

**Федеральное государственное бюджетное научное учреждение  
«Федеральный исследовательский центр «Красноярский научный центр  
Сибирского отделения Российской академии наук» (ФИЦ КНЦ СО РАН)**

**Институт физики им. Л.В. Киренского Сибирского отделения  
Российской академии наук – обособленное подразделение  
ФИЦ КНЦ СО РАН (ИФ СО РАН)**

На правах рукописи



Шевцов Дмитрий Валентинович

**Разработка сверхвысоковакуумного комплекса для получения и *in situ*  
исследования наноструктур методом спектральной  
магнитооптической эллипсометрии в широком температурном  
диапазоне**

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики

Научный руководитель:  
доктор физико-математических наук, доцент  
С.Н. Варнаков

Красноярск – 2019

## Оглавление

Введение .....	4
ГЛАВА 1 Обзор литературных данных по методам получения тонких пленок и исследования эллипсометрическими методами .....	10
1.1 Вакуумные методы получения плёночных структур .....	10
1.1.1 Методы ионно-плазменного распыления .....	11
1.1.2 Методы термического вакуумного испарения .....	13
1.2 Методы исследования тонких пленок и наноструктур, основанные на анализе изменения состояния поляризации при отражении .....	17
1.2.1 Отражательная эллипсометрия .....	17
1.2.2 Магнитооптические эффекты .....	19
1.2.3 Магнитоэллипсометрия .....	22
1.2.4 Возможности магнитоэллипсометрии при проведении температурных исследований .....	25
1.3 Технологические решения для проведения температурных эллипсометрических и магнитооптических исследований .....	29
1.4 Постановка задачи .....	35
ГЛАВА 2 Разработка тестовых систем нагрева и охлаждения образцов в температурном диапазоне 85–900 К .....	36
2.1 Тестовая система охлаждения с термостабилизацией в диапазоне от 85 до 470 К .....	37
2.2 Тестовая система нагрева .....	43
2.2.1 Поиск возможных решений создания системы нагрева .....	43
2.2.2 Моделирование процессов нагрева для разработанной тестовой конструкции держателя .....	47
2.3 Выводы к главе 2 .....	50
ГЛАВА 3 Разработка и изготовление специальной оснастки сверхвысоковакуумной камеры .....	52
3.1 Вакуумная камера .....	53
3.2 Напылительная система .....	56
3.3 Вакуумная откачная система .....	59

3.4 Система крепления спектрального магнитоэллипсометрического комплекса.....	62
3.5 Магнитная система.....	64
3.6 Манипулятор-держатель, обеспечивающий шлюзовую загрузку исследуемых структур и позволяющий проводить эллипсометрическую диагностику в широком диапазоне температур.....	67
3.6.1 Система шлюзовой загрузки и вакуумного затвора .....	69
3.6.2 Транспортная вакуумная система.....	71
3.6.3 Держатель образца.....	73
3.6.4 Система нагрева образца.....	74
3.6.5 Система подачи жидкого азота .....	75
3.7 Проведение испытаний специальной оснастки сверхвысоковакуумной камеры.....	76
3.7.1 Оценка работоспособности эллипсометрической системы.....	78
3.7.2 Оценка работоспособности системы нагрева и охлаждения.....	80
3.7.3 Оценка работоспособности напылительной системы .....	83
3.7.4 Тестирование работоспособности магнитной системы.....	88
3.8 Выводы к главе 3 .....	89
ГЛАВА 4 Тестирование разработанного магнитоэллипсометрического комплекса.....	94
4.1 Подготовка подложки SiO <sub>2</sub> /Si(100) .....	96
4.2 Синтез структуры Fe/SiO <sub>2</sub> /Si(100) .....	99
4.3 Проведение <i>in situ</i> спектральных эллипсометрических и магнито - эллипсометрических измерений в широком диапазоне температур .....	101
4.4 Выводы к главе 4 .....	109
Заключение .....	111
Благодарности .....	114
Список сокращений и условных обозначений .....	115
Список литературы .....	116

## Введение

### Актуальность темы исследования

Современные тенденции развития физики и технологии полупроводниковой индустрии в микро- и нанoeлектронике, проявляющиеся в переходе топологии функциональных элементов от микро размеров к нанометровой геометрии, требуют создания нового типа кластерного оборудования для синтеза и исследования свойств и процессов в искусственно создаваемых наноструктурах, а также усовершенствования существующих методов комплексной диагностики получаемых наноструктур [1]. В таких кластерных системах предъявляют повышенные требования как к средствам синтеза, так и к аналитическим средствам контроля параметров наноструктур непосредственно в процессе их подготовки и производства, то есть в условиях *in situ*.

В современном мире цифровых технологий с переходом к нанoeлектронике становится актуальной задача реализации всех возможных процедур – начиная от процесса загрузки подложки и заканчивая получением готового кристалла в едином нанотехнологическом комплексе, снабженном средствами обработки, синтеза и исследования структур на нанометровом уровне [2]. По мнению большинства авторитетных экспертов, междисциплинарные технологии, оперирующие объектами с нанометровыми линейными размерами, будут иметь революционное значение в ближайшем будущем [3]. В связи с этим для проведения исследований в области низкоразмерных структур незаменимым инструментом является сверхвысоковакуумный комплекс, ориентированный на исследование и модификацию объектов в нанометровом масштабе, используемый для создания упорядоченных гомо- и гетероструктур с атомарной точностью, а также устройств на их основе [4].

В последние годы серьезный интерес в физике представляет такое новое направление квантовой электроники, как спинтроника, основанное на

спин-поляризованном электронном транспорте [5]. Посредством различных технологий исследователи пытаются создавать для спинтроники новые разнообразные наноструктуры с необходимыми магнитными свойствами. Одними из таких новых материалов являются слоистые структуры «ферромагнитный металл/полупроводник», где в качестве металла могут использоваться Fe, Co, Ni, Mn, а в качестве полупроводниковых слоев – Si, Ge. В данных структурах важно уделять внимание формированию, составу и свойствам межслоевых интерфейсов. Однако интерес представляют не только свойства конечной структуры, но и возможность диагностики материалов в процессе их создания, которая позволила бы получать структуры с желаемыми характеристиками, синтезировать наноматериалы с управляемыми на атомном и субатомном уровне составом, структурой и свойствами. Для подобной диагностики хорошо зарекомендовал себя неразрушающий *in situ* метод анализа поверхности – отражательная спектральная эллипсометрия [6]. Кроме того, данная поляризационная оптическая методика позволяет производить и магнитооптический анализ тонких плёнок при помещении ферромагнитного образца во внешнее магнитное поле. Ранее [7] были показаны потенциальные возможности спектральной магнитоэллипсометрии для определения оптических и магнитооптических свойств тонких плёнок Fe. Осаждение плёнок Fe в данном случае производилось на окисленную поверхность монокристаллического кремния, и сама плёнка была поликристаллической.

Также хорошо известно, что информацию о квантовых состояниях поверхности, в том числе и ферромагнетика, можно получить при проведении измерений при низких температурах образца. Таким образом, актуальным является вопрос о создании *in situ* спектральных магнитоэллипсометрических систем с возможностью задания температуры образца в широком диапазоне.

Учитывая доминирующие позиции кремниевых технологий в современной микроэлектронике, создание ферромагнитных материалов на основе силицидов, производство которых потребует минимальных изменений существующих технологических процессов, для микроэлектронной промышленности является

логически оправданным. А в роли диэлектрического слоя может, как и прежде, широко использоваться диоксид кремния.

В связи с этим является актуальным развитие исследовательской аппаратуры, позволяющей в едином технологическом цикле синтезировать и *in situ* получать информацию о морфологии поверхности образца, его спектральных оптических и магнитооптических параметрах.

**Целью диссертационной работы** является разработка сверхвысоковакуумного комплекса, позволяющего в едином технологическом цикле проводить синтез и *in situ* исследование наноструктур методом спектральной магнитооптической эллипсометрии в широком температурном диапазоне.

### **Научная новизна**

1. Реализовано оригинальное конструктивное решение сверхвысоковакуумной ростовой камеры, особенностью которого является взаимное расположение систем эллипсометрических измерений, подведения внешнего магнитного поля и системы нагрева и охлаждения образца в едином исполнении, которое позволило в рамках одного эксперимента совместить не только возможность проведение *in situ* исследований оптических и магнитных свойств, сформированных наноструктур в широком диапазоне температур, но и задавать начальные условия формирования этих структур, таких как начальную температуру и величину магнитного поля в области образца в диапазоне 85–900 К и –6 до +6 кЭ соответственно.

2. С помощью разработанного сверхвысоковакуумного комплекса, позволяющего исключить влияние атмосферы на получаемые структуры, обеспечена возможность проведения *in situ* магнитооптических измерений и получения новых фундаментальных знаний, таких как, начало формирования магнитного состояния, температуры движения доменных стенок, определение условий смены типа роста при молекулярно-лучевой эпитаксии.

## **Практическая значимость работы**

1. Изготовленный напылительный сверхвысоковакуумный комплекс может быть применен в технологических процессах получения изделий нанoeлектроники, требующих сверхвысокого вакуума (порядка  $10^{-8}$  Па) и температурных режимов (от 85 К до 900 К).

2. Разработанная конструкция манипулятора-держателя и исследовательская методика дают возможность получения наноструктур с металлическими, полупроводниковыми и диэлектрическими слоями, совмещенными на одной подложке монокристалла кремния, для развития технологии изготовления устройств спинтроники на кремниевой основе.

Исследования по тематике диссертационной работы были поддержаны в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технического комплекса России на 2007-2013 годы», государственный контракт № 14.513.11.0016 от 11 марта 2013 г., и в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы», соглашение № 14.604.21.0002 о предоставлении субсидии от 17 июня 2014 г.

## **Апробация результатов работы**

Результаты, включённые в диссертацию, были представлены и обсуждались на всероссийских и международных конференциях:

V Ставеровских чтениях «Ультрадисперсные порошки, наноструктуры, материалы» 15-16 октября 2009 г. Красноярск; IV Байкальской Международной конференции «Магнитные материалы. Новые технологии» (VICMM-2010), г. Иркутск-2010; XIV Международной научной конференции, посвященной памяти генерального конструктора ракетно-космических систем академика М.Ф. Решетнева (10-12 ноября 2010, г. Красноярск); II-й Всероссийской научной конференции «Методы исследования состава и структуры функциональных материалов», МИССФМ-2 (г. Новосибирск,

Россия, 21-25 октября 2013 г.); VI Euro-Asian Symposium "Trends in MAGnetism" (EASTMAG-2016), August 15-19, 2016, Krasnoyarsk, Russia; 26th International Symposium "Nanostructures: Physics and Technology" 18-22 июня 2018, г. Минск, Беларусь.

В целом работа докладывалась на научных семинарах лаборатории физики магнитных явлений, отдела физики магнитных явлений Института физики им. Л.В. Киренского Сибирского отделения Российской академии наук – обособленного подразделения ФИЦ КНЦ СО РАН (Красноярск, 2019 г.).

На защиту выносятся следующие **основные положения**:

1. Реализованное конструктивное решение сверхвысоковакуумного технологического комплекса позволяет синтезировать наноразмерные структуры (толщиной 1–100 нм) с возможностью проведения *in situ* одноволновых и спектральных (300–900 нм) эллипсометрических исследований.

2. Созданная магнитная система позволяет в автоматическом режиме проводить *in situ* магнитоэллипсометрические исследования с разверткой по внешнему магнитному полю от –6 до +6 кЭ.

3. Созданная система манипулятора-держателя позволяет проводить *in situ* магнитоэллипсометрические исследования в температурном диапазоне 85–900 К.

4. Последовательность технологических операций, включающих в себя одновременное использование спектральной эллипсометрии, внешнего магнитного поля и поддержания заданной температуры позволяет проводить неразрушающую *in situ* магнитоэллипсометрическую диагностику наноразмерных структур в температурном диапазоне 85–900 К.



## **Публикации**

Основные результаты по теме диссертации опубликованы в 7 статьях. Из них в перечень ВАК РФ входят 6 статьи, опубликованные в рецензируемых журналах и индексируемых системой цитирования Web of Science или Scopus. Кроме того, 9 тезисов в сборниках трудов всероссийских и международных конференций и симпозиумов, 2 патента РФ, 2 свидетельства о государственной регистрации программы для ЭВМ.

## **Структура и объем диссертации**

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений и списка использованной литературы. Общий объем диссертации составляет 131 страниц, включая 45 рисунков и список литературы из 142 наименования.

## **ГЛАВА 1 Обзор литературных данных по методам получения тонких пленок и исследования эллипсометрическими методами**

Разнообразные тонкопленочные материалы и их композиции широко используются в различных отраслях техники, в научных исследованиях. Это связано, прежде всего, с тем, что тонкие пленки обладают свойствами, отличными от свойств материалов в массивном состоянии. Тонкими принято условно считать пленки, имеющие толщины от десятков нанометров до нескольких микрометров (обычно до 2–3 мкм) [8]. Весьма перспективное направление развития этой технологии – создание мультислойных пленочных структур, в которых можно реализовать новые специфические свойства всей структуры, используя различные материалы в отдельных слоях, а также особенности их взаимодействия на границах раздела.

Практически любые свойства тонких пленок, в том числе микроструктура, морфология поверхности, электрические и оптические свойства определяются условиями их формирования и могут быть изменены в процессе синтеза тонкопленочных структур. Причем различные методы синтеза обладают своими характерными особенностями.

### **1.1 Вакуумные методы получения плёночных структур**

Получение высококачественных тонких пленок слоев полупроводников, металлов и диэлектриков является необходимым условием для создания твердотельных приборов любого уровня сложности методами современной планарной технологии. В последние годы, благодаря интенсивным экспериментальным и теоретическим исследованиям, в области технологии синтеза тонких пленок достигнут значительный прогресс, так как современные технологии требуют создания многофункциональных материалов, обладающих комбинацией таких свойств, как: высокотемпературная устойчивость, специфические оптические,

электрические и магнитные свойства, износостойкость, ударная вязкость, способность изготавливать сложные формы и т.д. В зависимости от решаемых задач, в распоряжении исследователей имеются различные методики получения материалов такого типа, гарантирующие воспроизводимые и стабильные характеристики конечного устройства.

Одной из распространенных современных технологий создания наноструктур является технология синтеза с использованием вакуумных методов получения тонких плёнок, которая включает в себя метод термического испарения и ионно-плазменный способ распыления [9]. Наиболее востребованными в технологии получения тонких пленок являются методы синтеза пленок в вакууме или газовых средах, в основе которых лежат два основных физических процесса: испарение атомов либо молекул с поверхности конденсированного материала и выбивание атомов с поверхности мишени под действием потоков высокоэнергетических частиц [9, 10].

### **1.1.1 Методы ионно-плазменного распыления**

Методы ионно-плазменного распыления [9] оперируют с заряженными атомами (ионами) или молекулами. В этих методах атомы, покидающие распыляемую мишень за счет бомбардировки положительно заряженными ионами рабочего газа (аргона), переносятся на подложку, где конденсируются в виде пленки.

В этих методах для распыления диэлектрических мишеней для зажигания рабочей плазмы используется высокочастотное электрическое поле. В этом случае метод имеет название – высокочастотное диодное распыление. В некоторых случаях изготовления пленок со сложным составом (например, окислов, нитридов и т.д.), распыление ведут в активной газовой среде, в состав которой вводят активные газы: кислород, азот и т.д. Такой способ напыления пленок называют реактивным катодным распылением.

*Катодное распыление.* При катодном распылении используется явление разрушения катода (мишени) в результате его бомбардировки ионизированными молекулами разреженного рабочего газа (чаще всего, аргона). Оптимальные условия распыления подбирают, меняя соотношения между тремя величинами: расстоянием между катодом и анодом, приложенным напряжением и величиной парциального давления рабочего газа. В зависимости от числа электродов в распылительной системе, несущих дополнительную нагрузку (источника или ускорителя электронов) метод может иметь конструкцию диодного, триодного либо четырехэлектродного распылителя.

*Ионно-лучевой способ распыления.* Для ионного распыления материалов иногда применяют интенсивные (токи 50–60 А) ионные пучки, которые формируются во вспомогательных камерах, и оттуда диффундируют в главную распылительную камеру. В результате приложенного магнитного поля плазма выходит из ионизационной камеры в виде относительно узкого пучка. На мишень подается напряжение, ускоряющее ионы до энергий, достаточных для её распыления.

*Магнетронное распыление.* Отличительной особенностью метода магнетронного распыления от других методов ионного распыления является использование магнитного поля для увеличения плотности ионного тока на поверхности мишени. Присутствие магнитного поля позволяет локализовать плазму аномального тлеющего разряда вблизи распыляемой мишени, увеличить эффективность ионизации рабочего газа и значительно уменьшить его давление. За счет этих процессов удастся повысить чистоту технологии и качество пленочных образцов.

*Импульсно-плазменное распыление.* Принцип действия заключается в создании электрического разряда между охлаждаемым водой анодом и распыляемой мишенью, подмагниченной постоянным магнитом, например,  $\text{Co}_5\text{Sm}$ , за счет энергии конденсаторной батареи необходимой емкости, которая подключена к источнику постоянного тока. Разряд поддерживается в

парах распыляемой мишени. Бомбардировка мишени ионами за время их жизни приводит к распылению катода (мишени) с последующей конденсацией на подложке.

Можно выделить следующие преимущества методов ионного распыления:

- большая площадь распыляемой пластины материала – мишени, выполняющей функции источника атомов осаждаемого вещества, позволяет получить равномерные по толщине пленки на подложках больших размеров, что обеспечивает эффективную реализацию группового метода обработки;

- мишень представляет собой длительно не заменяемый источник материала (при толщине пластины 3 мм смена производится один раз в месяц при двухсменной работе), что облегчает автоматизацию, повышает однородность процесса;

- обеспечивается высокая адгезия пленки к подложке благодаря большой энергии конденсирующихся атомов;

- получение пленок из тугоплавких металлов протекает без перегрева вакуумной камеры;

- возможно получение окисных, нитридных и других пленок, в том числе легированных, в результате химических реакций атомов распыляемого металла с вводимыми в камеру газами;

- можно проводить окисление плазменным анодированием.

Недостатком считается загрязнение пленок атомами аргона.

### **1.1.2 Методы термического вакуумного испарения**

Термическое испарение в вакууме – наиболее распространённый метод получения тонких плёнок [9]. Суть метода состоит в том, что испаряемое вещество, из которого синтезируют пленку, должно быть предварительно расплавлено и переведено в парофазное состояние в вакууме; на пути образующегося пучка молекул пара помещают подложку, на которой и

образуется плёнка. По физическому характеру способа перевода материала в парообразное состояние термические методы вакуумного испарения можно разделить на следующие [9]:

*Резистивный способ нагрева.* Метод заключается в нагреве материала до его испарения путем пропускания электрического тока через специально изготовленную конструкцию (испаритель). Необходимая для испарения мощность определяется электрическим сопротивлением испарителя и подаваемым на него напряжением. Резистивный нагрев распыляемого материала осуществляется джоулевым теплом. Наиболее чистый поток испаряемого материала получается при отсутствии контакта расплавленного металла с испарителем. Такой бесконтактный нагрев возможен при использовании в качестве резистивных испарителей проволок и лент. При контактном нагреве передача теплоты от резистора к распыляемому материалу осуществляется через стенку тигля (лодочки).

*Лазерное испарение.* Способ изготовления пленок с помощью лазерного испарения относится к традиционным термическим вакуумным методам. Однако по сравнению с другими термическими методами получения тонкопленочных образцов (термического резистивного испарения, электронной бомбардировки с кольцевым катодом, электронно-лучевой пушки и т.д.) метод нанесения пленок с помощью лазерного излучения обладает рядом особенностей, основная из которых – высокая скорость испарения.

*Электронно-лучевое испарение.* Разогрев материала до температуры испарения в этом методе осуществляется сфокусированным потоком электронов и ускоренным положительным потенциалом, приложенным к навеске.

*Метод электронной бомбардировки с кольцевым катодом.* Принцип метода электронной бомбардировки заключается в разогреве металлического тигля бомбардировкой электронами. Через катод в виде кольца вокруг тигля пропускается ток накала, вызывая его нагрев и тем самым эмиссию

электронов. Электроны эмиссии под действием ускоряющего постоянного напряжения, приложенного между этим катодом и тиглем, бомбардируют тигель, изготовленный из тугоплавкого металла (Мо либо W), разогревая его и навеску испаряемого материала до температуры испарения последней.

*Метод молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ).* В данном методе тонкие монокристаллические слои формируются на нагретой монокристаллической подложке за счет реакций между молекулярными или атомными пучками и поверхностью подложки. Высокая температура подложки способствует миграции атомов по поверхности, в результате которой атомы занимают строго определенные положения. Этим определяется ориентированный рост кристалла формируемой пленки на монокристаллической подложке. Успех процесса эпитаксии зависит от соотношения между параметрами решетки пленки и подложки, правильно выбранных соотношений между интенсивностями падающих пучков и температуры подложки. Когда монокристаллическая пленка растет на подложке, отличающейся от материала пленки, и не вступает с ним в химическое взаимодействие, то такой процесс называется *гетероэпитаксией*. Когда подложка и пленка по химическому составу не отличаются или незначительно отличаются друг от друга, то процесс называется *гомоэпитаксией* или *автоэпитаксией*. Ориентированное наращивание слоев пленки, которая вступает в химическое взаимодействие с веществом подложки, называют *хемоэпитаксией*.

В зависимости от природы источников, используемых для формирования атомных или молекулярных пучков, различают следующие виды МЛЭ:

- «Классическая» МЛЭ, основанная на использовании твердотельных (твердофазных) источников, например, галлия или кремния, испарение которых происходит либо за счет резистивного разогрева тигля, либо за счет испарения материала при облучении электронным пучком электронно-лучевой пушки [11, 12, 13, 14, 15].

- МЛЭ, основанная на использовании газофазных источников. При данном типе синтеза разложение газа на составные компоненты может происходить как в разогретой части тигля, например, разложение арсина на мышьяк и водород, так и непосредственно на разогретой поверхности подложки, например, разложение триметил галлия на галлий и радикал метила [16].

Качество пленок, получаемых данными способами, зависит от многих факторов. Наиболее существенно влияют величина вакуума и его качество (наличие остаточных газов), чистота подложек, а также способ нагрева испаряемого материала. Возможности метода по получению пленок высокого качества с воспроизводимыми свойствами значительно увеличиваются при обеспечении условий сверхвысокого вакуума (СВВ), создании автоматизированных систем управления и использовании подложек и материала для испарения с минимальным количеством примесей.



## **1.2 Методы исследования тонких пленок и наноструктур, основанные на анализе изменения состояния поляризации при отражении**

### **1.2.1 Отражательная эллипсометрия**

В последние десятилетия в роли неразрушающего *in situ* метода анализа поверхности хорошо зарекомендовала себя отражательная одноволновая и спектральная эллипсометрия [17].

Под термином «эллипсометрия» понимают оптический метод исследования поверхностей или объемных сред, который основан на анализе амплитудных и фазовых изменений световой волны при ее взаимодействии с исследуемым объектом. В более широком смысле об эллипсометрии говорят как о разделе оптики, в котором рассматривается взаимодействие поляризованного света с отражающей поверхностью или слоистыми структурами. В некоторых случаях анализируют поляризационные свойства волны, прошедшей через среду. В этом случае имеют ввиду эллипсометрию пропускания. Однако чаще приходится иметь дело с волной, отраженной от поверхности образца; в этом случае говорят об отражательной эллипсометрии. Спектральный диапазон, в котором используются идеи и принципы метода эллипсометрии очень широк и применяется в области от микроволнового излучения до мягкого рентгеновского. Но наиболее часто эллипсометрические исследования проводятся в спектральном диапазоне 220–1000 нм, что соответствует энергии фотона 1.2–6 эВ (ближний инфракрасный, видимый и ближний ультрафиолетовый диапазоны) [18].

На сегодняшний день эллипсометрические исследования находят широкое применение в различных областях научных знаний: в микро- и нанoeлектронике, физике полупроводников и физике твёрдого тела, в оптике, электрохимии, химии полимеров, биологии, медицине и в других. Широкое применение эллипсометрия находит также в наукоёмких технологиях в качестве экспрессного и неразрушающего метода их контроля. Возможности эллипсометрии и возрастающий интерес к ней подкрепляются, с одной

стороны, развитием аппаратной базы, постоянным совершенствованием экспериментальных приёмов, с другой – развитием методического и программного обеспечения, созданием новых, более эффективных алгоритмов решения обратных задач и интерпретации результатов измерений.

Анализ, проводимый при нескольких углах падения и для нескольких длин волн, так называемый метод многоугловой спектральной эллипсометрии, позволяет одновременно определять показатель преломления материала пленок –  $n(\lambda)$ , геометрическую толщину пленок  $d$  и коэффициент поглощения в зависимости от длины волны  $k(\lambda)$  с достаточно высокой точностью. Основное уравнение эллипсометрии, связывающее между собой эллипсометрические параметры  $\Psi$  и  $\Delta$ , характеризующие относительный коэффициент отражения и называемые поляризационными углами отражающей системы, с комплексными значениями коэффициентов отражения по амплитуде  $R_p$  и  $R_s$  для  $p$ - и  $s$ -поляризованного света записывается в виде [19]:

$$r = \frac{R_p}{R_s} = \operatorname{tg} \psi e^{i\Delta}, \quad (1)$$

При решении обратной задачи эллипсометрии по измеренным величинам  $\Psi$  и  $\Delta$  на основе выбранной модели определяются оптические параметры исследуемой системы (например, толщина и показатель преломления пленки на подложке). Для того чтобы верно интерпретировать спектральные эллипсометрические измерения, необходимо описать с помощью какой-либо выбранной модели дисперсию оптических постоянных отражающей поверхности. Выбор моделей оптических постоянных достаточно разнообразен и зависит от типа материала, спектрального диапазона, энергии фотона и других различных факторов [18].

## 1.2.2 Магнитооптические эффекты

Магнитооптику можно охарактеризовать как раздел оптики, изучающий явления, возникающие в результате взаимодействия оптического излучения с веществом, находящимся в магнитном поле. При наличии магнитного поля происходит изменение дисперсионных кривых коэффициента поглощения и показателя преломления, а также приводит к появлению или изменению оптической анизотропии среды. Как правило, магнитооптические эффекты, являются прямым или косвенным следствием расщепления уровней энергии системы (снятия вырождения) во внешнем магнитном поле [20]. Непосредственно это расщепление проявляется в эффекте Зеемана – расщеплении в магнитном поле спектральных линий оптических переходов. Все прочие магнитооптические эффекты являются следствием эффекта Зеемана и связаны с особенностями поляризации оптических переходов и с закономерностями распространения света в среде, обладающей дисперсией [21].

Классифицировать магнитооптические эффекты можно различными способами [22]. Можно разделить их на эффекты, наблюдающиеся на проходящем через магнитное вещество свете, и эффекты влияния на отраженный от вещества свет (эффект Керра). Можно также провести деление магнитооптических эффектов на продольные и поперечные по характеру распространения света относительно вектора намагниченности  $M$ . К разновидности продольных магнитооптических эффектов относится эффект Фарадея и эффекты при полярном и меридиональном намагничивании, к поперечным – эффект Фохта и эффекты при экваториальном намагничивании. Стоит отметить, что важным также является деление магнитооптических эффектов на эффекты с четной и нечетной намагниченностью. Из перечисленных выше эффектов квадратичными по намагниченности являются эффект Фохта и ориентационный магнитооптический эффект, остальные же эффекты в первом приближении

зависят от намагниченности линейно.

Для исследования магнитооптических свойств объемных образцов и тонких пленок на непрозрачных подложках часто используется методика на основе эффекта Керра [19] – магнитооптического эффекта, заключающегося в том, что при отражении линейно поляризованного света от поверхности намагниченного материала наблюдается вращение плоскости поляризации света, и свет становится эллиптически поляризован.

В зависимости от направления вектора намагниченности  $M$  по отношению к плоскости падения света различают всего три (рисунок 1.1) независимые геометрии измерительной схемы для поверхностного магнитооптического эффекта Керра [21]: полярная, меридиональная и экваториальная. В полярном эффекте Керра вектор намагниченности перпендикулярен отражающей плоскости плёнки и лежит параллельно нормали к поверхности образца. В меридиональном эффекте Керра вектор намагниченности лежит как в плоскости пленки, так и в плоскости падения луча. Полярный и меридиональный эффекты Керра проявляются во вращении плоскости поляризации и в появлении эллиптичности отраженного от магнитного вещества линейно-поляризованного света. Оба эффекта родственны эффекту Фарадея, так как обусловлены круговым дупреломлением света.

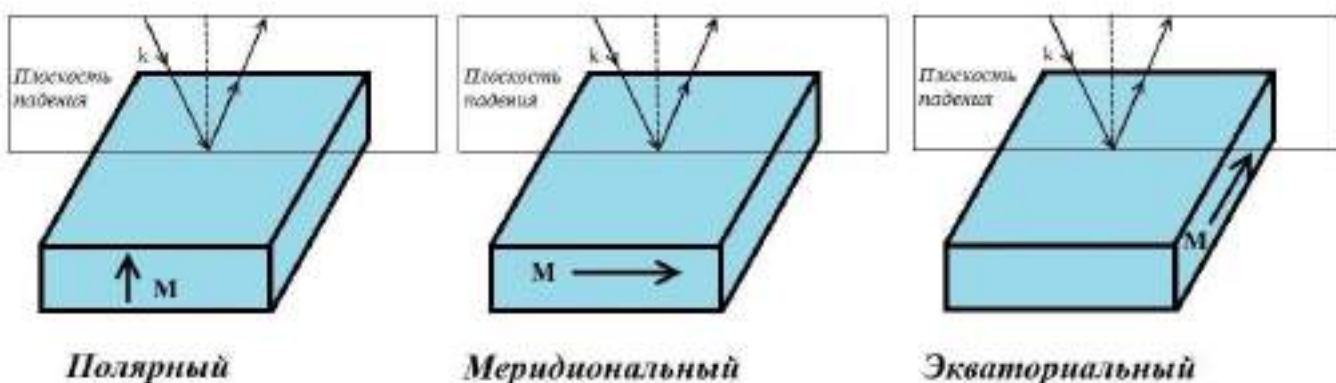


Рисунок 1.1 – Геометрия магнитооптического эффекта Керра.

$M$  – вектор намагниченности,  $k$  – волновой вектор

В экваториальном эффекте Керра вектор намагниченности также лежит в плоскости плёнки, но перпендикулярен плоскости падения света. Данный эффект проявляется в изменении интенсивности и сдвиге фазы линейно-поляризованного света, отраженного магнитным веществом. Экваториальный эффект Керра позволяет проводить измерения магнитных характеристик вещества, которые возможно определить из петли гистерезиса и кривых намагничивания.

При практическом применении в конкретной геометрической реализации магнитооптического эффекта Керра, полярный и меридиональный эффекты составляют группу продольных магнитооптических эффектов, которые достаточно сложно реализовать на практике. Особенно, если используются большие углы падения света на образец по отношению к его нормали. Полярный и меридиональный эффекты Керра проявляются во вращении плоскости поляризации света и в появлении эллиптичности отражённого от намагниченного образца линейно-поляризованного света [20]. На практике реализовать экваториальный эффект Керра значительно проще, чем полярный и меридиональный. Так как при его реализации возможно использование различных углов падения света без существенных ограничений.

На рисунке 1.2 представлена распространённая измерительная схема, в которой реализовано измерение экваториального магнитооптического эффекта Керра [23].

