron.Design.-1992,N1.-P.53-65
6. Дроздов В.О., Дроздов М.О., Ковальчук В.В. Аномально-инверсируемый фотопентильный эффект в кластеризованной гетероструктуре // Сенсорна електроніка і мікросистемні технології.- 2006.- №4.-С.9-12
7. Яхно Т.А., Санин А.Г., Санина О.А., Казаков В.В., Яхно В.Г. Новая технология исследования многокомпонентных жидкостей с использованием кварцевого резонатора. Теоретическое обоснование и приложения//ЖТФ.-2009.- т.79,№10.-С.22-29
8. Kovalchuk V.V. Cluster morphology of silicon nanoparticles //Semiconductor Physics, Quantum Electronics & Optoelectronics.- 2007.- v. 10, N 4. - P. 81-86
9. Kovalchuk V.V., Drozdov V.A., Moiseev L.M., Osipenko O.V. Quantum Confinement and Optical Properties of Clusters // Photoelectronics.-2007.-№ 16.-P.3-6
10. Фрунзе А., Асташкевич А. О подборе кварцевых резонаторов//Схемотехника.-2001.-№5.-С.19-22.

Л.Коломієць, В.Ковальчук, О.Грабовський, Л.Жеребцова

Вимірювання товщини кластерного шару методом кластерного резонатору

В статті описано метод вимірювання товщини кластерного шару в процесі його виготовлення, що ґрунтується на застосуванні кварцевого резонатора. Показано, що в умовах вакуумного осідання кремнію застосування кварцевого резонатора зі слабкою залежністю частоти від температури дозволяє виміряти товщину напилюваного шару із точністю ~5%. Отримано добре узгодження результатів вимірювання по кварцевому резонатору з даними по вимірюванню кутів багатократного розсіювання протонів у кремнієвих пластинах.

L Kolomic, V Kovalchuk, O.Graboskiy, L.Gherebcova

Measuring of thickness of cluster layer by a method cluster a resonator

In article it is described the method of measurement of a thickness кластерного a layer in the course of its manufacturing, based on application of the quartz resonator is described. It is shown, that in the conditions of vacuum sedimentation of silicon application of the quartz resonator with weak dependence of frequency on temperature allows to measure a thickness of the raised dust layer with accuracy of ~5 %. The good consent of results of measurement on the quartz resonator with data on measurement of corners of repeated dispersion of protons in silicon plates is received.

Одержано 10.12.09