

Министерство науки и высшего образования
Российской Федерации

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ СИСТЕМ УПРАВЛЕНИЯ И
РАДИОЭЛЕКТРОНИКИ (ТУСУР)

Кафедра физической электроники (ФЭ)

Чиняков Алексей Александрович

**ИССЛЕДОВАНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК СО СЛОЖНЫМ
ЭЛЕМЕНТНЫМ СОСТАВОМ МЕТОДАМИ ЯДЕРНОГО
АНАЛИЗА**

по направлению 11.04.04 «Электроника и наноэлектроника»
Магистерская программа «Твердотельная электроника»

Автореферат
диссертации на соискание степени
магистра

Консультант:
канд. физ.-мат. наук,
с. н. с. ИЯТШ НИ ТПУ
_____ В. В. Сохорева

Научный руководитель:
канд. техн. наук,
доцент каф. ФЭ
_____ Ю. В. Сахаров

Томск 2019

Работа выполнена на кафедре физической электроники Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники.

Научный руководитель: канд. техн. наук, доцент кафедры ФЭ Сахаров Юрий Владимирович

Консультант: канд. физ.-мат. наук, с. н. с. ИЯТШ НИ ТПУ Сохорева Валентина Викторовна

Официальный рецензент: д-р техн. наук, начальник лаборатории № 43 АО «НИИПП» Божков Владимир Григорьевич

Защита состоится 27 июня 2019 г. на заседании государственной аттестационной комиссии Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники по направлению 11.04.04 «Электроника и нанoeлектроника» по адресу: 634050, г. Томск, ул. Вершинина 74.

С диссертацией можно ознакомиться в аудитории 117а корпуса ФЭТ Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники.

Секретарь ГАК:
старший преподаватель каф. ФЭ _____ В. В. Каранский

1 Общая характеристика работы

Изучение физических явлений в приповерхностных слоях твердых тел и разных самоподдерживающихся и поверхностных пленках особенно актуально в связи с бурным развитием интегральной схемотехники и оптоэлектроники [1, 2], возрастающим использованием наноматериалов и нанотехнологий, с применением в науке, технике и производстве новых приборов и материалов, способных работать при высоких температурных, плазменных и радиационных нагрузках в течение длительного времени, веществ с особыми свойствами [3].

При проведении исследований необходимо иметь количественные характеристики слоев атомов, как прилегающих к поверхности образца, так и находящихся на глубине до нескольких микрон [4]. При этом важно исследовать интегральное содержание химических элементов и глубинные профили в поверхностных слоях и пленках именно тех элементов, которые кардинально влияют на свойства этих материалов и на их изменение при взаимодействии с внешней средой (температура, облучение, плазма, химическое воздействие, подложка и т. п.) [5].

Для изучения этих процессов применяются различные физические методы исследований, способные различать даже отдельные атомы и молекулы на поверхности и управлять их перемещением [6]. Среди них свою нишу имеют неразрушающие методы ядерного анализа, основанные на использовании пучков ионов с энергиями от 0,5 до нескольких МэВ [7, 8]: спектрометрия обратного резерфордского рассеяния, ядер отдачи и ядерных реакций.

Эти методы являются важным и необходимым средством решения задач как аналитики, так и создания материалов и приборов с необходимыми свойствами и качествами. Они имеют высокую точность количественного анализа (лучше 5 %), локальность по глубине до 10 нм и являются неразрушающими. Необходимо отметить, что не существует универсального метода, который мог быть применен для всех комбинаций исследуемых материалов и давал бы при этом необходимую

точность измерений. Набор применяемых методов исследований всегда конкретен и определяется той задачей, которую необходимо выполнить [9].

Актуальность. Актуальность заключается в необходимости отладки методики комплексного исследования стехиометрии пленок сложного состава на основе методов ядерного анализа.

Цель работы. Целью работы является исследование тонких пленок со сложным составом методами ядерного анализа.

Задачи исследования. Для достижения поставленной цели была сформулирована и решена задача:

1) Применить методы ядерного анализа для изучения стехиометрии тонких пленок сложного состава.

Объект исследования. Объектом исследования являются образцы тонких пленок диоксида кремния с примесями легких и тяжелых элементов.

Предмет исследования. Основное внимание уделено комплексному применению методов ядерного анализа для исследования тонких пленок диоксида кремния с примесями легких и тяжелых элементов.

Научная новизна. Научная новизна проведенных исследований заключается в разработке методики комплексного исследования стехиометрии пленок сложного состава на основе методов ядерного анализа.

