

түр мен 18 туысты анықтадық. Зерттеу нәтижесінде жазылған конспект «Қазақстан флорасы» жаңа басылымы үшін жабайы өсетін өсімдіктердің тізімін толықтырады.

Кілт сөздер: Қазақстан флорасы, өсімдіктердің жабайы түрлері, орналасқан жері туралы мәліметтер.

PEREZHOGIN, YU.V.

FLORISTIC FINDINGS ON TERRITORIES OF KOSTANAY REGION

In the process of studying materials from the Herbariums of the Institute for Plant and Animal Ecology (SVER) and Moscow State University (MW), we identified 18 species belonging to 18 genera from 14 families, new for the flora of Naurzum state nature reserve, Tobol-Ishim floristic region and flora of Kazakhstan as a whole.

The resulting research abstract expand the list of wild plants for the new edition of «Flora of Kazakhstan».

Key words: Kazakhstan's flora, wild species of plants, the location.

УДК 549.08:539.26

Петраков, Д.С.

*магистр технических наук, инженер лаборатории
«Радиационных методов технологий и анализа»*

Герасименко, Н.Н.

*доктор физико-математических наук,
профессор, начальник лаборатории
«Радиационных методов технологий и анализа»,
НИУ «МИЭТ», Москва, Россия*

Медетов, Н.А.

*доктор физико-математических наук,
проректор по НР и СР,
КГПУ им. У. Султангазина*

Суюндуков, Р.А.

*магистр технических наук, преподаватель
кафедры программного обеспечения,
КГУ им. А. Байтурсынова*

Жиенбаева, А.А.

*магистр техники и технологий, преподаватель
кафедры ИР и КТ, КГПУ им. У. Султангазина
Костанай, Казахстан*

**ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АВТОМАТИЗИРОВАННОЙ СИСТЕМЫ ОБРАБОТКИ
РЕЗУЛЬТАТОВ РЕНТГЕНОВСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ
СТРУКТУРНЫХ СВОЙСТВ И ПАРАМЕТРОВ ОБЪЕКТОВ**

Аннотация

В статье при помощи авторского программного комплекса проводилось исследование диффузионно-барьерных слоев TiN на кремниевой подложке. В данной работе предложено использовать несколько методов исследования структур и объединить их в виде комплексного подхода, позволяющего не только повысить точность вычислений, но и разрешить большинство возникающих проблем при этом. На основе этого подхода был разработан автоматизированный программный комплекс рентгеноспектрального и рентгеноструктурного анализа для исследования элементного и фазового состава объектов, в том числе и для анализа рудных полезных

ископаемых, который позволяет не только получать более полную и детальную картину об исследуемых объектах, но и увеличить порог чувствительности обнаружения отдельных элементов, не выявляемых отдельными методами анализа.

Ключевые слова: автоматизированная система, рентгеновские методы исследований, наноэлектроника.

1 Введение

В последнее время исследование структурных свойств различных объектов (например, сверхтонких слоев материалов наноэлектроники с неизвестным распределением плотности в слое или рудных полезных ископаемых) представляет сложную задачу для традиционно используемых оптических и фотоакустических методов исследования. В дополнение, независимое определение толщин и плотностей тонких слоев требуется для отработки технологических процессов.

2 Материалы и методы

Рентгеновская рефлектометрия в настоящее время считается стандартным и прецизионным методом исследования тонкопленочных структур применительно к анализу размерных параметров, шероховатостей и неоднородностей границ раздела, плотности отдельных слоев с точностью до 1 %. Данная точность достигается за счет того, что углы отражения рентгеновского излучения фиксируются с точностью $0,001^\circ$ и менее. Период осцилляций на рефлектограмме позволяет рассчитать толщины отдельных слоев со средней абсолютной погрешностью 0,1 нм. Ввиду того, что коэффициент преломления для жесткого рентгеновского излучения очень близок к единице, то определение толщины и плотности по данным рефлектометрии не зависит друг от друга, в отличие, например, от эллипсометрии, использующей видимый диапазон излучения. Другим важным измерительным преимуществом рентгеновской рефлектометрии является возможность разделить вклад в рефлектограмму от рассеяния на шероховатых границах внешнего и внутренних интерфейсов.

