

10;11;12

Ионно-лучевое полирование наноразмерного рельефа поверхности оптических материалов

© А.И. Стогний, Н.Н. Новицкий, О.М. Стукалов

Институт физики твердого тела и полупроводников НАН Беларуси,
Минск
E-mail: stognij@ifttp.bas-net.by

Поступило в Редакцию 9 июня 2001 г.

В окончательной редакции 27 августа 2001 г.

Описан метод ионно-лучевого полирования, особенности которого заключаются: в преимущественном осаждении во впадины исходного рельефа поверхности слоя наноразмерной толщины посредством распыления ионами кислорода мишени из одинакового с образцом материала и ионного ассистирования процесса осаждения; в распылении полученной поверхностной структуры на глубину, примерно равную двум толщинам осажденного слоя при помощи нормально падающего низкоэнергетического пучка ионов кислорода; в повторении циклов "осаждение–распыление" с постепенным уменьшением толщины осаждаемого слоя до приобретения поверхностью конечного состояния. На примере кварца, ситалла и оптического стекла ВК-7 показано более чем двукратное уменьшение высоты выступов рельефа на исходной поверхности после полирования данным методом, причем на участках поверхности кварца площадью $2.5 \times 2.5 \mu\text{m}^2$ максимальная высота выступов не превышала 0.8 nm.

Эффект преимущественного распыления выступов рельефа поверхности по сравнению с распылением его долиненной части при облучении поверхности наклонно падающими пучками ионов килоэлектронвольтных энергий успешно применяется для планаризации рельефа поверхностей небольшой площади, содержащих как микроразмерные [1], так и атомно-размерные [2] неоднородности. Однако в настоящее время для решения ряда задач нанoeлектроники и оптики коротковолнового диапазона излучений, в том числе большой мощности, необходимо, чтобы гладкость поверхностей ряда материалов, например кварца, ситалла и оптического стекла ВК-7, достигала нано- и субнаноразмерного уровня, причем площадь самих поверхностей составляла $10 \div 100 \text{cm}^2$.

Кроме того, с целью минимизации повреждений в образцах, вызванных облучением, энергия бомбардирующих ионов должна быть снижена до приемлемого уровня. Вместе с этим на настоящий момент получение пучка ионов с плотностью тока более 0.1 mA/cm^2 и энергией в сотни электроновольт, равномерно обрабатывающего поверхность большой площади под скользящим углом, представляется технически сложным [3]. В связи с этим следует отметить работы [4,5], где были обеспечены условия для планаризации поверхностей нормально падающими пучками ионов на субмикронном уровне. В [4] рельеф исходной поверхности перед распылением предварительно выравнивался посредством осаждения толстого слоя материала, имеющего одинаковый коэффициент распыления с рабочим образцом. В [5] планаризация происходила в результате преимущественного переосаждения продуктов распыления во впадины рельефа исходной поверхности во время ее длительного облучения низкоэнергетическими ионами кислорода. Использование пучка ионов кислорода и кислорода как рабочего газа позволило в этой работе существенно снизить уровень примесей органической природы даже в условиях технологического вакуума ($10^{-2} \div 10^{-3} \text{ Pa}$).

Следует отметить обзор [6], где детально рассмотрены процессы эволюции рельефа поверхности в результате ионного распыления для значительного числа материалов, приводящие в ряде случаев к эффекту планаризации поверхности. В обзоре особо отмечено, что задача нано- и субнано-размерного полирования поверхностей площадью в $10 \div 100 \text{ cm}^2$ одновременно с минимизацией условий для формирования нарушенного поверхностного и приповерхностного слоя остается актуальной. Для примера: в [7] наноразмерное полирование поверхности алмаза было осуществлено на площади $3 \times 3 \text{ mm}$ только путем комбинирования методов механохимического полирования, ионно-лучевого и плазменного травлений. Здесь же приведены недостатки, которые препятствовали реализации наноразмерного полирования известными механохимическими методами и методами, основанными на применении ионного, реактивного ионно-лучевого, ионно-лучевого и ионно-плазменного травлений, а также методами обработки поверхностей с использованием инфракрасных и ультрафиолетовых импульсных лазеров и др.

В настоящей работе, в развитие [4,5], показаны возможности полирования поверхностей отмеченных оптических материалов до нано- и даже субнано-размерного уровня значений перепадов вы-

сот неоднородностей поверхностного рельефа в результате последовательного выполнения следующих процессов: преимущественного осаждения во впадины исходного рельефа поверхности слоя толщиной, примерно равной половине высоты характерных выступов рельефа, применяя распыление ионами кислорода мишени из того же материала, что и образец, и ионное ассистирование процесса осаждения; распыления нормально падающим пучком медленных ионов кислорода полученной поверхностной структуры на глубину, примерно равную удвоенной толщине осажденного слоя; повторения циклов "осаждение–распыление" с постепенным уменьшением толщины осаждаемого слоя до тех пор, пока не достигается примерное равенство значений перепада высот рельефов поверхностей до и после проведения очередного цикла "осаждение–распыление".