Положения, выносимые на защиту. Положениями, выносимыми на защиту, являются:

1) Предложена методика перевода толщины слоев образца из ат/см² в метрическую систему мер, позволяющая с высокой точностью оценивать толщину слоев образца при наличии значений плотности каждого слоя исследуемого образца.

2) Разработана комплексно-аналитическая методика исследования стехиометрии пленок сложного состава на основе методов ядерного анализа.

Методы исследования. Для достижения поставленной цели были использованы методы резерфордского обратного рассеяния, ядер отдачи и ядерных реакций. Для построения

моделей экспериментальных спектров применялось программное обеспечение *SIMNRA 7.01*, для построения глубинных профилей концентрации – *Microsoft Excel 2018*, для аналитических расчетов – *Mathcad 15*.

Практическая значимость. Результаты исследований могут быть широко использованы при разработке технологий изготовления полупроводниковых приборов.

Достоверность. Достоверность результатов исследований подтверждается предыдущими исследованиями в этой области.

Личный вклад автора. Автором совместно с научным руководителем и консультантом формулировались цель и задачи исследований, обсуждались пути их решения, анализировались результаты экспериментов, а также проводилось обобщение полученных результатов исследований.

Личный вклад автора заключается в выборе направлений исследований, организации экспериментов, получении экспериментальных данных и обработке экспериментальных спектров с помощью программного обеспечения *SIMNRA*.

Облучение образцов осуществлялось совместно с коллективом ЛНФ имени И. М. Франка ОИЯИ (Лаборатории Нейтронной Физики имени И. М. Франка Объединенного Института Ядерных Исследований) в городе Дубна на предоставленном оборудовании для экспериментов. Автор выражает благодарность старшему научному сотруднику ЛНФ ОИЯИ, доктору физико-математических наук Кобзеву Александру Павловичу за помощь в организации экспериментов, обработке экспериментальных спектров и формировании выводов касательно проведенных исследований.

Список публикаций. По теме диссертационной работы в соавторстве с консультантом опубликовано 4 статьи.

1 **Чиняков, А. А.** Исследование толщины и элементного состава пленок с помощью методики резерфордского обратного рассеяния / **А. А. Чиняков, В. В. Сохорева** // XIV Международная научно-практическая конференция «Электронные средства и системы управления»: Материалы докладов. – Томск: В-Спектр, Т. 1, 2018. – С. 43-46.

2 **Чиняков, А. А.** Определение глубинного профиля концентрации водорода и дейтерия с помощью

методики ядер отдачи / **А. А. Чиняков**, В. В. Сохорева // XIV Международная научно-практическая конференция «Электронные средства и системы управления»: Материалы докладов. – Томск: В-Спектр, Т. 1, 2018. – С. 40-43.

3 **Чиняков, А. А.** Применение методики ядерных реакций для определения процентного содержания кислорода в тонких пленках / **А. А. Чиняков**, В. В. Сохорева // Сборник избранных статей научной сессии ТУСУР по материалам Международной научно-технической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Научная сессия ТУСУР-2019». – Томск: В-Спектр, Т. 1, 2019. – С. 121-124.

4 **Чиняков, А. А.** Изучение элементного состава приповерхностных слоев твердых тел с использованием методики характеристического рентгеновского излучения / **А. А. Чиняков**, В. В. Сохорева // Сборник избранных статей научной сессии ТУСУР по материалам Международной научно-технической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Научная сессия ТУСУР-2019». – Томск: В-Спектр, Т. 1, 2019. – С. 118-120.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, теоретической главы, главы по изучению экспериментального оборудования и программного обеспечения, экспериментальной главы, заключения, списка литературы и пяти приложений. Объем диссертационной работы составляет 85 страниц машинного текста, включая 29 рисунков, 36 формул, 13 таблиц и список литературы из 60 наименований. В соответствии с поставленными задачами вся диссертационная работа разделена на три главы.

2 Краткое содержание магистерской диссертации (по главам)

Во **введении** обоснована актуальность работы, сформулирована цель и определены задачи исследования, обозначена научная новизна, показана практическая ценность выполненных исследований и полученных результатов, представлены основные положения, выносимые на защиту и краткий обзор структуры диссертации.

В **первой главе** проведен литературный обзор по существующим методам ядерного анализа (МЯА) твердых тел, а также возможностям этих методов. Приведено подробное описание методов, в частности методик резерфордовского обратного рассеяния, ядер отдачи и ядерных реакций. Метод резерфордовского обратного рассеяния (РОР) основан на регистрации рассеянных под большими углами падающих частиц, метод ядер отдачи (ЯО) – на регистрации выбитых из образца под малым углом рассеяния ядер отдачи, метод ядерных реакций (МЯР) – на регистрации гамма лучей и заряженных частиц из ядерных реакций в общем случае.