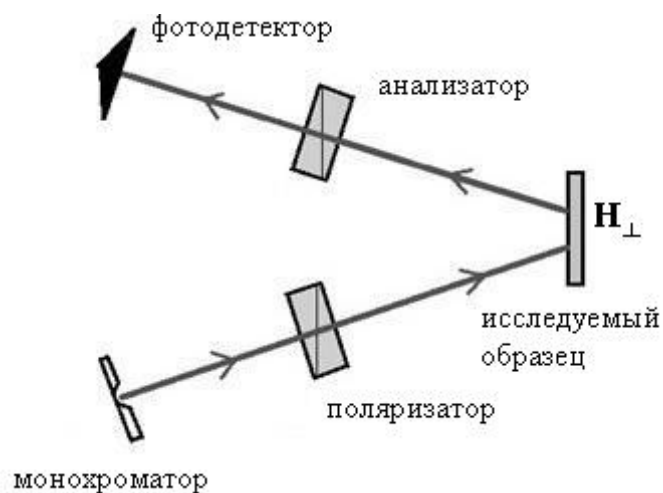


Рисунок 1.2 – Измерительная схема экваториального магнитооптического эффекта Керра [23]

В данной схеме основными оптическими элементами являются [24]: источник света (монохроматор), поляризатор, анализатор, детектор света и образец. Принцип работы такой оптической схемы заключается в следующем. Монохроматический свет после прохождения через поляризатор приобретает *p*-поляризацию, отражается от образца и далее проходит через призму анализатора на фотодетектор. При намагничивании образца свет, отражённый от его поверхности, будет испытывать изменения амплитуды и фазы, и в зависимости от степени намагничённости образца на фотодетекторе будет изменяться интенсивность падающего света. Для анализа изменений фазы отраженного света применяются дополнительные фазомодулирующие элементы, которые располагают между образцом и анализатором.

### 1.2.3 Магнитоэллипсометрия

Магнитоэллипсометрия – достаточно новый и активно развивающийся метод исследования, основанный на расширении классической эллипсометрии приложением к образцу магнитного поля.

Основной задачей магнитоэллипсометрии является полное определение всех компонент тензора диэлектрической проницаемости (ТДП) материала, в котором диагональные компоненты отвечают за традиционные показатели преломления и поглощения (или комплексный показатель преломления  $N$ ), а недиагональные связаны с магнитооптическими эффектами (через комплексный параметр Фохта  $Q$ ) [25]. Кроме этого, если известны все компоненты данного тензора, то можно рассчитать любой магнитооптический эффект. При исследовании частотных зависимостей мнимых частей диагональных и недиагональных компонент ТДП можно сделать выводы о зонной структуре исследуемого образца. При этом одно из преимуществ магнитооптических методов исследования энергетической структуры перед оптическими заключается в возможности разделения вклада левой и правой спиновых подзон. Именно это позволило построить общепринятую в настоящее время модель зонной структуры ферромагнитного никеля с обратным порядком уровней [26, 27]. Использование магнитоэллипсометрии с фокусировкой зондирующего пучка позволяет наблюдать доменную структуру с микронным разрешением в сканирующем режиме, что дает возможность исследовать магнитные микрообъекты, такие как рабочая зона магнитных головок, доменные границы и т. д. [22, 28, 29, 30, 31]. Таким образом, магнитоэллипсометрические методы исследования дают более полную информацию о свойствах образца, нежели классические эллипсометрические и магнитооптические методы по отдельности.

Авторами работы [32] был предложен алгоритм расчета  $N$  и  $Q$  по результатам спектральных измерений контраста интенсивностей света, отражённого при различных положениях поляризатора и анализатора спектрального эллипсометра при перемагничивании образца. Оптические и магнитооптические параметры вычисляются на каждой длине волны, что даёт возможность построить энергетические зависимости магнитного кругового дихроизма (МКД) и, тем самым, определить межзонные спин-

зависимые переходы электронов ферромагнетика. При низкотемпературных измерениях МКД обычно увеличивается амплитуда магнитооптического сигнала по отношению к шуму, как следствие, становятся видны дополнительные пики и малозаметные при комнатной температуре особенности магнитооптических спектральных кривых, что в принципе позволяет проводить более качественный анализ электронной структуры исследуемого образца.

Для проведения спектральных измерений в работе [32] используется линейный массив фотодетекторов с предустановленным спектрометром. Такой подход обеспечивает высокие показатели по быстродействию измерительной схемы при проведении магнитооптических измерений, но одновременно затрудняет проведение прецизионных эллипсометрических измерений [33].

Более того, использование линейного массива фотодиодов связано с возможным выходом из строя одного или нескольких фотоприемных ячеек и последующим искажением экспериментальных результатов. Поэтому в случае отсутствия требований к высокому быстродействию измерительной схемы более эффективным подходом является использование принципа четырехзонных эллипсометрических измерений [33] и монохроматора в оптической схеме эллипсометра.

Если для магнитооптических измерений применяется эллипсометр, то эллипсометрические измерения проводятся по обычному алгоритму, с тем исключением, что под действием магнитного поля измеренные эллипсометрические углы изменяются в большую или меньшую сторону (зависит от направления намагниченности) на малую величину  $\delta\Psi$  и  $\delta\Delta$ . Причем для каждой длины волны света максимальные величины  $\delta\Psi$  и  $\delta\Delta$  при насыщении образца имеют разные значения, что обусловлено влиянием электронной плотности состояний [34].



#### 1.2.4 Возможности магнитоэллипсометрии при проведении температурных исследований

Эллипсометрические измерения наноструктурированных объектов с использованием температурных воздействий на образец уже довольно давно представляют большой интерес для понимания физических свойств таких структур. В работе [35] упоминаются исследования начала XX века, в которых анализировались температурные зависимости Керровского вращения на многих ферромагнитных соединениях вплоть до точки Кюри и упоминается, что вращение с ростом температуры убывает и исчезает в точке Кюри. Однозначная связь с намагниченностью была установлена Носковым [36] экспериментально на сплавах никеля с медью различной концентрации. Таким образом, метод дает возможность определять абсолютное намагничивание из оптических измерений.

Проведённые исследования морфологии поверхности и магнитных свойств GaAs, облученного ионами марганца методами атомно-силовой микроскопии и магнитооптического эффекта Керра при комнатной температуре в работе [37], показали, что ферромагнетизм имеет место в приповерхностных слоях имплантированного полупроводника, подвергнутого термическому отжигу в диапазоне 988–1023 К. Магнитные свойства слоев связаны с эволюцией системы кластеров субмикронных размеров в GaAs:Mn.

В работе [38] сообщается о происхождении аномальной температурной зависимости коэрцитивной силы, наблюдаемой в некоторых мягких ферромагнетиках при изучении магнитных и электронных свойств пленок FeZr, легированных с помощью ионной имплантации H, He, B и C.

Как правило, коэрцитивность и магнитная анизотропия уменьшаются с увеличением температуры, как следствие снижения обменного взаимодействия и спин-орбитального взаимодействия [39]. Тем не менее, в двухфазных системах, состоящих из нанокристаллитов, случайным образом

распределенных в магнитной аморфной матрице, увеличение коэрцитивной силы с ростом температуры наблюдается вблизи температуры перехода к мягкой аморфной фазе. [40, 41, 42]. В других материалах тоже обнаруживают спорные механизмы [43, 44] и аномалии [45, 46, 47, 48] температурной зависимости коэрцитивной силы. С фундаментальной точки зрения важно понимать, как анизотропия может изменяться с ростом температуры. Кроме того, контроль температурной зависимости коэрцитивной силы может оказаться полезным, например, в спинтронных или высокочастотных магнитных устройствах, для которых требуется хорошая термическая стабильность коэрцитивности.

Авторами [49] представлены результаты исследования микроволновой восприимчивости спинового клапана  $\text{Py}/\text{Co}/\text{Cu}/\text{Co}/\text{MnIr}$  в широком диапазоне температур (5–450 К) и в зависимости от магнитной конфигурации. Получены спектры действительной и мнимой части микроволновой восприимчивости образца при приложении поперечного магнитного поля. Квазистатические магнитные свойства пленок были изучены с помощью меридионального и полярного магнитооптического эффекта Керра. Были получены частоты ферромагнитного резонанса для диапазона температур от 5 К до 450 К при различных магнитных полях [50]. Определено, что намагниченность почти не зависит от температуры. Обменное смещение уменьшается в три раза (от 100 мТл до 30 мТл) в исследуемом интервале температур. Рассмотрены случаи расположения магнитных слоев параллельно и антипараллельно друг другу.

В работе [51] говорится об исследовании перемагничивания в нанонитях  $\text{Co}$  и  $\text{NiFe}$  разной толщины. Петли магнитного гистерезиса, по которым рассчитывалась коэрцитивность, были получены с помощью системы измерения магнитооптического эффекта Керра при варьировании температуры (2–325 К).

Исследование с помощью *in situ* поверхностного магнитооптического эффекта Керра магнитных свойств ультратонких пленок  $\text{Co}$  на поверхностях

Ge(111) и Ge(100) показано в [52]. Рассмотрены гистерезис и интенсивность эффекта Керра в процессе роста пленки в зависимости от температуры и её толщины. Обнаружены три магнитные фазы пленок Co/Ge(111) в диапазоне температур подложки от 200 до 400 К и толщин слоя Co от 1 до 30 монослоёв: неферромагнитная фаза, обусловленная диффузией атомов Ge в интерфейсе Co; неферромагнитная фаза, связанная с тем, что температура Кюри пленки ниже температуры измерения; ферромагнитная фаза. Исследовано влияние температуры подложки на рост структуры, толщину и состав формируемых слоев.

Оценка корреляции морфологии и магнитных свойств многослойных структур Fe/Si в широком диапазоне температур ( $5 < T < 800$  К) показана в [53], где с помощью измерения меридионального магнитооптического эффекта Керра определен тип магнитных доменов при комнатной температуре. В результате анализа отношения остаточной намагниченности к намагниченности насыщения и поля насыщения, полученного из петли гистерезиса, снятой при температуре 5 К, определен тип межслойного обменного взаимодействия. Были исследованы кривые намагниченности в зависимости от температуры в процессе *in situ* отжига. Также было показано наличие необратимого теплового процесса при увеличении температуры от 300 К до 450 К, не замеченного ранее в этом виде систем. При температуре выше 450 К происходит необратимое образование парамагнитных Fe-Si фаз.

Еще одной актуальной проблемой технологии является отсутствие надежного контроля температуры образца в условиях сверхвысокого вакуума, так как температура образца может существенно отличаться от показаний контактной термопары, особенно в процессе нагрева или охлаждения. Поэтому особый интерес представляют бесконтактные оптические методы контроля [54], в частности, метод эллипсометрии [55, 56, 57, 58], поскольку в этом случае измеряется температура непосредственно исследуемой поверхности без регистрации теплового излучения самого образца, в отличие от пирометрических методов. О технике

измерения физической температуры образца по температурным изменениям его оптических свойств сообщается в патенте [RU 2660765 С 1. Опубликовано: 09.07.2018. Бюл. № 19], где заявлен способ бесконтактного измерения температуры *in situ* [59]. Способ состоит в том, что образец освещают поляризованным светом и измеряют изменение интенсивности при отражении. В процессе измерения регистрируют отраженное от поверхности образца электромагнитное излучение с длиной волны в диапазоне 300–900 нм. Далее анализируют изменение интенсивности после отражения и находят температуру, решая уравнение:  $M(T) = F(T)$ , где  $M(T)$  – среднее арифметическое данных об интенсивности со всех четырех фотоприемников эллипсометра, зависящее от температуры, а  $F(T)$  – функция, вид которой зависит от исследуемого материала. Предложенный способ позволяет измерять температуру образца от температуры 4 К до его термического разрушения.

Возможность создания высокочувствительного эллипсометрического метода для контроля температуры поверхности образцов в сверхвысоком вакууме рассматривается в работе [60]. Метод основан на зависимости фазовой толщины исследуемого слоя от температуры. Проведенные измерения на слоях ZnTe показывают, что коэффициенты чувствительности для эллипсометрических углов составляют 0.1 и  $0.5^\circ$  соответственно на градус температуры.

Принципы, особенности и ограничения ряда новых бесконтактных методов определения температуры твердого тела рассматриваются в работе [61]. Здесь отмечено, что известны единичные попытки применить эллипсометрию для температурных измерений в разрядах [62]. Препятствием для широкого использования метода является высокая чувствительность эллипсометрических параметров  $\Psi$  и  $\Delta$  к состоянию поверхности (шероховатость, тонкие пленки). Шероховатость поверхности приводит к разбросу углов падения зондирующего пучка даже при одинаковой обработке поверхности как от образца к образцу, так и по площади одного

кристалла [63]. Мало изучено влияние на эллипсометрические параметры электрических полей, действующих в приповерхностном слое образца в плазме. Поскольку в процессе плазменного воздействия происходит модификация и зарядка поверхности, требуется выделять ту часть сигнала, которая связана с температурой. Для этого необходимы дополнительные данные о состоянии поверхности в разряде, что существенно усложняет задачу. Поэтому метод эллипсометрии не приобрел пока существенного значения для термометрии в плазме.

Метод эллипсометрии иногда применяется для измерения температуры кристаллов [64], но большая чувствительность к состоянию поверхности (наличие сверхтонких пленок, шероховатость и т.д.) препятствует его широкому распространению в термометрии [65]. Указано, что температурная чувствительность измеряемых эллипсометрических параметров  $\Psi$  и  $\Delta$  невелика: для кремния на длине волны 0.63 мкм при угле падения  $70^\circ$  изменения составляют  $\delta\Psi = 1.7^\circ$  и  $\delta\Delta \approx 1^\circ$  в диапазоне 300–800 К (к такому же изменению угла  $\Delta$  приводит адсорбция пленки толщиной около 1 нм).

Кроме того, в работе [66] быстродействующая лазерная эллипсометрия использовалась для наблюдения за структурными изменениями в пленках  $\text{SiO}_2$ , имплантированных ионами  $\text{Ge}^+$ , в реальном времени в процессе их высокотемпературного отжига.

### **1.3 Технологические решения для проведения температурных эллипсометрических и магнитооптических исследований**

Проведенный анализ литературы показывает, что реализация возможности изменения температуры образца в едином технологическом цикле от криогенных температур ( $\sim 85$  К) до высоких ( $\sim 1200$  К) расширяет возможности исследователя в изучении физических свойств материалов, а также эффектов, инициируемых изменением температуры. Такими потенциальными возможностями являются: 1) контроль технологии отжига,

протекания межслоевых реакций в различных наноструктурах путем измерения спектрограмм диагональных компонент тензора диэлектрической проницаемости от температуры; 2) поверхностно-чувствительный анализ фазовых превращений для исследования температуры синтеза и распада различных материалов, определения температуры Кюри и фазового состава тонкопленочных ферромагнетиков; 3) анализ спин-поляризованной плотности электронных состояний в ферромагнетике путем измерения спектральной зависимости недиагональных компонент тензора диэлектрической проницаемости при низких температурах [67]; 4) анализ положения критических точек зоны Бриллюэна как функции температуры в полупроводниковых силицидах при исследовании электрон-фононного взаимодействия [68]; 5) получение информации о влиянии интерфейса пленки с подложкой на спиновую поляризацию электронов проводимости через температурные зависимости амплитуд полос поглощения магнитного кругового дихроизма в ферромагнитных силицидах [67, 69]; 6) прогнозирование свойств материала в условиях больших перепадов температур в электронных устройствах нового поколения для потребностей аэрокосмической отрасли.

Проведение *in situ* эллипсометрического и магнитооптического анализа образца при различных температурах в диапазоне 85–900 К сопряжено с рядом технологических трудностей, одна из которых – это создание комбинированной системы охлаждения-нагрева и контроля температуры образца с одновременным подведением к нему однородного магнитного поля высокой интенсивности более 1 кЭ. Например, в работе [70] авторы создали гибридную установку с гелиевым охлаждением образца, который располагается в высоком вакууме между кольцами Гельмгольца с напряженностью рабочего магнитного поля 400 Э. Однако представленная конструкция не позволяет исследовать образец без извлечения его на воздух из технологической камеры, высокие температуры ограничены значением 800 К, а спектральный диапазон составляет от 220 до 790 нм.

Детальный анализ мировой научной и научно-технической литературы не выявил наличия информации о прототипах установок, сочетающих в себе технологическую возможность синтеза низкоразмерных структур и *in situ* магнитооптическую эллипсометрию с диапазоном рабочих температур образца 85–900 К. Но при этом позволил установить наиболее распространенные в мире технологии нагрева и охлаждения полупроводниковых подложек в условиях специальной среды или вакуума. В частности, установлено, что для быстрого нагрева больших кремниевых пластин чаще используется метод радиационного нагрева, как обеспечивающего наилучшую однородность температуры образца по его поверхности [71, 72, 73].

Подробный анализ технических решений, позволяющих проводить эллипсометрические измерения в широком диапазоне температур, выявил следующее:

– разработан поляриметр для измерения полного состояния поляризации света в широком спектральном диапазоне [RU2474810, G01N21/21, опубл. 11.10.2012]. Исходный световой луч пропускается через непрерывно вращаемую первую фазовую пластину, через непрерывно вращаемую вторую фазовую пластину и через неподвижный линейный поляризатор, после чего попадает на детектор. Измеряется временная зависимость интенсивности прошедшего через поляризатор светового луча. Состояние поляризации светового луча, характеризуемое четырьмя параметрами Стокса, определяется по результатам Фурье-анализа периодической временной зависимости интенсивности. Показано, что соотношения скоростей вращения фазовых пластин и их толщины могут быть выбраны таким образом, что рабочий диапазон поляриметра будет ограничен только диапазоном прозрачности двулучепреломляющего материала фазовых пластин и рабочими диапазонами линейного поляризатора и детектора. Основным преимуществом данного изобретения является широкий спектральный диапазон. Однако ввиду громоздкости

конструкции применение данного прибора возможно только *ex situ*, в том числе и для температурных измерений.

– разработан эллипсометрический комплекс для высокотемпературных исследований [RU2353919, G01N21/21, опубл. 27.04.2009]. Комплекс включает узел оптических измерений, систему нагрева исследуемых образцов, систему контроля температуры и вычислительный блок. Узел оптических измерений на базе быстродействующего эллипсометра снабжен микрообъективом для фокусировки зондирующего излучения на исследуемый образец, диафрагмой и светофильтром, предотвращающими попадание паразитного излучения в измерительный тракт. Однако исследования проводятся *ex situ* и в области температур выше комнатной без захвата области температур меньше 0 °С.

– в эллипсометре [RU2302623, G01N21/21, опубл. 2007.07.10] главным преимуществом является повышенная точность и расширенный спектральный диапазон по сравнению с аналогами. Эллипсометр содержит осветитель, поляризатор, два измерительных, фазовый и амплитудный, оптически не связанных между собой параллельных канала. От поляризатора световой пучок подаётся на исследуемый образец и далее на измерительные каналы размещенным в первом фазовом измерительном канале светоотделяющим элементом, отрезающим в фазовый канал часть отраженного поверхностью образца светового пучка и выполняющим при этом одновременно функцию ахроматического фазосдвигающего элемента. Светоотделяющий элемент выполнен из оптического кварцевого стекла в виде пятигранной призмы. Грани призмы выполнены с возможностью падения света перпендикулярно относительно входной грани, а также последовательного отражения его от трех других граней с выполнением на каждой условия полного внутреннего отражения и выхода перпендикулярно выходной грани с обеспечением суммарного фазового сдвига равного 90° для середины спектрального интервала 600 нм.



– интересно изобретение [US5624190, G01B11/06, G01K11/12, опубл. 11.25.1992], в котором заявлены способ и установка для измерения температуры объектов, в частности полупроводников. Способ основан на применении метода эллипсометрии и включает в себя проведение эллипсометрических измерений с целью определения как минимум действительной и мнимой части диэлектрической проницаемости. Из недостатков данного изобретения можно выделить узкий спектральный диапазон, а также отсутствие, как и в других рассмотренных аналогах, исследований при температуре меньше 273 К.

– в эллипсометре [JP2010281838, G01N21/65; G01N21/21, опубл. 12.16.2010] используется оригинальная оптическая схема с двумя спектроскопами (монокроматорами) и линейкой ПЗС-матриц. Данная конструкция может быть с успехом применена для температурных исследований *in situ*.

– разработан эллипсометрический комплекс для температурных исследований *in situ* [US5313044, B23K26/03, G01N21/21, H01L21/66, опубл. - 05.17.1994]. Эллипсометр, входящий в состав комплекса, контролирует изменение поляризации света при отражении от образца. Температура поверхности пластины подложки определяется *in situ* с помощью эллипсометрии в реальном времени с помощью компьютерных расчетов, основанных на известной температурной зависимости показателя преломления подложки.

Так же было выяснено, что охлаждение крупных пластин осуществляется обычно жидким хладагентом (вода) методом циркуляции через контактную пластину и использованием термоэлектрических элементов Пельтье [74]. В этом случае возможно достижение температуры пластины порядка 160 К при охлаждении и до 1800 К при нагреве мощными инфракрасными лампами через кварцевое вакуумное окно. Тем не менее, использование крупных подложек в исследовательских задачах нецелесообразно, а охлаждение до температуры кипения азота требует

использования принципиально иного подхода. Для кремниевых образцов прямоугольной формы и небольших размеров удобно использовать метод нагрева пропусканием электрического тока через сам образец [75, 76]. Такой подход обеспечивает очень быстрый нагрев пластины со скоростью в сотни градусов в секунду, вплоть до температуры разрушения образца.

Системы охлаждения кремниевых пластин небольшого размера успешно реализуются при помощи контактных криостатов на сжиженных газах. Такие системы позволяют задавать температуру образца в диапазоне от 2 до 700 К в течение 15 минут. В мире существует множество производителей готовых решений систем охлаждения [77, 77, 79, 80], большинство которых реализуют гелиевые и азотные криостаты с вакуумными фланцами для встраивания в технологическую камеру. В использовании готовых решений для криостатов преимуществом является надежность охлаждающего узла, так как отсутствует высокотемпературный нагрев элементов системы.

В результате анализа патентной и научно-технической документации были выявлены следующие тенденции в развитии эллипсометрической аппаратуры в широком диапазоне температур:

1) Расширение спектрального диапазона. В связи с широчайшим спектром исследуемых в настоящее время наноматериалов, оптимальная длина волны (или диапазон длин волн) зондирующего излучения для исследования различных образцов может существенно отличаться.

2) Уменьшение характерного времени измерения эллипсометрического спектра. Этот критерий особенно важен при исследовании быстропротекающих процессов, в том числе при изменении температуры образца.

3) Повышение предельной пороговой чувствительности поляризационно-оптических измерений. Особенно актуально при регистрации нестандартных для эллипсометрии поляризационных изменений, например, исследование магнитооптического эффекта Керра.

4) Расширение температурного диапазона измерений. В подавляющем большинстве технических решений рассматриваются эллипсометрические измерения в области температур выше 273 К. Это связано с тем, что низкие температуры необходимы в основном при исследовании магнитных материалов. Достаточно много работ направлено именно на привязку эллипсометрической аппаратуры к технологическим процессам для контроля в режиме реального времени.

#### 1.4 Постановка задачи

Для разработки и создания сверхвысоковакуумной экспериментальной установки, позволяющей в едином технологическом цикле проводить синтез и *in situ* исследование оптических и магнитооптических свойств наноразмерных структур в температурном диапазоне 85–900 К были определены следующие основные задачи:

1. Определить оптимальную компоновку технологического комплекса для реализации сверхвысоковакуумной технологии синтеза низкоразмерных структур с возможностью проведения *in situ* одноволновых и спектральных (300–900 нм) эллипсометрических исследований.

2. Разработать магнитную систему для реализации *in situ* магнито-эллипсометрических исследований.

3. Разработать систему манипулятора-держателя, позволяющую проводить *in situ* магнитоэллипсометрические исследования в температурном диапазоне 85–900 К.

4. Разработать и апробировать методику неразрушающей *in situ* магнито-эллипсометрической диагностики низкоразмерных структур в температурном диапазоне 85–900 К.

## ГЛАВА 2 Разработка тестовых систем нагрева и охлаждения образцов в температурном диапазоне 85–900 К

Проведённый анализ литературы по методам синтеза и комплексного исследования наноструктур «ферромагнетик/диэлектрик/полупроводник», в том числе анализ оборудования для спектральных магнитоэллипсометрических измерений, демонстрирует возможность создания комбинированной экспериментальной технологической установки. Объединяющей в себе метод молекулярно-лучевой эпитаксии синтеза наноматериалов, а также методы спектрального эллипсометрического анализа и магнитооптических измерений в диапазоне температур от 85 до 900 К. Для создания такого типа *in situ* спектрального магнитоэллипсометрического комплекса с термостатированием исследуемого образца в диапазоне температур от 85 до 900 К было принято решение провести предварительную разработку и создание тестовых систем нагрева и охлаждения в виде отдельных макетных установок, так как проведение отладки тестовых систем непосредственно на сверхвысоковакуумной технологической камере вызывает значительные технологические трудности в виду риска выхода из строя дорогостоящего оборудования. Кроме того, процесс тестирования любых технологических систем связан с непосредственным наблюдением за состоянием различных узлов, деталей и их физического состояния (температура, деградация поверхности, механические смещения и т.п.), что требует прямого доступа к каждому узлу тестовой системы в любой момент времени.

## 2.1 Тестовая система охлаждения с термостабилизацией в диапазоне от 85 до 470 К

При разработке тестовой системы охлаждения в качестве материала держателя образца была выбрана медь ввиду ее высокой теплопроводности (394 Вт/(м·К) при температуре от 20 до 100 °С). Держатель представлял собой медный цилиндрический шток с плоской поверхностью с одной стороны для закрепления образца и резьбовым соединением для крепления к охладителю с другой стороны. На рисунке 2.1 представлена фотография разработанного медного держателя образца.

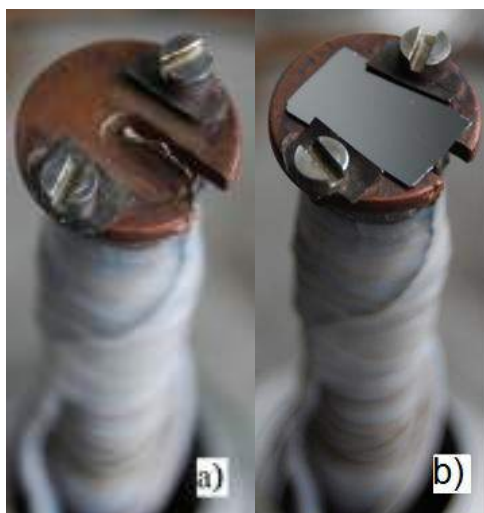


Рисунок 2.1 – Медный держатель (шток): а) без образца; б) с образцом – кремниевой пластиной

Первой из возможных систем охлаждения была предложена конструкция, реализующая отвод тепла от медного держателя образца к охладителю (емкость с азотом). Разработанный механизм был реализован посредством прямой подачи жидкого азота к держателю через тонкостенную заваренную с нижнего конца трубку из нержавеющей стали. На рисунке 2.2 показан схематический чертёж такой конструкции, где цифрами обозначены: 1 – стенки сосуда Дьюара из нержавеющей стали; 2 – медный держатель

образца; 3 – крепление образца; 4 – тонкостенная трубка для подачи азота. Образец размещался в вакууме до  $1.3 \cdot 10^{-4}$  Па с целью предотвращения адсорбции и конденсации атмосферных газов на поверхности при охлаждении. Кроме того, высокий вакуум является наилучшим теплоизолятором и успешно имитирует условия в технологической камере магнитоэллипсометрического комплекса.

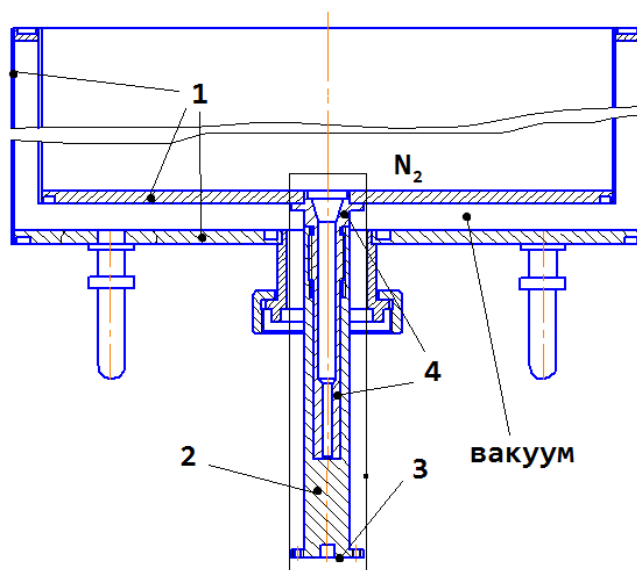


Рисунок 2.2 – Схематический чертёж начального варианта охлаждающей системы (обозначения в тексте)

Однако в результате испытаний данной конструкции была выявлена низкая скорость охлаждения образца. При использовании жидкого азота в роли охладителя температура на образце стабилизировалась на минимальных значениях только спустя 3 часа, что является неприемлемым значением для проведения *in situ* измерений.

При рассмотрении возможных вариантов уменьшения времени термостабилизации было сделано предположение, что охлаждающая жидкость (азот) не проникает в стальную трубку 4 (см. рисунок 2.2). Данный процесс происходит по причине активного испарения азота при контакте с более теплой внутренней поверхностью стальной трубки. Образующийся при этом газообразный азот благодаря силам поверхностного натяжения остаётся

в трубке в виде пузырьков. Такой механизм препятствует затеканию в трубку жидкого азота и служит естественным теплоизолятором.

Для проверки истинности данного предположения в полость трубки был плотно вставлен медный стержень таким образом, чтобы нижний его конец был в контакте с дном стальной трубки, а верхний конец находился в контакте с жидким азотом. Такая конструкция совершенно исключала возможность прохождения жидкого азота по трубке, но при этом обеспечивала отвод тепла от её нижнего заваренного конца непосредственно через медный стержень. Результаты испытания такой конструкции показали уменьшение времени термостабилизации образца на 15-20%, что является подтверждением сделанных предположений о наличии свободных пузырьков газообразного азота в трубке без стержня.

Таким образом, было принято решение об изменении конструкции охлаждающей системы образца. Для улучшения теплопереноса от держателя образца к хладагенту держатель был выполнен в виде сплошного медного стержня, нижний конец которого имеет резьбовое соединение в вакууме с подвижным медным держателем образца, а верхний конец имеет герметичное сварное соединение со стальным сосудом Дьюара (рисунок 2.3).

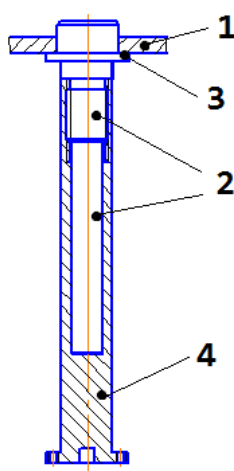


Рисунок 2.3 – Схематический чертёж держателя образца. 1 – внутренняя стальная стенка сосуда Дьюара; 2 – сплошной медный стержень; 3 – соединение сваркой; 4 – основной подвижный держатель образца

Следует заметить, что в данной конструкции контакт медного держателя с жидким азотом осуществляется через выступающий в сосуд Дьюара медный диск. Пузырьки газа, образующиеся при кипении жидкого азота на этом диске, свободно всплывают на поверхность, обеспечивая непрерывный приток холодного жидкого азота к диску.

Для проведения экспериментов при стабилизированных различных температурах, вплоть до комнатных, на медный шток была намотана проволока из нихрома длиной 3 м, диаметром 0.25 мм. Витки располагались вплотную друг другу и максимально близко к образцу с целью наилучшей теплопередачи между нагревательным элементом и образцом. Проволока подбиралась с расчетом температуры, необходимой для нагрева медного штока до 470 К. Для электроизоляции нихромовой проволоки использовалась термостойкая фторопластовая лента (при этом были исключены термопаста (потеря теплопроводящих и механических свойств при 77.4 К) и термоизолирующая фольга (разрушение при 470 К)).

Для контроля температуры от 85 до 470 К была использована термопара, состоящая из меди и константана. Такие термопары имеют чувствительность 38 мкВ/°С, демонстрируют хорошую линейность характеристики и как правило используются при температурах от криогенных (3 К) до средних (673 К). Также этот сплав удобен при эксплуатации в вакууме, так как при правильной термообработке на воздухе образует толстую окисную пленку, которая обладает электроизоляционными свойствами. Следовательно, нет необходимости дополнительно покрывать проволоку оплеткой или другими средствами изоляции. Константан достаточно стоек к образованию коррозии.

Термопара прикреплялась к штоку, а ее биметаллический спай подводился непосредственно к обратной стороне образца, представляющего собой кремниевую пластину. При подключении термопары использовалась дифференциальная схема, холодный спай которой был термостабилизирован



при 298 К. Контроль показаний термопары осуществлялся с помощью АЦП модуля NI ENET-9163 производства компании National Instruments.

