

V. A. Levko

**STUDY OF PRESSURE DISTRIBUTION OF MEDIUM LONGWISE A CHANNEL
UNDER ABRASIVE FLOW MACHINING PROCESSING**

The author presents the results of research of medium pressure distribution longwise a channel. With a steady flow the medium pressure depends on the pressure shift at the inlet to the channel and the velocity gradient of a flow.

Keywords Abrasive flow machining processing medium pressure distribution, longitudinal profile of a channel, surface layer, velocity gradient, visco-elastic properties.

© Левко В. А., 2012

УДК 53.07; 53.05

С. А. Лященко, С. Н. Варнаков, И. А. Тарасов, Д. В. Шевцов, С. Г. Овчинников

**АВТОМАТИЗАЦИЯ МАГНИТОЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКИХ IN SITU ИЗМЕРЕНИЙ
НА СВЕРХВЫСОКОВАКУУМНОМ КОМПЛЕКСЕ ДЛЯ СИНТЕЗА И ИССЛЕДОВАНИЯ
МАТЕРИАЛОВ СПИНТРОНИКИ***

Представлены результаты модернизации созданного коллективом авторов магнитоэллипсометрического комплекса. Проведена автоматизация процессов управления аппаратной частью и реализованы алгоритмы обработки сигналов магнитоэллипсометра. Возможности созданной системы были продемонстрированы на примере технологического цикла создания и in situ исследования структурных, оптических и магнитных свойств наноструктуры Fe/SiO₂/Si(100).

Ключевые слова: сверхвысоковакуумная технология многослойных наноструктур, спектральная эллипсометрия, эффект Керра.

Методы отражательной одноволновой и спектральной эллипсометрии позволяют с высокой точностью определять оптические свойства различных поверхностей [1]. Одноволновая эллипсометрия хорошо зарекомендовала себя как метод контроля технологии получения наноструктур методом молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ), где требуется непрерывный неразрушающий мониторинг процессов формирования [2–6]. В работе [7] нами было показано, что одноволновая эллипсометрия при незначительной модификации схемы измерения позволяет проводить также магнитооптические исследования. Для реализации всех потенциальных возможностей эллипсометрии, которые наиболее полно реализуются при спектральных измерениях, коллективом авторов был создан измерительно-ростовой комплекс для синтеза материалов спинтроники и in situ измерений их оптических и магнитных свойств [8].

Однако использование в разработанном магнитоэллипсометрическом комплексе переменных магнитных полей привело к ряду технологических ограничений на эксперимент.

Так, в связи с высокой индуктивностью электромагнита при частотах даже в единицы герц невозможно было получить достаточную для насыщения железной ферромагнитной пленки величину напряженности магнитного поля. Использование при этом высокого напряжения значительно уменьшало время полезной работы магнитоэллипсометра из-за нагрева обмотки электромагнита. Отсутствие автоматического управления блоком питания не позволяло программировать задание частоты, формы и амплитуды переменного напряжения, что существенно затруднило калибровку и непосредственное измерение величины напряженности магнитного поля. Кроме того, применение переменного магнитного поля затрудняло проведение спектральных магнитооптических измерений.

Также в процессе запуска спектрального магнитоэллипсометра для in situ анализа поверхности образца при разогретом молекулярном источнике была выявлена существенно меньшая интенсивность зондирующего пучка, по сравнению с одноволновыми эллипсометрами.

*Работа выполнена при финансовой поддержке гранта поддержки ведущей научной школы (проект НШ-1044.2012.2), программы ОФН РАН № 2.4, программы Президиума РАН № 24.34, интеграционного проекта СО РАН – ДВО РАН № 85, «У.М.Н.И.К.» (Красноярск, Россия) и при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, соглашение 14.132.21.1709 «Развитие методологии применения отражательной спектральной эллипсометрии для исследования наноразмерных структур» и соглашение 14.В37.21.1276 «Исследование процессов формирования магнитного порядка в дискретных магнитных сплавах системы Si-Mn».