Во **второй главе** представлено описание экспериментального оборудования, использованного для проведения экспериментов, и программного обеспечения, использованного для анализа результатов экспериментов. Для облучения образцов твердых тел был применен электростатический генератор ЭГ-5, расположенный в ЛНФ имени И. М. Франка ОИЯИ в городе Дубна. Электростатический генератор ЭГ-5 предназначен для ускорения ионов до энергий от 0,9 до 3,1 МэВ. С помощью программного обеспечения *SIMNRA* была проведена обработка экспериментальных спектров. *SIMNRA* – это программное обеспечение для моделирования спектров обратно рассеянных ионов от поверхности образцов, а также вторичных процессов, протекающих при данном явлении. Наиболее достоверным считается такой модельный спектр, кинематические границы которого наиболее точно описывают границы экспериментального спектра. Для построения модельного спектра в программе используются три группы параметров: параметры эксперимента, калибровки и детектора.

В **третьей главе** приводится описание экспериментов, обсуждаются результаты, полученные в ходе комплексного исследования тонких пленок со сложным элементным составом с помощью методов ядерного анализа, экологические и экономические аспекты проведенных исследований.

С помощью метода РОР была исследована толщина пленок. Была разработана методика перевода толщины из ат/см² в метрическую систему мер, состоящая из трех этапов:

- 1) определение объема одной грамм-молекулы материала, из которого состоит исследуемый образец;
- 2) определение атомной плотности материала образца;
- 3) определение толщины слоя материала в метрической системе мер.

С целью отработки методики определения толщины пленок был получен спектр РОР диоксида кремния на кремниевой подложке, содержащего микропримеси тяжелых элементов с процентным содержанием менее 1%, представленный на рисунке 1.

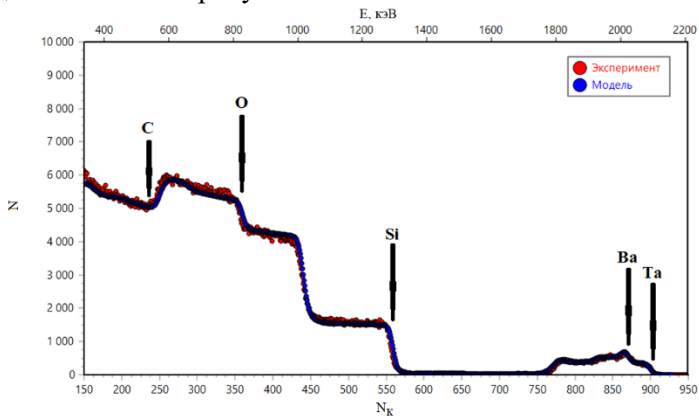


Рисунок 1 –Экспериментальный и модельный энергетические спектры РОР пленки диоксида кремния с примесями тяжелых элементов низкой концентрации

Согласно разработанной методике, толщина пленки была переведена в метрическую систему мер без учета влияния микропримесей тяжелых элементов. Толщина составила 1,41 мкм.

Присутствие водорода и дейтерия оказывает существенное влияние на свойства материалов полупроводниковой электроники. Для определения глубинного профиля концентрации водорода и дейтерия в образце существует методика ЯО. Для отработки методики определения глубинного профиля концентрации водорода и дейтерия были

получены спектры РОР и ЯО пленки диоксида кремния, содержащей примеси углерода, водорода и дейтерия.

На рисунке 2 представлены спектры РОР и ЯО образца, содержащего водород и дейтерий.

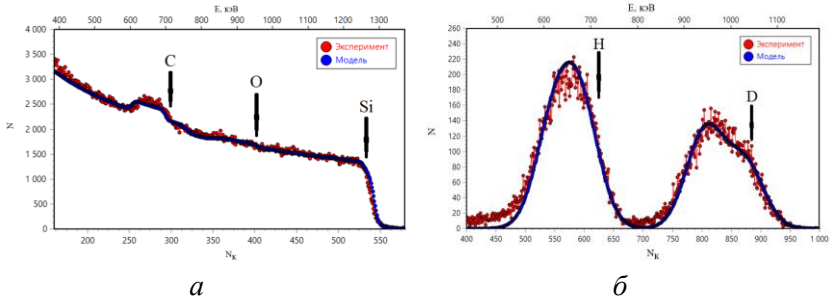


Рисунок 2 – Экспериментальные и модельные энергетические спектры пленки диоксида кремния, содержащей примеси углерода, водорода и дейтерия: а – экспериментальный и модельный спектры РОР; б – экспериментальный и модельный спектры ЯО

Калибровочные параметры спектра ЯО определяются в ходе калибровки спектра ЯО, кроме числа частиц на телесный угол. Данный параметр рассчитывается по специально разработанной методике, состоящей из четырех этапов:

- 1) определение телесного угла детектора РОР;
- 2) определение телесного угла детектора ЯО;
- 3) определение общего числа частиц;
- 4) определение числа частиц, падающих в пределах телесного угла детектора ЯО.