После сборки конструкции тестовой системы охлаждения была проведена градуировка термопары. Градуировочная кривая термопары представлена на рисунке 2.4.

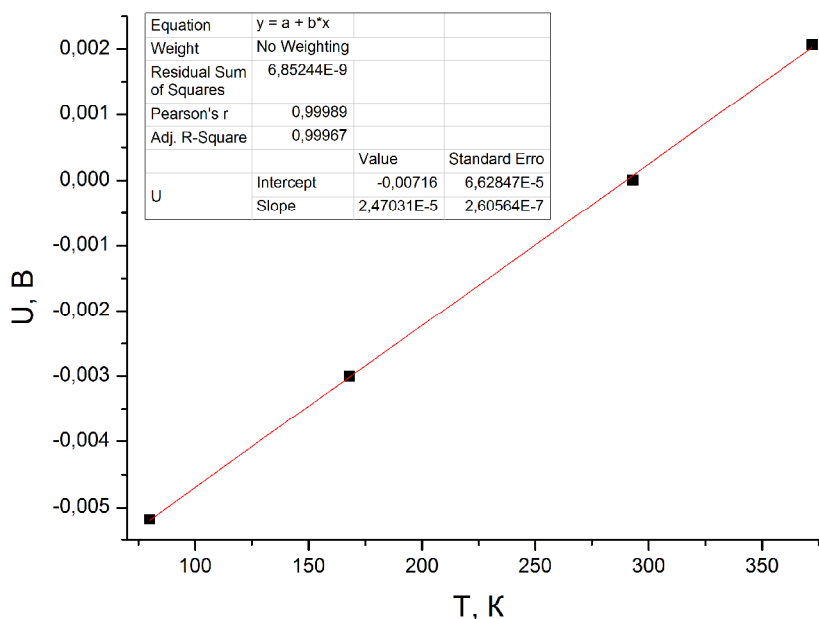


Рисунок 2.4 – Градуировочная кривая термопары

Показанная зависимость является линейной, с функциональной зависимостью вида  $T(U) = (U + 0.00716) / 0.0000247$ . Градуировка термопары производилась с использованием полупроводникового цифрового датчика температуры DS18B20 производства компании Dallas Semiconductor в температурном диапазоне от 173 до 373 К с водой в качестве термостатирующей жидкости. Термостабилизация образца происходила до тех пор, пока изменения показаний термопары в течение 10 минут не достигнут величин, меньших амплитуды шума за этот период времени. Температура кипения азота принималась 76.5 К при текущем атмосферном давлении.

Для тестирования работоспособности созданной системы охлаждения, на держателе была закреплена пластина монокристаллического кремния

толщиной 0.3 мм (как показано на рисунке 2.1). Кремниевая пластина имела прямоугольную форму со сторонами 15 мм x 6 мм. Тестирование системы заключалось в предварительном охлаждении образца до 85 К, а затем его нагрева до 470 К. Нагрев производился дискретно с шагом по температуре около 10 К. Температура на образце задавалась подачей на нихромовый нагреватель соответствующего напряжения. На рисунке 2.5 показана зависимость температуры образца от времени при его тестовом нагреве. Причем нагрев с жидким азотом в сосуде Дьюара производился до комнатной температуры. При дальнейшем нагреве азот сливался и уже сам корпус системы выполнял функцию радиатора охлаждения.

По полученной зависимости температуры образца от времени видно, что характерное время стабилизации до заданной температуры составляет не более 5 минут. А суммарное время охлаждения образца от комнатной температуры до 85 К составило 7 минут.

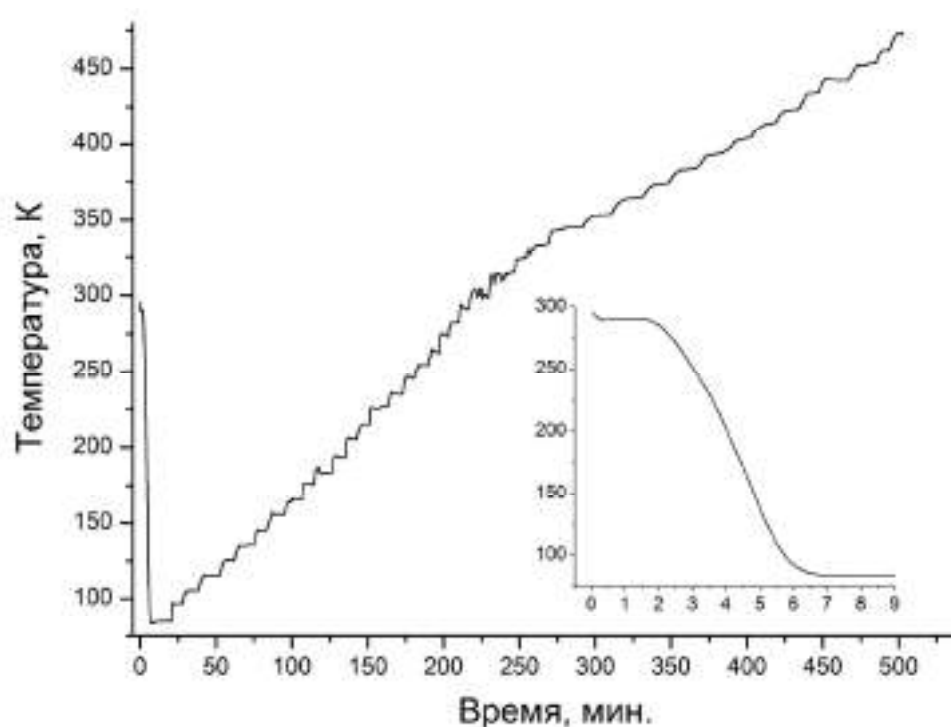


Рисунок 2.5 – Зависимость температуры образца от времени.

На вставке – процесс начального охлаждения

Испытания конструкции показали среднее время охлаждения образца от комнатной температуры до температуры кипения азота менее 15 минут. Тем самым можно сделать вывод об эффективности созданной тестовой системы охлаждения кремниевой пластины на основе медного держателя образца. Такая система позволяет не только охлаждать образец до температуры кипения азота, но и поддерживать в течение длительного времени любые промежуточные значения температуры образца в диапазоне от 85 до 470 К методом косвенного нагрева держателя, тем самым реализуя механизм термостабилизации.

## **2.2 Тестовая система нагрева**

### **2.2.1 Поиск возможных решений создания системы нагрева**

При разработке и испытании тестовой системы охлаждения образца было установлено, что наиболее доступный, надежный и эффективный вариант охлаждения кремниевой подложки – это конструкция медного держателя, который является проводником тепла от образца к хладагенту (азот). Кроме того, такая система допускает и косвенный нагрев подложки до температуры 470 К.

Косвенный нагрев образца до более высоких температур предполагает наличие, например, мощного источника инфракрасного излучения в непосредственной близости от образца, либо расположение такого источника вне сверхвысоковакуумной камеры. При расположении источника инфракрасного излучения вне технологической камеры предъявляются особые требования к вакуумному окну, через которое вводится излучение. Кроме того, такой подход может создавать сильную засветку при *in situ* эллипсометрических измерениях, что является неприемлемым решением. Размещение излучателя около образца требует дополнительного пространства в камере и может вносить дополнительный вклад в магнитное поле на образце при использовании, например, спиралевидного нагревателя.

Другим вариантом нагрева может быть конструкция с размещением подложки из полупроводникового кремния между токовводами, расположенная на самом держателе, нагрев которой осуществляется методом прямого пропускания тока. При реализации данного метода нагрева остается открытым вопрос о гальванической развязке полупроводниковой подложки кремния с проводящим и относительно холодным медным держателем. Решением данного вопроса может быть вставка тонкой диэлектрической пластины между держателем и пластиной кремния. Однако при этом появляется ряд требований как к физическим характеристикам самого материала такой пластины, так и к её геометрическим параметрам: толщина должна быть как можно большей для наилучшей электро- и теплоизоляции образца от медного держателя, пластина должна обеспечивать наилучшую однородность её свойств в объёме и должна обладать высокой теплопроводностью при низких температурах для эффективного отвода тепла от образца при его охлаждении. Под указанные параметры подходит один из довольно распространенных в криогенной и электронной технике материалов – это искусственно выращенный монокристаллический сапфир ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), диэлектрик и термически стабильный материал вплоть до 1870 К. График температурной зависимости теплопроводности для  $\text{Al}_2\text{O}_3$  представлен на рисунке 2.6.

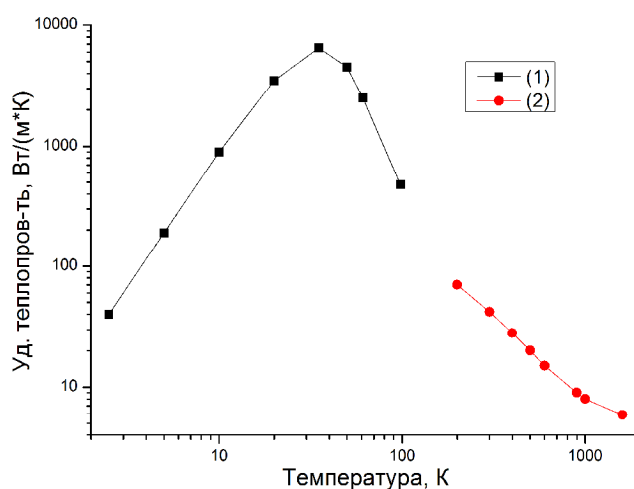


Рисунок 2.6 – Зависимость удельной теплопроводности  $\text{Al}_2\text{O}_3$  от температуры: (1) данные из работы [81]; (2) данные из [82].

Из зависимости на рисунке 2.6 следует, что  $\text{Al}_2\text{O}_3$  является эффективным теплоизолятором при высоких температурах. В то же время при температуре жидкого азота теплопроводность сапфира возрастает почти на три порядка. Также очень важным свойством  $\text{Al}_2\text{O}_3$  является коэффициент теплового расширения ( $3.24 - 5.66 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ) [83, 84, 85], близкий к другим материалам в конструкции держателя, в частности к кремнию. Это может обеспечивать механическую стабильность узла при быстрых изменениях температуры в пределах от 85 до 900 К.

Второй кандидат на роль материала для диэлектрической пластины по своим физическим характеристикам – монокристаллический кварц. Однако по сравнению с сапфиром, кварц обладает в 6 раз меньшим температурным коэффициентом линейного расширения ( $0.77 - 1.4 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ) [82, 83, 84], что может привести к взаимному смещению кварцевой пластины и кремниевой подложки при больших перепадах температур. Кроме того, монокристаллический кварц обладает гораздо меньшей температурой плавления (размягчения), чем сапфир, и в 30 раз меньшей теплопроводностью при 80 К [83, 84, 85]. При этом пиковая теплопроводность кристаллического кварца около  $2500 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$  лежит на 10 К [86], то есть монокристаллический кварц более подходит для применения в системах охлаждения до гелиевых температур.

Дополнительный анализ литературы показывает, что кварц в аморфном состоянии ведёт себя кардинально иным образом, чем монокристаллический  $\text{SiO}_2$ . У кварцевого стекла наблюдается непрерывный рост удельной теплопроводности с ростом температуры, а минимальная теплопроводность наблюдается как раз в области температур кипения азота [86]. В то же время теплопроводящие свойства аморфного сапфира отличаются всего на 10-20% в меньшую сторону от монокристаллического состояния, что позволяет сделать вывод о слабой зависимости его теплопроводящих свойств от дефектности кристалла.

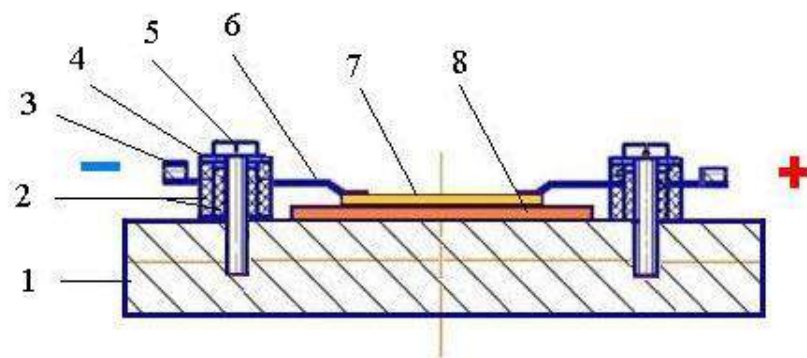


Рисунок 2.7 – Прототип держателя с системой нагрева методом прямого пропускания тока

- 1 – медный держатель; 2 – втулки; 3 – контакт; 4 – шайба;  
 5 – винт; 6 – прижимные контакты; 7 – кремниевая подложка;  
 8 – диэлектрическая пластина

Для проверки возможности нагрева образца методом прямого пропускания тока был создан прототип держателя с системой нагрева (рисунок 2.7) с использованием пластин сапфира и кварца толщинами 1, 1.5, 2, 2.5 и 3 мм для определения оптимальной электро- и теплоизоляции образца от медного держателя. Эксперименты проводились в вакууме с использованием вакуумного универсального поста ВУП-5 при давлении остаточной атмосферы около  $10^{-5}$  Па. На медном держателе закреплялись кварцевая или сапфировая пластины, а затем на эти пластины помещался образец кремниевой подложки (толщиной 0.3 мм), которая прижималась к медному основанию с помощью прижимных контактов (рисунок 2.7). Нагрев всей конструкции осуществлялся прямым пропусканием тока через кремниевый образец. Проведенные эксперименты показали, что при нагреве кремниевого образца до 1300 К все пластины кварца, расположенные в непосредственном контакте с ним, разрушались, и только пластины сапфира толщиной более 2 мм выдерживали заданные температурные нагрузки.

Таким образом, исследования выявили, что лучшие результаты показывает монокристаллический  $Al_2O_3$ , как наиболее подходящий материал для применения в конструкции разрабатываемого нагревателя.

### **2.2.2 Моделирование процессов нагрева для разработанной тестовой конструкции держателя**

Для определения возможного распределения температур в конструкции разрабатываемого держателя было принято решение провести компьютерную симуляцию процесса нагрева. Современные программные комплексы моделирования позволяют разрабатывать, исследовать, отрабатывать и оптимизировать различные технологические процессы, используя для этого лишь компьютер, а не дорогостоящие эксперименты. Также они позволяют с высокой степенью достоверности и точности определять распределения температуры, деформаций и напряжений по объёму, возможность разрушения. Благодаря применению подобных вычислительно-моделирующих комплексов существенно сокращаются сроки получения результатов, возникает возможность рассмотреть огромное количество вариантов протекания интересующего процесса, а также буквально заглянуть внутрь него.

Симуляция проводилась в системе автоматического проектирования Solid Works Flow Simulation с помощью модуля Electrical Condition, позволяющего задавать электрические параметры узлам трёхмерной модели (удельное электрическое сопротивление, ток, напряжение) [87]. Основными параметрами для расчета являлись материалы конструкции, которые обладают своими характерными физическими свойствами. При моделировании использовались следующие материалы: диэлектрики (сапфировая пластина), металлы (танталовые лапки к ним, медный держатель), полупроводник (кремний). В качестве среды при расчётах

принимался во внимание вакуум, то есть перенос тепла происходил только посредством излучения и теплопроводности.

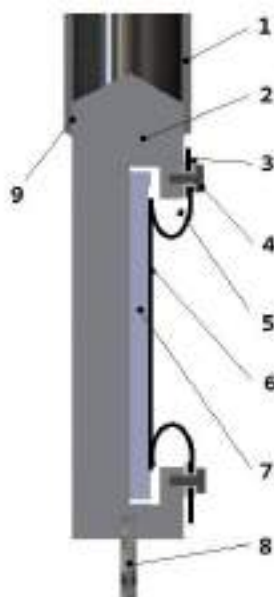


Рисунок 2.8 – Модель держателя образца в разрезе с элементами для отжига и охлаждения. Цифрами обозначены: 1 – стальная трубка с хладагентом; 2 – сплошной медный держатель образца; 3 – электроизоляция тоководов из нитрида бора; 4 – титановые крепёжные винты; 5 – танталовые тоководы в форме прижимных лапок; 6 – образец (пластина кремния); 7 – пластина сапфира; 8 – стальной фиксатор; 9 – соединение сваркой

На рисунке 2.8 представлен поперечный срез модели держателя, которая использовалась в расчётах температурных распределений на образце. Танталовые тоководы в схеме представляют собой изогнутые пластины, которые в реальной конструкции исполняют роль прижимных лапок для создания плотного контакта между образцом, сапфировой пластиной и медным держателем. Благодаря такой конструкции образец обладает дополнительной степенью свободы для исключения механических напряжений при высокотемпературном отжиге кремния.



Общее время работы алгоритма составляло от 12 до 14 минут, что позволило производить множественные расчеты для различных температур. На рисунке 2.9 представлены эпюры распределений температуры на поверхности подложки. На рисунке 2.9а отображена эпюра при нагреве образца до 1200 К, это оптимальная температура, при которой происходит очистка кремниевой подложки от окислов. Рисунок 2.9б демонстрирует распределение температуры при отжиге подложки до 660 К.

В первом случае разница между минимумом и максимумом температуры составляет 35 градусов, при длине подложки 26 мм это соответствует градиенту примерно в 1.3 градуса на 1 мм, однако при уменьшении температуры отжига эта разница снижается до 10 градусов, а градиент – до 0.4 градуса на 1 мм, что вполне приемлемо. С учетом того что измерение оптических свойств происходит в основном в центральной области образца, то полученный результат является удовлетворительным для проведения технологических операций с поверхностной однородностью свойств.

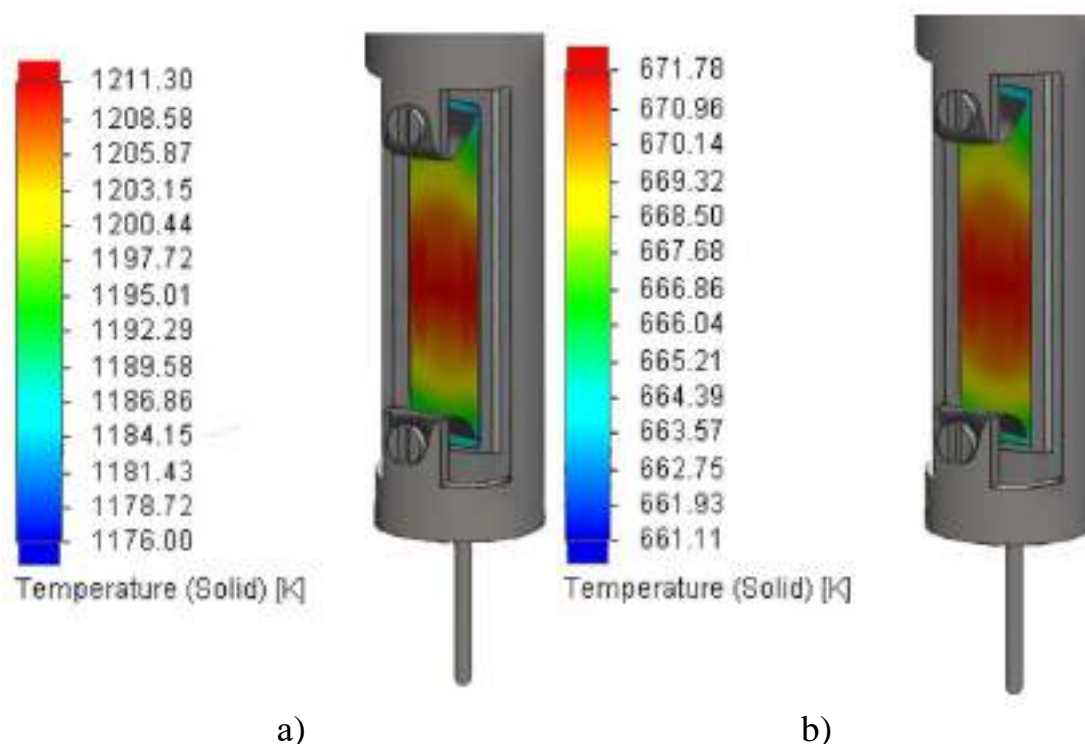


Рисунок 2.9 – Температурное распределение на подложке  
 а) при температуре 1200 К; б) при температуре 660 К

По результатам компьютерного моделирования нагрева до температуры 1200 К кремниевой подложки, находящейся в плотном контакте с сапфировой пластиной, был выявлен отток тепла на медный держатель через сапфир благодаря процессам теплопередачи и поглощения излучения держателя, так как сапфир прозрачен в ближнем инфракрасном и видимом диапазоне электромагнитных волн (до  $\lambda \sim 6.5$  мкм) [88]. В данном эксперименте мы предположили, что эффект отражения излучения от медного держателя практически не влияет на равномерность нагрева образца при однородной поверхности самого держателя и в компьютерной модели отражение теплового излучения от поверхности медного держателя никак не учитывалось. Гораздо более значительное влияние на равномерность нагрева образца, по нашему мнению, оказывает геометрия электрических контактов, которые должны плотно соприкасаться с нагреваемой пластиной кремния по всей её ширине.

### 2.3 Выводы к главе 2

Были разработаны и созданы тестовые системы охлаждения и нагрева образца. Было установлено, что наиболее эффективной системой охлаждения является теплопроводящий медный стержень с закрепленным образцом с одной его стороны и хладагентом с другой. Опытные испытания данной конструкции показали высокую скорость охлаждения образца и стабильность при поддержании постоянной температуры его поверхности в диапазоне от 85 до 300 К, а также возможность нагрева до 470 К.

На основе созданной системы охлаждения была разработана и система нагрева образца методом прямого пропускания тока. При этом ключевым элементом конструкции системы нагрева является диэлектрическая пластина из монокристаллического сапфира между образцом и медным держателем. Сапфир обладает быстроспадающей зависимостью коэффициента теплопроводности при повышении температуры от 80 до 1300 К, что

позволяет применять его в роли теплоизолятора при высоких температурах и эффективного теплоотвода при температурах кипения азота.

Методом компьютерного моделирования была показана высокая равномерность нагрева поверхности образца при использовании разработанной конструкции держателя. Рассчитанный средний градиент температуры вдоль образца составил не более 1.3 градусов на 1 мм при 1200 К, что является показателем достаточно равномерного нагрева для сохранения однородной морфологии поверхности кремниевого образца.

### **ГЛАВА 3 Разработка и изготовление специальной оснастки сверхвысоковакуумной камеры**

Процесс разработки и проектирования современных сверхвысоковакуумных установок для синтеза и исследований является сложной и разноплановой задачей, подверженной влиянию многих факторов, характеризующих специфичность и многообразие параметров функционирования вакуумной установки в целом. Поэтому решение подобной задачи требует индивидуального подхода, так как современные сверхвысоковакуумные камеры являются сложными ресурсоемкими комплексами как с технологической, так и с экономической точки зрения. В связи с этим особое значение приобретает проведение предварительного анализа системы на этапе проектирования. Целями подобного анализа могут быть: определение оптимального расположения элементов и агрегатов системы, моделирование рабочих режимов для выявления наиболее ответственных частей проекта; оптимизация узлов конструкции по заданным параметрам; сравнение нескольких альтернативных конструкционных решений и др.

Для решения таких задач на стадии проектирования необходим учет уже имеющихся конструктивных решений сверхвысоковакуумных камер и их элементов, а также выработку на их основе оптимального решения компоновки сверхвысоковакуумного комплекса.

При компоновке имеющейся вакуумной камеры было принято во внимание, что в силу имеющейся конструкции камеры загрузка образца будет происходить вертикально, поэтому следовало учесть взаимное соответствие геометрического положения всех компонентов разрабатываемого магнитоэллипсометрического комплекса.

### 3.1 Вакуумная камера

В процессе оптимизации компоновки основных узлов разрабатываемой вакуумной установки за основу была взята уже имеющаяся вакуумная камера с набором из двадцати фланцев различного диаметра и расположения. Далее, с помощью программного комплекса системы автоматизированного проектирования Solid Works, была создана точная 3D модель исследуемого объекта для проведения проектирования и инженерного анализа элементов и систем технологического оснащения как по отдельности, так и системы в целом.

Разработанная трехмерная модель вакуумной камеры (рисунок 3.1) позволила оптимизировать использование уже имеющихся фланцев, а также дополнить камеру необходимыми элементами технологического оснащения, в частности провести оптимальную компоновку вакуумной камеры *in situ* спектральным магнитоэллипсометром с углом падения зондирующего пучка  $57.68^\circ$  от горизонтали, что является приемлемой величиной в отражательной эллипсометрии полупроводниковых и металлических пленок, где чаще всего используются углы падения зондирующего пучка в диапазоне от  $50^\circ$  до  $75^\circ$  к нормали образца. При этом оптимальным значением угла является величина около  $70^\circ$ , как компромисс между отражающей способностью образца (максимум соотношения «сигнал/шум»), размером зондирующего пятна на образце (минимизация области измерений), ограничениями габаритных размеров блоков эллипсометра и максимальной близостью к углу Брюстера [89, 90].

Основными функциями вакуумной камеры являются: герметичная изоляция ростового пространства от атмосферного воздуха и крепление необходимых элементов ростового модуля.

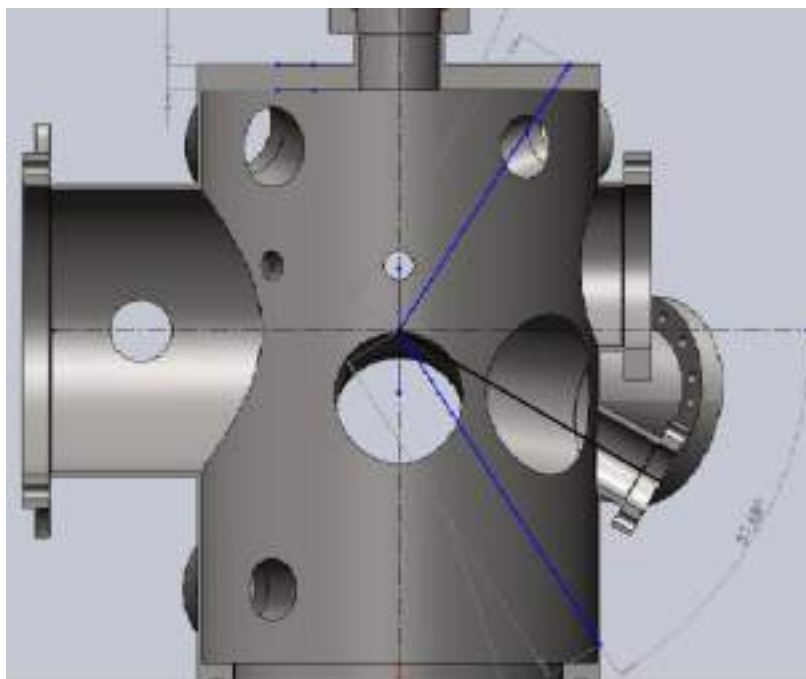


Рисунок 3.1 – 3D модель вакуумной камеры

Вакуумная камера представляет собой вертикально расположенный цилиндрический корпус из нержавеющей немагнитной стали марки 12ХТ18Н10Т диаметром 500 мм и высотой 1000 мм с электрополированной поверхностью, что значительно увеличивает скорость откачки камеры в диапазоне глубокого вакуума.

В процессе проектирования были рассмотрены различные способы конфигурации установки, а также оснащения дополнительным исследовательским оборудованием и оборудованием контроля под требования реализуемой технологии. Так, на поверхности камеры (рисунок 3.2) были использованы 12 фланцев для технологического и исследовательского оборудования. После проведения оптимизации были предложены следующие конструктивные решения. На боковой поверхности камеры патрубков с фланцем (3) было предложено использовать для присоединения форвакуумной линии. Контроль значения вакуума можно было осуществлять с помощью манометрического преобразователя ПММ-46, установленного на фланце (4).

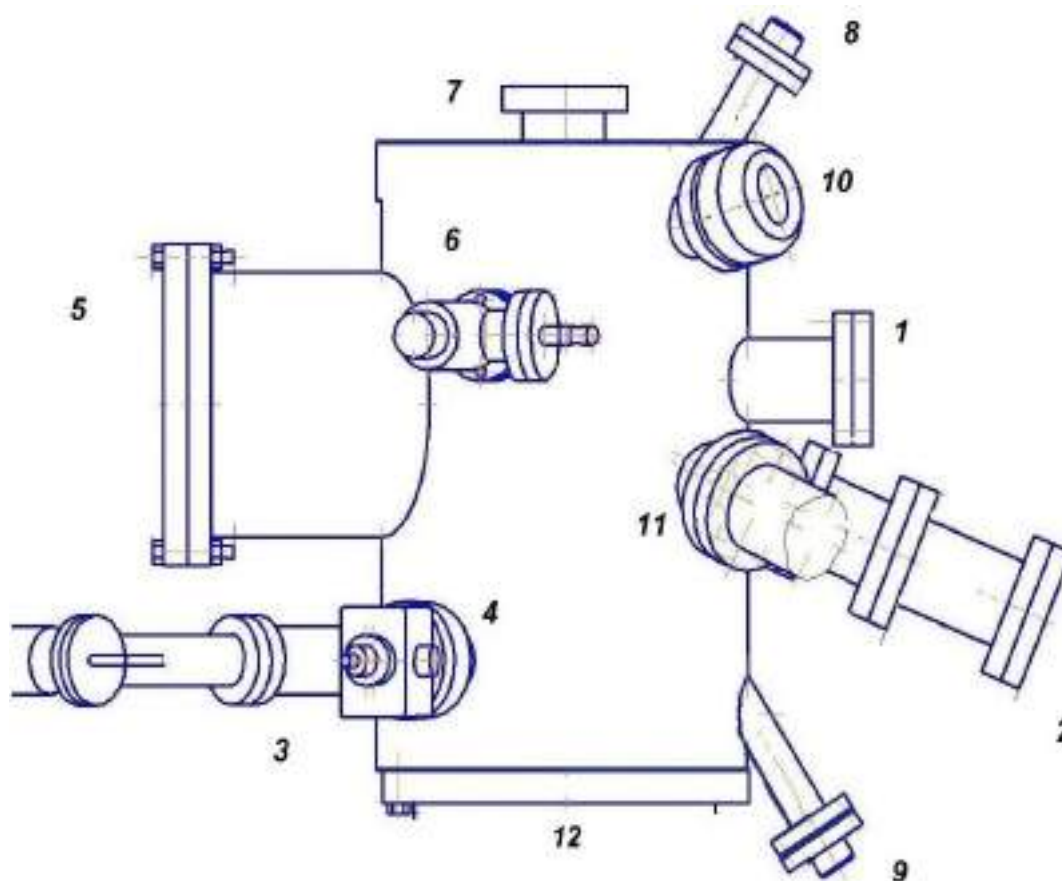


Рисунок 3.2 – Эскиз вакуумной камеры

В верхней части камеры фланец (10) использовался для установки смотрового окна, через которое можно было бы осуществлять подсветку внутреннего пространства. Расположенные на другой боковой поверхности корпуса два фланца могут служить для установки молекулярного источника (2, 11), а также крепления испарителя, конструкционно основанного на принципах автотигельного нагрева испаряемого материала методом электронной бомбардировки (1). Ещё один имеющийся на корпусе камеры фланец (5) диаметром 250 мм было предложено использовать для присоединения вставки-кожуха с электромагнитом. В верхней и нижней частях лицевой стороны камеры было предложено установить дополнительные патрубки с фланцами для крепления эллипсометрических окон поляризатора (9) и анализатора (8) спектрального эллипсометра. Фланец (7), расположенный в верхней части корпуса камеры, было предложено

использовать для крепления манипулятора–держателя, а на фланец (6) установить вакуумный вентиль для осуществления напуска сухого азота в камеру. Высоковакуумную откачку было предложено обеспечить с помощью насоса НМД-0.4-1, подсоединённого к нижнему фланцу наибольшего диаметра (12). Конструкция камеры обладает незадействованными фланцами, что в дальнейшем позволяет проводить модернизацию, устанавливая дополнительное исследовательское или оборудование контроля под требования реализуемой технологии.

### 3.2 Напылительная система

Для синтеза наноструктур в условиях сверхвысокого вакуума установка была оснащена двумя термическими испарителями, один, из которых представляет собой молекулярный источник типа ячейки Кнудсена (рисунок 3.3), изготовленный в Институте физики полупроводников имени А.В. Ржанова СО РАН. При установке данного источника на сверхвысоковакуумную камеру его крепление к камере было доработано с учетом имеющейся конструкции.