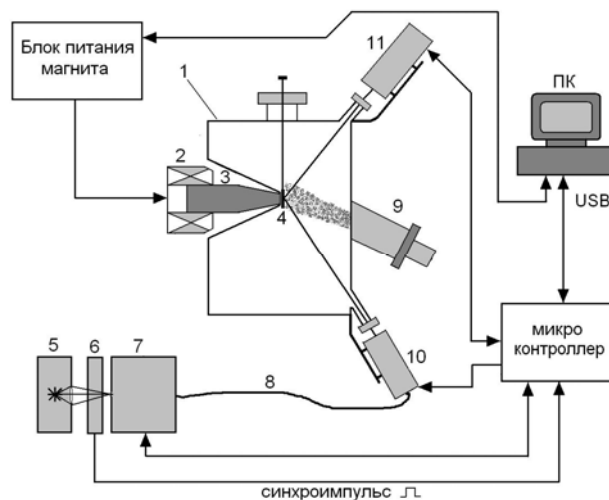


Рис. 1. Блок схема магнитоэллипсометрического комплекса:
 1 – вакуумная камера; 2 – электромагнит; 3 – магнитопровод; 4 – исследуемый образец; 5 – источник света; 6 – obtюратор; 7 – монохроматор; 8 – световод; 9 – молекулярный источник; 10 – блок поляризатора; 11 – блок анализатора

Влияние фонового излучения от разогретого молекулярного источника было столь велико, что связанное с этим изменение эллипсометрических параметров достигало десятков градусов, и их измерение становилось невозможным.

Описанные выше проблемы использования измерительно-ростового комплекса определили цель данной работы – модернизация спектрального магнитоэллипсометра для использования постоянных магнитных полей и автоматизация управления его аппаратной схемой для проведения качественных одноволновых и спектральных магнитоэллипсометрических измерений под управлением ЭВМ.

Модернизация спектрального магнитоэллипсометра заключалась в использовании постоянного электромагнита с железным магнитопроводом и заменой блока питания с возможностью управления от внешней ЭВМ, что позволило не только на порядок увеличить напряженность магнитного поля, но и задавать под контролем ее значение.

Для борьбы с изменяющейся фоновой засветкой нами был реализован традиционный вариант – применение механического obtюратора на основе быстровращающегося диска с двумя симметричными лопастями [9], что позволило значительно увеличить отношение «сигнал/шум» и не внесло изменений в оптическую схему прибора.

Схема модернизированной экспериментальной установки (рис. 1) отличается от блок-схемы, представленной в работе [8]: изменено предназначение синхроимпульса с вывода о состоянии блока питания магнита на вывод о положении obtюратора, а также подключен к компьютеру блок питания магнита, что позволяет автоматизировать магнитооптические измерения при программном управлении магнитным полем. Механический obtюратор 6 был помещен на пути светового пучка между коллимационной линзой источника света 5 и входом в монохроматор магнитоэллипсометра 7. При работе obtюратора синхроим-

пульс от датчика положения лопаток поступает на оптопару в составе контроллера магнитоэллипсометра, а контроллер, в свою очередь, формирует сообщение в компьютере.

В процессе поиска оптимальных режимов работы obtюратора было учтено, что в технологии формирования структур методом МЛЭ скорость осаждения вещества составляет порядка 0,02 нм/с [10], соответствия изменениям величины сигнала на фотоприемниках эллипсометра в среднем $0,002 \text{ с}^{-1}$ или 10^{-4} абсолютной величины [11] за один период перекрытия света obtюратором. Так как средняя амплитуда шума фотоприемников лежит в пределах 10^{-3} абсолютной величины сигналов, то технологическими изменениями интенсивности по причине формирования структур за один период перекрытия можно пренебречь, и использовать при измерениях скорость вращения obtюратора не менее 9 об/с для получения максимального количества точек при усреднении сигнала.

Автоматизация оптических и магнитооптических *in situ* измерений заключалась в создании программы ЭВМ для управления оптической и магнитной системами в составе спектрального магнитоэллипсометра по заданным алгоритмам, а также проведении оптического моделирования исследуемого образца для анализа его структуры путем оптимизации эллипсометрических данных. Взаимодействие программного пакета с оборудованием было реализовано через контроллеры фирмы FTDI. Подключение осуществляется к двум контроллерам: блоку эллипсометра (монохроматор, плечи поляризатора и анализатора, четыре фотоприемника и оптическое реле прерывателя светового потока) и блоку питания электромагнита (стабилизация тока и напряжения). Взаимодействие между разделами программы осуществляется с помощью глобальных массивов данных и процедур. Алгоритм обработки сигналов от магнитоэллипсометра с использованием данных о состоянии механического obtюратора был реализован для расчета значений эл-

липсометрических параметров Ψ и Δ [12] на основе разности между суммарным и темновым сигналами. Алгоритм основан на обработке компьютером двух сообщений от контроллера магнитоэллипсометра: 1) сообщение, содержащее в себе данные о напряжениях на четырех фотоприемниках [13], поступающее в операционную систему компьютера каждые 970 мкс; 2) сообщение о поступлении синхроимпульса, сигнализирующее об окончании очередного цикла пропускания и перекрытия зондирующего излучения на обтураторе.