На рисунке 3а представлен глубинный профиль концентрации всех элементов в образце, на рисунке 3б – глубинный профиль концентрации водорода и дейтерия.

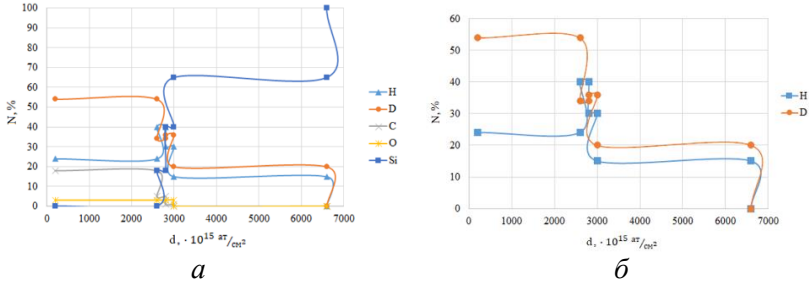


Рисунок 3 – Глубинные профили концентрации всех элементов в образце пленки диоксида кремния, содержащей примеси углерода, водорода и дейтерия: а – глубинный профиль концентрации всех элементов; б – глубинный профиль концентрации водорода и дейтерия

Видно, что концентрация в образце концентрация дейтерия преобладает над концентрацией водорода. Из профиля концентрации дейтерия в образце следует, что его концентрация на поверхности составляет 54 %, по мере углубления в образец уменьшается до 20 %, после чего уменьшается до нуля.

В рамках проведенных исследований МЯР был применен для определения концентрации и глубины, на которой находится максимальная концентрация кислорода в пленке диоксида кремния с примесями углерода и азота на кремниевой подложке. С образца кремниевой подложки с пленкой диоксида кремния с примесями углерода и азота были сняты 9 спектров при разных частотах магнитного поля в диапазоне от 27000 до 27375 Гц и, соответственно, при разных энергиях ионов He в пучке. Основной задачей на начальном этапе обработки экспериментальных спектров являлось определение энергии, соответствующей какой-либо частоте путем построения модельного спектра и его калибровки. Калибровка модельного спектра была проведена по спектру с максимальной частотой. При построении модельного спектра была отрегулирована начальная энергия ионов He по высоте кислородного пика, которая составила 3068 кэВ. Далее были определены энергии ионов для всех частот, после чего были построены модельные спектры для всех энергий. После построения модельных

спектров для всех энергий было выяснено, что при энергии 3045 кэВ наблюдается самая большая высота кислородного пика среди всех снятых спектров, что означает, что энергия 3045 кэВ является резонансной для кислорода. На рисунке 4 представлены экспериментальные и модельные спектры при энергиях 3045 кэВ и 3068 кэВ.

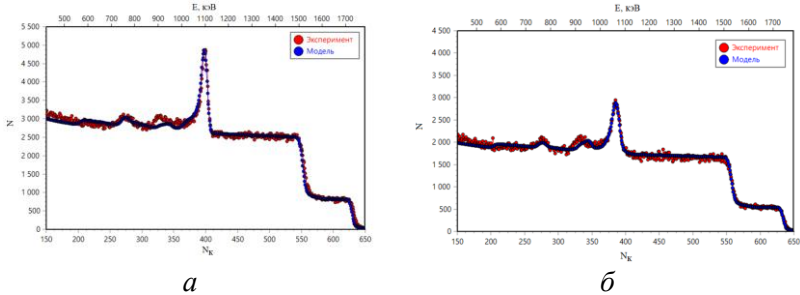


Рисунок 4 – Экспериментальные и модельные энергетические спектры при резонансной (3045 кэВ) и нерезонансной (3068 кэВ) энергиях ионов He: а – экспериментальный и модельный спектры при энергии 3045 кэВ; б – экспериментальный и модельный спектры при энергии 3068 кэВ

В поверхностном слое модели образца концентрация кислорода составила 15 %. Было определено, на какой толщине пленки поверхностная концентрация кислорода будет максимальной, то есть на какой толщине пленки концентрация кислорода равна 15 %. Для этого модель образца была изменена таким образом, чтобы высота расчетного кислородного пика составляла половину высоты экспериментального пика. На рисунке 5 представлен модельный спектр для определения глубины залегания максимальной концентрации кислорода в образце.