Кроме того, рентгеновская рефлектометрия является базовым методом независимого исследования толщин, плотностей слоев в тонкопленочных структурах и шероховатостей межслойных границ раздела без привлечения эталонов сравнения. Он исследует коэффициент зеркального отражения от многослойных тонкопленочных структур рентгеновского излучения при падении под скользящими углами. Таким образом, регистрируется угловая зависимость коэффициента отражения от угла падения.

Однако на практике проведение полного технологического цикла изготовления наноэлектронных приборов, в особенности при переходе к проектным нормам порядка или менее 90 нм, связано с трудностями измерения параметров изготавливаемых структур, определяемых как недостаточной информативностью отдельных стандартных методик и неоднозначностью используемых моделей, так и использованием неверных предположений о структуре и составе создаваемых объектов.

Как показано в работах [1-2], при исследовании тонкопленочных образцов часто возникают проблемы, связанные с нарушениями рельефа и состава слоев структуры, из-за которых метод рентгеновской рефлектометрии не способен с высокой точностью определить значения параметров этой структуры. К таким проблемам относятся, к примеру, некорректность определения оптических плотностей слоев или неоднозначность «плотность-шероховатость», где для однозначной рефлектометрической зависимости может соответствовать несколько вариантов профилей электронной плотности структуры тонкой пленки. Для разрешения этой неоднозначности стоит привлечь дополнительные методы, например, провести исследование диффузного рассеяния рентгеновского излучения, которое позволит выявить наиболее подходящий профиль и скорректировать итоговые параметры образца [3]. Также можно воспользоваться методом рентгеновской рефрактометрии, которая позволяет сразу вычислить и скорректировать плотность каждого слоя, но при работе с рентгеновским

источником, имеющем размер фокуса 20 мкм, возможно только измерение рефракции в тонких слоях, имеющих минимально возможную толщину 50-100 нм. Для случая исследования диффузионно-барьерных структур с толщинами слоев в них 5-10 нм прямое наблюдение рефракции оказалось практически невозможным ввиду слабого рефракционного сигнала, не различимого на фоне рассеянного излучения, поэтому для дополнительного их исследования больше подходит метод диффузного рассеяния.

Выбор и разработка системы комплексного подхода с организацией контрольных измерений связана с тем, что реальная технология нанoeлектроники сталкивается со многими трудностями на стадии освоения новых технологических процессов: формируются неучтенные дополнительные подслои в изготавливаемых структурах, изменяются параметры нижележащих функциональных слоев в ходе многостадийного технологического процесса [4].

Таким образом, разработанный комплексный подход к организации измерений многослойных тонкопленочных наноструктур (и реализованный в виде программного обеспечения) прежде всего заключается в том, чтобы обеспечить получение однозначных и достоверных результатов исследования за счет использования в едином цикле взаимодополняющих методов исследования, базирующихся на различных физических принципах и позволяющих разрешить возникающие неоднозначности при решении обратных задач применяемых методов. Используемый в измерительной системе метод рентгеновской рефлектометрии считается стандартным для исследования многослойных тонкопленочных структур, однако исследование только зеркальной составляющей рентгеновского отражения не позволяет разделить вклад в рефлектограмме от градиента плотности материала слоев и от шероховатостей и неоднородностей границ раздела. В связи с этим наряду с методом относительной рефлектометрии в комплекс методов были включены рентгеновская рефрактометрия и диффузное рассеяние рентгеновского излучения (Рисунок 1).