На рис. 1 представлена схема установки ионно-лучевого полирования. Она содержит вакуумную камеру 1, узел осаждения тонкого слоя, аналогичный описанному в [8], и включающий широкоапертурный источник ионов кислорода 2, низкоэнергетический кауфмановский источник ионов холловского типа с открытым торцом 3 и мишень 4, ориентированную под углом 45° к оси источника ионов 2. Широкоапертурный источник ионов кислорода 5 имеет конструкцию, близкую приведенной в [9], и служит для распыления поверхностей образцов площадью до 100 cm^2 , которые располагаются на подвижном подложкодержателе 6. Камера 1 откачивается диффузионным насосом до вакуума не хуже 10^{-3} Pa . Рабочее давление составляет не более $4 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}$ после напуска кислорода в равных количествах через источники ионов 2 и 5 с общим расходом до $8 \text{ cm}^3/\text{min}$ и напуска аргона с расходом до $2 \text{ cm}^3/\text{min}$ через источник ионов 3. Для анализа исходного, промежуточных и конечного состояний поверхностей образцов, оценки значений скоростей осаждения и распыления использовались растровый электронный микроскоп (РЭМ)S-806 (Hitachi, Япония) и атомно-силовой микроскоп (АСМ) "Фемтоскан-001" (Центр перспективных технологий МГУ, Россия) с полем сканирования $2.5 \times 2.5 \text{ }\mu\text{m}$, работающий в контактном режиме с использованием кремниевых кантиливеров (MicroMash, www.spmtips.com, Эстония). Скорость осаждения наноразмерного слоя оценивалась по интерполяции в сторону меньших значений времени линии зависимости "толщина слоя, осажденного на кремниевую пластину — время осаждения", полученной для значений времени осаждения 20, 30, 40 и 50 min.

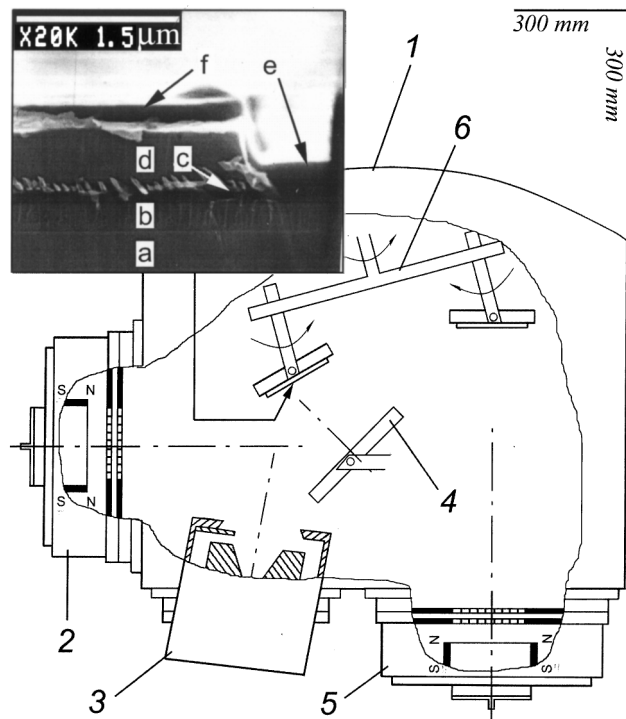


Рис. 1. Установка ионно-лучевого полирования: 1 — вакуумная камера, 2 — источник ионов, 3 — источник ионов с открытым торцом, 4 — мишень, 5 — источник ионов, 6 — подложкодержатель. На вставке в левом верхнем углу РЭМ-фото поперечного среза тестовой структуры, где *a* — подложка кремния, *b* — термически выращенный слой диоксида кремния, *c* — адгезионный подслоя, *d* — слой алюминия, *e* — слой SiO_x на дне канавки, *f* — слой SiO_x на ступеньке.

