

02,13

## Изготовление сверхпроводниковых туннельных структур с использованием электронно-лучевой литографии

© М.Ю. Фоминский, Л.В. Филиппенко, А.М. Чекушкин, В.П. Кошелец

Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН,  
Москва, Россия

E-mail: nanolith@yandex.ru

Поступила в Редакцию 9 апреля 2021 г.

В окончательной редакции 9 апреля 2021 г.

Принята к публикации 19 апреля 2021 г.

Разработана и оптимизирована технология изготовления субмикронных переходов Nb–AlN–NbN с использованием электронно-лучевой литографии. Были проведены исследования по подбору дозы экспонирования, времени проявления и параметров плазмохимического травления для получения максимального значения параметра качества туннельных переходов  $R_j/R_n$ . Использование негативного резиста ma-N 2400 с меньшей чувствительностью и лучшим контрастом в сравнении с резистом UVN 2300-0.5 позволило улучшить воспроизводимость процесса изготовления структур. Это позволило изготовить туннельные переходы Nb–AlN–NbN с высокой плотностью тока и параметром качества  $R_j/R_n > 15$  субмикронных размеров (площадь от 2.0 до  $0.2 \mu\text{m}^2$ ). Экспериментально измерен разброс параметров туннельных структур субмикронных размеров по подложке, и воспроизводимость процесса изготовления структур от цикла к циклу.

**Ключевые слова:** электронно-лучевая литография, негативный электронный резист, плазмохимическое травление, магнетронное напыление, сверхпроводниковые туннельные структуры.

DOI: 10.21883/FTT.2021.09.51243.12H

### 1. Введение

Одним из наиболее успешно развиваемых направлений сверхпроводниковой электроники является разработка сверхчувствительных приемных устройств терагерцового диапазона. Важной задачей является развитие терагерцовых технологий и создания СИС-приемников с квантовой чувствительностью и источников THz излучения для использования в радиотелескопах космического и наземного базирования. Смесители на основе туннельных переходов сверхпроводник–изолятор–сверхпроводник (СИС) являются наилучшими входными устройствами на частотах от 0.1 до 1.2 THz, их шумовая температура ограничена только квантовым пределом. В настоящее время гетеродинные СИС-приемники используются в качестве штатных устройств на большинстве как наземных, так и космических радиотелескопов во всем мире [1,2]. Для реализации предельных параметров СИС-смесителей требуется создание и оптимизация воспроизводимой и надежной технологии изготовления наноструктур с толщиной туннельного барьера порядка 1 nm с экстремально высокой плотностью тока и малыми токами утечки [3,4,5]. Для согласования с волноводными элементами смесителя площадь перехода с высокой плотностью тока должна составлять доли квадратного микрометра. Электронная литография является одним из наиболее перспективных методов для производства наноструктур в научно-исследовательских целях, поскольку позволяет оперативно изменять дизайн отдельных элементов и микросхемы в

целом и добиться высокой воспроизводимости результатов в субмикронной области размеров туннельных переходов.

Для создания воспроизводимой и надежной технологии изготовления туннельных структур высокого качества, обладающих хорошей воспроизводимостью, с малым разбросом параметров по подложке, была разработана и отлажена технология изготовления туннельных структур субмикронных размеров Nb–AlN–NbN с помощью методов прямой электронно-лучевой литографии (ЭЛЛ) и последующим плазмохимическим травлением.

### 2. Методика эксперимента

Для исследования технологии изготовления переходов субмикронных размеров были изготовлены тестовые образцы, на которых в различных режимах электронно-лучевого экспонирования, проявления и травления формировался массив из структур круглого сечения, как показано на рис. 1, разнесенных на расстояние более эффекта близости. СИС переход на подложке из кремния формировался путем травления трехслойной структуры Nb–AlN–NbN через маску резистивной пленки, сформированной при помощи электронной литографии. Трехслойная структура Nb–AlN–NbN напылялась с помощью установки Leybold L560UV, оснащенной водоохлаждаемым держателем подложек и двумя системами магнетронного распыления: на постоянном токе (DC) и высокой частоте (RF). Нижний ниобиевый