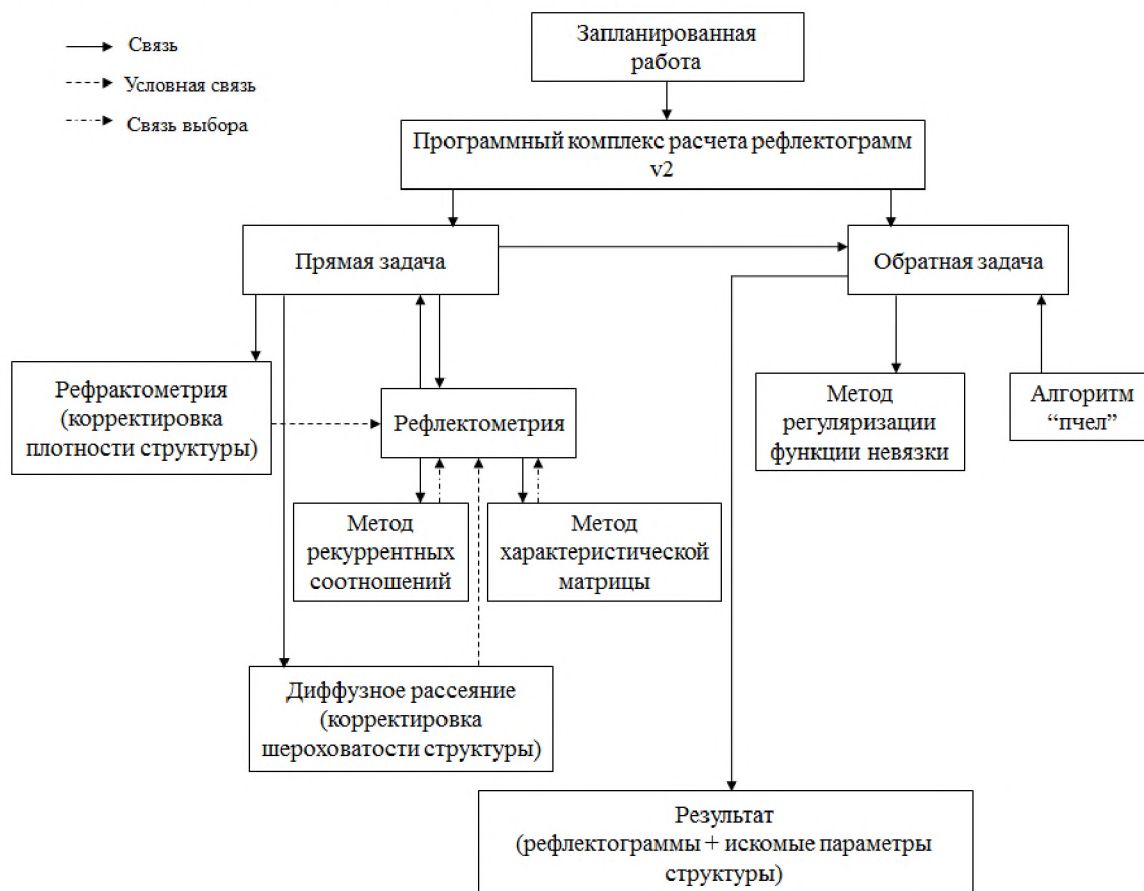


Рисунок 1 – Блок-схема программного комплекса для моделирования методов рефлектометрии и рефрактометрии

3, 4 Результаты и обсуждение

Суть исследования экспериментальных кривых рефлектограммы и восстановления реальной структуры образца с помощью вышеописанного комплексного подхода, таким образом, сводится к следующему: входные данные вначале обрабатываются в блоках рефрактометрии и диффузного рассеяния для дальнейшей корректировки плотностей и шероховатостей слоев структуры и затем поступают в блок рефлектометрии для дальнейшего построения теоретической рефлектограммы и определения параметров слоев одним из двух методов (рекуррентных соотношений или характеристической матрицы). Далее рефлектограмма обрабатывается алгоритмом пчел, который путем сравнения теоретической и экспериментальной кривой вычисляет минимум функции невязки и снижает его до минимально возможного значения за счет корректировки параметров слоев и подгонки теоретической кривой под экспериментальную. Для более корректного вычисления минимума функции невязки можно дополнительно использовать блок регуляризации этой функции.