Осажденные слои распылялись пучком ионов кислорода с плотностью тока 0.12 mA/cm^2 , полученной при значении экстрагирующего напряжения 300 V на источнике ионов 5. Скорость распыления оценивалась по интерполяции зависимости "изменение толщины осажденного слоя — время распыления", полученной для значений времени распыления 10, 15, 20, 25 min, и ее среднее оценочное значение составляло 1.4 nm/min с точностью до 30% для рассматриваемых ниже случаев. Средняя

скорость осаждения продуктов распыления мишеней из кварца, ситалла и ВК-7 поддерживалась на уровне значений менее 2 nm/min и была в несколько раз меньше, чем в [8] благодаря снижению выходных параметров источников ионов 2 и 3. Среднее значение плотности тока ассистирующего пучка ионов составляло 0.6 mA/cm^2 при средней энергии ионов менее 50 eV . В результате этого, наряду с расположением поверхностей образцов под углом 30° относительно мишеней и под углом 50° относительно ассистирующего источника ионов 3, было обеспечено выполнение основного условия реализации предложенного метода полирования — превышение в $1.4 \div 1.8$ раза скорости заполнения впадин рельефа поверхности относительно скорости осаждения на выступы рельефа. На вставке к рис. 1 для наглядной демонстрации последнего утверждения показан результат процесса осаждения продуктов распыления кварцевой мишени на тестовую структуру, содержащую прямоугольную канавку сечением $0.5 \times 0.5 \mu\text{m}$. Видно, что отношение толщины осажденного на дно канавки слоя SiO_x к толщине слоя SiO_x на верхней ступеньке составляет около 1.8, а боковые стенки канавки лишь со стороны ее дна частично покрыты осажденным материалом ($x \approx 2.1$ согласно [8]). Здесь для увеличения достоверности РЭМ-фото приведен относительно толстый слой SiO_x . Результаты предварительных экспериментов находятся также в согласии с общепринятым мнением о том, что ионное ассистирование способствует устранению различий в свойствах осажденных пленок оптических материалов и их массивных аналогов и обеспечивает условия для заполнения распыляемым материалом впадин рельефа поверхности на субмикронном и наноразмерном уровне (см., например, [8,10]). Сглаживание рельефа поверхности исходного материала после осаждения тонкого слоя, близкого по составу и свойствам материала, позволяет уменьшить избирательность последующего ионного облучения к распылению бугров и впадин исходного рельефа, а также уменьшить уровень нарушений на поверхности, вызванных ионным облучением, так как происходит частичная экранировка образца от облучения предварительно нанесенным и постепенно распыляемым слоем. Результаты моделирования процессов распыления при помощи известной программы SRIM-2000 [6] и элементарные геометрические построения, проведенные на основе предложенной схемы полирования, позволяют предположить, что оптимальные условия для полирования реализуются тогда, когда толщина осажденного слоя не превышает половины высоты характерных выступов исходного рельефа, а получен-

ная поверхностная структура в дальнейшем распыляется на толщину, оцениваемую двумя толщинами нанесенного слоя, ионами кислорода, энергия которых недостаточна для пробега в исходной мишени на глубину, превышающую толщину нанесенного слоя. Последнее согласуется с приведенными экспериментальными условиями.

Серия РЭМ-фото и АСМ-изображений поверхности кварца на рис. 2 позволяет наглядно представить эволюцию рельефа при ионно-лучевом полировании предложенным методом. Исходная поверхность кварца предварительно тщательно полировалась механохимическим способом и при ее рассмотрении в РЭМ с увеличением до $20\,000\times$ обнаружить особенности рельефа не удается. Однако увеличение РЭМ до $50\,000\times$ (рис. 2, *a*) и АСМ-изображение (рис. 2, *d*) позволяют выявить на поверхности отдельно расположенные, продолговатой формы выступы рельефа поверхности с характерной длиной менее 100 nm и высотой менее 4 nm , а также другие более мелкие по площади и менее высокие неоднородности на общем плоском фоне. Осаждение слоя толщиной менее 3 nm на исходную поверхность в результате распыления кварцевой мишени приводит к тому, что исходные крупные выступы становятся менее выраженными на общем плоском фоне, и они приобретают более правильную округлую форму с характерными размерами менее 60 nm (рис. 2, *b*). В результате распыления этой поверхностной структуры на предположительную глубину 6 nm и повторного осаждения-распыления слоев толщиной 3 и 1.5 nm с соответствующей глубиной распыления 6 и 3 nm была получена поверхность, на которой увеличение РЭМ даже до $50\,000\times$ не позволяет выявить рельефа (рис. 2, *c*), а АСМ-изображение (рис. 2, *e*) указывает на наличие только отдельных острых выступов высотой менее 0.8 nm относительно низшей точки рельефа вдоль линии длиной $1\text{ }\mu\text{m}$, проведенной вдоль наиболее неоднородного участка поверхности размерами $2.5 \times 2.5\text{ }\mu\text{m}$.