Для предотвращения случайных выбросов сигнала в процессе непрерывных эллипсометрических измерений, а соответственно, и возникновения возможных ошибок в расчетах эллипсометрических углов в алгоритме встроена фильтрация сигнала по всем фотоприемникам, которая производит замену текущих значений сигналов на значения из предыдущего периода, если текущий сигнал отличается от них более чем на 10 % (данная величина подбирается опытным путем для каждой электронно-оптической схемы и ее минимальное значение ограничено амплитудой шумов фотоприемников).

Интерфейс программы управления спектральным магнитоэллипсометром включает в себя четыре основных раздела. Раздел «Данные оптики» предназначен для настройки оптических плеч эллипсометра и монохроматора с отображением в текстовой панели всех операций и результатов их выполнения.

Раздел «Прерыватель» ориентирован на измерения эллипсометрических параметров без магнитной системы. Он решает такие задачи, как:

– проведение эллипсометрических *in situ* спектральных измерений в диапазоне длин волн от 350 до

900 нм с шагом 2 нм, с последующей возможностью оптического моделирования поверхностных структур;

– построение дисперсии диэлектрической проницаемости для отдельных компонент структуры и для всего образца в целом в рамках модели полубесконечной среды [1].

Важной функцией раздела «Прерыватель» является проведение эллипсометрических *in situ* одноволновых измерений от времени для контроля технологических процессов в рабочей камере. В частности, данная методика позволяет параллельно с измерениями производить расчет текущей толщины эффективной пленки растущего материала на подложке образца. В качестве примера на рис. 2 представлено программное окно раздела «Прерыватель», с отображением процесса расчета толщины по измеренным эллипсометрическим данным в процессе напыления.

Раздел «Магнитная система» ориентирован на работу с магнитным полем магнитоэллипсометра. В нем производится *in situ* измерения магнитооптического эффекта Керра на фиксированной длине волны (в диапазоне от 350 до 900 нм) для тонких пленок магнитных материалов. Данные отображаются в программе как зависимость эллипсометрических параметров Ψ и Δ от величины приложенного магнитного поля [14]. Режим измерений позволяет определить коэрцитивную силу поверхностных ферромагнитных структур в диапазоне полей $\pm 4,2$ кЭ. Также производятся *in situ* спектральные измерения экваториального эффекта Керра (ЭЭК). Данные, полученные в результате измерений изменения эллипсометрических углов при перемагничивании образца в полях насыщения на каждой длине волны выбранного спектрального диапазона.