Также на основе вышеописанного подхода был разработан автоматизированный комплекс обработки результатов рентгеновских измерений, который в итоге позволяет проводить анализ обширного круга объектов из различных областей техники и технологии, в том числе для исследования образцов руд и полезных ископаемых, с помощью взаимодополняющих методов рентгеноструктурного анализа и спектроскопии поглощения рентгеновского излучения в рамках одной измерительной платформы без привлечения широкого перечня измерительного оборудования. Такая система позволит не только получить более детальное представление о качественном и количественном элементном составе, фазе исследуемых объектов, но и существенно повысить точность производимого анализа и скорость обработки получаемых результатов, что снизит себестоимость проводимых исследований.

В данной работе при помощи данного программного комплекса проводилось исследование диффузионно-барьерных слоев TiN на кремниевой подложке. Процесс формирования этой структуры заключается в химическом осаждении слоя TiN из газовой фазы (CVD). Для TiN не существует единого метода осаждения CVD, однако наиболее подходит способ обработки плазмой N₂/H₂ при термическом разложении TDMAT и TDEAT. Подробнее об этом описано в работе [5].

Однако при формировании структур TiN часто возникает проблема, связанная с образованием нескольких слоев с одинаковым химическим соединением, но разными плотностями, отличающихся от стандартного значения. Метод рентгеновской рефлектометрии способен рассчитать плотности этих слоев, однако из-за возникающей неоднозначности «плотность-шероховатость» анализ структуры этим методом может оказаться затруднительным. Для разрешения этой неоднозначности вместо метода рефрактометрии применяется метод диффузного рассеяния рентгеновского излучения, так как из-за малой толщины пленки рефрактометрия в данном случае не позволяет получить различимых пиков рефракции. Таким образом, в работе после исследования пленки с помощью установки CompleXRay проводилась одновременная обработка полученных данных при помощи разработанного программного комплекса.

На рисунке 2 представлена измеренная и рассчитанная в программном комплексе (а) рефлектометрическая зависимость для диффузионно-барьерных структур TiN, а также показана зависимость (б) отношения коэффициентов отражения двух длин волн (CuK_{β}/CuK_{α}) от угла падения луча. При малых углах скольжения наблюдается сложная структура интерференционных максимумов: в области критического угла присутствуют два близких максимума, а третий – деформировался, что свидетельствовало о наличии, как минимум, одного дополнительно сформированного слоя в исследуемой структуре и/или существовании неоднородного распределения по оптической плотности вглубь образца. При этом по графикам видно, что шероховатость слоя не очень высокая, однако из-за неоднозначности «плотность-шероховатость» невозможно точным образом это определить.