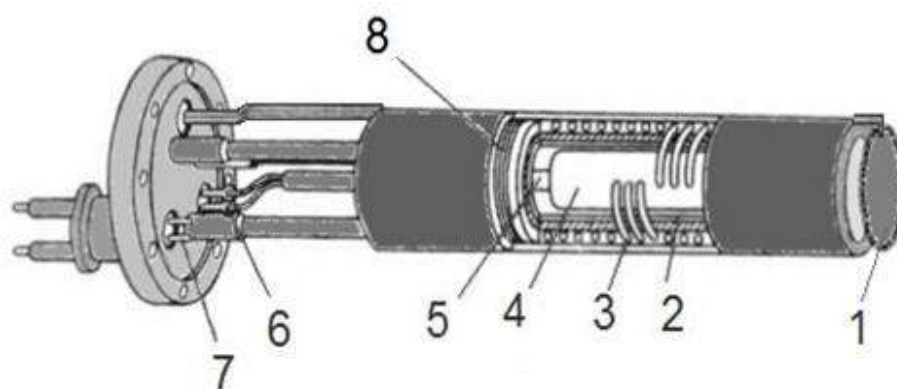


Рисунок 3.3 – Схематическое изображение молекулярного источника:  
1 – заслонка; 2 – нагревательное устройство; 3 – водяное охлаждение;  
4 – конический тигель из пиролитического нитрида бора; 5 – термопара;  
6 – ввод термопары; 7 – силовой ввод; 8 – термоизоляционные экраны



Молекулярный источник состоит из тигля для испаряемого материала и нагревателя. Внешний диаметр тигля 14 мм, длина 50 мм, материал тигля – пиролитический нитрид бора. Нагреватель был изготовлен из танталовой проволоки диаметром 0.5 мм и помещен в систему танталовых экранов для снижения тепловых потерь. Контроль температуры испарителя осуществлялся с помощью вольфрам-рениевой термопары ВР5-20, установленной внутри нагревателя и прижатой к тиглю. Испаритель работает в области температур до 1670 К и выдерживает кратковременный нагрев до 1870 К. Молекулярный источник был оснащен контуром водяного охлаждения для обеспечения минимального газовыделения в процессе работы. Такая конструкция позволяет проводить распыление материалов со скоростью до 0.5 нм/мин без угрозы разрушения испарителя.

Регулировка скорости испарения материалов, а также плотности молекулярного потока на выходе из источника осуществляется изменением температуры тигля. Молекулярный поток, исходящий из источника и попадающий в зону роста, экранирован от подложки заслонкой для дозированного поступления материала. Открытие и закрытие заслонки осуществляется сервоприводом, который управляется программно.

Молекулярный источник был смонтирован на отдельном фланце (2) (см. рисунок 3.2), на котором расположены четыре одноконттактных металлокерамических ввода для подведения питания нагревателя и термопары. Токовводы подсоединены к источнику питания «Импульс» [91] мощностью 300 Вт (диапазон выходных напряжений 0–600 В и тока до 15 А) с аналоговым внешним или ручным управлением, подключаемому к ЭВМ. Данный источник питания обеспечивает прецизионную и надёжную работу испарителя. Контроль нагрева и поддержания заданной температуры испарителя осуществляется автоматизированной системой управления, включающей в себя блок АЦП «NI ENET-9163» (National Instruments) и персональный компьютер с установленным программным обеспечением

LabVIEW, осуществляющий управление блоком питания источника по протоколу USB $\leftrightarrow$ RS-232 для задания мощности нагрева испарителя [92].

Конструкция второго испарителя основана на принципах автотигельного нагрева испаряемого материала методом электронной бомбардировки. Испаритель (рисунок 3.4), состоящий из кольцевого катода и электрода с креплением испаряемого материала (анода) представляет собой жестко закрепленную на токовводах конструкцию. Для направленного распыления материала на образец и защиты от нагрева стенок технологической камеры был изготовлен танталовый экран со съёмной диафрагмой, имеющий электрическое заземление. Диафрагма дополнительно экранирует образец от инфракрасного излучения нагретого катода и уменьшает паразитную засветку.



Рисунок 3.4 – Фотография второго испарителя

1 – токовводы; 2 – испаряемый материал; 3 – катод; 4 – защитный экран

Источник электронов разработанного испарителя представляет собой диодную систему, состоящую из катодного узла и анода. Катод представляет

собой спираль с наружным диаметром 2 мм из танталовой проволоки диаметром 0.6 мм, свернутую кольцом диаметром около 15 мм и заземленную с одного конца. Число витков спирали может составлять от 20 до 30 в зависимости от требуемой температуры спирали и параметров блока питания нагрева. Анод представляет собой проволоку Fe (чистота 99.99(5) %) диаметром 3 мм, закрепленную на токовводе специальным зажимом. Для задания и поддержания высокой температуры испаряемого материала (анода) на него подается ускоряющий положительный потенциал до 5 кВ по отношению к катоду. Ускоряющий потенциал генерируется высоковольтным блоком питания SH-0105 (Россия) и остается постоянным в процессе работы испарителя. Стабилизация температуры испаряемого материала осуществляется по принципу отрицательной обратной связи заданием тока эмиссии электронов, которая, в свою очередь, зависит от температуры спирального катода. Для дополнительной защиты подложки от поступления материала из испарителей была установлена дополнительная экранирующая поворотная заслонка из тантала.

### **3.3 Вакуумная откачная система**

Создание вакуумных систем для реализации различных технологических процессов связано с принципами выбора оптимального состава соответствующей вакуумной откачной системы, включающей не только основные средства откачки, но также и вспомогательное оборудование, вакуумную арматуру, систему трубопроводов, средства измерений [93, 94, 95, 96]. Основным элементом в таких системах являются средства откачки. Подбор средств откачки определяется многими факторами: с одной стороны, характеристиками технологического процесса и влиянием самого технологического процесса на вакуумное оборудование, а с другой – влиянием используемых средств откачки на технологический процесс и качество получаемых структур. Исходя из этого, был проведен анализ

технологического процесса, требований к напыляемой структуре, эксплуатационных характеристик откачного оборудования с целью определения и внедрения наиболее эффективного состава конструкции вакуумной откачной системы в целом.

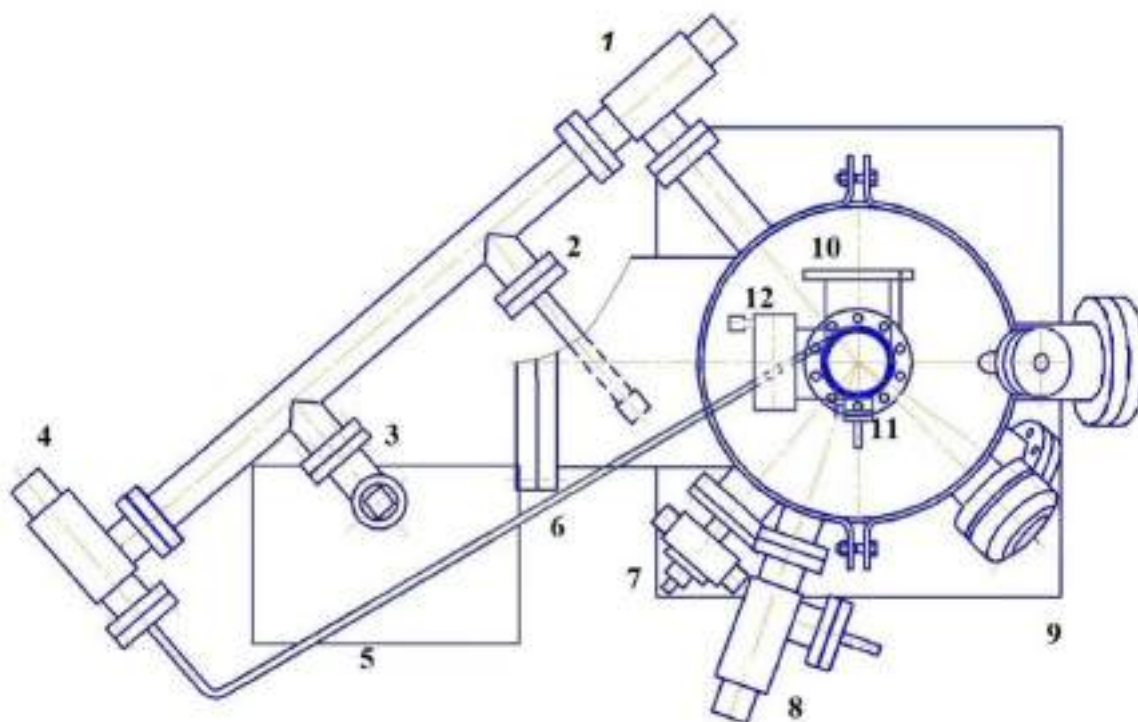


Рисунок 3.5 – Вид вакуумной камеры сверху, включая откачную систему

Для получения сверхвысокого вакуума в камере было реализовано несколько ступеней откачки (рисунок 3.5), что позволило достичь высоких показателей производительности всех элементов откачной системы. На первой ступени при откачке от атмосферного давления использовался откачной пост Pfeiffer Vacuum DryTel (5, рисунок 3.5), имеющий в своем составе высокопроизводительные форвакуумный и турбомолекулярный насосы. После того, как основная масса атмосферного воздуха удаляется мембранным форвакуумным насосом, подключается турбомолекулярный насос. Данная комбинация обеспечивает безмасляную откачку от атмосферного давления до  $10^{-5}$  Па.

На второй ступени откачки подключается титановый магниторазрядный насос НМД-0.4-1 (9, рисунок 3.5), который является основным насосом, создающим и поддерживающим сверхвысокий вакуум, обеспечивая предельное остаточное давление в ростовой камере порядка  $10^{-8}$  Па.

Помимо системы откачки ростового модуля имеется развитая (многокомпонентная) система откачки остальных вакуумных частей технологического комплекса (рисунок 3.5). В нее входят соединенные трубопроводом со всеми вакуумными модулями: вакуумные вентили GMV-40R (1), (3), (4), позволяющие при необходимости изолировать любой из элементов системы; натекатели (8), (11), при помощи которых в камеру осуществляется подача сухого азота во время разгерметизации ростовой и шлюзовой (10) камер; высоковакуумный шиберный затвор (12); преобразователь манометрический ПММ-46 (7), с помощью которого осуществляется контроль значения вакуума в камере и преобразователь манометрический ПМТ-6-3М-1 (2), служащий для измерения парциального давления в вакуумных магистралях.

Все элементы вакуумной системы соединяются между собой с помощью фланцевых соединений согласно отраслевому стандарту ОСТ 880.645.005-78 через медную прокладку. Элементы вакуумной системы изготовлены, в основном, из нержавеющей стали X18H10T. Все неразъемные соединения элементов вакуумной системы изготовлены с помощью аргонодуговой сварки.

Для обеспечения дегазации вакуумная система и камера могут прогреваться до температуры 523 К с помощью установленных гибких нагревателей типа ЭНГЛУ-400-1.2.4/220-20. Температурный контроль дегазации вакуумной системы и камеры производится с помощью системы программного регулирования термического обезгаживания, состоящей из блока термического регулирования и термпарного блока контроля температуры стенок камеры и магниторазрядного насоса.

Таким образом, разработанная вакуумная откачная система позволяет обеспечивать минимальное давление в системе  $2.67 \cdot 10^{-8}$  Па. Время достижения давления  $6.65 \cdot 10^{-7}$  Па в камере установки после замены образца с помощью шлюзового устройства не более 4 часов.

Следует отметить, что герметичность созданной системы такова, что давление в системе через 16 часов после отключения всех средств сверхвысоковакуумной откачки остается меньше  $1.33 \cdot 10^{-4}$  Па.

### **3.4 Система крепления спектрального магнитоэллипсометрического комплекса**

При создании системы крепления, в соответствии с проведенной оптимизацией геометрического расположения всех компонентов магнитоэллипсометрического комплекса, основной решаемой задачей было размещение и закрепление элементов эллипсометрической системы – блока поляризатора и блока анализатора соосно с эллипсометрическими окнами поляризатора (9, рисунок 3.2) и анализатора (8, рисунок 3.2).

При *in situ* реализации системы эллипсометрических измерений дополнительно существует проблема влияния структуры стекла смотровых вакуумных окон, предназначенных для ввода зондирующего пучка света внутрь ростовой камеры, на состояние поляризации света. Внося паразитное двулучепреломление, смотровые окна могут влиять на результаты эллипсометрических измерений. Этого удастся избежать с помощью тщательно подобранного материала для вакуумных окон с известными свойствами, а также применяя специальный компенсатор. Следует отметить так же, что зондирующий луч должен быть ориентирован перпендикулярно поверхности окна для уменьшения влияния на состояние поляризации.

После проведенных расчетов были специально спроектированы и изготовлены эллипсометрические смотровые окна с применением

плавленого кварца, так как кварц имеет коэффициент светопропускания равный приблизительно 90% для электромагнитных волн в диапазоне от 300 нм до 2500 нм. Кварцевые смотровые окна имеют уплотнение в местах стыка с рамами из нержавеющей стали в виде низкотемпературного паяльного сплава. Максимальная температура допустимого термического воздействия ограничивается 473 К.

С целью определения оптимальной формы креплений плеч эллипсометра к вакуумной камере был проведен ряд последовательных модельных экспериментов, в результате которых были вычислены величины азимутальных отклонений точек источника и приемника луча для различных конструкций креплений [97]. При оптимизации формы креплений были учтены размер и положение эллипсометрических смотровых окон и использовалось максимально допустимое отклонение зондирующего пучка (не более 25-30% его диаметра) на фотоприемниках блока анализатора при расчетных ускорениях  $29.3 \text{ м}^2/\text{с}$ , которые соответствуют механическим колебаниям установки при максимальной шаговой нагрузке на пол, производимой человеком.

Используя полученные данные, был смоделирован и построен эскиз [97] хода зондирующего луча (рисунок 3.6). Отклонение луча на 0.090 мм в поляризаторе дает отклонение на 0.952 мм в анализаторе, при этом следует добавить к этому отклонению также отклонение самого приемника в анализаторе на 0.032 мм в противоположную сторону. В результате суммарное отклонение луча от приемника сигнала составляет  $\Delta = 0.984 \text{ мм}$ , что является допустимым значением для используемой модели эллипсометра.

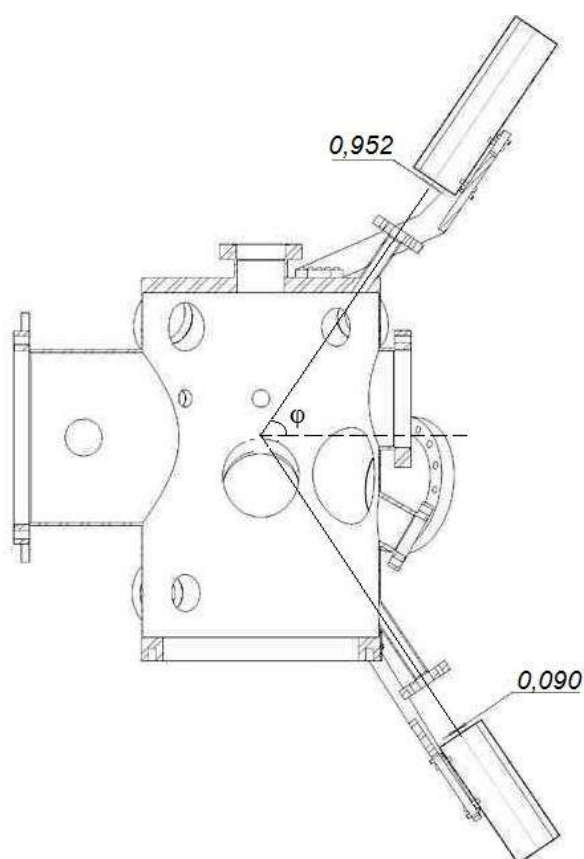


Рисунок 3.6 – Эскиз хода зондирующего луча [95]

Таким образом, используя результаты расчетов в работе [96] с учетом способов крепления фланцев смотровых окон была создана система крепления плеч спектрального эллипсометра «Эллипс-1891» [98], разработанного в ИФП СО РАН на основе статической фотометрической оптической схемы [33].

При установке эллипсометрических смотровых окон на вакуумную камеру угол крепления фланцев эллипсометрических окон составил  $56.9^\circ \pm 1.0^\circ$ , что остается приемлемой величиной в отражательной эллипсометрии полупроводниковых и металлических пленок [89, 90].

### 3.5 Магнитная система

Для проведения измерений эллипсометрических параметров, модулированных внешним магнитным полем на образце, была реализована



магнитоэллипсометрическая схема. Был разработан и создан электромагнит оригинальной конструкции с железным магнитопроводом (рисунок 3.7), являющийся источником внешнего магнитного поля.

Питание электромагнита обеспечивалось специализированным блоком питания «Импульс», разработанным в ИФП СО РАН [91] с возможностью управления от внешней ЭВМ [99], что позволило точно задавать и контролировать значение напряженности магнитного поля в области образца [100]. Наличие единой системы управления блоком питания электромагнита и эллипсометра является одним из главных условий для проведения быстрых и качественных магнитоэллипсометрических измерений. В конструкции блоков питания «Импульс» предусмотрена возможность цифрового задания ограничений по току и напряжению в диапазонах 0–15 А и  $\pm 60$  В с точностью 20 мА и 10 мВ соответственно. Данные характеристики позволяют задавать напряжённость магнитного поля на образце в диапазоне  $\pm 6$  кЭ. При этом время стабилизации магнитного поля на образце составило не более 0.5 с.



Рисунок 3.7 – Электромагнит с магнитопроводом:

1 – катушка; 2 – магнитопровод; 3 – концентраторы магнитного поля

Для проведения магнитоэллипсометрических исследований электромагнит помещается в специально изготовленную вставку – кожух (рисунок 3.8), имеющую цилиндрическую форму диаметром 250 мм и глубиной 355 мм с глухой стенкой. Кожух устанавливается во фланец (5), расположенный симметрично фланцам испарителей и фланцам эллипсометрических окон на противоположной стороне камеры (см. рисунок 3.2). Конструкция кожуха имеет направляющие (рисунок 3.8) для установки электромагнита на различном удалении от образца. Таким образом, магнитное поле, наведенное остаточной намагниченностью магнитопровода в области образца, может изменяться от 100 Э до 1.4 Э.

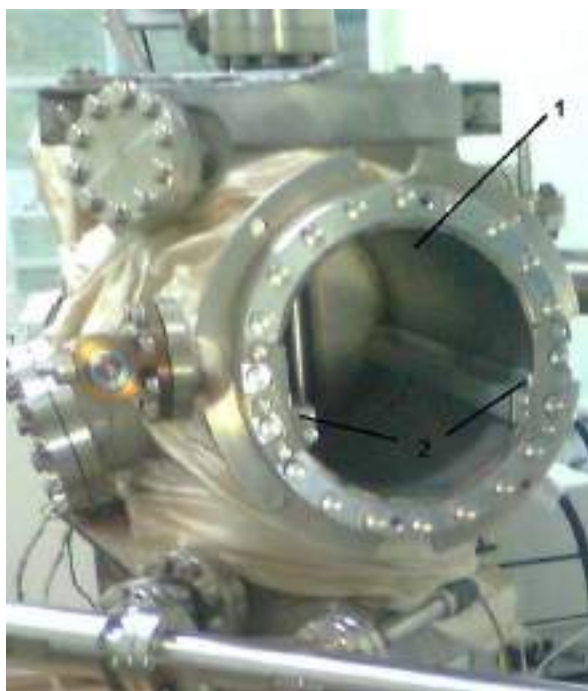


Рисунок 3.8 – Фотография кожуха:

1 – кожух; 2 – направляющие электромагнита

Создание данной магнитной системы позволило проводить магнитоэллипсометрические измерения на основе магнитооптического экваториального эффекта Керра для анализа тонких плёнок магнитных материалов, в том числе и непосредственно в процессе их роста [25, 101].

При проведении измерений регистрируются зависимости эллипсометрических параметров  $\Psi$  и  $\Delta$  от величины приложенного магнитного поля [102]. Проведение магнитооптических измерений с использованием данной схемы размещения магнитной системы позволяет проводить *in situ* спектральные магнитоэллипсометрические измерения и определять коэрцитивную силу планарных ферромагнитных структур в диапазоне полей  $\pm 6$  кЭ.

Стоит также отметить, что при таком конструктивном решении размещения электромагнита в изолирующем кожухе в процессе получения структур и *in situ* исследований разогрев обмоток электромагнита не влияет на вакуум в технологической камере.

### **3.6 Манипулятор-держатель, обеспечивающий шлюзовую загрузку исследуемых структур и позволяющий проводить эллипсометрическую диагностику в широком диапазоне температур**

Для загрузки образца в ростовую сверхвысоковакуумную камеру был разработан и создан специальный манипулятор-держатель [103]. При проектировании к его конструкции было предъявлено множество требований: захват и перемещение образца в процессе проведения эксперимента; точная установка исследуемого образца в фокусе молекулярного потока испарителя и на оптической оси зондирующего пучка эллипсометра; обеспечение нагрева и охлаждения образца.

Для реализации всех предъявленных требований к конструкции манипулятора-держателя, способного в условиях сверхвысокого вакуума осуществлять эллипсометрическую диагностику в диапазоне температур от 85 до 900 К, были спроектированы и созданы следующие системы:

- система шлюзовой загрузки образца;
- система вакуумного затвора, обеспечивающая возможность загрузки без нарушения вакуума в технологической камере;

- транспортная вакуумная система, обеспечивающая установку и юстировку образца при эллипсометрической диагностике;
- система подачи жидкого азота, обеспечивающая температурный диапазон измерений 85–300 К;
- система нагрева образца, обеспечивающая температурный диапазон измерений 300–900 К.

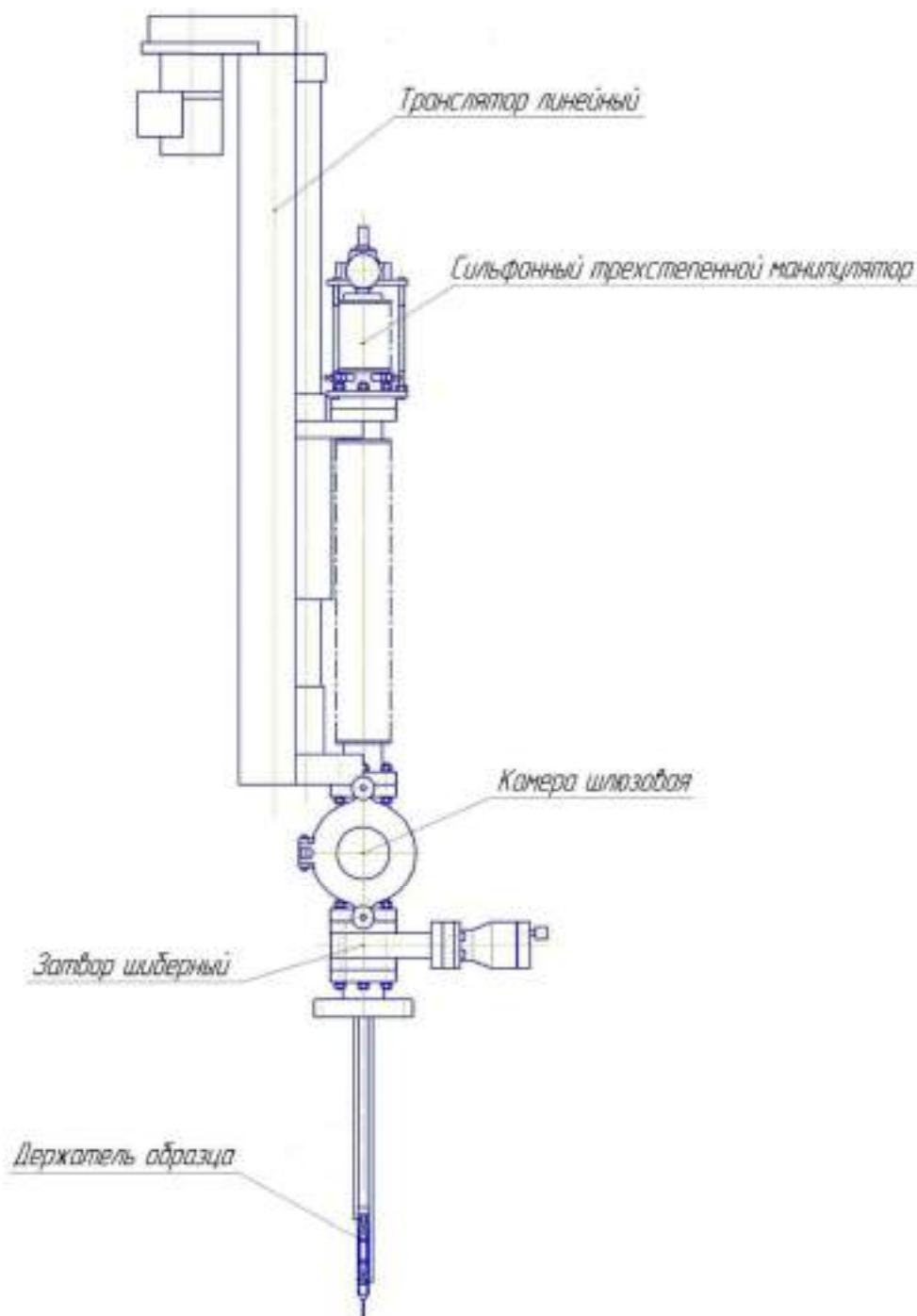


Рисунок 3.9 – Общий вид манипулятора-держателя

При проектировании, изготовлении и сборке манипулятора-держателя (рисунок 3.9) были учтены все особенности тестовых систем, обеспечивающих нагрев и охлаждение образцов в широком диапазоне температур (подробнее см. Глава 2).

### 3.6.1 Система шлюзовой загрузки и вакуумного затвора

Конструктивно шлюзовая вакуумная камера была выполнена в виде цилиндра диаметром 75 мм и высотой 140 мм, на одном из патрубков которой установлена дверца загрузочной камеры со смотровым окном (рисунок 3.10).

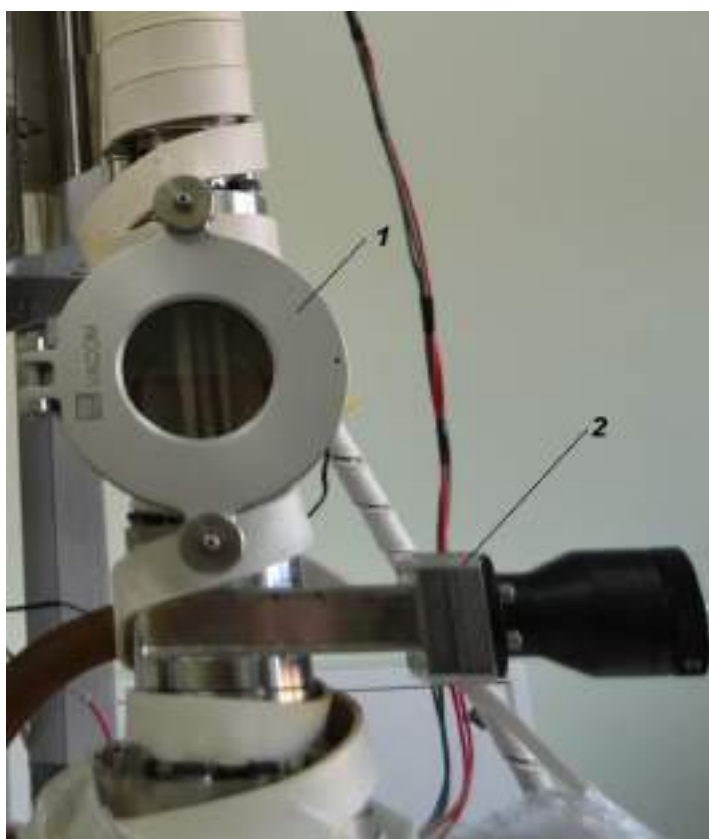


Рисунок 3.10 – Фотография шлюзовой камеры (1) и высоковакуумного шиберного затвора (2)

Крепление и снятие подложки осуществляется в загрузочной камере на специальную площадку, которая расположена на держателе образца прикреплённом к перемещающемуся штоку, имеющему возможность прямолинейного и вращательного движения.

Шлюзовая загрузочная камера выполнена из нержавеющей стали с электрополированными поверхностями. Тыльная часть шлюзовой камеры имеет два фланца, на одном из которых расположен натекаТЕЛЬ, а другой соединен с форвакуумной линией откачки. Нижним фланцем шлюзовая камера соединяется с шиберным затвором (рисунок 3.10), а верхним фланцем обеспечивает соединение с линейным транслятором транспортной системы. Высоковакуумный шиберный затвор 5GVM-40CF-MV-S производства Vacom (Германия) служит для отсечения и герметизации элементов вакуумной системы, таким образом обеспечивая необходимую последовательность откачки и напуска атмосферы в шлюзовую камеру. Затвор состоит из трех основных частей: привод, затворный механизм и корпус затвора. При помощи привода происходит движение затворного механизма, который, в свою очередь, открывает или перекрывает порты затвора. Корпус затвора представляет собой герметичную вакуумную камеру, которая присоединяется одним фланцем к вакуумной системе камеры, а второй – к шлюзовой камере. Высоковакуумный шиберный затвор можно нагревать до 523 К для обезгаживания его внутренней поверхности. Все элементы вакуумной системы соединяются между собой с помощью фланцевых соединений с медной прокладкой согласно отраслевому стандарту ОСТ 880.645.005-78.

Таким образом, наличие шлюзовой камеры и шиберного затвора сокращает время процесса выхода установки на оптимальные рабочие режимы (не более 4 часов) для проведения экспериментов и поддерживает ростовую вакуумную камеру в чистом состоянии, предотвращая окисление испаряемых материалов.

### 3.6.2 Транспортная вакуумная система

При проектировании и создании транспортной вакуумной системы за основу был взят линейный транслятор с сильфонным уплотнителем HLSML 38-800-SD производства Vacom (Германия) для прямолинейного движения вдоль вертикальной оси (Z), а также для позиционирования держателя образца (рисунок 3.11). Данный транслятор позволяет осуществлять передачу равномерных, точных движений с помощью внешнего ведущего червячного вала с электрическим приводом, шаговым двигателем и антиротационной системой. Ход транслятора вдоль оси Z возможен до 800 мм с точностью хода 10 мкм.



Рисунок 3.11 – Внешний вид системы трансляции в сборе с высоковакуумным шиберным затвором и шлюзовой камерой

Благодаря линейной направляющей, система обеспечивает плавное движение по всему диапазону перемещения, а высокоточные подшипники обеспечивают жесткость и точность позиционирования. Линейный транслятор укомплектован оптическими концевыми выключателями хода. Верхняя часть транслятора соединяется с вакуумным сильфонным трехступенным манипулятором (рисунок 3.12) так же через фланцевое соединение. Сильфонный трехступенной манипулятор предназначен для

обеспечения вращательного движения держателя образца, что обеспечивает настройку измерительной схемы в ростовой камере при проведении магнитоэллипсометрических измерений.

Вакуумный сильфонный трехступенный манипулятор представляет собой конструкцию, в которой внизу сильфона приварены высоковакуумные токовводы. К верхней части сильфона эксцентрично приварен шток держателя образца. Таким образом, полученная система регулировки, состоящая из каретки, связанной через резьбовое соединение с вакуумным сильфонным трехступенным манипулятором, позволяет проводить точную настройку образца в плоскости падения луча света с помощью направляющих винтов.



Рисунок 3.12 – Внешний вид сильфонного трехступенного манипулятора



Все основные узлы манипулятора-держателя предназначены для работы в условиях сверхвысокого вакуума и больших перепадов температур, поэтому до полной сборки макета манипулятора-держателя были проведены испытания на герметичность всех вакуум-плотных соединений с использованием гелиевого течеискателя ТИ1-14.

### 3.6.3 Держатель образца

Для обеспечения крепления образца, а также его нагрева и охлаждения был создан держатель образца (рисунок 3.13).