## Формирование трехслойной структуры в едином вакуумном цикле

Материал	Назначение	Толщина, nm	Параметры напыления
Nb	Нижний электрод	200	DC, 600 W, Ar, 4 mTorr, 1.8 nm/s
Al	Туннельный барьер	6	DC, 100 W, Ar, 3 mTorr, 0.13 nm/s
AlN	Туннельный барьер	1.0–1.2	RF, 70 W, N <sub>2</sub> , 0.03 mTorr
NbN	Верхний электрод	80	DC, 600 W, Ar + N <sub>2</sub> , 4 mTorr, 1.4 nm/s

Material	Description	Thickness, nm	Deposition parameters
Nb	Base electrode	200	DC, 600 W, Ar, 4 mTorr, 1.8 nm/s
Al	Tunnel barrier	6	DC, 100 W, Ar, 3 mTorr, 0.13 nm/s
AlN	Tunnel barrier	1.0–1.2	RF, 70 W, N <sub>2</sub> , 0.03 mTorr
NbN	Counter electrode	80	DC, 600 W, Ar + N <sub>2</sub> , 4 mTorr, 1.4 nm/s

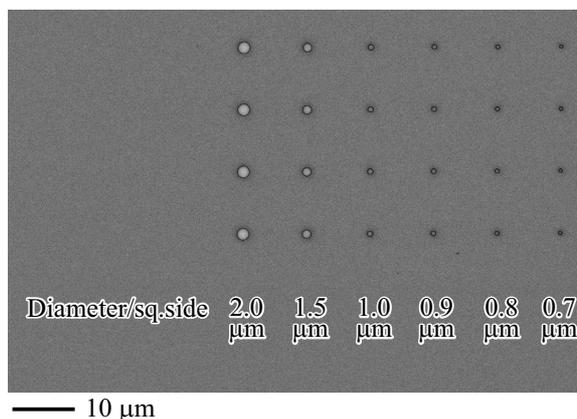


Рис. 1. Массив тестовых структур для отработки режимов изготовления переходов субмикронных размеров.

электрод и тонкий слой алюминия наносились методом магнетронного DC напыления в среде аргона. После напыления барьерного алюминия подложка помещалась над RF-магнетроном, на который крепилась мишень с алюминием, и инициировался плазменный разряд в среде азота [6]. После окончания процесса нитридации на сформированный барьер осаждался слой верхнего электрода NbN, который формировался методом магнетронного DC-напыления в среде аргона и азота. Схема формирования трехслойной структуры представлена в таблице.

После формирования перехода при помощи плазмохимического травления проводилось анодирование, далее наносился слой изоляции SiO<sub>2</sub>. Заключаящими этапами являются формирование верхнего электрода из NbN и контактных площадок Au. Каждый этап формирования туннельных переходов контролировался при помощи электронной микроскопии.

Для формирования геометрии переходов использовались различные типы негативных резистов. Негативный электронный резист UVN 2300-0.5 характеризуется высокой чувствительностью и используется как для фотолитографии (ГУФ, 248 nm), так и для электронной литографии. Негативный электронный резист UVN 2300-0.5 наносился на предварительно сформированную трехслойную структуру Nb–AlN–NbN. После нанесения резист подвергался термообработке 90°C в течение 10 min. Толщина резистивной пленки составляла 0.38 μm. Экспонирование проводилось на установке электронной литографии Raith e\_LiNE электронным пучком с энергией электронов 30 keV, доза варьировалась в зависимости от размера перехода в диапазоне от 8 до 20 μC/cm<sup>2</sup>. После экспонирования образцы нагревались до 110°C в течение 10 min. Далее неэкспонированные участки резиста удалялись в 2.4% растворе тетраметиламмоний гидроксида пентагидрата. Негативный электронный резист UVN 2300-0.5 обладает низким контрастом, соответственно технологический процесс достаточно чувствителен к отклонениям, что сказывается на воспроизводимости результатов. Для резиста UVN 2300-0.5 подбирались подходящие дозы для переходов с различными заданными размерами (поправки учитывали отклонения по всей технологической карте):