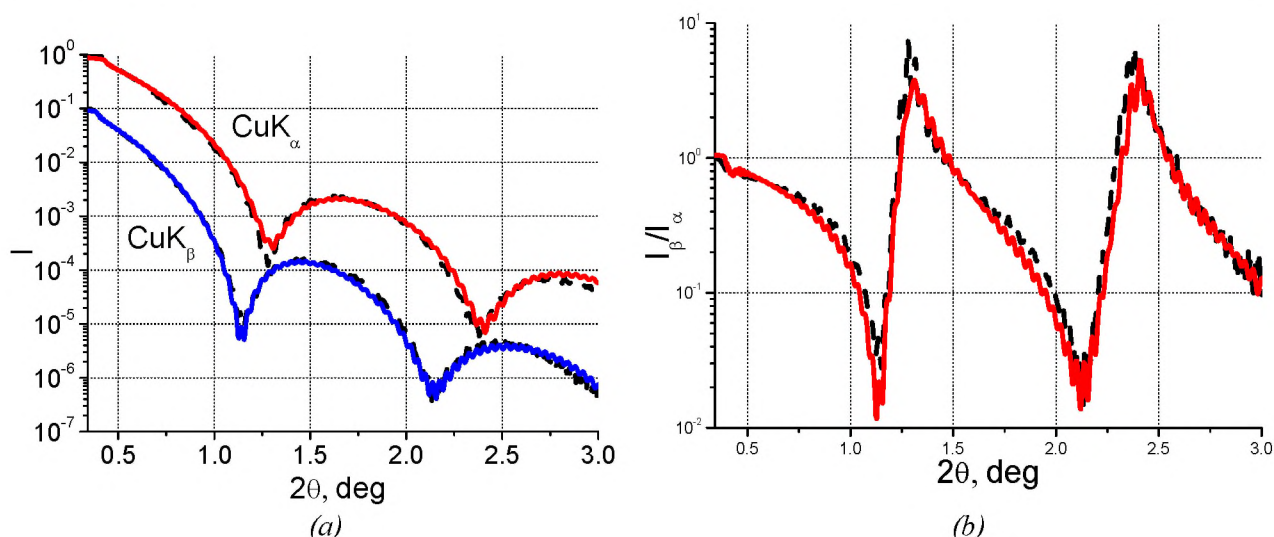


Рисунок 2 – Рентгеновская рефлектограмма на двух длинах волн CuK_α и CuK_β , построенная с помощью программного комплекса (а), и рефлектограмма отношения интенсивностей длин волн $\text{CuK}_\beta/\text{CuK}_\alpha$ (b) для диффузионно-барьерной структуры TiN (5 нм) на кремнии. Экспериментальные кривые показаны пунктиром

Для разрешения данной неоднозначности исследовалось диффузное рассеяние рентгеновского излучения. Использовать рентгеновскую рефрактометрию здесь не имеет смысла, так как толщина пленки в образце не более 10 нм, и в итоге рефракционные пики не будут обнаружены. На рисунке 3 представлена диаграмма рассеяния этих структур, построенная с использованием программного комплекса, результаты которой показали минимальность влияния шероховатостей слоев, что свидетельствует о наличии нескольких подслоев различной плотности. Построение диаграммы с помощью комплексного подхода проводилось при одновременной обработке данных методов рентгеновской рефрактометрии и диффузного рассеяния рентгеновского излучения.

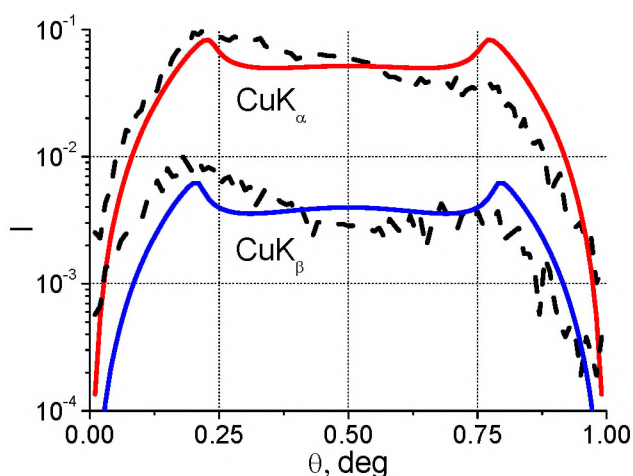


Рисунок 3 – Диаграмма рассеяния рентгеновского излучения на двух длинах волн CuK_α и CuK_β , построенная с помощью программного комплекса, для диффузионно-барьерной структуры TiN (5 нм) на кремнии. Экспериментальные кривые показаны пунктиром

Результаты обработки данных программного комплекса сведены в таблицы 1-2:

Таблица 1 – Результаты рефлектотрии для TiN (5 нм)