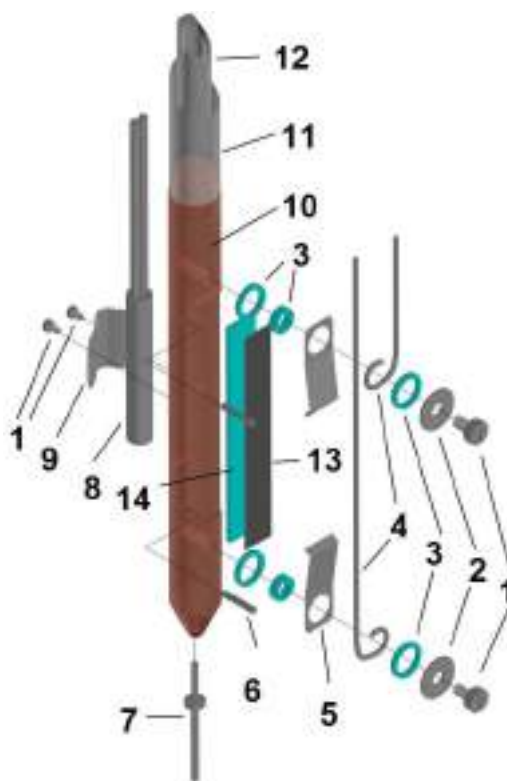


Рисунок 3.13 – Внешний вид держателя образца с токоподводящей навеской

- 1 – винт; 2 – шайба; 3 – диэлектрические втулки; 4 – токопровод;
- 5 – контакты; 6 – ограничители; 7 – ограничительный элемент;
- 8 – платиновое термосопротивление ЧЭП-2888; 9 – крепление;
- 10 – держатель образца; 11 – шток; 12 – коаксиальная трубка;
- 13 – образец; 14 – диэлектрическая пластина

Охлаждение образца (13) вплоть до температуры 85 К через медный держатель образца (10) осуществляется путем подачи хладагента по коаксиальной трубке (12), которая находится внутри штока (11). Для нагрева образца пропусканием электрического тока вплоть до 900 К в конструкции держателя предусмотрены контакты (5), обеспечивающие плотную фиксацию с помощью винтовых зажимов (1). Для контроля температуры держателя образца в диапазоне 85–570 К встроено платиновое термосопротивление (8). Общая длина держателя образца вместе со штоком составляет 1165 мм, а их диаметр равен 10 мм. Верхний конец штока (11) с помощью аргонодуговой сварки соединен с вакуумным сильфонным вводом.

Для гальванической развязки держателя (10) и образца (13) используется диэлектрическая пластина  $Al_2O_3$  (14) толщиной 2 мм. Площадка держателя образца позволяет устанавливать подложки шириной до 8 мм, длиной 40 мм и толщиной до 3 мм.

### **3.6.4 Система нагрева образца**

Для обеспечения нагрева образца прямым пропусканием электрического тока в конструкции системы нагрева были использованы герметичные электрические высоковакуумные токовводы, находящиеся на сильфонном трехступенном манипуляторе и изолированные от корпуса вакуумной камеры.

К высоковакуумным токовводам крепятся медные провода. Для электроизоляции провода помещены в трубки из кварца, закрепленные на штоке. Далее, в нижней части системы нагрева провода крепятся к контактам (5) держателя образца (здесь и далее см. рисунок 3.13) в верхней и нижней его частях с помощью винтовых зажимов (1). При этом с помощью кварцевых втулок (3) осуществляется гальваническая развязка между токопроводами и держателем образца. При подаче напряжения на контакты температурный диапазон нагрева образца осуществляется в пределах 300–900 К.

Контроль температуры на держателе образца в диапазоне от 85 до 570 К обеспечивается платиновым термосопротивлением ЧЭП-2888 (8). Контроль температуры образца в диапазоне от 570 до 900 К производится однолучевым пирометром LumaSense Technologies IMPAC IGA 5 (коэффициент серости фиксирован и равняется 0.5).

### 3.6.5 Система подачи жидкого азота

Система подачи жидкого азота содержит следующие компоненты: сосуд Дьюара, система перелива жидкого азота длиной 2100 мм диаметром проходного сечения 8 мм с электрическим нагревателем для быстрого подъема давления в сосуде Дьюара, проточный испаритель-нагреватель, газосбросный клапан, вентили откачки внутренней полости трубок системы перелива, а также устройство контроля давления в сосуде Дьюара.

Для задания температуры образца переливное устройство устанавливается в горловину сосуда Дьюара, уплотняется резиновым кольцом, включается электрический нагреватель для подъема давления в сосуде. По мере роста давления в сосуде Дьюара осуществляется подача хладагента в систему перелива.

Проточный испаритель-нагреватель позволяет нагревать газообразный азот до заданной температуры. Подогретый газообразный азот по коаксиальному штоку подается на держатель образца (рисунок 3.14). Охлаждение подложки происходит за счет контакта держателя с теплопроводящей пластиной из  $Al_2O_3$ . Введение в систему охлаждения пластины из  $Al_2O_3$  обеспечивает эффективный теплоотвод с поверхности подложки при низких температурах.

Эффективность теплопередачи тем выше, чем лучше контакт между подложкой, пластиной  $Al_2O_3$  и медным держателем образца, а также чем ниже температура хладагента, в качестве которого использован жидкий азот [83, 84, 85].



Рисунок 3.14 – Схема системы охлаждения держателя

Таким образом, наличие в системе проточного испарителя-нагревателя обеспечивает задание температуры образца в диапазоне от 85 К до 500 К

### **3.7 Проведение испытаний специальной оснастки сверхвысоковакуумной камеры**

Первоначально перед сборкой всей системы был проведен тщательный поиск микротрещин в сварных соединениях сильфонов, токовводов и проверки герметичности всех фланцевых соединений, а так же манипулятора-держателя обеспечивающего шлюзовую загрузку исследуемых структур. К фланцу со стороны сверхвысоковакуумной камеры устанавливалась заглушка с медной уплотнительной прокладкой и производился поиск микротечей при давлении в рабочем объеме  $10^{-5}$  Па.

Узел держателя образца, представленный на рисунке 3.15, проходил испытание на герметичность методом двадцатикратного повторения 30-

секундных циклов нагрева-охлаждения от 397 до 85 К на воздухе с последующим поиском микротрещин гелиевым течеискателем ТИ1-14. В результате испытаний образования микротрещин в месте соединения медного держателя и штока выявлено не было.



Рисунок 3.15 – Внешний вид держателя образца со стороны монтажа платинового чувствительного элемента ЧЭП-2888 (ГОСТ 6651-2009)

Для температурных измерений держателя образца в диапазоне от 85 до 573 К было проведено калибровочное измерение электрического сопротивления платинового чувствительного элемента ЧЭП-2888 (ГОСТ 6651-2009) при двух известных температурах. Держатель образца погружался и выдерживался в термостатированной среде в течение 5 минут до стабилизации величины электросопротивления. Измерение электросопротивления производилось прецизионным мультиметром Fluke 8846A/SU 220V, который имеет встроенную функцию измерения температуры с помощью внешнего платинового термосопротивления. Использовались следующие известные точки по температуре: это температура кипящего азота при нормальном атмосферном давлении (77.4 К) и температура замерзания дистиллированной воды (273.15 К). Измеренное значение температурного коэффициента термосопротивления (п. 3.12 по ГОСТ 6651-2009) для используемого датчика ЧЭП-2888 составило  $0.00381\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ , а электрическое сопротивление при  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  (273.15 К) – 100.15 Ом, что позволяет использовать эти значения для

калибровки прецизионного мультиметра Fluke 8846A/SU 220V в режиме измерения температуры.

После монтажа манипулятора-держателя с транспортной системой на вакуумную камеру проводилось тестирование на герметичность всей системы с непрерывным контролем давления остаточной атмосферы в процессе загрузки подложки в шлюзовую камеру и перемещения ее в технологическую камеру. Для измерения давления в шлюзовой камере загрузки использовался вакуумметр ВИТ-2, а в ростовой сверхвысоковакуумной камере – ионизационный вакуумметр ВМБ-11. Контроль давления остаточной атмосферы в процессе загрузки подложки проводился при различных положениях шиберного затвора 5GVM-40CF-MV-S. Давление на всех этапах загрузки не превышало  $10^{-4}$  Па, а время загрузки подложки в технологическую камеру составило менее 4 ч.

### **3.7.1 Оценка работоспособности эллипсометрической системы**

Для определения работоспособности созданного комплекса вначале были проведены *ex situ* спектральные эллипсометрические измерения с помощью отъюстированного и калиброванного настольного эллипсометра «Эллипс-1891» в спектральном диапазоне от 250 до 900 нм. В качестве объекта исследования, на котором проводилось тестирование эллипсометрической системы, был выбран монокристаллический кремний, так как в литературе для него имеется большое количество экспериментальных данных по оптическим свойствам при различных температурах на разных длинах волн зондирующего излучения [104, 105, 106, 107, 108, 109].

Образец представлял собой пластину монокристаллического кремния (100) толщиной 0.3 мм, покрытую естественным слоем SiO<sub>2</sub>.

Эллипсометрические измерения *ex situ* проводились по четырем оптическим зонам с последующим усреднением данных [33]. Угол

падения света на образец при измерениях составлял  $70^\circ$ . В результате решения обратной задачи эллипсометрии с использованием оптической модели «подложка Si – слой SiO<sub>2</sub>», толщина слоя SiO<sub>2</sub> по данным *ex situ* спектральной эллипсометрии составила  $1.6 \pm 0.3$  нм.

Далее образец крепился на держатель образца в вакуумной установке, прогревался до 350 К в шлюзовой камере в процессе откачки турбомолекулярным насосом для дегазации поверхности образца и стенок камеры, и после охлаждения до комнатной температуры перемещался в технологическую камеру, где были проведены *in situ* спектральные эллипсометрические измерения в условиях сверхвысокого вакуума по четырем оптическим зонам, аналогично *ex situ* измерениям [33]. *In situ* спектральные эллипсометрические измерения проводились в диапазоне 360–900 нм.

В результате решения обратной задачи эллипсометрии с использованием оптической модели «подложка Si – слой SiO<sub>2</sub>» толщина слоя SiO<sub>2</sub> по данным *in situ* спектральной эллипсометрии составила  $1.2 \pm 0.2$  нм, а угол падения зондирующего пучка составил  $56.63 \pm 0.05^\circ$  к нормали поверхности образца (рисунок 3.16).

Все спектральные эллипсометрические измерения и этапы оптического моделирования с решением обратной задачи проводились с трехкратным повторением для последующего вычисления среднего арифметического и среднеквадратического отклонения для толщины двуоксида кремния и угла падения зондирующего пучка.

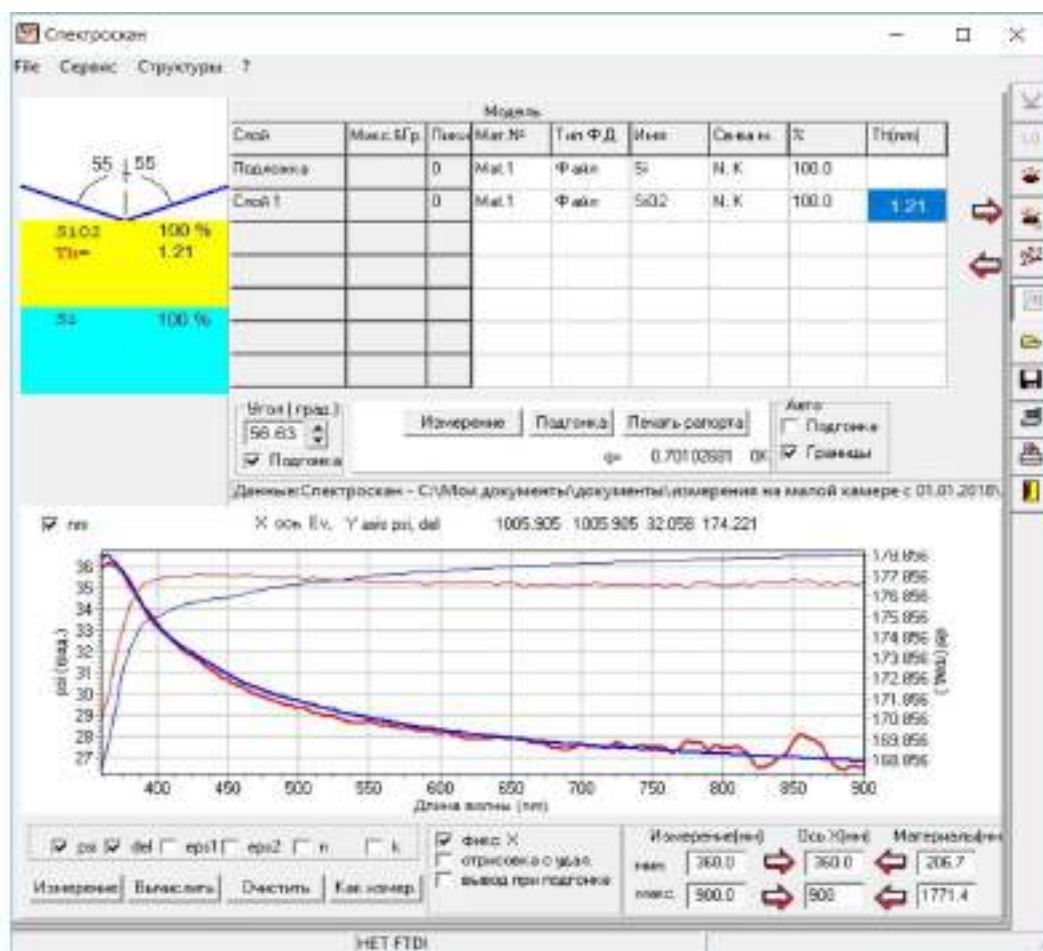


Рисунок 3.16 – Окно программы «Спектроскан» в режиме моделирования. Показана оптическая модель образца «подложка Si – слой SiO<sub>2</sub>» для *in situ* измерений

Таким образом, наблюдается соответствие между величинами толщины слоя двуокиси кремния, полученными из *ex situ* и *in situ* спектральных эллипсометрических измерений, что говорит о работоспособности спектрально-эллипсометрической измерительной системы комплекса.

### 3.7.2 Оценка работоспособности системы нагрева и охлаждения

Работоспособность системы нагрева и охлаждения подложки проверялась путем измерения температурной зависимости спектрограммы комплексной диэлектрической проницаемости монокристаллического



кремния  $\varepsilon = \varepsilon_1 + i \cdot \varepsilon_2$  и её сравнения с данными других авторов. Большинство таких работ посвящено измерениям оптических свойств поверхности Si с искусственно сформированным на ней тонким слоем SiO<sub>2</sub>. При отсутствии оксидного слоя может наблюдаться изменение морфологии поверхности чистого монокристаллического кремния при высокотемпературном нагреве образца [108]. Искусственный слой двуокиси кремния толщиной в несколько нанометров также уменьшает вероятность образования островков на интерфейсе SiO<sub>2</sub> – Si. Поэтому не требуется создавать сложные оптические модели переходного шероховатого слоя, который способен значительно исказить результаты эллипсометрических измерений. Для эксперимента был подготовлен образец, представляющий собой пластину (8×26×0.3 мм) монокристаллического кремния КДБ 5-15 кристаллической ориентации (100), покрытую слоем двуокиси SiO<sub>2</sub>.

Образец крепился на держатель в шлюзовой камере загрузки и после дегазации нагревом до 350 К помещался в технологическую камеру. Далее проводилась очистка поверхности образца в сверхвысоком вакууме при температуре 600 К. Отжиг производился методом прямого пропускания тока 0.2 А с контролем по давлению остаточной атмосферы в ростовой камере (не хуже 10<sup>-6</sup> Па) в течение 1 часа. В процессе отжига слой оксида выполнял роль защитного покрытия, которое препятствовало как десорбции монооксида кремния с поверхности образца, так и возможному воздействию остаточной атмосферы камеры на поверхность монокристаллического кремния.

Далее образец охлаждался до 85 К и постепенно нагревался до 900 К со стабилизацией температуры для измерений через каждые 100 К. После каждого этапа стабилизации температуры на уровне 0.5 К/мин производились *in situ* измерения эллипсометрических спектрограмм образца в течение нескольких минут. Оптическое моделирование системы “вакуум – слой SiO<sub>2</sub> – подложка Si” показало присутствие слоя оксида толщиной 25.70 ± 0.06 нм. По оптической модели «подложка Si – слой SiO<sub>2</sub>» при фиксированном угле падения зондирующего пучка для каждой температуры

измерений в программе «Спектроскан» был рассчитан спектр комплексной диэлектрической проницаемости кремниевой подложки  $\varepsilon = \varepsilon_1 + i \cdot \varepsilon_2$ , расположенной под слоем SiO<sub>2</sub>. Расчет  $\varepsilon$  подложки производился методом численного решения обратной задачи эллипсометрии в однослойной оптической модели [89, 90]. Для расчета  $\varepsilon$  использовался распространенный метод симплекс-оптимизации Нелдера-Мида [110]. Температурные изменения диэлектрической проницаемости слоя SiO<sub>2</sub> не учитывались в расчетах по причине их малости относительно погрешности эллипсометрических измерений [106].

Сравнение результатов измерений температурной зависимости  $\varepsilon$  кремния с данными других авторов проводилось в двух точках на спектре: 632.8 нм (1.96 эВ) (рисунок 3.17а) и 459.3 нм (2.70 эВ) (рисунок 3.17б).

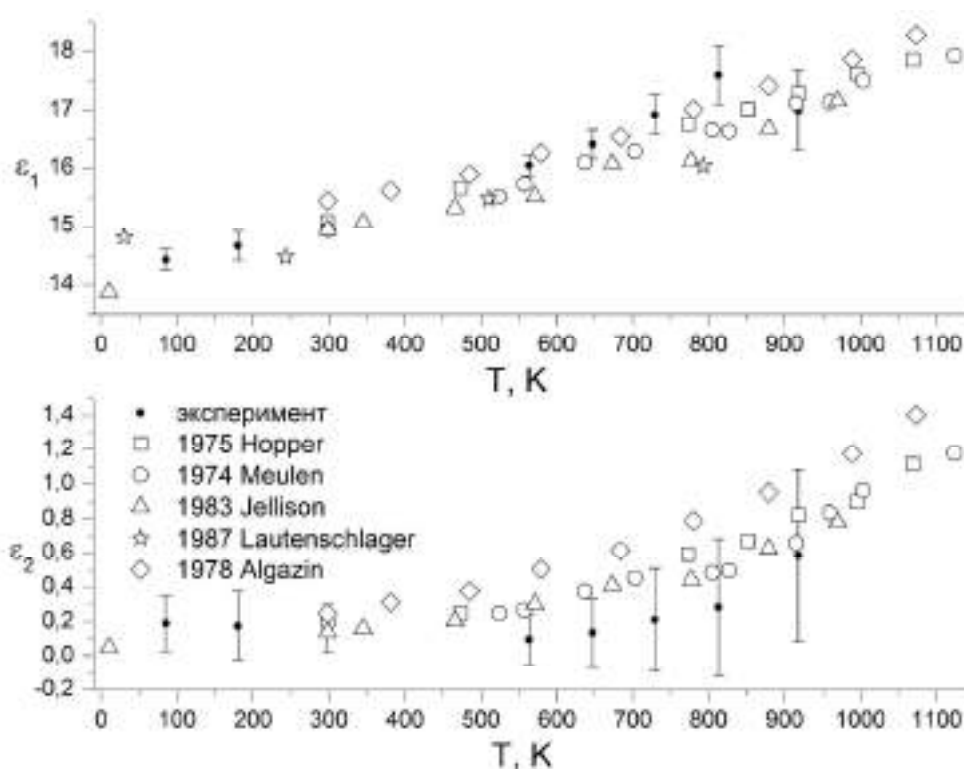


Рисунок 3.17а – Температурные зависимости рассчитанных по результатам эллипсометрических измерений комплексной диэлектрической проницаемости Si на длине волны **632.8 нм** (1.96 эВ)

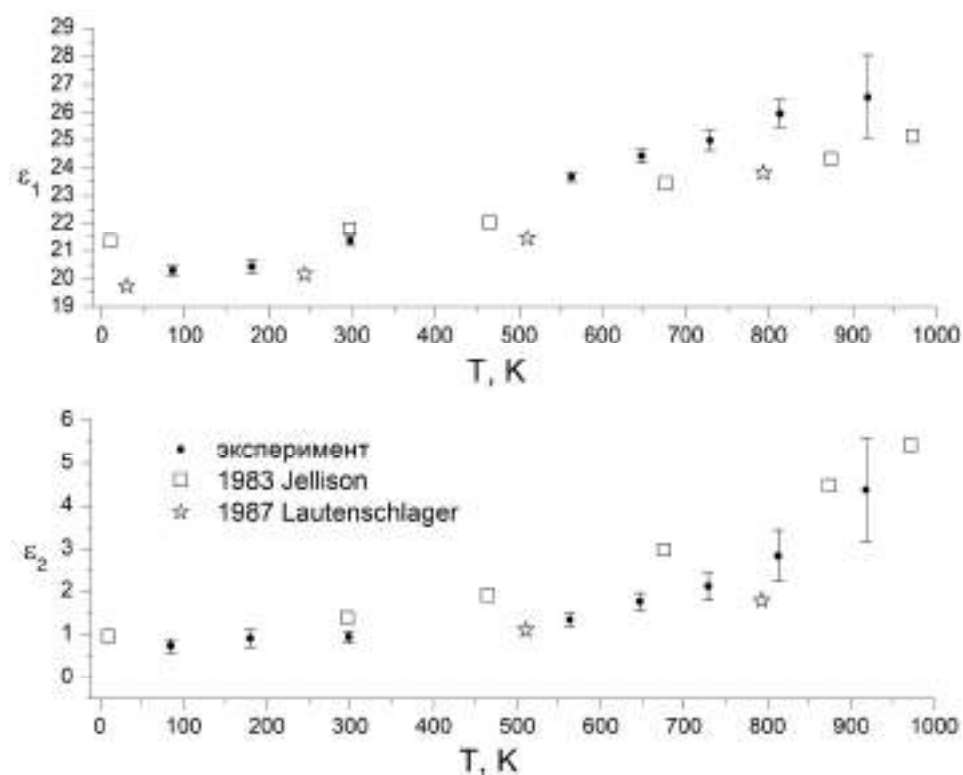


Рисунок 3.17b – Температурные зависимости рассчитанных по результатам эллипсометрических измерений комплексной диэлектрической проницаемости Si на длине волны **459.3 нм** (2.70 эВ)

Полученные результаты расчета  $\epsilon$  согласуются с данными для кремния у других авторов [104, 106, 107, 108, 111] в широком спектральном диапазоне, что подтверждает работоспособность системы задания и контроля температуры образца.

### 3.7.3 Оценка работоспособности напылительной системы

Для определения работоспособности напылительной системы был проведен эксперимент по напылению тонкой пленки железа на кремниевую подложку. Образец представлял собой пластину монокристаллического Si(100) толщиной 0.3 мм, покрытую естественным слоем SiO<sub>2</sub>. Перед напылением было проведено спектральное *in situ* эллипсометрическое исследование подложки кремния с определением толщины диоксида кремния для дальнейшего точного определения толщины растущей пленки железа по

данным одноволновой эллипсометрии реального времени. Подготовка образца производилась согласно процессу, описанному в [112]. Образец крепился на держатель и прогревался до 350 К в шлюзовой камере в процессе откачки турбомолекулярным насосом для дегазации поверхности образца и стенок камеры. Далее, после охлаждения до комнатной температуры, перемещался в технологическую камеру, где были проведены *in situ* спектральные эллипсометрические измерения в условиях сверхвысокого вакуума по четырем оптическим зонам [33]. Базовый вакуум в технологической камере составлял  $10^{-7}$  Па. *In situ* спектральные эллипсометрические измерения проводились в диапазоне 360–900 нм. В результате решения обратной задачи эллипсометрии с использованием оптической модели «подложка Si – слой SiO<sub>2</sub>» толщина слоя SiO<sub>2</sub> по данным *in situ* спектральной эллипсометрии составила  $0.4 \pm 0.1$  нм, а угол падения зондирующего пучка –  $56.8 \pm 0.1^\circ$  к нормали поверхности образца.

Все спектральные эллипсометрические измерения и этапы оптического моделирования с решением обратной задачи проводились с трехкратным повторением для последующего вычисления среднего арифметического и среднеквадратического отклонения для толщины двуокиси кремния и угла падения зондирующего пучка.

После проведения предварительных *in situ* спектральных эллипсометрических измерений на поверхность образца осаждалось поликристаллическое железо методом термического испарения из молекулярного источника. В процессе осаждения железа температура образца составляла около 523 К, при этом производился неразрушающий контроль растущей структуры методом одноволновой эллипсометрии. Для проведения одноволновых измерений на спектральном эллипсометре была установлена постоянная длина волны 470 нм, что соответствует максимальной интенсивности в спектре излучения галогенной лампы источника света эллипсометра и наибольшему соотношению «сигнал/шум». Скорость осаждения железа составляла  $\sim 0.14$  нм/мин ( $d_{Fe} = 12.4 \pm 0.1$  нм).

Азимутальное положение поляризатора эллипсометра при одноволновых измерениях составляло  $-45^\circ$ , а анализатора соответственно  $0^\circ$ . Для вычитания фоновой засветки на фотоприемниках был использован механический прерыватель светового потока, встроенный в оптический тракт эллипсометра [34].

Одновременно с эллипсометрическими измерениями осуществлялся расчёт эффективной толщины растущей плёнки железа. Для этого использовался модифицированный алгоритм на основе численного метода Ньютона [113]. Кроме толщины однородной плёнки этот алгоритм позволяет также одновременно вычислять оптические коэффициенты преломления и поглощения пленки, что в совокупности даёт возможность анализировать структурные свойства осаждаемого материала [114].

На рисунках 3.18а и 3.18б представлены измеренные в процессе роста значения эллипсометрических параметров ( $\lambda = 470$  нм) и рассчитанная по этим данным зависимость толщины плёнки от времени напыления. Рассчитанные кривые коэффициентов преломления  $n$  и поглощения  $k$  железа от толщины плёнки представлены на рисунке 3.19.

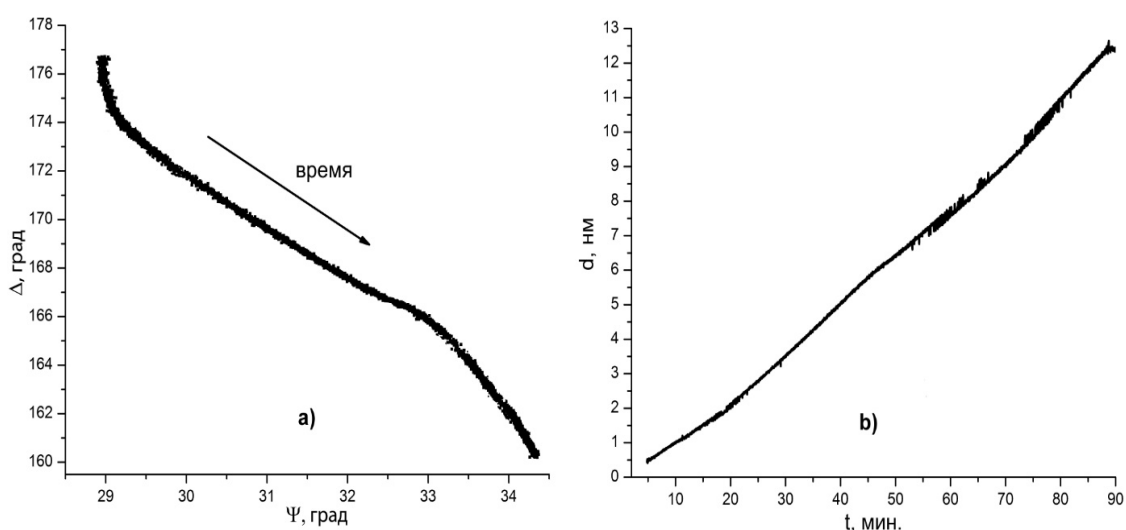


Рисунок 3.18 – а) номограмма изменения эллипсометрических углов по данным одноволновой эллипсометрии; б) рассчитанная зависимость толщины плёнки железа от времени по данным одноволновой эллипсометрии

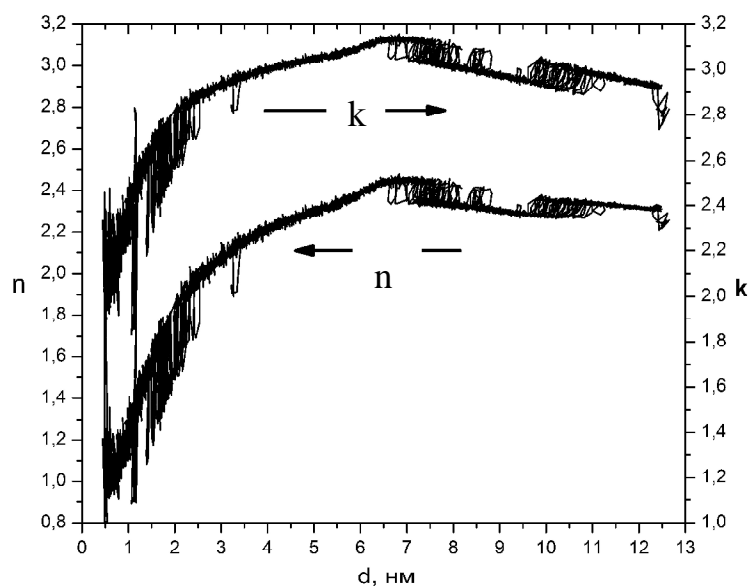


Рисунок 3.19 – Вычисленные зависимости оптических постоянных  $n$  и  $k$  плёнки Fe от её толщины по данным одноволновой эллипсометрии

На рисунке 3.19 видно, что изменение вычисленных коэффициентов преломления  $n$  и поглощения  $k$  пленки на начальных стадиях её роста носит нефизический характер – коэффициенты  $n$  и  $k$  резко изменяются от нехарактерных для железа значений  $n = 1$  и  $k = 2$  до значений  $n = 2.2$  и  $k = 2.8$ , соответствующих объемному материалу, что связано с началом формирования плёнки по островковому механизму. При этом на графике зависимости толщины от времени (рисунок 3.18b) наблюдается плавное увеличение скорости роста плёнки до выхода на постоянную скорость после 3-4 нм. Можно предположить, что после достижения значения эффективной толщины равной 3-4 нм, плёнка железа формируется сплошным слоем. Наблюдаемая зашумлённость профилей оптических постоянных  $n$  и  $k$  может быть вызвана особенностью используемой оптической модели на начальных этапах роста при формировании островкового слоя, что может приводить к неоднозначности решения при вычислении  $n$  и  $k$  [114].

После осаждения поликристаллического слоя железа на поверхность кремниевой подложки со слоем естественного оксида были проведены *in situ* спектральные эллипсометрические измерения при комнатной температуре.

Полученные спектральные зависимости эллипсометрических углов до и после осаждения Fe представлены на рисунке 3.20 [34].

По полученным спектральным эллипсометрическим данным согласно оптической модели «подложка Si – слой SiO<sub>2</sub> – слой Fe» [115] были найдены структурные параметры полученной наноструктуры: толщина SiO<sub>2</sub> составила  $0.4 \pm 0.1$  нм, а эффективная толщина пленки железа –  $12.5 \pm 0.4$  нм.