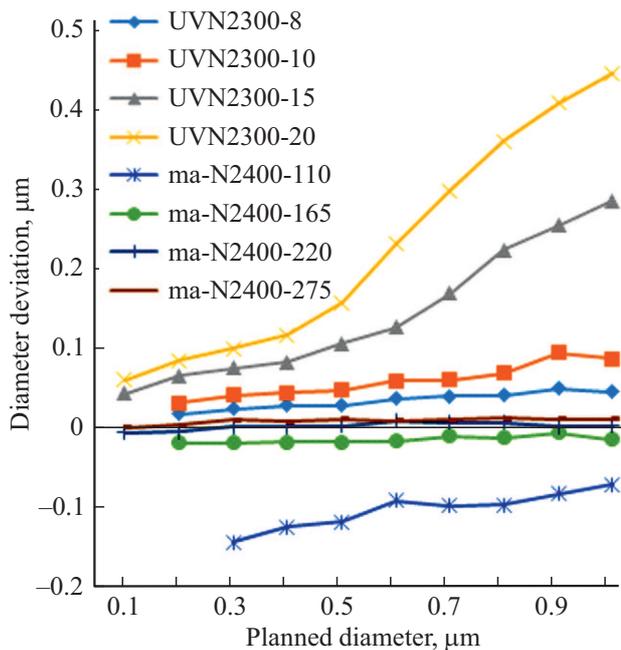
доза 10 μC/cm<sup>2</sup> оптимальна для структур с размерами 2.0 и 1.5 μm;

доза 15 μC/cm<sup>2</sup> — для структур 0.7–1.0 μm;

доза 20 μC/cm<sup>2</sup> — для структур 0.4–0.6 μm.

Таким образом были изготовлены и измерены переходы площадью до 0.15 μm<sup>2</sup>, но для повышения воспроизводимости результатов и расширения „технологического окна“ были апробированы другие электронные резисты, в частности электронный резист ma-N 2400.

Негативный резист ma-N 2400 используется как для фотолитографии (ГУФ, 248 nm), так и для электронной литографии, но чувствительность этого резиста



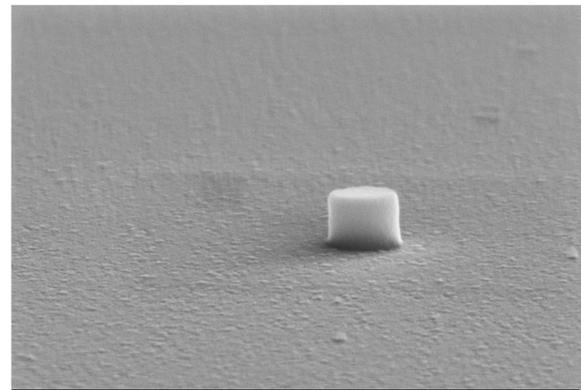
**Рис. 2.** Уход размеров переходов в процессе экспонирования и проявления (ТМАН 2.4%, время 60 s) для резистов ma-N 2400 и UVN 2300-0.5. По горизонтальной оси проектируемый диаметр. По вертикальной оси разница диаметра структур, измеренных на электронном микроскопе, за вычетом заложенного в дизайне. Положительные значения соответствуют диаметру большему заложенному при изготовлении.

на порядок ниже чем у UVN 2300-0.5, поэтому для областей с малыми размерами разрешающая способность ma-N 2400 будет выше. Негативный электронный резист ma-N 2400 наносился на предварительно сформированную трехслойную структуру Nb–AlN–NbN. После нанесения резист подвергался термообработке 90°C в течение 3 min. Доза для ЭЛЛ варьировалась в диапазоне от 110 до 275  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ . Неэкспонированные участки резиста удалялись в растворе тетраметиламмоний гидроксида пентагидрата 2.4%. Для повышения стойкости резистивной маски к травлению после проявления образцы нагревались до 100°C в течение 10 min.

Использование негативного резиста ma-N 2400 (сплошная линия на рис. 2) с меньшей чувствительностью и лучшим контрастом в сравнении с UVN 2300-0.5 позволило улучшить воспроизводимость процесса изготовления структур.