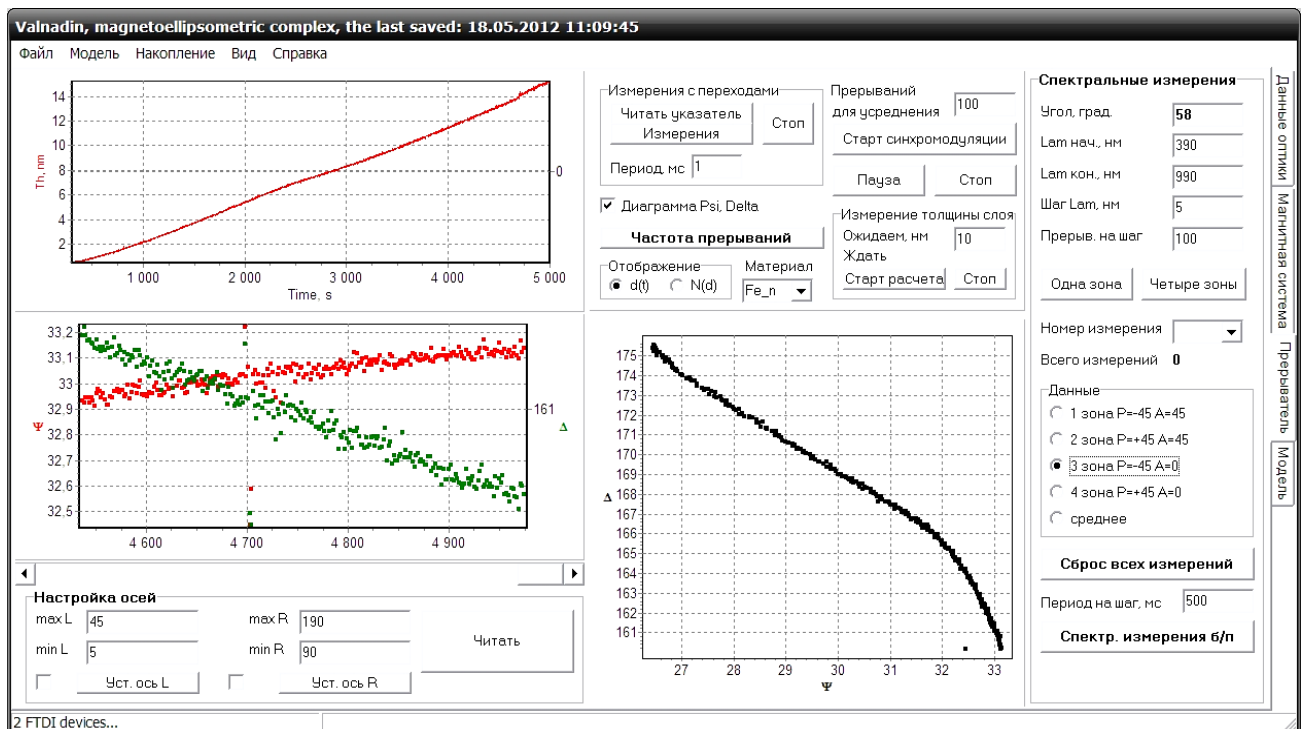


Рис. 2. Вид программного окна раздела «Прерыватель»

Раздел «Модель» является дополнительным модульным элементом программы для решения обратной задачи эллипсометрии, посредством построения и оптимизации дисперсии поляризационных углов.

Оценка основных технических характеристик разработанного аппаратно-программного комплекса была проведена при тестовом напылении тонкой пленки железа на поверхность монокристаллического кремния с буферным слоем диоксида кремния SiO_2 . Подробное описание процесса химической подготовки подложки кремния приведено в работе [15]. Базовый вакуум в технологической камере составлял 10^{-7} Па. Эллипсометрические и магнитоэллипсометрические исследования проводились с частотой вращения лопаток обтюлятора 14 об/с, что обеспечивало оптимальные условия измерений. Усреднение эллипсометрических данных производилось по 20-ти периодам прерывания. Одноволновые измерения выполнялись на длине волны 500 нм, для которой наблюдается максимальная интенсивность излучения в спектре используемого источника света – галогенной лампы.

Тестирование аппаратно-программного комплекса для оптических и магнитооптических измерений проводилось в три этапа. На первом этапе перед напылением пленки железа было проведено спектральное ($\lambda = 360 \dots 900$ нм) *in situ* исследование подложки для определения толщины диоксида кремния. Эллипсометрические измерения проводились в 4-зонном режиме [11]. В результате теоретических расчетов в рамках оптической модели «подложка кремния – пленка SiO_2 » было получено, что толщина двуокиси кремния составила 0,4 нм.

На втором этапе была получена пленка железа с контролем параметров ее роста. Железо испарялось из молекулярного источника с тиглем из нитрида бора. Процесс осаждения металла контролировался разработанным аппаратно-программным комплексом в одноволновом режиме, при длине волны зондирующего пучка 500 нм (рис. 3, а) и одновременно осуществлял-

ся расчет эффективной толщины растущей пленки железа (рис. 3, б) на основе численного метода Ньютона [16]. Результирующая толщина пленки железа, рассчитанная по данным одноволновой эллипсометрии, составила $12,5 \pm 0,1$ нм. Для проверки результатов расчетов толщины пленки железа полученная структура была исследована *ex situ* методом рентгеноспектрального флуоресцентного анализа (РСФА). Толщина пленки железа, полученная с помощью метода РСФА, составила $12,4 \pm 0,6$ нм. Таким образом, можно говорить о том, что, с учетом погрешностей измерений методами РСФА и эллипсометрии, значения толщин Fe совпадают.

На третьем этапе тестирования созданного программно-аппаратного комплекса были проведены исследования оптических и магнитных свойств полученной структуры. Результаты измерения спектральной зависимости эллипсометрических углов Ψ и Δ с обтюратором после напыления пленки железа сравнивались с результатами спектральных измерений до напыления (рис. 4).

Как и для подложки кремния с буферным слоем диоксида кремния, по полученным данным спектральной зависимости эллипсометрических углов Ψ и Δ была проведена оптимизация параметров оптической модели «подложка кремния – пленка SiO_2 – пленка Fe» и найдены структурные параметры образца после напыления: толщина двуокиси кремния составила 0,4 нм; эффективная толщина пленки железа – $12,4 \pm 0,1$ нм.

Таким образом, созданное программное обеспечение позволяет измерять толщину растущей пленки с помощью двух независимых эллипсометрических экспериментов, таких как одноволновое измерение эллипсометрических параметров ψ и Δ непосредственно во время роста и спектральные измерения после напыления с последующим решением обратной задачи эллипсометрии [12].