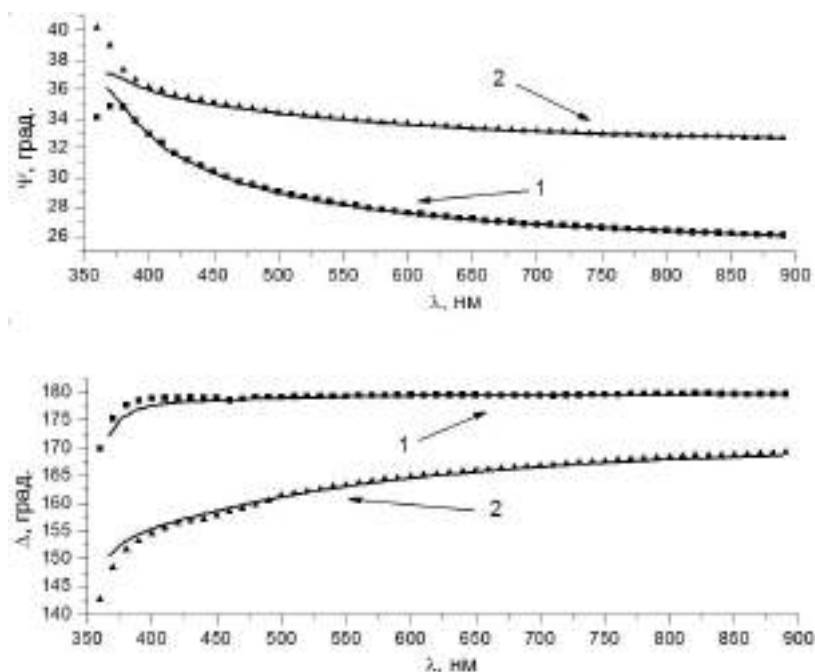


Рисунок 3.20 – Спектральные зависимости измеренных и рассчитанных эллипсометрических углов до (1) и после (2) осаждения железа: сплошные линии – оптическая модель, квадраты и треугольники – измеренные данные до и после осаждения

Впоследствии для проверки результатов расчётов толщины плёнки железа полученная структура была исследована *ex situ* методом рентгеноспектрального флуоресцентного анализа (РСФА). Толщина плёнки железа, установленная с помощью метода РСФА, составила  $12.4 \pm 0.6$  нм. Таким образом, можно сделать вывод о том, что, с учётом погрешности измерений методами РСФА, спектральной и одноволновой эллипсометрии, значения толщин Fe совпадают [34].

### 3.7.4 Тестирование работоспособности магнитной системы

После *in situ* спектральных эллипсометрических измерений проводилось тестирование работоспособности магнитной системы и измерение петли перемагничивания образца структуры Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100), полученного в процессе оценки работоспособности напылительной системы, непосредственно в ростовой технологической камере. Магнитное поле на образце задавалось дискретно с шагом 6 Э в диапазоне  $\pm 450$  Э, что обеспечивало полное магнитное насыщение пленки Fe при комнатной температуре. Азимутальные положения поляризатора эллипсометра и анализатора были установлены на  $-45^\circ$  и  $0^\circ$ . Известно, что при данной конфигурации оптических элементов удаётся получить наибольшее значение величины «сигнал/шум» при измерениях экваториального магнитооптического эффекта Керра. На рисунке 3.21 представлены результаты измерений петли перемагничивания для амплитудного параметра  $\Psi$  на длине волны 470 нм.

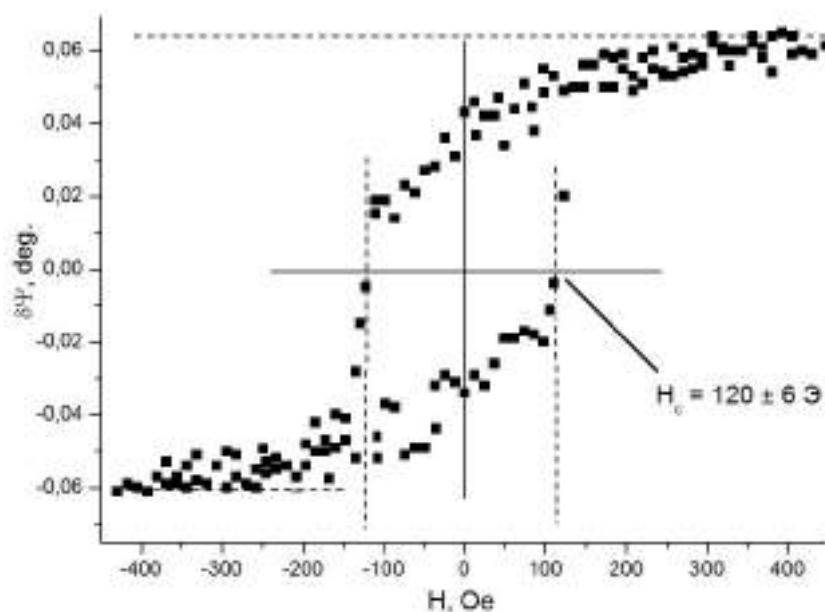


Рисунок 3.21 – Зависимость эллипсометрического параметра  $\Psi$  от величины магнитного поля для структуры Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) на длине волны 470 нм при *in situ* измерениях экваториального магнитооптического эффекта Керра



Из анализа полученных данных была определена величина коэрцитивной силы плёнки Fe, которая составила  $H_C = 120 \pm 6$  Э, а поле насыщения –  $H_s = \sim 300$  Э. Найденное значение коэрцитивной силы соответствует известным литературным данным для пленок железа [116, 117, 118, 119].

Общее время измерения петли перемагничивания образца составило не более 2двух минут.

### 3.8 Выводы к главе 3

Таким образом, при создании и испытании тестовых систем нагрева и охлаждения были определены основные технологические характеристики комбинированной технологической экспериментальной установки, объединяющей в себе метод синтеза наноматериалов (МЛЭ), методы спектрального эллипсометрического анализа и магнитооптических измерений в диапазоне температур от 85 до 900 К [120, 121].

Был разработан и создан уникальный технолого-аналитический комплекс с манипулятором-держателем [122], обеспечивающим шлюзовую загрузку исследуемых структур, и магнитной системой, позволяющей проводить магнитоэллипсометрическую диагностику в широком диапазоне температур (рисунок 3.22).

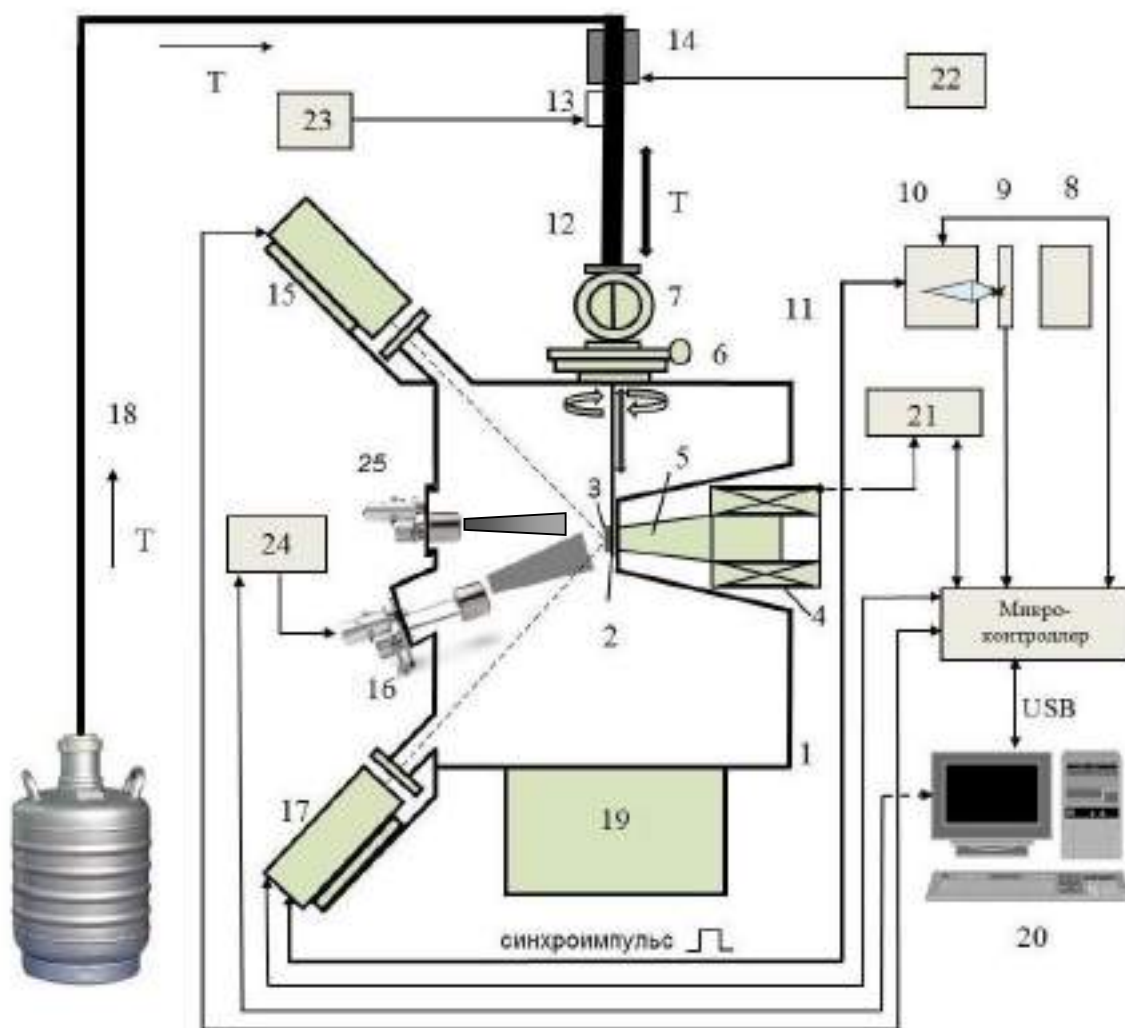


Рисунок 3.22 - Блок схема сверхвысоковакуумной многофункциональной установки: 1 – вакуумная камера; 2 – штوك с держателем образца; 3 – исследуемый образец; 4 – электромагнит; 5 – магнитопроевод; 6 – шиберный затвор; 7 – шлюзовая камера перезагрузки; 8 – источник света; 9 – обтюратор; 10 – монохроматор; 11 – световод; 12 – линейный сильфонный транслятор; 13 – вакуумный сильфонный трёхступенной манипулятор; 14 – проточный испаритель-нагреватель; 15 – блок анализатора; 16 – молекулярный источник; 17 – блок поляризатора; 18 – система подачи азота; 19 – магниторазрядный насос; 20 – компьютер; 21 – блок питания магнита; 22 – блок питания проточного нагревателя; 23 – блок питания нагревателя образца; 24 – блок питания испарителя; 25 – испаритель

Созданный сверхвысоковакуумный магнитоэллипсометрический комплекс в сравнении с мировыми аналогами обладает следующими преимуществами:

– во-первых, разработанная система держателя образца обладает возможностью изменения температуры образца двумя способами: используя тепловой контакт с теплоносителем (нагретый газ либо хладагенты) и прямым пропусканием тока через подложку. Кроме того, предлагаемая конструкция держателя компактна, диаметр медного держателя не превышает 15 мм, что даёт возможность использовать стандартные сверхвысоковакуумные шиберы и фланцы для размещения держателя с образцом на технологическом манипуляторе с большим числом степеней свободы. Тем самым обеспечивается возможность точной настройки положения держателя и образца в пространстве для проведения *in situ* спектральных эллипсометрических измерений непосредственно в технологической напылительной камере;

– во-вторых, разработанная оригинальная магнитная система перемагничивания позволяет в любой момент подводить к образцу внешнее магнитное поле до 6 кЭ. Поскольку электромагнит находится вне зоны сверхвысокого вакуума, то в дальнейшем он может быть модернизирован без вмешательства в конструкцию вакуумной части;

– в-третьих, разработанная система загрузки интегрирована с сильфонным трехступенным манипулятором для обеспечения требуемых степеней свободы при настройке оптической части, а также криостатом-нагревателем для достижения необходимого температурного диапазона. Данная особенность выгодно отличает предлагаемую установку от аналогов, в которых обычно эти функционально разные части выполнены в виде различных узлов.

При тестировании и оценке работоспособности разработанных систем технолого-аналитического комплекса с манипулятором-держателем были получены следующие результаты:

- синтезирована структура системы Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) методом термического испарения в сверхвысоком вакууме. Методами одноволновой и спектральной эллипсометрии определена толщина слоя SiO<sub>2</sub> и полученной плёнки Fe;

- получены температурные зависимости комплексной диэлектрической проницаемости  $\epsilon$  для Si на длинах волн 632.8 и 459.3 нм, которые согласуются с данными для Si других авторов в широком спектральном диапазоне, что подтверждает работоспособность системы задания и контроля температуры образца;

- проведены *in situ* исследования магнитных свойств плёнки Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) методами спектральной магнитоэллипсометрии в конфигурации экваториального эффекта Керра. Определена величина коэрцитивной силы  $120 \pm 6$  Э и поля насыщения образца порядка  $H_s = \sim 300$  Э. Полученные значения близки к значениям для аналогичных структур Fe, известных из литературных данных.

В результате проверки работоспособности всех систем сверхвысоковакуумной многофункциональной установки были определены её следующие основные характеристики:

- минимальное давление в системе  $2.67 \cdot 10^{-8}$  Па;
- время достижения давления  $6.65 \cdot 10^{-7}$  Па в камере установки после замены образца с помощью шлюзового устройства не более 4 часов;
- максимальные габариты исследуемого образца – 8 мм x 26 мм x 3 мм;
- спектральный диапазон магнитоэллипсометрических измерений – 350–1000 нм;
- температурный диапазон измерений – 85–900 К;
- характерное время измерения эллипсометрического спектра не более 20 секунд;
- предельная пороговая чувствительность поляризационно-оптических измерений не более 0.5 угл. мин;

- максимальная величина напряженности магнитного поля – 6 кЭ с точностью 0.4 Э;
- время установки магнитного поля в среднем составляет около 0.5 секунд.

## ГЛАВА 4 Тестирование разработанного магнитоэллипсометрического комплекса

Для тестирования всех узлов разработанного и созданного сверхвысоковакуумного напылительного магнитоэллипсометрического комплекса в условиях реального физического эксперимента была проведена работа по подготовке, синтезу и дальнейшему *in situ* исследованию наноструктуры «ферромагнетик/диэлектрик/полупроводник» методом спектральной магнитооптической эллипсометрии в диапазоне температур 85–1005 К.

В роли тестовой ферромагнитной наноструктуры была выбрана система Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100). Выбор материалов был обусловлен наличием большого опыта работы с пленками железа и кремния в исследовательской группе лаборатории физики магнитных явлений Института физики имени Л.В. Киренского Сибирского отделения Российской академии наук [123, 124, 125, 126, 127, 128, 129].

Для данной системы известно, что при высокотемпературных экспериментах могут образовываться силициды железа [130, 131, 132, 133, 134] даже при наличии тонкого разделяющего диэлектрического слоя из-за диффузии атомов используемых материалов через данный слой диэлектрика. Таким образом, для предотвращения химической реакции такого рода необходим защитный слой более 5–10 нм. Кроме того, при нагреве методом прямого пропускания тока, используемым в разработанном комплексе, необходима надежная электрическая изоляция между кремнием и железом для предотвращения пробоя. Опытным путем было установлено, что для создания прочного изолирующего слоя с электрической прочностью порядка нескольких десятков вольт между металлической пленкой железа и полупроводниковой кремниевой подложкой, например, диэлектрический слой SiO<sub>2</sub> должен иметь толщину более 20 нм.

Однако для технической реализации нагрева образца методом прямого пропускания тока через подложку кремния необходимо создать специальные контактные площадки с минимальной толщиной плёнки  $\text{SiO}_2$ . На рисунке 4.1 показана предложенная схема диэлектрического слоя  $\text{SiO}_2$  на подложке  $\text{Si}(100)$  с контактными площадками, где толщина  $\text{SiO}_2 < 1$  нм.

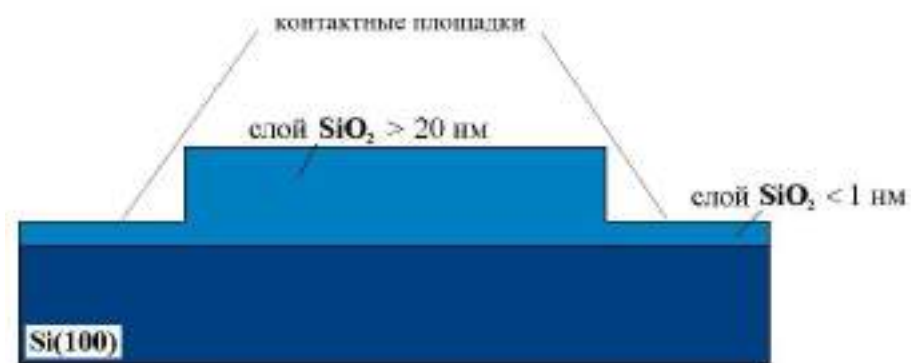


Рисунок 4.1 – Схема слоя  $\text{SiO}_2$  на подложке  $\text{Si}(100)$  с контактными площадками

Таким образом, эксперимент по напылению и исследованию системы  $\text{Fe}/\text{SiO}_2/\text{Si}(100)$  условно можно разделить на следующие основные этапы:

1. Предварительная подготовка подложки, в которую включены формирование поверхностного оксидного слоя заданной геометрии (см. рисунок 4.1), а также очистка поверхности от адсорбированных атмосферных газов и возможных органических загрязнений.

2. Напыление пленки железа на поверхность подложки  $\text{SiO}_2/\text{Si}(100)$  в сверхвысоком вакууме с контролем оптических свойств образца методом *in situ* одноволновой эллипсометрии реального времени.

3. Проведение *in situ* спектральных эллипсометрических и магнитоэллипсометрических измерений созданной наноструктуры в диапазоне температур от 85 до 1005 К в условиях сверхвысокого вакуума.

#### 4.1 Подготовка подложки SiO<sub>2</sub>/Si(100)

Создание слоя оксида толщиной более 20 нм на подложке монокристаллического Si кристаллографической ориентации (100) марки 60КДБ 5-15 проводилось в ИФП СО РАН методом термического окисления в среде O<sub>2</sub> + HCl при температуре около 1270 К. В окислителе активный хлор добавлен для того, чтобы в случае наличия случайно проникших из подложки примесных ионов натрия или калия в слой SiO<sub>2</sub> превратить их в электрически нейтральные соединения [135], тем самым улучшая свойства оксида и кремниевой подложки (увеличивается диэлектрическая прочность, уменьшается плотность поверхностных состояний, уменьшается содержание примесей). Оценка толщины полученного оксидного слоя SiO<sub>2</sub> проводилась по данным *ex situ* спектральной эллипсометрии с использованием модели «вакуум – слой SiO<sub>2</sub> – подложка Si» и составила  $26.6 \pm 0.1$  нм. Для формирования контактных площадок была изготовлена маска из тонкой плёнки поливинилхлорида с клеящей основой, которая приклеивалась к образцу для защиты его поверхности от воздействия травящего раствора. Далее подложка полностью погружалась в раствор травителя (10% водный раствор HF) на 5 секунд при комнатной температуре и затем немедленно промывалась в проточной деионизированной воде.

После удаления защитной поливинилхлоридной плёнки подложка промывалась от возможных загрязнений (остатков клеевой основы пленки) в течение 1 минуты в растворе NH<sub>4</sub>OH(1 часть):H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>(1 часть):H<sub>2</sub>O(1 часть) с финальной промывкой в деионизированной воде и дальнейшей сушкой. Измерения методом *ex situ* спектральной эллипсометрии толщины SiO<sub>2</sub> на контактных площадках показали величину  $0.6 \pm 0.1$  нм.

Далее подложка со сформированным оксидным слоем и вытравленными контактными площадками закреплялась на держателе образца и загружалась в сверхвысоковакуумную технологическую камеру разработанного магнитоэллипсометрического комплекса согласно схеме, представленной на рисунке 4.2. Такое расположение элементов должно



обеспечивать экранирование выступающей частью токоподводящего контакта площадок с тонким слоем  $\text{SiO}_2$  от потока  $\text{Fe}$  при напылении.

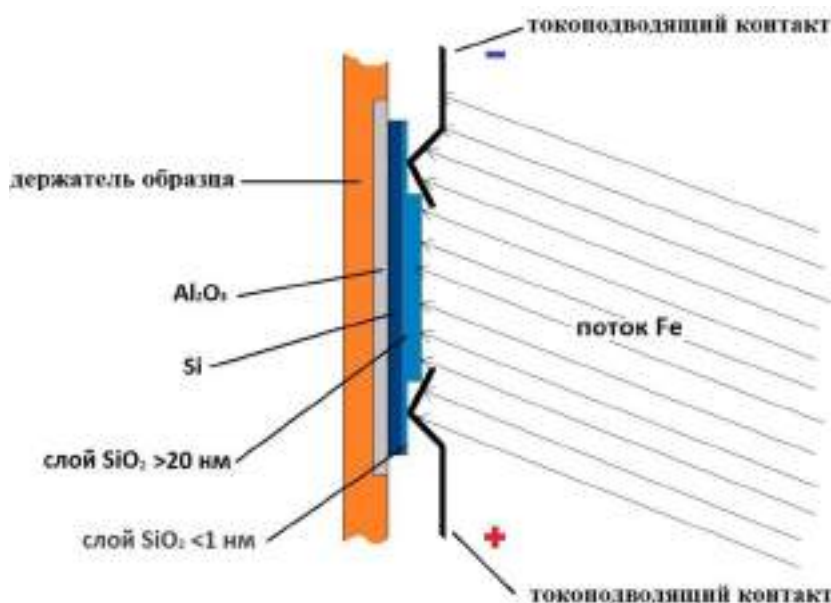


Рисунок 4.2 – Схематическое изображение закрепления подложки со сформированным оксидным слоем на держателе образца

После загрузки в технологическую камеру поверхность подложки была очищена от воды и адсорбированных атмосферных газов посредством отжига в сверхвысоком вакууме методом прямого пропускания тока. Отжиг производился с контролем по давлению остаточной атмосферы в технологической камере. До процесса отжига давление в камере составляло порядка  $10^{-8}$  Па. Для нагрева подложки использовался блок питания «Импульс» производства ИФП СО РАН. Через токоподводящие контакты держателя к поверхности подложки подводилось постоянное напряжение величиной 120 В с заданным ограничением по току 0.02 А. По прошествии 20-30 секунд происходил пробой через тонкий слой  $\text{SiO}_2$ , обеспечивая протекание тока через полупроводниковую подложку. В автоматическом режиме блок питания ограничивал напряжение на подложке на уровне 38 В. В дальнейшем значение тока на ней плавно поднималось до 0.4 А.

При нагревании подложки прямым пропусканием тока с её поверхности происходила активная десорбция газов, при этом давление в камере увеличивалось до  $10^{-6}$  Па. Успешная очистка поверхности  $\text{SiO}_2/\text{Si}(100)$  характеризовалась стабилизацией давления остаточной атмосферы в камере на уровне  $10^{-8}$  Па при высоких температурах. Максимальная температура подложки, измеренная при отжиге однолучевым пирометром LumaSense Technologies IMPAC IGA 5, составляла  $\sim 750$  К.

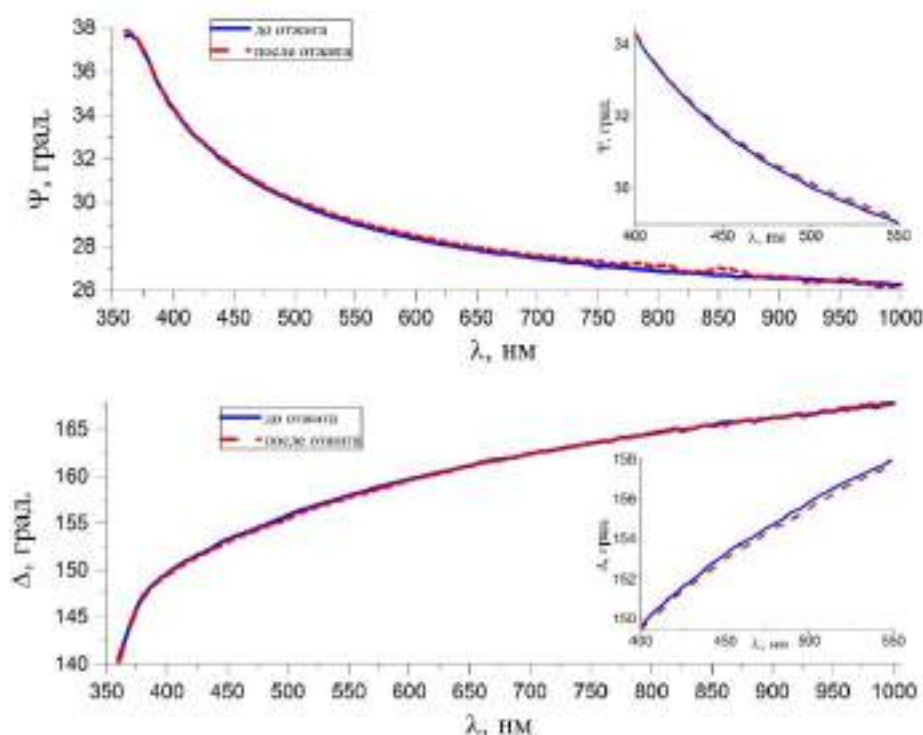


Рисунок 4.3 – Измеренные *in situ* спектральные зависимости эллипсометрических углов  $\Psi$  и  $\Delta$  подложки  $\text{SiO}_2/\text{Si}(100)$  до и после сверхвысоковакуумного отжига. Угол падения зондирующего пучка –  $55.53^\circ$

На рисунке 4.3 показаны результаты *in situ* спектральных эллипсометрических измерений до и после сверхвысоковакуумного отжига подложки  $\text{SiO}_2/\text{Si}(100)$ . При оптическом моделировании спектрограмм эллипсометрических углов «вакуум – слой  $\text{SiO}_2$  – подложка  $\text{Si}$ » было установлено, что после высокотемпературного отжига толщина слоя  $\text{SiO}_2$  составила  $25.3 \pm 0.4$  нм.

## 4.2 Синтез структуры Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100)

Далее был проведен эксперимент по напылению Fe в сверхвысоком вакууме на подготовленную поверхность подложки SiO<sub>2</sub>(25.3 нм)/Si(100). Технология осаждения Fe основана на термическом испарении металла из ячейки Кнудсена – разогретого до ~ 1700 К тигля из нитрида бора, с последующим осаждением атомов железа на подготовленную поверхность подложки. В процессе осаждения температура держателя образца контролировалась по платиновому термосопротивлению ЧЭП-2888. Температура подложки при осаждении была около 330 К, а время осаждения составило 63 минуты. Процесс осаждения железа непрерывно контролировался неразрушающим *in situ* одноволновым эллипсометрическим методом на длине волны зондирующего пучка 470 нм.

В процессе одноволновых эллипсометрических измерений производился расчёт толщины растущего слоя железа по модифицированному методу Ньютона из работы [136]. Сглаженная зависимость толщины пленки железа на подложке SiO<sub>2</sub>(25.3 нм)/Si(100) от времени напыления представлена на рисунке 4.4.

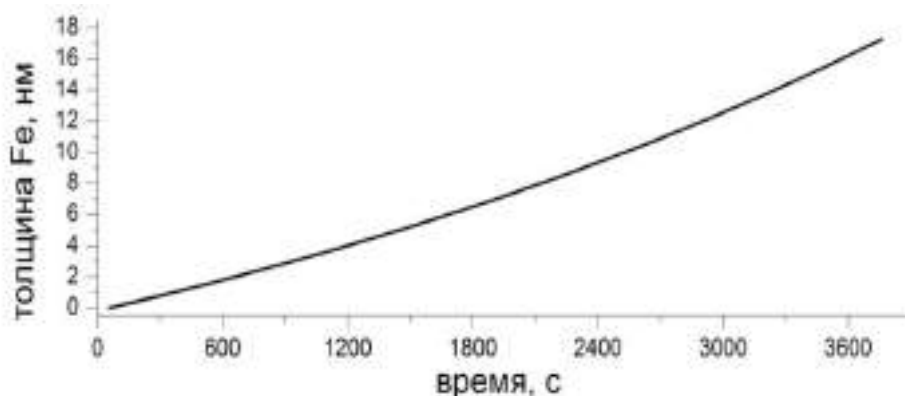


Рисунок 4.4 – Зависимость рассчитанной толщины от времени напыления плёнки Fe на подложке SiO<sub>2</sub>(25.3 нм)/Si(100) по данным одноволновой эллипсометрии. Длина волны зондирующего пучка равна 470 нм, угол падения – 55.53°

Одноволновые эллипсометрические измерения проводились в режиме постоянного вычитания темнового сигнала с использованием прерывателя светового потока.

На рисунке 4.5 представлена фотография кремниевой подложки на держателе образца в технологической камере после осаждения на её поверхность ферромагнитного слоя Fe.



Рисунок 4.5 – Фотография структуры Fe/SiO<sub>2</sub>(25.3 нм)/Si(100) на держателе образца в технологической сверхвысоковакуумной камере:

1 – область напыления железом; 2 – токоподводящие контакты

Итоговая толщина Fe согласно расчету по данным одноволновой эллипсометрии составила  $17.3 \pm 0.2$  нм при средней скорости осаждения 0.275 нм/мин. По результатам *in situ* спектральных эллипсометрических измерений после осаждения железа при температуре 300 К толщина пленки железа составила  $17.6 \pm 0.4$  нм. Толщина эффективного слоя Fe в пересчете на среднюю плотность  $7874 \text{ кг/м}^3$  дополнительно была измерена на рентгенофлуоресцентном спектрометре Pioneer S4 (Bruker, Германия, 2005) в Центре коллективного пользования Красноярского научного центра СО РАН

после извлечения полученной структуры Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) из сверхвысоковакуумной камеры. Измеренное значение составило  $17.0 \pm 0.6$  нм, что согласуется с данными эллипсометрических измерений.

#### **4.3 Проведение *in situ* спектральных эллипсометрических и магнитоэллипсометрических измерений в широком диапазоне температур**

После синтеза системы Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) были проведены *in situ* спектральные, одноволновые эллипсометрические и магнитоэллипсометрические измерения в диапазоне температур от 85 до 1005 К. С помощью разработанной системы охлаждения структура вначале охлаждалась до 85 К пропусканием потока жидкого азота через держатель образца и отогревалась до 300 К с помощью проточного нагревателя. Контроль температуры держателя образца осуществлялся по платиновому термосопротивлению. Далее структура нагревалась методом прямого пропускания тока. Высокие температуры на образце задавались величиной тока, проходящей через подложку, и измерялись однолучевым пирометром LumaSense Technologies IMPAC IGA 5. При пошаговом нагреве структуры до точек 530, 690, 800, 915 и 1005 К, на каждом шаге после стабилизации температуры проводились одноволновые эллипсометрические измерения на длине волны зондирующего пучка 470 нм с разверткой по полю. Температурная стабилизация определялась через следующий критерий: изменение эллипсометрических углов  $\Psi$  и  $\Delta$ , вызванное температурным дрейфом за период проведения магнитоэллипсометрических измерений с разверткой по полю, не превышает экспериментальной погрешности для  $\Psi$  и  $\Delta$ .

На рисунке 4.6 представлены измеренные петли перемангничивания по эллипсометрическому параметру  $\Psi$  от наноструктуры Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) при температурах 85, 300, 530, 800 и 1005 К.

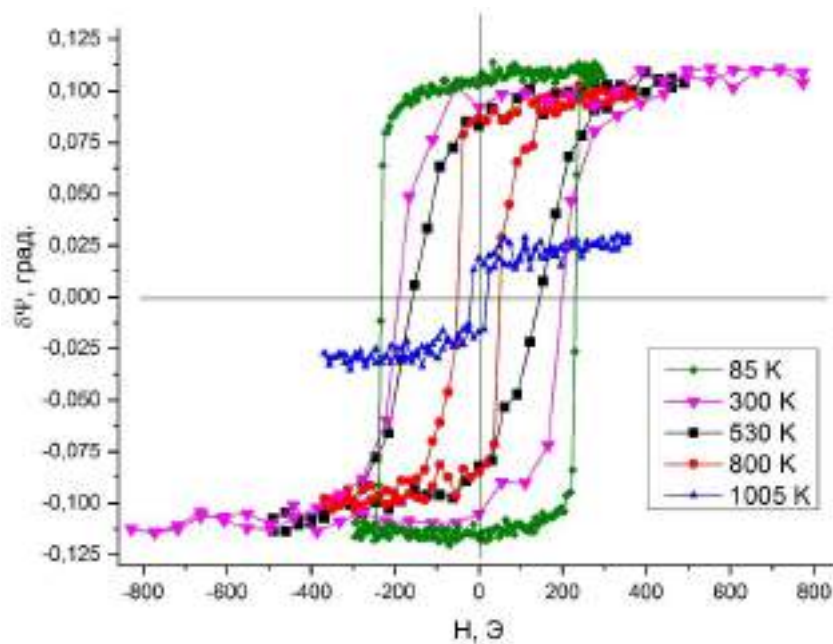


Рисунок 4.6 – Результаты измерений полевых зависимостей по эллипсометрическому параметру  $\Psi$  относительно среднего значения для наноструктуры Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) при различных температурах от 85 до 1005 K

Найденные из петель перемангничивания эллипсометрического параметра  $\Psi$  значения коэрцитивной силы для Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) при различных температурах представлены на рисунке 4.7.