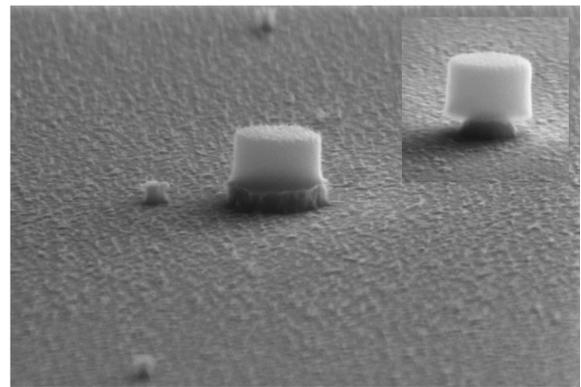
Негативный резист ma-N 2400 обладает чувствительностью на порядок ниже чем у UVN 2300-0.5 и лучшим контрастом. Как видно по данным измерений (сплошные кривые на рис. 2), для доз экспонирования 220 и 275  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$  уходы размеров постоянны (в отличие от резиста UVN 2300-0.5) и практически отсутствуют во всем диапазоне измерений от 1.0 до 0.1  $\mu\text{m}$ . Для областей с малыми размерами (порядка 0.1  $\mu\text{m}$ ) разрешающая способность ma-N 2400 выше.

На рис. 3, 4, 5 приведены фотографии с электронного микроскопа последовательных этапов изготовления



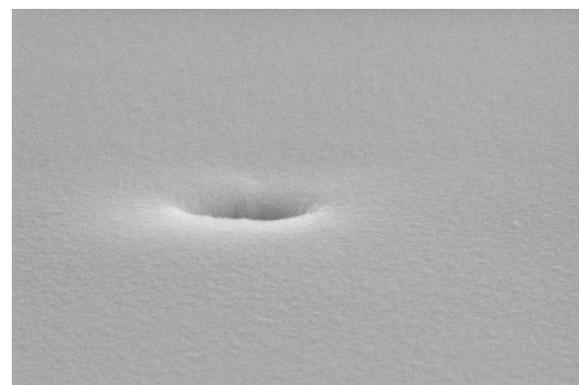
— 100 nm

**Рис. 3.** Тестовый переход на основе резиста ma-N 2400 диаметра 0.4  $\mu\text{m}$ , экспонированный с дозой 220  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ ; после проявления диаметр резиста для формирования тестового перехода составляет 0.37  $\mu\text{m}$ .



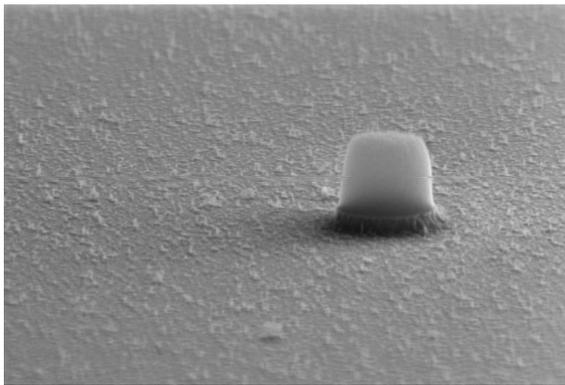
— 100 nm

**Рис. 4.** Тестовый переход на основе резиста ma-N 2400 диаметра 0.4  $\mu\text{m}$ , экспонированный с дозой 275  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$  после плазмохимического травления по маске резиста в атмосфере  $\text{CF}_4$ . На вставке в правом верхнем углу образец после травления в атмосфере  $\text{CF}_4 + \text{O}_2$  с неоптимальными параметрами. Диаметр резиста после травления в обоих случаях составил 0.33  $\mu\text{m}$ .



— 100 nm

**Рис. 5.** Тестовый переход на основе резиста ma-N 2400 диаметра 0.4  $\mu\text{m}$  после нанесения изоляции  $\text{SiO}_2$  и проведения „взрывной“ литографии.



— 100 nm

**Рис. 6.** Тестовый переход на основе резиста UVN 2300-0.5 диаметра  $0.4\ \mu\text{m}$ , экспонированный с дозой  $20\ \mu\text{C}/\text{cm}^2$ ; после плазмохимического травления по маске резиста в атмосфере  $\text{CF}_4$ . Диаметр резистивной маски после травления  $0.46\ \mu\text{m}$ , диаметр трехслойной структуры  $0.51\ \mu\text{m}$ .