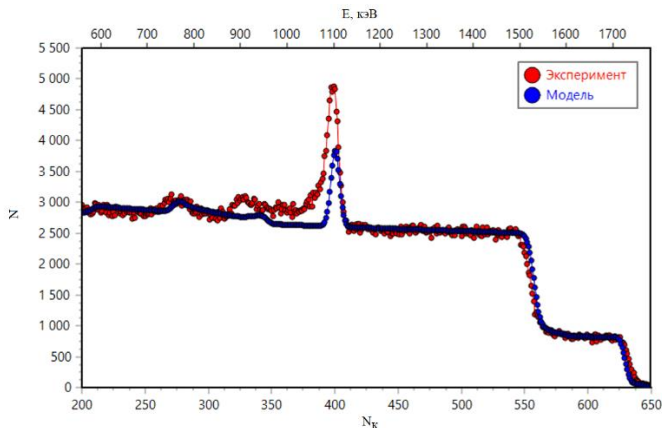


Рисунок 5 – Модельный спектр для определения глубины залегания максимальной концентрации кислорода в образце

Для определения глубины залегания максимальной концентрации кислорода в образце была применена методика перевода толщины из ат/см² в метрическую систему мер. Глубина, на которой будет находиться максимальная концентрация кислорода, в данном образце составила $230 \cdot 10^{15}$ ат/см² или 86,5 нм.

3 Основные результаты и выводы

В рамках исследований по теме диссертационной работы с помощью методов ядерного анализа были исследованы тонкие пленки со сложным элементным составом. Были сделаны следующие выводы:

1) разработанная методика комплексного исследования пленок сложного состава на основе методов ядерного анализа позволяет анализировать стехиометрию и толщину данных пленок;

2) предложенная методика перевода толщины слоев образца из ат/см² в метрическую систему мер позволяет с высокой точностью оценивать толщину слоев образца при наличии значений плотности каждого слоя исследуемого образца.

4 Список используемых источников при написании автореферата диссертации

1 Горшков, О. Н. Применение методов РОР и ХРИ для анализа элементного состава и структурного совершенства твердых тел: учебно-методическое пособие по программе повышения квалификации «Новые материалы электроники и оптоэлектроники для информационно-телекоммуникационных систем» / О. Н. Горшков, А. Н. Михайлов, В. К. Васильев. – Нижний Новгород: ННГУ им. Лобачевского, 2007. – 59 с.

2 Прикладная оптоэлектроника [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.technosphera.ru/lib/book/139?read=1> (дата обращения 01.06.2019).

3 Лебедев, В. М. Исследование модифицированных приповерхностных областей материалов и тонких пленок ядерно-физическими методами: автореф. дис. ... д. физ.-мат. наук: 01.04.01 / Лебедев Виктор Михайлович – Санкт-Петербург, 2010. – 34 с.

4 Физические методы исследования поверхности [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://surface.spbu.ru/ru/metody/metody-issledovaniya> (дата обращения 01.06.2019)

5 Ануфриев, Л. П. Технология изделий интегральной электроники / Л. П. Ануфриев, С. В. Бордусов, Л. И. Гурский, А. П. Достанко, А. Ф. Керенцев, Н. С. Ковальчук, А. О. Коробко, В. Л. Ланин, А. А. Осипов, Л. Я. Портнов, И. И. Рубцевич, Я. А. Соловьев, В. А. Солодуха, В. В. Становский. – Минск: БГУИР, 2009. – 379 с.

6 Физические методы исследования [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://site-285580.mozfiles.com/files/285580/15-L1_Sp-1.pdf (дата обращения 01.06.2019).

7 Ядерно-физические методы [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://helpiks.org/3-96751.html> (дата обращения 01.06.2019).

8 Лекции по физическим методам исследования [Электронный ресурс]. – Режим доступа:

https://swsu.ru/structura/up/fiu/tief/fizik/lek_fiz_met_him.pdf (дата обращения 01.06.2019).

9 Азаренков, Н.А. Ядерно-физические методы в материаловедении / Н.А. Азаренков, В.Г. Кириченко, В.В. Левенец, И.М. Неклюдов. – М.: ХФТИ им. Каразина, 2013. – 54 с.