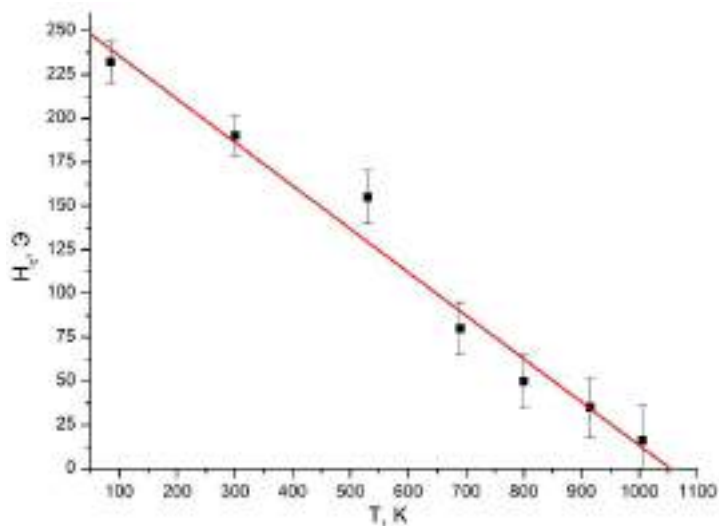


Рисунок 4.7 – Значения коэрцитивной силы для наноструктуры Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) при нагреве по данным магнитоэллипсометрии. Длина волны зондирующего пучка равна 470 нм, угол падения – 55.53°

Из рисунков 4.6 и 4.7 видно, что с ростом температуры от 85 до 1005 К у образца уменьшаются как величина коэрцитивной силы при перемагничивании, так и магнитоэллипсометрический отклик. Зависимость коэрцитивной силы  $H_c$  пленки при нагреве имеет спадающий характер, с пересечением нуля в точке с примерным значением  $1052 \pm 10$  К (рисунок 4.7). Полученный результат лежит очень близко к значению температуры Кюри объемного ОЦК железа ( $T_c = 1043$  К) [137].

Также при температурах 85, 300 и 530 К проводились *in situ* спектральные эллипсометрические и магнитоэллипсометрические измерения в диапазоне длин волн от 400 до 900 нм (рисунки 4.8 и 4.9). Амплитуда магнитного поля при перемагничивании образца в процессе спектральных магнитоэллипсометрических измерений составляла  $\pm 2$  кЭ.

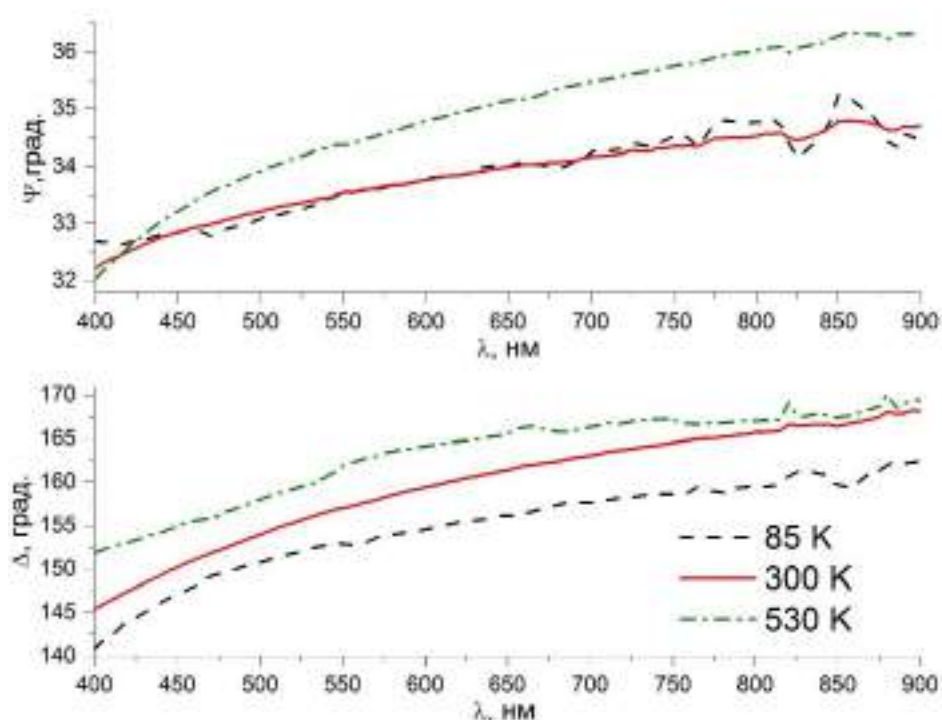


Рисунок 4.8 – Спектральные зависимости эллипсометрических параметров поверхности Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) в спектральном диапазоне от 400 до 900 нм при 85, 300 и 530 К. Угол падения зондирующего пучка – 55.53°



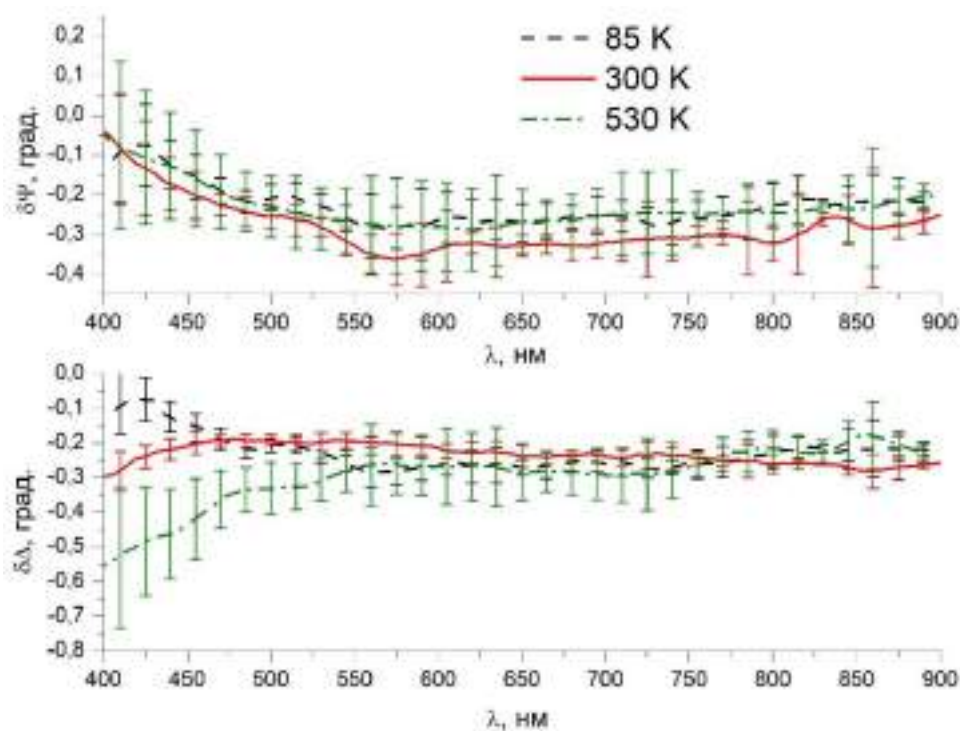


Рисунок 4.9 – Спектральные магнитоэллипсометрические измерения поверхности Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) в спектральном диапазоне от 400 до 900 нм при 85, 300 и 530 К. Угол падения зондирующего пучка – 55.53°

По спектральным зависимостям эллипсометрических и магнитоэллипсометрических измерений при различных температурах видно, что с ростом температуры эллипсометрические спектрограммы изменяются во всем спектральном диапазоне. Причем при нагревании выше комнатной температуры параметр  $\Psi$  изменяет как амплитуду, так и характер спектральной зависимости. Магнитоэллипсометрические спектрограммы практически не показывают изменений амплитуды сигнала при росте температуры с учетом среднеквадратической погрешности измерений. Исключением является только коротковолновая область спектра до 500 нм параметра  $\delta\Delta$ , где наблюдается рост амплитуды сигнала с нагревом структуры.

Оказалось, что при нагревании структуры Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) более 600 К, её собственная светимость в инфракрасном диапазоне стала превышать величину засветки от источника зондирующего пучка в сотни раз, что



серьёзно затруднило спектральные эллипсометрические и магнитоэллипсометрические измерения. Однако длительное усреднение сигнала с вычитанием фоновой засветки позволило производить измерения без развертки по спектру. Но время таких измерений значительно увеличилось, что делает невозможным проведение исследований каких-либо быстротекущих процессов на поверхности Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) в результате её нагрева, например, окисление железа в остаточной атмосфере или рост кристаллитов железа и SiO<sub>2</sub>.

На рисунке 4.10 представлены температурные зависимости эллипсометрических углов  $\Psi$  и  $\Delta$  на длине волны 470 нм при нагреве Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) до высоких температур с последующим охлаждением без приложения внешнего магнитного поля.

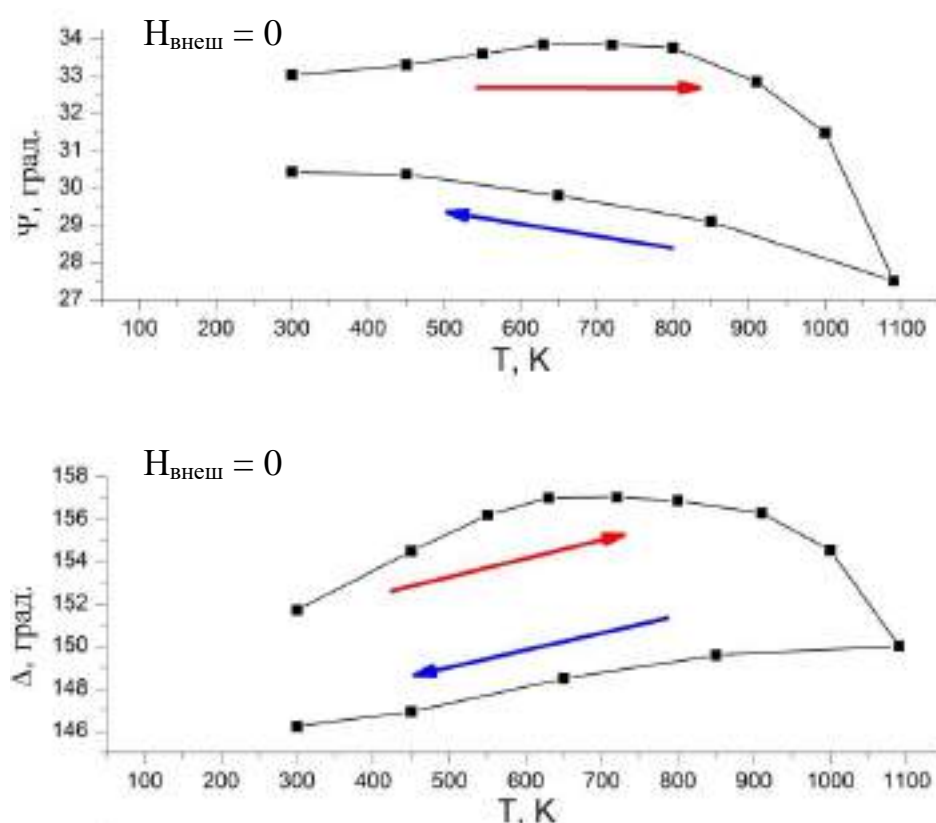


Рисунок 4.10 – Температурные зависимости эллипсометрических параметров  $\Psi$  и  $\Delta$  структуры Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) в диапазоне от 300 до 1100 К на длине волны 470 нм при нагреве с последующим охлаждением

Анализ данных одноволновой эллипсометрии при 300 К до и после нагрева Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) показал уменьшение оптического поглощения всей структуры с усилением деполяризованной компоненты в отраженном свете. Это свидетельствует о появлении неупорядоченной структуры на поверхности Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) с характерными размерами порядка длины волны зондирующего пучка (от 100 до 600 нм) [89, 90]. Кроме того, измеренная полевая зависимость эллипсометрического параметра  $\Psi$  после нагрева и охлаждения образца до 300 К показала изменение магнитных свойств пленки Fe (рисунок 4.11).

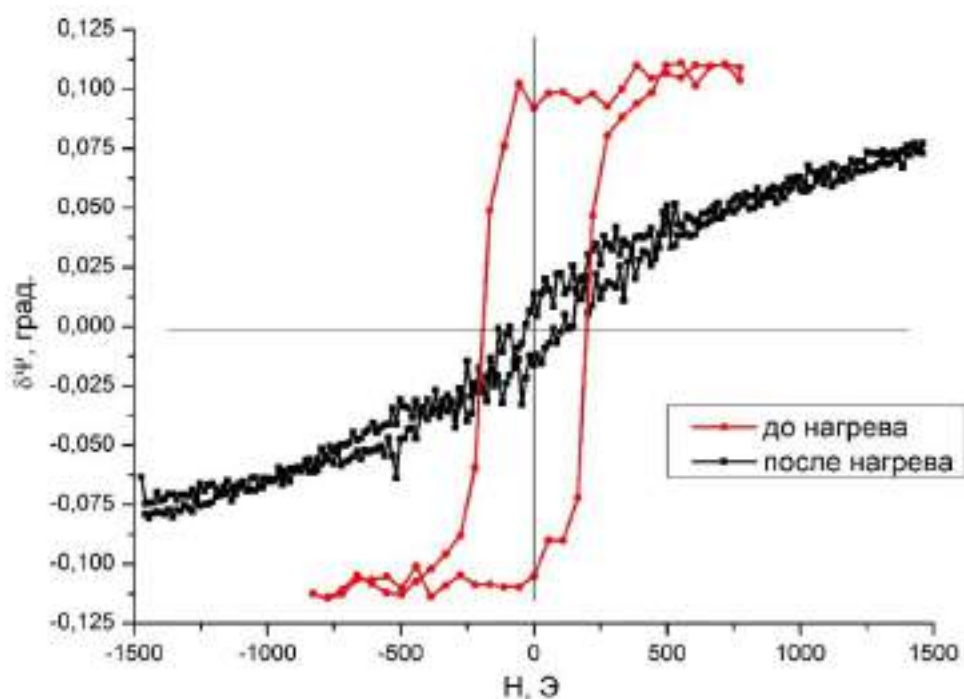


Рисунок 4.11 – Результаты измерений полевых зависимостей эллипсометрического параметра  $\Psi$  относительно среднего значения для наноструктуры Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) при 300 К до и после нагрева до 1005 К

Также после нагрева структуры до температуры 1100 К и ее охлаждения поверхность пленки визуально стала матовой с видимым сильным рассеянием белого света при отражении, что также свидетельствует об изменении морфологии поверхности синтезированной структуры.

Информация об островковой геометрии поверхности Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) была позднее подтверждена *ex situ* исследованиями на растровом электронном микроскопе (РЭМ) сверхвысокого разрешения S-5500 (Hitachi, Япония, 2009) в Центре коллективного пользования Красноярского научного центра СО РАН. На рисунке 4.12 представлено РЭМ-изображение поверхности Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100).

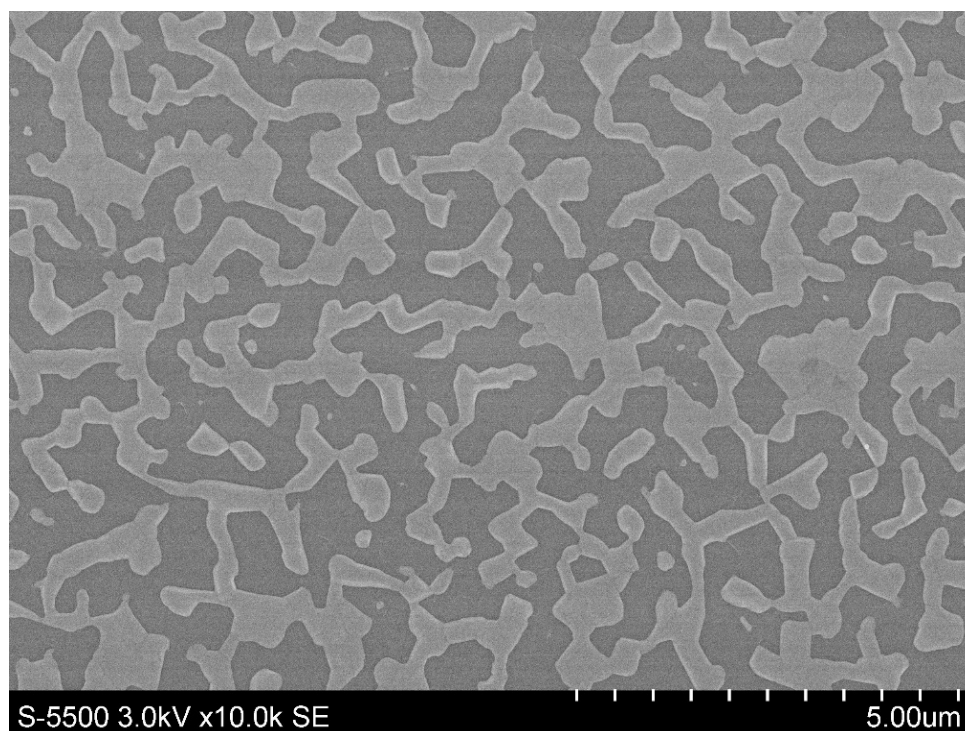


Рисунок 4.12 – РЭМ-изображение поверхности Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100)

Анализ изображения растровой электронной микроскопии поверхности Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) показывает наличие нерегулярной островковой структуры с развитой морфологией, где между сростками крупных островков в конгломераты наблюдаются так же и мелкие островки.

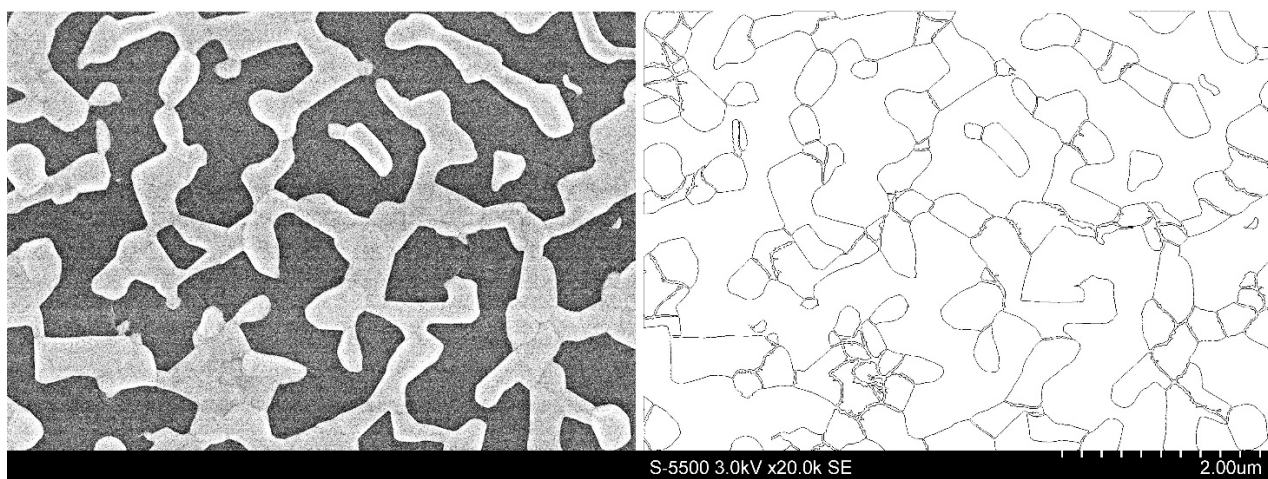


Рисунок 4.13 – РЭМ-изображение поверхности пленки  $\text{Fe/SiO}_2/\text{Si}(100)$  с выделением границ кристаллитов

На основе данных РЭМ-изображения, полученного при бóльшем увеличении с выделением границ кристаллитов (рисунок 4.13), была проведена статистическая оценка размеров островков на исследуемой поверхности. Средний продольный размер островков составляет 363 нм. Размер островков варьируется от 10 до 1000 нм, что и обуславливает столь значительное рассеяние белого света поверхностью  $\text{Fe/SiO}_2/\text{Si}(100)$ .

#### 4.4 Выводы к главе 4

В результате тестирования сверхвысоковакуумного комплекса для получения и *in situ* исследования наноструктур методом спектральной магнитооптической эллипсометрии в широком температурном диапазоне на примере структуры «ферромагнетик/диэлектрик/полупроводник» было продемонстрировано, что созданный сверхвысоковакуумный комплекс позволяет в едином физическом эксперименте осуществлять синтез ферромагнитных наноструктур на поверхности подложки с *in situ* неразрушающим эллипсометрическим контролем, а также проводить *in situ* исследования полученной наноструктуры методом магнитоэллипсометрии в температурном диапазоне 85–1005 К.

При предварительной подготовке образца была продемонстрирована возможность неразрушающего *in situ* спектрального эллипсометрического измерения структуры SiO<sub>2</sub>/Si(100) при термической очистке поверхности от адсорбированных атмосферных газов.

Была создана ферромагнитная наноструктура Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) методом термического испарения в сверхвысоком вакууме с неразрушающим *in situ* эллипсометрическим контролем процесса осаждения Fe на поверхность SiO<sub>2</sub>/Si(100).

Проведены *in situ* спектральные эллипсометрические и магнитоэллипсометрические измерения на образце Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) в диапазоне температур от 85 до 1005 К. В результате экстраполяции экспериментальных данных температурных зависимостей магнитоэллипсометрического сигнала и коэрцитивной силы была найдена температура Кюри ферромагнитной пленки  $1052 \pm 10$  К. Полученный экспериментальный результат согласуется с известными литературными данными для объемного железа.

Установлено, что при нагревании структуры Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) более 600 К, её собственная светимость в инфракрасном диапазоне превышает

величину засветки от источника зондирующего пучка в сотни раз, что серьёзно затрудняет спектральные эллипсометрические и магнитоэллипсометрические измерения. Данную проблему предложено решать с помощью длительного усреднения сигнала с вычитанием фоновой засветки.

Из анализа температурных зависимостей формы петель перемагничивания и эллипсометрических углов был сделан вывод том, что при нагреве образца Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) до температуры более 1100 К пленка железа претерпевает фазовый переход из ферромагнитного состояния в парамагнитное, а также необратимо изменяется морфология ее поверхности. По данным анализа РЭМ-изображений установлено, что поверхность образца имеет островковую структуру, причем размер островков варьируется от 10 до 1000 нм. Средний продольный размер островков составляет 363 нм.

## Заключение

При аналитическом обзоре научных источников были рассмотрены проведенные ранее исследования, а также и представлены возможности спектральной эллипсометрии при температурных исследованиях. Рассмотрены вопросы, связанные с микроскопической теорией, и экспериментальные измерения магнитооптического эффекта Керра. Проведенные патентные исследования показали возможность создания комбинированной технологической экспериментальной установки, объединяющей в себе метод синтеза наноматериалов, а также методы спектрального эллипсометрического анализа и магнитооптических измерений в широком диапазоне температур.

На основе анализа существующих решений и проведенных патентных исследований были разработаны и созданы тестовые системы охлаждения и нагрева. Было установлено, что наиболее эффективной системой охлаждения является теплопроводящий медный стержень с закрепленным образцом с одной его стороны и хладагентом с другой. Исследовательские испытания данной конструкции показали высокую скорость охлаждения образца и стабильность при поддержании постоянной температуры его поверхности в диапазоне от 85 до 300 К, а также возможность нагрева до 470 К. Для нагрева образца до высоких температур предложена система, которая базируется на методе прямого пропускания тока. При этом ключевым элементом конструкции системы нагрева является диэлектрическая пластина из сапфира между образцом и медным держателем. Сапфир обладает быстроспадающей зависимостью коэффициента теплопроводности при повышении температуры, что позволяет применять его в роли теплоизолятора при высоких температурах и эффективного теплоотвода при температурах кипения азота.

На основании полученных результатов была разработана эскизная конструкторская документация (спецификация, сборочные чертежи,

пояснительная записка и руководство по эксплуатации макета манипулятора-держателя) на макет манипулятора-держателя, обеспечивающего шлюзовую загрузку исследуемых структур. Макет включает также систему вакуумного затвора, обеспечивающую возможность загрузки без нарушения вакуума в технологической камере, а также транспортную вакуумную систему, которая обеспечивает установку и юстировку образца при эллипсометрической диагностике в широком диапазоне температур.

Используемый метод неразрушающей *in situ* эллипсометрической диагностики в широком диапазоне температур (85–900 К) удовлетворяет следующим характеристикам:

- спектральный диапазон измерений 350–1000 нм;
- задаваемый температурный диапазон от 85 К до температур разрушения системы нагрева;
- характерное время измерения эллипсометрического спектра не более 20 секунд;
- предельная пороговая чувствительность поляризационно-оптических измерений не более 0.5 угл. мин.

В роли тестовой системы «ферромагнетик/диэлектрик/полупроводник» использовалась система в виде тонкого слоя металлического железа на кремниевой подложке со слоем диоксида кремния. Выбор обусловлен большим опытом работы с данной системой в исследовательской группе лаборатории физики магнитных явлений Института физики имени Л.В. Киренского СО РАН и большим количеством литературных данных по структурам Fe-Si. В процессе тестовых исследований наноструктуры Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) было продемонстрировано, что разработанная методика неразрушающей *in situ* эллипсометрической диагностики в широком диапазоне температур (85–900 К) позволяет не только исследовать уже готовые ферромагнитные наноструктуры непосредственно в технологической камере, но и полностью контролировать их оптические свойства в процессе формирования в условиях сверхвысокого вакуума.



Таким образом, разработанный сверхвысоковакуумный комплекс [34, 99, 100, 138] для получения и *in situ* исследования наноструктур методом спектральной магнитооптической эллипсометрии [139, 140, 141, 142] в широком температурном диапазоне [34,121] может существенно продвинуть метод магнитоэллипсометрии, как метод неразрушающей *in situ* эллипсометрической диагностики в широком диапазоне температур (85–900 К) и основными выводами работы являются:

1. Разработан и создан сверхвысоковакуумный технологический комплекс, позволяющий проводить синтез наноразмерных структур (толщиной 1–100 нм) с возможностью проведения *in situ* одноволновых и спектральных (300–900 нм) эллипсометрических исследований.

2. Внедрена магнитная система ( $H_{\text{внеш}}$  до 6 кЭ), позволяющая в автоматическом режиме проводить *in situ* магнитоэллипсометрические исследования.

3. Создана и внедрена система манипулятора-держателя, позволяющая проводить *in situ* магнитоэллипсометрические исследования в температурном диапазоне 85–900 К.

4. Предложена методика неразрушающей *in situ* магнитоэллипсометрической диагностики наноразмерных структур в температурном диапазоне 85–900 К и проведены тестовые исследования наноструктуры Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) в температурном диапазоне 85–900 К.

## Благодарности

В заключение я хотел бы поблагодарить всех, с кем я работал, кто помогал мне в этом трудном и интересном исследовании. Я выражаю искреннюю благодарность моему руководителю Варнакову Сергею Николаевичу, чье постоянное внимание, многочисленные советы и консультации принесли мне неоценимую пользу, позволили мне подготовить диссертацию. Я глубоко благодарен С.Г. Овчинникову определившему направление моей работы, которая выросла в данный труд. Мне хотелось бы специально упомянуть о неоценимом вкладе в эту работу С.А. Лященко за помощь в постановке экспериментов, а также написание программного обеспечения для сверхвысоковакуумного магнитоэллипсометрического комплекса.

Хочу выразить свою признательность моим коллегам: И.А.Тарасову, И.А. Яковлеву, Н.Н. Косыреву, О.А. Максимовой, А.Е. Худякову, Е.В. Яковлевой, совместная работа с которыми привела к появлению результатов, лежащих в основе моей диссертации. Я благодарен им всем за создание творческой научной атмосферы и активное участие в исследованиях.

Выражаю благодарность Н.В. Мащенко за помощь в разработке конструкции сверхвысоковакуумного магнитоэллипсометрического комплекса, а также В.Н. Заблуде за плодотворные научные дискуссии. И.В. Немцеву за помощь в исследовании поверхности образцов методом растровой электронной микроскопии.

Я благодарен всем своим соавторам, без участия которых диссертационное исследование не состоялось бы.

И наконец, я благодарен своей семье: без их терпения и понимания я бы не имел такой возможности – написать эту диссертацию.

С Уважением, Дмитрий Шевцов

## Список сокращений и условных обозначений

ОЦК – объемно-центрированная кубическая (решетка)

ТДП – тензор диэлектрической проницаемости

МКД – магнитный круговой дихроизм

МЛЭ – молекулярно-лучевая эпитаксия

РЭМ – растровая (сканирующая) электронная микроскопия

РСФА – рентгеноспектральный флуоресцентный анализ

СВВ – сверхвысокий вакуум

ПЗС – прибор с зарядовой связью

АЦП – Аналого-цифровой преобразователь

## Список литературы

1. Асеев А.Л. // Российские нанотехнологии, 2006. Т. 1. № 1, 2. С. 97.
2. Бобринецкий И.И., Симунин, М.М. Неволин В.К., Строганов А.А., Горшков К.В. // Учебно-исследовательский нанотехнологический комплекс. Российские нанотехнологии. 2008. Т. 3. № 3–4. С. 173–175.
3. Быков В.А. // Междисциплинарные нанотехнологические центры – основа развития инноваций. Наноиндустрия. 2010. № 1. С. 48–51.
4. Бобринецкий И.И., Бородина И.Д., Неволин В.К., Ромашкин А.В., Царик К.А. Учебно-научный комплекс «Нанофаб онлайн». РОССИЙСКИЕ НАНОТЕХНОЛОГИИ | ТОМ 7 | №5-6 2012 .
5. Жувикин Г. Спинтроника : статья из электр. журн. [Электронный ресурс] : Компьютерра – № 3. – 2005. – Режим доступа: <http://old.computerra.ru/offline/2005/575/37385/>. – Загл. с экрана (дата обращения: 15.01.2017).
6. Ржанов, А.В. Основы эллипсометрии / К.К. Свиташев, А.И. Семенов, Л.В. Семенов, В.К. Соколов; под ред. А.В. Ржанова. – Новосибирск: Наука, 1979. – 419 с.
7. A.T. Morchenko, L.V. Panina, V.G. Kostishyn, N.A. Yudanov, S.P. Kurochka, A.A. Sergienko, R.D. Piliposyan, N.N. Krupa// Magneto-Ellipsometry Investigations of Multilayer Nanofilms of Fe and Co.// JOURNAL OF NANO- AND ELECTRONIC PHYSICS Vol. 5 No 4, 04002(4pp) (2013).
8. Тонкие пленки // Химическая энциклопедия. — М.: Большая Российская энциклопедия. С. 607–608.
9. Методы нанесения магнитных слоев и исследования их физических свойств: В.С. Жигалов, К.П. Полякова, С.Н. Варнаков, В.А. Середкин, А.С. Паршин; СибГАУ. Красноярск, 2005.
10. Mattox D. Hand book of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing, 2<sup>nd</sup> Edition / D. Mattox // – 2010, – P. 792.

11. Cho A.Y. and Arthur J.R., "Molecular beam epitaxy", in Progress in Solid State Chemistry, v.10, edited by E.H.J. McCaldin (Pergamon Press, New York, 1975), 157-191.
12. Foxon C.T. and Joyce B.A., "Fundamental aspects of molecular beam epitaxy", in Current Topics in Materials Science, v. 7, edited by E. Kaldis (North Holland, Amsterdam, 1981), 1-68.
13. Ploog K., "Molecular beam epitaxy of 3-5 compounds", in Crystals Growth: Properties and Applications (Springer-Verlag, 1980) 75- 162.
14. Ченг Л., Плоог К., "Молекулярно-лучевая эпитаксия и гетероструктуры", (Мир, М., 1989).
15. Parker E.H.C, "The Technology and Physics of Molecular Beam Epitaxy" (Plenum Press, New York, 1985).
16. Kasper E., Bean J.C., "Silicon Beam Epitaxy" (CRC Press, Boca Raton, 1987), Fl.
17. Ржанов, А.В. Основы эллипсометрии / К.К. Свиташев, А.И. Семенов, Л.В. Семенов, В.К. Соколов; под ред. А.В. Ржанова. – Новосибирск: Наука, 1979. – 419 с.
18. Швец В.А., Спесивцев Е.В. Учебно-методическое пособие по методу эллипсометрии: эллипсометрия. Новосибирск: издательство НГУ, 2013. 87 с.
19. Аззам Р., Башара Н. Эллипсометрия и поляризованный свет. М.: Мир, 1981. 583 с.
20. Кринчик, Г.С. Физика магнитных явлений / Г.С. Кринчик. – М.: Изд-во Моск. ун-та, 1976. – 367 с.
21. Соколов, А.В. Оптические свойства металлов / А.В. Соколов. – М.: Физматгиз, 1961. – 464 с.
22. М., Звездин А. К., Котов В. А., Магнитооптика тонких плёнок, М., 1988.
23. Krinchik, G.S. Magneto-optical properties of Ni, Co, and Fe in the ultraviolet visible, and infrared parts of the spectrum / G.S. Krinchik, V.A.