для структуры диаметром  $0.4\ \mu\text{m}$  на основе резиста та-N 2400.

Переходы формировались при помощи плазмохимического травления NbN по маске резиста (рис. 3). Этот процесс проходит в вакуумной камере установки плазмохимического травления Secon XPE II в смеси газов  $\text{O}_2$  и  $\text{CF}_4$ .

С целью получения высокой воспроизводимости и малого разброса параметров было проведено исследование процесса травления и найдены оптимальные условия анизотропного травления пленки NbN с минимальным воспроизводимым подтравом (рис. 4). Контроль результата плазмохимического травления проводился с помощью электронного микроскопа.

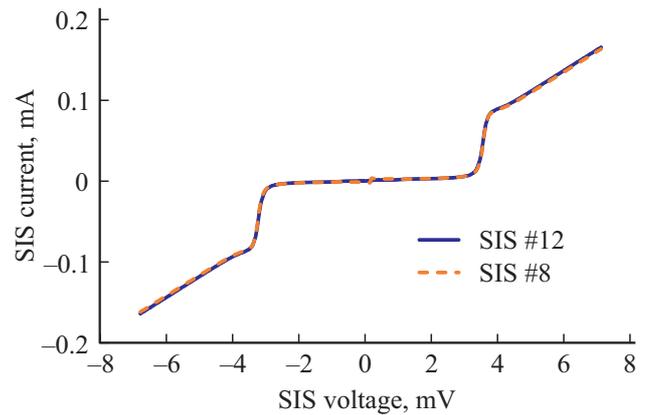
После формирования перехода при помощи плазмохимического травления проводилось анодирование, в результате которого пленка нитрида ниобия, не закрытая резистом, превращалась в анодный окисел [7]. Далее наносился слой изоляции  $\text{SiO}_2$  (рис. 5).

На рис. 6 для сравнения приведены фотографии с электронного микроскопа для структуры такого же диаметра  $0.4\ \mu\text{m}$ , но на основе резиста UVN 2300-0.5. Виден существенно отличный от вертикального профиля резиста (недостаточный контраст UVN 2300-0.5), диаметр резистивной маски и трехслойной структуры существенно отличается от проектного размера.

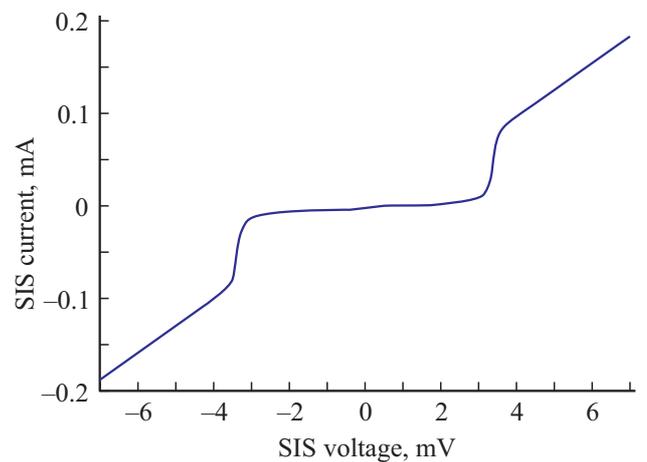
Заключаящими технологическими этапами являются формирование верхнего электрода из NbN и контактных площадок из золота с помощью фотолитографии с использованием фоторезиста AZ 5214.

### 3. Результаты измерений

Изготовлено несколько серий переходов Nb–AlN–NbN с плотностью тока от 20 до  $50\ \text{kA}/\text{cm}^2$  субмикронных размеров. Измерения проводились при помощи автоматизированной системы измерения вольт-амперных



**Рис. 7.** ВАХ переходов Nb–AlN–NbN одинакового размера, изготовленного с помощью ЭЛЛ, расположенных на разных частях одной подложки: SIS № 8 площадью  $0.480\ \mu\text{m}^2$  с плотностью тока  $15\ \text{kA}/\text{cm}^2$ ,  $R_n = 40.98\ \Omega$ ,  $R_j/R_n = 18.4$ ,  $V_g = 3.39\ \text{mV}$ ; SIS № 12 площадью  $0.488\ \mu\text{m}^2$  с плотностью тока  $15\ \text{kA}/\text{cm}^2$ ,  $R_n = 40.34\ \Omega$ ,  $R_j/R_n = 20.7$ ,  $V_g = 3.38\ \text{mV}$ .