Параметры	z, нм	ρ , г/см ³	σ , нм
TiNO _x	4,4	3,48	1,6
TiN (крист.)	3,1	4,8	0,9
TiN (аморф.)	2,1	1,67	0,4
SiO ₂	191,5	2,2	0,3
Si (подложка)	∞	2,33	0,6

Таблица 2 – Результаты диффузного рассеяния для TiN (5 нм)

Параметры	ρ , г/см ³	σ , нм	ξ , нм	H
TiNO _x	3,45	0,6	167	0,5
TiN (крист.)	4,8	0,9	-	-
TiN (аморф.)	1,67	0,4	-	-
SiO ₂	2,2	0,3	-	-
Si (подложка)	2,33	0,6	-	-

При обобщении данных о фазовом составе, плотности, шероховатости, особенностях процессов нанесения пленок в исследованной структуре были идентифицированы подслои в пленке TiN. Как показано в табл. 1 и 2 (TiN толщиной 5 нм), тонкий аморфный слой между TiN и SiO₂ с плотностью $\approx 1,67$ г/см³ и толщиной $\approx 2,2$ нм представляет собой рыхлую пленку TDMAT, полностью не уплотненную и не кристаллизованную обработкой в плотной плазменной среде. Тонкий аморфный слой с плотностью $\approx 3,45$ г/см³ на поверхности ДБС являлся нитридом титана, окисленным в атмосфере воздуха вследствие отсутствия верхнего защитного слоя и наличия остаточного заряда в приповерхностной области после обработки в плазме. Большая толщина этого слоя (более 4 нм) связана с его длительным окислением.

5 Выводы

Как показали результаты исследования, для анализа базовых параметров тонких пленок единственного метода бывает недостаточно для получения достоверной информации о структуре объекта и последующей корректировки этих параметров в соответствии с предъявляемыми требованиями технологического процесса. Это связано со следующим: во-первых, точность методики и возникшие физические ограничения при исследовании объекта не во всех случаях позволяют применять тот или иной метод; во-вторых, при использовании конкретного метода могут возникать различные проблемы, связанные с особенностями применения той или иной методики, к примеру, для рентгеновской рефлектотрии это наличие неоднозначностей «плотность-шероховатость», для рефрактометрии – проблема обнаружения наноразмерных объектов на структуре или дефектов. Особенно часто вышеописанные проблемы возникают при исследовании структур наноразмерных масштабов или наличии таких объектов на тонкопленочных образцах. Поэтому в рамках данной работы было предложено использовать несколько методов исследования структур и объединить их в виде комплексного подхода, позволяющий не только повысить точность вычислений, но и разрешить большинство возникающих проблем при этом.

Также данный подход был реализован в виде программного комплекса, который был успешно протестирован и апробирован в рамках данной работы при обработке результатов исследования диффузионно-барьерного слоя TiN. Кроме этого, на основе этого подхода был разработан автоматизированный комплекс рентгеноспектрального и рентгеноструктурного анализа для исследования элементного и фазового состава объектов, в том числе и для анализа рудных полезных ископаемых, который позволяет не только получать более полную и

детальную картину об исследуемых объектах, но и увеличить порог чувствительности обнаружение отдельных элементов, не выявляемых отдельными методами анализа.

Исследование выполнено при грантовом финансировании по научным и (или) научно-техническим проектам на 2018-2020 годы Республики Казахстан (проект № AP05133354).

Список литературы

1 Апрелов С.А. Многоволновая рентгеновская рефлектометрия для анализа многокомпонентных пространственно упорядоченных структур. Дис. канд. физ.-мат. наук по специальности 01.04.10. – М.: МИЭТ, 2007. – 123 с.

2 Смирнов Д.И., Гиниятуллин Р.М., Зюльков И.Ю. Проблемы измерения параметров элементов и структур современной микро- и нанoeлектроники на примере диффузионно-барьерных структур TiN/Ti // Письма в ЖТФ – 2013. – Т. 39. – № 14. – С. 34–42.