- Artemev // J. Exp. and Theor. Physics. – 1968. – Vol. 26. – No. 6. – P. 1080–1085.
24. Penfold, C. Transverse magneto-optical Kerr effect: the phase change of reflected light / C. Penfold, R.T. Collins, A.P.V. Tufaile, Y. Souche // J. Magn. Magn. Mater. – 2002. – Vol. 242. – P. 964–966.
  25. О.А. Максимова, Н.Н. Косырев, С.Н. Варнаков, С.А. Лященко, С.Г. Овчинников. Особенности анализа эллипсометрических данных для магнитных наноструктур ЖСХ, т.55, №6, 2014, стр.1190.
  26. G. S. Krinchik : Proc. Int. Conf. Optical Properties and Electronic Structures of Metals and Alloys (Amsterdam, 1966) p. 484.
  27. G. S. Krinchik and E. A. Ganshina, Phys. Letters 23, 294 (1966).
  28. Н. В. Старостин, Феофилов П. П., Магнитная циркулярная анизотропия в кристаллах, "Успехи физических наук", 1969, т. 97, в. 4.
  29. Smith S. D., Magneto-Optics in crystals, в книге: Encyclopedia of Physics (Hand buch der Physik), v. 25, pt. 2a, B. - [a. o.], 1967.
  30. С.В. Вонсовский, Магнетизм, М.: Наука, 1971; Физическая энциклопедия, М.: Большая Российская энциклопедия, 1990-98.
  31. Г.С. Кринчик. Физика магнитных явлений. М.: Изд-во МГУ (1985).
  32. Neuber, G. Generalized magneto-optical ellipsometry in ferromagnetic metals / G. Neuber, R. Rauer, J. Kunze, J. Backstrom, M. Rubhausen // Thin Solid Films. – 2004. – Vol. 455. – P. 39–42.
  33. Швец, В.А. Анализ статической схемы эллипсометрических измерений / В.А. Швец, Е.В. Спесивцев, С.В. Рыхлицкий // Оптика и спектроскопия. – 2004. – Т. 97. – № 3. – С. 514–525.
  34. Лященко, С.А. Исследования магнитооптических свойств тонких слоев Fe in situ методами / С.А. Лященко, И.А. Тарасов, С.Н. Варнаков, Д.В. Шевцов, В.А. Швец, В.Н. Заблуда, С.Г. Овчинников // Журнал технической физики. – 2013. – Т. 83. – Вып. 10. – С. 139–142.

35. Соколов, А.В. О магнето оптических явлениях в ферромагнетиках (Макроскопическая теория) / А.В. Соколов // Успехи Физических Наук. – 1953. – Т. L. – Вып. 2. – С. 161–196.
36. Носков, М.М. / М. М. Носков и А. В. Соколов // ЖЭТФ. – 1947. – Т. 17. – С. 969.
37. Данилов, Ю.А. Формирование кластеров и магнитооптический эффект Керра в арсениде галлия, легированном имплантацией ионов марганца / Ю.А. Данилов, А.В. Круглов, М. Behar, М.С. dosSantos, L.G.Pereira, J.E. Schmidt // Физика твердого тела. – 2005. – Т. 47. – Вып. 9. – С. 1567–1570.
38. Moubah, R. Origin of the anomalous temperature dependence of coercivity in soft ferromagnets / R. Moubah, M. Ahlberg, A. Zamani, A. Olsson, S. Shi, Z. Sun, S. Carlson, A. Hallen, B. Hjorvarsson, P. E. Jonsson // J. Appl. Phys. – 2014. – Vol. 116. – P. 053906.
39. Callen, H.B. The present status of the temperature dependence of magnetocrystal line anisotropy, and the  $l(l+1)/2$  powerlaw / H.B. Callen, E. Callen // J. Phys. Chem. Solids. – 1966. – Vol. 27. – P. 1271–1285.
40. Suzuki, K. Random magnetocrystalline anisotropy in two-phase nanocrystalline systems / K. Suzuki, J.M. Cadogan // Phys. Rev. B. – 1998. – Vol. 58. – P. 2730.
41. Hernando, A. Thermal dependence of coercivity in soft magnetic nanocrystals / A. Hernando, P. Marín, M. Vázquez, J.M. Barandiarán, G. Herzer // Phys. Rev. B. – 1998. – Vol. 58. – P. 366.
42. Herzer, G. Grain structure and magnetism of nanocrystalline ferromagnets / G. Herzer // IEEE Trans. on Magn. – 1989. – Vol. 25. – Iss. 5. – P. 3327–3329.
43. Staunton, B. Temperature dependent magnetic anisotropy in metallic magnets from an ab initio electronic structure theory: L10-ordered FePt / B. Staunton, S. Ostanin, S.S.A. Razee, B.L. Gyorffy, L. Szunyogh, B. Ginatempo, E. Bruno // Phys. Rev. Lett. – 2004. – Vol. 93. – P. 257204.77.

44. Skomski, R. Finite-temperature anisotropy of magnetic alloys / R. Skomski, O.N. Mryasov, J. Zhou, D.J. Sellmyer // *J. Appl. Phys.* – 2006. – Vol. 99. – P. 08E916.
45. Phuoc, N.N. Anomalous temperature dependence of magnetic anisotropy in gradient-composition sputtered thin films / N.N. Phuoc, C.K. Ong // *Adv. Mater.* – 2013. – Vol. 25. – Iss. 7. – P. 980–984.
46. Phuoc, N.N. Observation of magnetic anisotropy increment with temperature in composition-graded FeCoZr thin films / N.N. Phuoc, C.K. Ong // *Appl. Phys. Lett.* – 2013. – Vol. 102. – P. 212406.
47. Yiping, L. Size effects on the magnetic properties of Fe-Co-B powders / L. Yiping, G.C. Hadjipanayis, C.M. Sorensen, K.J. Klabunde // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1992. – Vol. 104. – P. 1545–1546.81.
48. Andreev, A.V. Magnetic properties of  $(Y_{1-x}Th_x)_2Fe_{14}B$  / A.V. Andreev, M.I. Bartashevich, T. Goto, S.M. Zadvorkin // *J. Alloys Compd.* – 1997. – Vol. 262. – P. 467–470.
49. Joyeux, X. Configuration and temperature dependence of magnetic damping in spin valves / X. Joyeux, T. Devolder, J.-V. Kim, Y.G. de la Torre, S. Eimer, C. Chappert // *J. Appl. Phys.* – 2011. – Vol. 110. – P. 063915.
50. Yang, J. Stability studies of exchange bias field of Mn<sub>80</sub>Ir<sub>20</sub>/Co<sub>60</sub>Fe<sub>20</sub>B<sub>20</sub> by network analyzer ferromagnetic resonance / J. Yang, S. Cardoso, P.P. Freitas, T. Devolder, M. Ruehrig // *Appl. Phys. Lett.* – 2010. – Vol. 97. – P. 132502.
51. Casey Uhlig, W. Systematic study of the magnetization reversal in patterned Co and NiFe Nanolines / W. Casey Uhlig, J. Shi // *Appl. Phys. Lett.* – 2004. – Vol. 84. – P. 759.
52. Tsay, J.S. Surface magneto-optic Kerr effect study in ultrathin Co/Ge(111) and Co/Ge(100) films / J.S. Tsay, Y.D. Yao, C.S. Yang, W.C. Cheng, T.K. Tseng, K.C. Wang // *Surface Science.* – 2002. – Vol. 513. – P. 93–97.
53. Badía-Romano, L. Thermo magnetic behavior and compositional irreversibility on (Fe/Si)<sub>3</sub> multilayer films / L. Badía-Romano, J. Rubín, C.



- Magén, F. Bartolomé, J. Sesé, M. R. Ibarra, J. Bartolomé, A. Hierro-Rodriguez, J.I. Martín, J.M. Alameda, D.E. Bürgler, S.N. Varnakov, S.V. Komogortsev, S.G. Ovchinnikov // *J. Magn. Mater.* – 2014. – Vol. 364. – P. 24–33.
54. Glanner, G.J. Evaluation of growth temperature, refractive index, and layer thickness of thin ZnTe, MnTe, and CdTe films by in situ visible laser interferometry / G.J. Glanner, H. Sitter, W. Faschinger, M.A. Herman // *Appl. Phys. Lett.* – 1984. – Vol. 65. – No. 8. – P. 998–1000.
55. Tomita, T. A new non-contact method to measure temperature of the surface of semiconductor wafers / T. Tomita, T. Kinoshita, T. Yamashita, M. Shiota, T. Sakurai // *Jap. Journ. Appl. Phys.* – 1986. – Vol. 25. – No. 11. – P. L925–L927.
56. Sampson, R.K. Resolution of silicon wafer temperature measurement by in situ ellipsometry in a rapid thermal processor / R.K. Sampson, H.Z. Massoud // *J. Electrochem Soc.* – 1993. – Vol. 140. – Iss. 9. – P. 2673–2678.
57. Svitashchev, K.K. Ellipsometry as a powerful tool for the control of epitaxial semiconductor structures in-situ and ex-situ / K.K. Svitashchev, V.A. Shvets, A.S. Mardezhov, S.A. Dvoretzky, Yu.G. Sidorov, N.N. Mikhailov, E.V. Spesivtsev, S.V. Rychlitsky // *Mater. Sci. Engin. B.* – 1997. – Vol. 44. – Iss. 1–3. – P. 164–167.
58. Jiang, Z.T. Possibility of simultaneous monitoring of temperature and surface layer thickness of Si substrate by in situ spectroscopic ellipsometry / Z.T. Jiang, T. Jamaguchi, M. Aoyama, T. Hayashi // *Jap. Journ. Appl. Phys.* – 1998. – Vol. 37. – No. 2. – P. 479–483.
59. Способ измерения магнитооптических эффектов *in situ* / Н.Н. Косырев, В.Н. Заблуда, И.А. Тарасов, С.А. Лященко, Д.В. Шевцов, С.Н. Варнаков, С.Г. Овчинников // Изобретение № 2560148RU от 20.08.2015 г.
60. Якушев, М.В. Использование эллипсометрических измерений для высокочувствительного контроля температуры поверхности / М.В.

- Якушев, В.А. Швец // Письма в ЖТФ. – 1999. – Т. 25. – Вып. 14. – С. 65–71.
61. Магунов, А.Н. Лазерная термометрия твердых тел в плазме / А.Н. Магунов // Приборы и техника эксперимента. – 2000. – № 2. С. 3–28.
62. Kroesen, G.M.W. Nonintrusive wafer temperature measurement using in situ ellipsometry / G.M.W. Kroesen, G.S. Oehrlein, T.D. Bestwick // J. Appl. Phys. – 1991. – Vol. 69. Iss. 5. – P. 3390.
63. Мардежов, А.С. Эллипсометрия: теория, методы, приложения: Сб. / А.С. Мардежов, С.И. Чикичев, В.А. Швец ; под ред. К.К. Свиташева, А.С. Мардежова. – Новосибирск : Наука, 1991. – С. 127.
64. Магунов, А.Н. Оптические методы измерения температуры полупроводниковых кристаллов в диапазоне 300-800 К / А.Н. Магунов, О.В. Лукин // Микроэлектроника. – 1996. – Т. 25. № 2. – С. 97–111.
65. Эллипсометрия: теория, методы, приложения / под ред. К.К. Свиташева, А.С. Мардежова. – Новосибирск :Наука, 1991. – 253 с.
66. Shvets V.A., Tyschenko I.E., Chikichev S.I., and Prokopiev V.Yu. // Phys. Stat. Sol. (c), 2008. V. 5. № 5. P. 1287.
67. С.А. Лященко, З.И. Попов, С.Н. Варнаков и др., Исследование оптических и магнитооптических спектров магнитных силицидов  $Fe_5Si_3$  и  $Fe_3Si$  методом спектральной магнитоэллипсометрии, ЖЭТФ. – Т. 147, № 5. – 2015. – С. 1023-1031.
68. P. Lautenschlager, M. Garriga, L. Vina, and M. Cardona, Temperature dependence of the dielectric function and inter band critical points in silicon, Phys. Rev. B, V. 36, N. 9, 1987, - P. 4821-4830.
69. Ю.Э. Гребенькова, А.Э. Соколов, Е.В. Еремин и др., Намагниченность и магнитный круговой дихроизм поликристаллических пленок  $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3/YSZ$ , Физика твердого тела, 2013, том 55, вып. 4, с. 771-778.
70. Rauer, R. Temperature-dependent spectral generalized magneto-optical ellipsometry for ferromagnetic compounds / R. Rauer, G. Neuber, J. Kunze,

- J. Bäckström, M. Rübhausen // Review of Scientific Instruments. – 2005. – Vol. 76. – Iss. 2. – P. 023910–023913.
71. Roozeboom, F. Rapid thermal processing system: Are view with emphasis on temperature control / F. Roozeboom, N. Parekh // J. Vac. Sci. Technol. B. – 1990. – Vol. 8. – Iss.6. – P. 1249–1259.
72. Reduced Thermal Processing for ULSI (Chapter: Rapid thermal annealing – theory and practice) / ed. by R.A. Levy. – New York, London: Plenum Press. –1989. – 438 p.
73. Campbell, S.A. The Science and Engineering of Microelectronic Fabrication: 2-ed / S.A. Campbell. –NY.: Oxford University Press, 2001. – 624 p.
74. Akiba, H. Development of high-speed high-precision cooling plate / H. Akiba, S. Fukuhara, K. Bandou, H. Fukuda // Komatsu technical report. – 2004. – Vol. 50. – No.153.
75. Рыхлицкий, С.В. Эллипсометрический комплекс для исследования быстропротекающих высокотемпературных процессов / С.В. Рыхлицкий, В.А. Швец, С.И. Чикичев, В.Ю. Прокопьев, Е.В. Спесивцев // Автометрия. – 2004. – Т. 40. – № 6 – С. 61-69.
76. Liao, C.N. Thermoelectric characterization of Si thin films in silicon-on-insulator wafers / C.N. Liao, C. Chen, K.N. Tu // J. Appl. Phys. – 1999. – Vol. 86. – P. 3204.
77. Oxford Instruments. Nitrogen Cryostats 77 K. – URL: [http://www.oxford-instruments.com/products/cryogenic-environments/optical-cryostats-for-spectroscopy/nitrogen-cryostats-77 K](http://www.oxford-instruments.com/products/cryogenic-environments/optical-cryostats-for-spectroscopy/nitrogen-cryostats-77-K) (дата обращения: сентябрь 2017).
78. NIST Center for Neutron Research. Liquid Helium Cryostats. – URL: <http://www.ncnr.nist.gov/equipment/Cryostat.html> (дата обращения: сентябрь 2017).
79. LTLab, Inc. The Cryogen-free measurement system: optCRYO105. – URL: <http://www.ltlab.com/optcryo105.html> (дата обращения: сентябрь 2017).

80. Janis Research. Cryogenic Research Equipment. Super Tran Continuous Flow Cryostat Systems – Sample in Vacuum. – URL: [http://www.janis.com/Products/productoverview/Super Tran Continuous Flow Cryostat Systems.aspx](http://www.janis.com/Products/productoverview/Super%20Tran%20Continuous%20Flow%20Cryostat%20Systems.aspx) (дата обращения: сентябрь 2017).
81. Berman, R. The Thermal Conductivities of Some Dielectric Solids at Low Temperatures (Experimental) / R. Berman // Proc. Royal Soc. London, Ser. A. – 1951. – Vol. 208. – Iss. 1951 – P. 90-108.
82. Touloukian, Y.S. Thermophysical Properties of Matter : Vol. 2. Thermal Conductivity: Nonmetallic Solids / Y.S. Touloukian, C.Y. Ho. – NY.: Macmillan, 1971. – 1172 p.
83. Справочник химика т.1, Л.-М.: Химия, 1963 стр. 960.
84. Химическая энциклопедия т.2 М.: Советская энциклопедия, 1990 стр. 517-518.
85. Рабинович В.А., Хавин З.Я. Краткий химический справочник Л.: Химия, 1977 стр. 74.
86. Zeller, R.C. Thermal conductivity and specific heat of noncrystalline solids / R.C. Zeller, R.O. Pohl // Phys. Rev. B. – 1971. – Vol. 4. – Iss. 6. – P. 2029–2041.
87. Алямовский А.А. Solid Works Simulation. Как решать практические задачи / А.А. Алямовский. – СПб. : БВХ-Петербург, 2012. – 423 с.
88. Физический энциклопедический словарь / Гл. ред. А.М. Прохоров, ред. кол. Д.М. Алексеев, А.М. Бонч-Бруевич, А.С. Боровик и др. — М.: Сов. энциклопедия. 1983.
89. Fujiwara, H. Spectroscopic Ellipsometry. Principle and Application / H. Fujiwara. - Wiley, 2007. – 369 p.
90. Losurdo, Maria, Hingerl, Kurt. Ellipsometry at the Nanoscale. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2013. – 730 p.
91. <http://www.isp.nsc.ru/razrabotki/oborudovanie>
92. Комплекс виртуальных лабораторных работ КЛР 1.0 [Электронный ресурс] / С.А. Лященко, И.А. Яковлев, С.Н. Варнаков, Р.В. Мосин. –

- Красноярск: СибГАУ, 2013. – (Программа ЭВМ. Свидетельство о гос. рег. № 2013660341 от 31.01.2013).
93. Розанов Л.Н. Вакуумная техника – М.: Высш. шк., 2007. 391 с.
94. Кожитов Л.В., Чиченев Н.А. Технологическое вакуумное оборудование. Часть 1:Вакуумные системы технологического оборудования – М.:МГИУ, 2010. 444 с.
95. Кеменов В.Н. Нестеров С.Б. Вакуумная техника и технология – М.: Издательство МЭИ, 2002. 84 с.
96. Нестеров С.Б., Васильев Ю.К., Методы расчета вакуумных систем – М.: Издательство МЭИ, 2004. 220 с.
97. Ефремов А.В., Овчинников С.Г., Варнаков С.Н., Косырев Н.Н., Моделирование системы крепления эллипсометра с использованием CAD // Журнал СФУ, Серия «Математика и физика», 3. – 2010. – вып.1. - 118-124.
98. Источник: <http://naukarus.com/spektralnyy-ellipsometricheskiy-kompleks-ellips-1891-sag>. Быстродействующий спектральный эллипсометр. Техническое описание и инструкция по эксплуатации / Новосибирск: Наука, 1978. – 424.
99. Автоматизированный комплекс для управления технологическими процессами получения тонких структур металла на полупроводнике, используя измерение и анализ магнитоэллипсометрических данных (Valnadin Auto) [Электронный ресурс] / С.А. Лященко, И.А. Тарасов, Д.В. Шевцов, С.Н. Варнаков, С.Г. Овчинников. – Красноярск: ИФ СО РАН, 2013. – (Программа ЭВМ. Свидетельство о гос. рег. № 2013617818 от 08.07.2013).
100. Рыхлицкий, С.В. Измерительно-ростовой комплекс для синтеза и исследования *in situ* материалов спинтроники / С.В. Рыхлицкий, В.А. Швец, Е.В. Спесивцев, В.Ю. Прокопьев, С.Г. Овчинников, В.Н. Заблуда, Н.Н. Косырев, С.Н. Варнаков, Д.В. Шевцов // Приборы и техника эксперимента. – 2012. – № 2. – С. 165–166.

101. Максимова, О.А. Анализ магнитного вклада в коэффициенты Френеля при магнитоэллипсометрических исследованиях / О.А. Максимова, С.Г. Овчинников, U. Hartmann, Н.Н. Косырев, С.Н. Варнаков // Вестник Сибирского государственного аэрокосмического университета имени академика М.Ф. Решетнева. – 2013. – Т. 49. – Вып. 3. – С. 212-217. 157.
102. Ebert, H. Magneto-optical effects in transition metal systems / H. Ebert // Reports on Progress in Physics. – 1996. – Vol. 59. – № 12. – P. 1665–1735.
103. Shevtsov, D.V. Ultrahigh vacuum holder-positioner for in situ studies of conductive nanostructures in a wide temperature range / D.V. Shevtsov, S.A. Lyaschenko, S.N. Varnakov // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2016. – Vol. 155. – Issue 1. – P. 012028.
104. P. Lautenschlager, M. Garriga, L. Vina, and M. Cardona, Temperature dependence of the dielectric function and inter band critical points in silicon, Phys. Rev. B, V. 36, N. 9, 1987, - P. 4821-4830.
105. W.C. Dash and R. Newman, Intrinsic Optical Absorption in Single-Crystal Germanium and Silicon at 77K and 300K, Phys. Rev. V. 99, N. 4. 1955. – P. 1151-1155.
106. Y.J. van der Meulen and N.C. Hien, Design and operation of an automated, high-temperature ellipsometer, JOURNAL OF THE OPTICAL SOCIETY OF AMERICA, V. 64, N. 6, 1974 – P. 804-811.
107. M.A. Hopper, R.A. Clarke and L. Young, Thermal Oxidation of Silicon: In Situ Measurement of the Growth Rate Using Ellipsometry, JOURNAL OF THE ELECTROCHEMICAL SOCIETY, V. 122, N. 9, 1975. – P. 1216-1222.
108. G.E. Jellison, Jr. and F.A. Modine, Optical functions of silicon between 1.7 and 4.7 eV at elevated temperatures, Phys. Rev. B, V. 27, N. 12, 1983. – P.7466-7472.
109. K. Postava, M. Aoyama, J. Mistrik, T. Yamaguchi, K. Shio, Optical measurements of silicon wafer temperature, Applied Surface Science 254 (2007) 416–419.

110. Хемди, А. Таха, Введение в исследование операций. Глава 3. Симплекс-метод. 7-е изд. / Хемди А. Таха – М.: Вильямс. – 2007. – С. 95-141.22.
111. Algazin, Y. B., Blyumkina, Y. A., Grebnev, N. I., Svitashhev, K. K., Semenenko, L. V., Yablontseva, T. M. (1978). Optical constants and temperature dependences of atomically pure surfaces of germanium and silicon. *Optics and Spectroscopy*, 45, 183-188.
112. Volkov N.V., Tarasov A.S., Eremin E.V., Varnakov S.N., Ovchinnikov S.G., Zharkov S.M. // *J. Appl. Phys.* 2011. Vol. 109. P. 123 - 924.
113. Tarasov, I. A. Quick ellipsometric technique for determining the thicknesses and optical constant profiles of Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) nanostructures during the growth / I. A. Tarasov, N. N. Kosyrev, S. N. Varnakov, S. G. Ovchinnikov, S. M. Zharkov, V. A. Shvets, S. G. Bondarenko, O. E. Tereshchenko // *Technical Physics*, — 2012. — V. 57, N. 9, P. 1225.
114. Tarasov, I. A. Optical Characteristics of an Epitaxial Fe<sub>3</sub>Si/Si(111) Iron Silicide Film / Tarasov, Z. I. Popov, S. N. Varnakov, M. S. Molocheev, A. S. Fedorov, I. A. Yakovlev, D. A. Fedorov, S. G. Ovchinnikov // *JETP Letters*. – 2014. – V. 99. – P. 565.
115. Azzam R.M.A., Bashara N.M. *Elipsometry and polarized light*. N.Y.: North Holland Publishing Company, 1977. 583 p.
116. F. Cebollada, A. Hernando-Mañeru, A. Hernando, C. Martínez-Boubeta, A. Cebollada, and J. M. González. // *Anisotropy, hysteresis, and morphology of self-patterned epitaxial Fe/MgO/GaAs films*. *Phys. Rev. B* 66, 174410 – Published 7 November 2002.
117. E. Navarro, F. J. Palomares, M. Alonso, F. Cebollada, G. Domínguez-Cañizares, A. Gutiérrez, L. Soriano, J. M. González. // *Coercivity and morphology in Fe/NiO films deposited on nanoporous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> membranes* *Coercitividad y morfología en películas de Fe/NiO depositadas sobre membranas porosas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*. // *Boletín de la Sociedad Española de*

Cerámica y Vidrio. Volume 54, Issue 6, November–December 2015, Pages 241-246.

118. Hoffman, H. Sättigungsmagnetisierung und Anisotropiefeldstärke in dünnen Eisenaufdampfschichten / H. Hoffman // Zeitschrift für Physik. – 1961. – Vol. 165. – Iss. 3. – P. 261–287.
119. Stunkel, D. Die Magnetisierung sehr dünner Eisenschichten / D. Stunkel // Zeitschrift für Physik. – 1963. – Vol. 176. – Iss. 3. – P. 207–220.
120. Hernandez, L.M. Bottom-loading dilution refrigerator with ultrahigh vacuum deposition capability / L.M. Hernandez, A.M. Goldman // Review of scientific instruments. – 2002. – Vol. 73. – P.162.
121. Ekinci, K.L. Cryostat for in situ scanning tunneling microscopy studies of film growth at low temperatures / K.L. Ekinci, J.M. Valles, Jr. // Rev. Sci. Instrum. – 1997. – Vol. 68. – P. 4152.
122. Шевцов Д.В. Сверхвысоковакуумная многофункциональная установка для синтеза низкоразмерных структур и их *in situ* исследований методом спектральной магнитоэллипсометрии в температурном диапазоне 85–900 К / Д.В. Шевцов, С.А. Лященко, С.Н. Варнаков // Приборы и техника эксперимента. – 2017. – № 5. – С. 146–150.
123. Komogortsev, S.V. Magnetic anisotropy in Fe films deposited on SiO<sub>2</sub>/Si(001) and Si(001) substrates / S.V. Komogortsev, S.N. Varnakov, S.A. Satsuk et al. // JMMM. – Vol. 351. – 2014. – P. 104-108.
124. Варнаков, С.Н. Структурные и магнитные характеристики однослойных и многослойных пленок Fe/Si, полученных термическим испарением в сверхвысоком вакууме / С.Н. Варнаков, А.С. Паршин, С.Г. Овчинников и др. // Письма в ЖТФ. – Т. 31, № 22. – 2005. – С. 1-8.
125. Varnakov, S.N. Change in the magnetization of multilayer Fe/Si nanostructures during synthesis and subsequent heating / S.N. Varnakov, S.V. Komogortsev, J. Bartolomé et al. // The Phys. of Metals and Metallography. – V.106. – 2008. – P. 51.



126. Yakovlev, I.A. Study of the Structural and Magnetic Characteristics of Epitaxial Fe<sub>3</sub>Si/Si(111) Films / I. A. Yakovlev, S. N. Varnakov, B. A. Belyaev, S. M. Zharkov, M. S. Molokeev, I. A. Tarasov, S. G. Ovchinnikov // JETP Letters. – 2014. – V. 99. – P. 527.
127. Sandalov, I.S. Effect of electron correlations on the Fe<sub>3</sub>Si and  $\alpha$ -FeSi<sub>2</sub> band structure and optical properties / I.S. Sandalov, N.G. Zamkova, V.S. Zhandun, I.A. Tarasov, S.N. Varnakov, I.A. Yakovlev, L.A. Solovyov, S.G. Ovchinnikov // Phys. Rev. B. – 2015. – V. 92. – P. 205129.
128. Ovchinnikov, S. G. Iron silicide-based ferromagnetic metal/semiconductor nanostructures / S. G. Ovchinnikov, S. N. Varnakov, S.A. Lyashchenko, I.A. Tarasov, I.A. Yakovlev, E.A. Popov, S.M. Zharkov, D.A. Velikanov, A.S. Tarasov, V.S. Zhandun, N.G. Zamkova // Physics of the solid state. – 2016. – V. 58. – P. 2277.
129. Tarasov, A.S. Approach to form planar structures based on epitaxial Fe<sub>1-x</sub>Si<sub>x</sub> films grown on Si(111) / A.S. Tarasov, A.V. Lukyanenko, I.A. Tarasov, I.A. Bondarev, T.E. Smolyarova, N.N. Kosyrev, V.A. Komarov, I.A. Yakovlev, M.N. Volochaev, L.A. Solovyov, A.A. Shemukhin, S.N. Varnakov, S.G. Ovchinnikov, G.S. Patrino and N.V. Volkov // Thin Solid Films. – 2017. – V. 642. – P. 20.
130. M.G. Garnier, T. delosArcos, J. Boudaden, P. Oelhafen. Surf. Sci. 536, 130 (2003).
131. J.M. Simmons, B.M. Nichols, M.S. Marcus, O.M. Castellini, R.J. Hamers, M.A. Eriksson. Small 2, 902 (2006).
132. A. Cao, P.M. Ajayan, G. Ramanath, R. Baskarah, K. Turner. Appl. Phys. Lett. 84, 109 (2004).
133. Y. Homma, Y. Kobayashi, T. Ogino, D. Takagi, R. Ito, Y.J. Jung, P.M. Ajayan. J. Phys. Chem. B 107, 12 161 (2003).
134. Балашев, В. В. Влияние дефектов тонкого слоя оксида кремния на процессы силицидообразования в системе Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(001) / Балашев В.

- В., Коробцов В. В., Писаренко Т. А. и др. // ФТТ. – т. 51. – вып. 3. – 2009. – С. 565-571.
135. Готра З. Ю Технология микроэлектронных устройств: Справочник. – М.: Радио и связь, 1991. – 528 с.
136. Тарасов И.А., Косырев Н.Н., Варнаков С.Н., Овчинников С.Г., Жарков С.М., Швец В.А., Терещенко О.Е. Эллипсометрическая экспресс-методика определения толщины и оптических постоянных в процессе роста наноструктур Fe/SiO<sub>2</sub>/Si(100) // ЖТФ. 2012. Т.82, вып. 9. С.44-48.
137. Физические величины: Справочник/А. П. Бабичев, Н. А. Бабушкина, А. М. Братковский и др.; Под. ред. И. С. Григорьева, Е. З. Мейлихова. — М.; Энергоатомиздат, 1991. — 1232 с. — ISBN 5-283-04013-5.
138. Лященко С.А., Варнаков С.Н., Тарасов И.А., Шевцов Д.В., Овчинников С.Г. Автоматизация магнитоэллипсометрических *in situ* измерений на сверхвысоко-вакуумном комплексе для синтеза и исследования материалов спинтроники. Вестник СибГАУ – вып. 4(44). – Красноярск, 2012. – С. 162-167.
139. Maximova, O.A. *In situ* magneto-optical ellipsometry data analysis for films growth control / O.A. Maximova, N.N. Kosyrev, S.N. Varnakov, S.A. Lyaschenko, I.A. Yakovlev, I.A. Tarasov, D.V. Shevtsov, O.M. Maximova, S.G. Ovchinnikov // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2017. Vol. 440. – P. 196–198.
140. Maximova O. Magneto-ellipsometry as a powerful technique for investigating magneto-optical structures properties / O. Maximova, N. Kosyrev, I. Yakovlev, D. Shevtsov, S. Lyaschenko, S. Varnakov, S. Ovchinnikov // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2017. – Vol. 440. – P. 153–156.
141. Способ измерения магнитооптических эффектов *in situ* / Н.Н. Косырев, В.Н. Заблуда, И.А. Тарасов, С.А. Лященко, Д.В. Шевцов, С.Н. Варнаков, С.Г. Овчинников // Изобретение № 2560148RU от 20.08.2015 г.

142. Система регистрации и анализа магнитоэллипсометрических данных (Valnadin) / С.А. Лященко, И.А. Тарасов, Н.Н. Косырев, С.Н. Варнаков, В.Н. Заблуда, С.Г. Овчинников, Д.В. Шевцов // Свидетельство о гос. регистрации программы для ЭВМ № 2012618677. – Зарегистрировано 24 сентября 2012 г.