Исходное качество поверхности ситалла после предварительной механохимической полировки было хуже, чем у кварца (рис. 3, *a*). Условно можно выделить три группы поверхностных неоднородностей — редкие продолговатой формы островки длиной до 100 nm и высотой до 11 nm , крупные области с плавными границами и высотой до 9 nm , занимающие практически всю поверхность, в промежутках между которыми находятся многочисленные мелкие конусообразные выступы высотой до 5 nm . Осаждение слоя толщиной около 5 nm в результате распыления ситалловой мишени приводит к сглаживанию

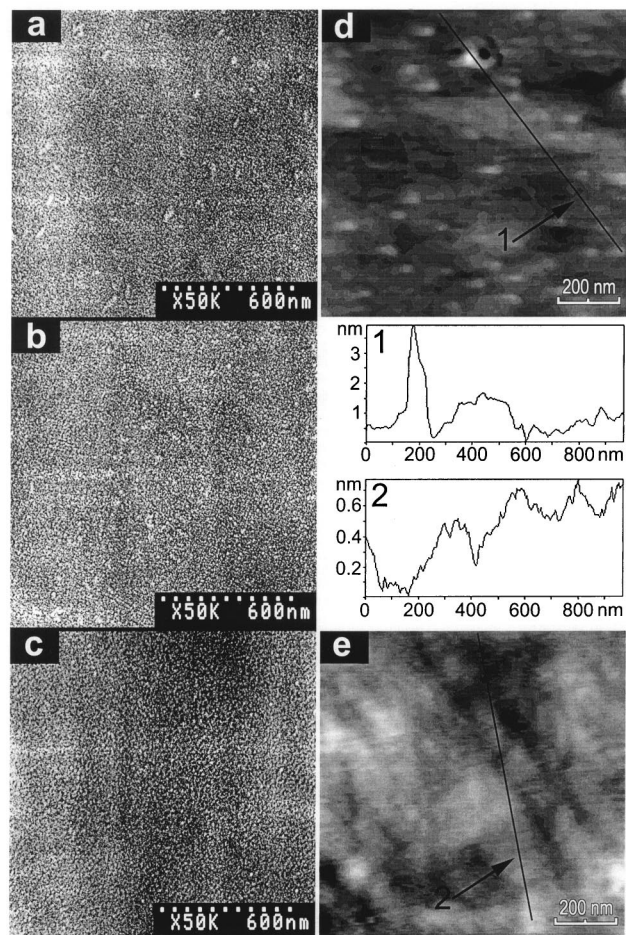


Рис. 2. Полирование поверхности кварца: *a, b, c* — РЭМ-фото соответственно исходного, исходного с нанесенным толщиной до 3 нм слоем SiO_x и конечного состояния поверхности кварца; *d, e* — АСМ-изображения соответственно исходного и конечного состояния поверхности кварца, *1* и *2* — поперечные сечения рельефа вдоль указанных линий.