**Рис. 8.** ВАХ перехода Nb–AlN–NbN площадью  $0.15\ \mu\text{m}^2$  с плотностью тока  $47\ \text{kA}/\text{cm}^2$ ,  $R_n = 34.53\ \Omega$ ,  $R_j/R_n = 21.1$ ,  $V_g = 3.36\ \text{mV}$  изготовленного с помощью ЭЛЛ и плазмохимического травления.

характеристик и электрофизических параметров СИС переходов IRTECON. Для вольт-амперных характеристик переходов Nb–AlN–NbN одинакового размера, расположенных на разных частях подложки, были продемонстрированы сходные параметры, на рис. 7 приведены ВАХ переходов Nb–AlN–NbN одинакового размера, расположенных на разных частях одной подложки. Измерения проводились на переходах площадью до  $0.15\ \mu\text{m}^2$ , качество переходов при уменьшении размеров не изменялось (рис. 8).

### 4. Заключение

Была разработана и отлажена технология изготовления субмикронных переходов Nb–AlN–NbN с исполь-

зованием электронно-лучевой литографии. Высококачественный сверхтонкий барьер AlN был сформирован в процессе нитридации поверхности Al в плазменном RF-разряде в среде чистого N<sub>2</sub>. Были проведены исследования по подбору дозы экспонирования, времени проявления и параметров плазмохимического травления для получения максимально значения параметра качества туннельных переходов  $R_j/R_n$ . В дополнение к негативному резисту UVN 2300-0.5 были проведены исследования по подбору параметров для негативного резиста ma-N 2400, который обладает чувствительностью на порядок ниже чем у UVN 2300-0.5 и лучшим контрастом. Каждый этап формирования туннельных переходов контролировался при помощи электронной микроскопии. Это позволило изготовить туннельные переходы Nb–AlN–NbN с высокой плотностью тока и параметром качества  $R_j/R_n > 15$  субмикронных размеров (площадь от 2.0 до 0.2  $\mu\text{m}^2$ ). Экспериментально измерен разброс параметров туннельных структур субмикронных размеров по подложке, и воспроизводимость процесса изготовления структур от цикла к циклу.

#### Финансирование работы

Исследование выполнено при поддержке гранта РФФИ 19-19-00618, туннельные структуры изготовлены в ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН в рамках государственного задания с использованием УНУ 352529.

#### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

#### Список литературы

- [1] Brian D. Jackson, Gert de Lange, Tony Zijlstra, Matthias Kroug, Jacob W. Kooi, Jeffrey A. Stern, Teun M. Klapwijk. IEEE Trans. Microw. Theory Techn. **54**, 2, 547 (2006).
- [2] A. Karpov, D. Miller, F. Rice, J.A. Stern, B. Bumble, H.G. LeDuc, J. Zmuidzinis. IEEE Trans. Appl. Supercond. **17**, 2, 343 (2007).
- [3] К.И. Рудаков, П.Н. Дмитриев, А.М. Барышев, А.В. Худченко, В.П. Кошелец. Изв. вузов. Радиофизика **LIX**, 08–09, 793 (2016).
- [4] М.Ю. Торгашин, В.П. Кошеlets, П.Н. Дмитриев, А.В. Ермаков, Л.В. Филиппенко, Р.А. Ягубов. IEEE Trans. Appl. Supercond. **17**, 2, 379 (2007).
- [5] П.Н. Дмитриев, И.Л. Лапitsкая, Л.В. Филиппенко, А.В. Ермаков, С.В. Шитов, Г.В. Прокopenko, С.А. Ковтоныук, В.П. Кошеlets. IEEE Trans. Appl. Supercond. **13**, 2, 107 (2003).
- [6] B. Bumble, H.G. LeDuc, J.A. Stern, K.G. Megerian. IEEE Trans. Appl. Supercond. **11**, 1, 76 (2001).
- [7] X. Meng, T. Van Duzer. IEEE Trans. Appl. Supercond. **13**, 2, 91 (2003).

Редактор Т.Н. Василевская