3 Smirnov D.I., Gerasimenko N.N., Petrakov D.S., Volokhovskiy A.D. Characterization of surfaces and interfaces of nanoelectronic and nanophotonic thin-film structures by combined two-wavelength diffuse x-ray scattering and x-ray reflectometry // Book of abstracts The 6-th International School For Young Researchers «Smart Nanomaterials» – Rostov-on-Don, Russia. – 2017. – P. 69.

4 Волоховский А.Д., Герасименко Н.Н., Петраков Д.С. Применение комбинированной методики оптической скаттерометрии для контроля процесса травления щелевой изоляции // Известия вузов. Электроника – 2017. – Т. 22. – № 4. – С. 331–340.

5 Leng J. M., Chen J., Fanton J., Senko M., Ritz K., and Opsal J. Characterization of titanium nitride (TiN) films on various substrates using spectrophotometry, beam profile reflectometry, beam profile ellipsometry and spectroscopic beam profile ellipsometry // Thin Solid Films. – 1998. – Vol. 313–314. – P. 308–313.

Материал поступил в редакцию: 04.03.2020

ПЕТРАКОВ, Д.С., ГЕРАСИМЕНКО, Н.Н., МЕДЕТОВ, Н.А., СУЮНДУКОВ, Р.А., ЖИЕНБАЕВА, А.А. ОБЪЕКТИЛЕРДІҢ ҚҰРЫЛЫМДЫҚ ҚАСИЕТТЕРІ МЕН ПАРАМЕТРЛЕРІН ЗЕРТТЕУ ҮШІН РЕНТГЕН ӨЛШЕУЛЕРІНІҢ НӘТИЖЕЛЕРІН ӨНДЕУДІҢ АВТОМАТТАНДЫРЫЛҒАН ЖҮЙЕСІН ПАЙДАЛАНУ

Мақалада авторлық бағдарламалық кешеннің көмегімен кремний төсенішіндегі TiN диффузионды-тосқауыл қабаттарына зерттеу жүргізілді. Бұл жұмыста құрылымдарды зерттеудің бірнеше әдістерін қолдану және оларды есептеу дәлдігін арттыруға ғана емес, сонымен қатар туындайтын мәселелердің көпшілігін шешуге мүмкіндік беретін кешенді тәсіл түрінде біріктіру ұсынылды. Осы тәсілдің негізінде объектілердің элементтік және фазалық құрамын зерттеу үшін рентгеноспектралды және рентгеноқұрылымды талдаудың автоматтандырылған бағдарламалық кешені әзірленді, бұл кешен зерттелетін объектілер туралы толық және егжей-тегжейлі көріністі алуға ғана емес, сонымен қатар талдаудың жеке әдістерімен анықталмайтын жеке элементтерді талдаудың сезімталдық шегін арттыруға мүмкіндік береді.

Кілт сөздер: автоматтандырылған жүйе, зерттеудің рентгендік әдістері, нанoeлектроника.

PETRAKOV, D.S., GERASIMENKO, N.N., MEDETOV, N.A., SUYUNDUKOV, R.A., ZHIYENBAYEVA, A.A. THE USE OF AN AUTOMATED SYSTEM FOR PROCESSING THE RESULTS OF X-RAY MEASUREMENTS TO STUDY THE STRUCTURAL PROPERTIES AND PARAMETERS OF OBJECTS

In the article, using the author's software package to study the diffusion-barrier layers of TiN on a silicon substrate was studied. In this paper, it is proposed to use several methods for studying structures and combine them in the form of an integrated approach, which allows not only to increase the accuracy of calculations, but also to solve most of the problems that arise. Based on this approach, an automated software package for X-ray spectral and X-ray structural analysis was developed to study the elemental and phase composition of objects, including for the analysis of ore minerals, which allows not only to obtain a more complete and detailed picture of the studied objects, but also to increase the sensitivity threshold detection of individual elements that are not detected by individual methods of analysis.

Key words: automated system, x-ray research methods, nanoelectronics.