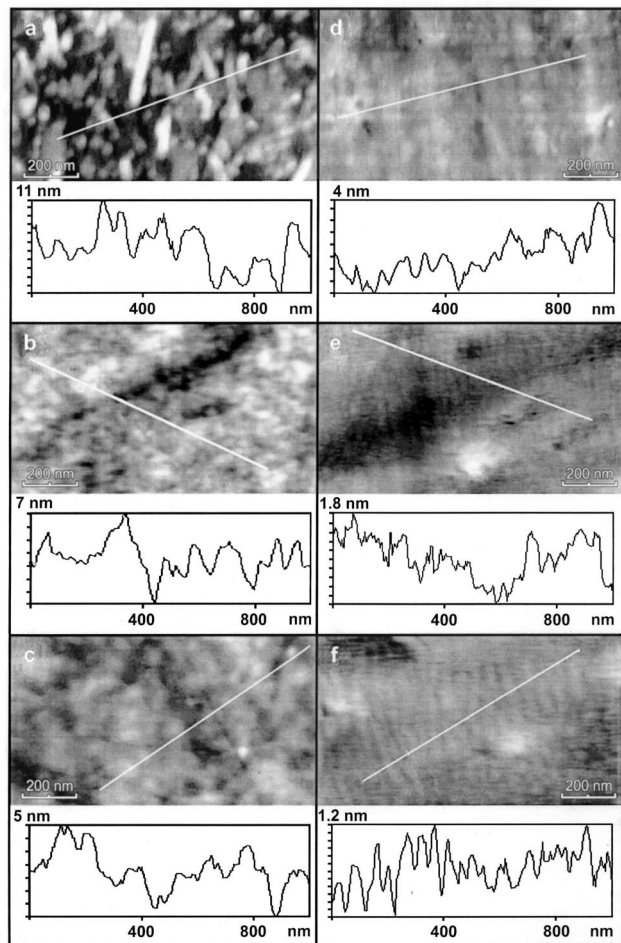


Рис. 3. Полирование ситалла и стекла ВК-7: *a, b, c* — АСМ-изображения соответственно исходного, исходного с нанесенной пленкой толщиной около 5 нм и конечного состояния поверхности ситалла; *d, e, f* — АСМ-изображения соответственно исходной поверхности, исходной поверхности после предварительного распыления ионами кислорода и отполированной по приведенной в тексте схеме поверхности оптического стекла ВК-7; приведенные поперечные сечения рельефа получены вдоль указанных на соответствующих АСМ-изображениях линий.

исходного рельефа поверхности и уменьшению максимальной высоты выступов до 7 nm (рис. 3, *b*). После последовательного распыления полученной поверхностной структуры на примерную глубину 12 nm, потом двукратного нанесения слоя толщиной до 3 nm и соответственно двукратного распыления на глубину около 6 nm поверхность ситалла приобрела конечный вид (рис. 3, *c*), но содержала отдельные редкие выступы максимальной высотой до 5 nm относительно самой низкой точки рельефа вдоль линий длиной до 1 μm . Предложенная схема полирования не позволила устранить условия для появления этих выступов, но, вероятнее всего, они обусловлены спецификой технологии изготовления ситалла, а не обработки его поверхности.

Оптическое стекло ВК-7 является более пластичным и химически активным материалом по сравнению с кварцем и ситаллом, поэтому процесс полирования осуществлялся по более сложной схеме. Неоднородность исходной поверхности ВК-7 определялась согласно АСМ-изображениям царапинами шириной до 100 nm и глубиной до 4 nm (рис. 3, *d*). Предварительное распыление поверхности ионами кислорода с энергией до 500 eV с целью очистки поверхности и удаления поверхностного нарушенного слоя приводило к формированию наноразмерных конусов, концентрирующихся в областях пересечения остатков следов царапин (рис. 3, *e*). Далее на поверхность в результате распыления мишени, которой служило стекло ВК-7, наносился тонкий слой и проводилось распыление полученной структуры на глубину, вдвое большую, чем толщина слоя. Повторение последних процессов с осажденными слоями толщиной 4 nm (дважды) и 2 nm (трижды) позволило получить поверхность с максимальной высотой неоднородностей 1.2 nm, не содержащую царапин и отмеченных конусов (рис. 3, *f*).

Таким образом, предложенный метод ионно-лучевого полирования оптических материалов с площадью поверхностей до 100 cm^2 обеспечивает более чем двукратное уменьшение высоты характерных выступов исходного наноразмерного рельефа и сглаживание форм неоднородностей рельефа в целом. Данный метод может быть применим к полированию других материалов, например, пленок феррит-гранатов, нитрида галлия, иттрий-бариевых купратов, продукты распыления которых ионами кислорода не обладают свойствами химической летучести.

Данная работа получила финансовую поддержку в рамках проекта ISTC B-176.

Список литературы

- [1] *Schmidt P.H., Spencer E.G., Walters E.M.* // J. of Appl. Phys. 1970. V. 41. N 11. P. 4740–4742.
- [2] *Wissing M., Holzwarth M., Simeonova D.S., Snowdon K.J.* // Rev. Sci. Instr. 1996. V. 64. Issue. 12. P. 4314–4320.
- [3] *Huashun Zhang.* Ion Sources. Science Press Beijing Springer-Berlag Berlin, Heidelberg, 1999. 476 p.
- [4] *Johnson L.F., North J.C., Wolfe R.* // Appl. Phys. Lett. 1973. V. 44. N 10. P. 4753–4757.
- [5] *Стогний А.И., Корякин С.В., Вирченко В.А.* // ЖТФ. 2001. Т. 71. В. 8. С. 87–94.
- [6] *Smentkowski V.S.* // Progress in Surface Science. 2000. V. 64. P. 1–58.
- [7] *Koslowski B., Strobel S., Zeimann P.* // Diamond and Related Materials. 2000. V. 9. P. 1159–1163.
- [8] *Стогний А.И., Свиринов В.Т., Тушина С.Д.* и др. // ПТЭ. 2001. № 3. С. 151–154.
- [9] *Стогний А.И., Корякин С.В.* // ПТЭ. 2000. № 6. С. 64–67.
- [10] *Alvisi M., Mirengi L., Tapfer L.* et al. // Applied Surface Science. 2000. V. 157. P. 52–60.