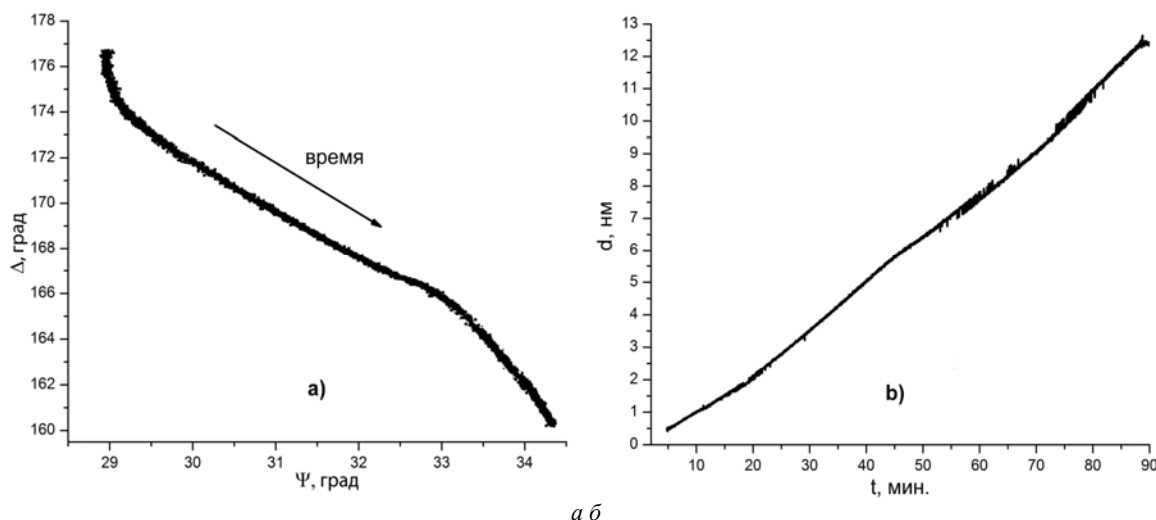


Рис. 3. Изменения значений эллипсометрических углов во время напыления пленки Fe (а) и рассчитанная зависимость толщины пленки Fe от времени напыления (б)

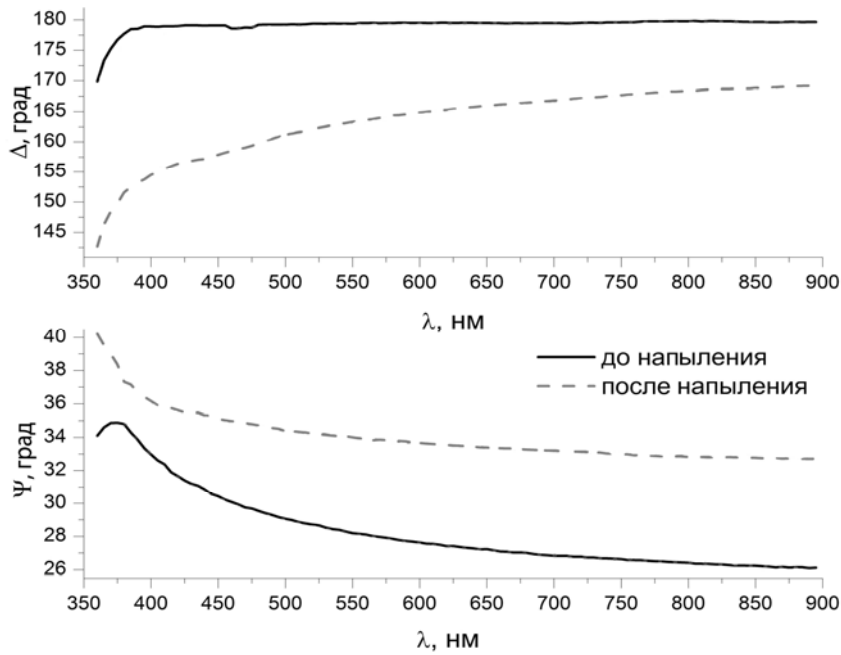


Рис. 4. Спектрограммы измеренных эллипсометрических углов до и после напыления пленки Fe

Результаты измерений магнитооптического эффекта Керра на длине волны $\lambda = 500$ нм представлены на рис. 5. Шаг изменения напряженности магнитного поля составлял 12 Э. Для уменьшения погрешности измерений было проведено три полных цикла изменения поля. Анализ полученных данных позволяет сделать некоторые выводы о магнитных свойствах полученной структуры, в частности, в нашей геометрии эксперимента величина коэрцитивной силы пленки Fe составила 120 ± 6 Э, а поле насыщения ~ 300 Э.

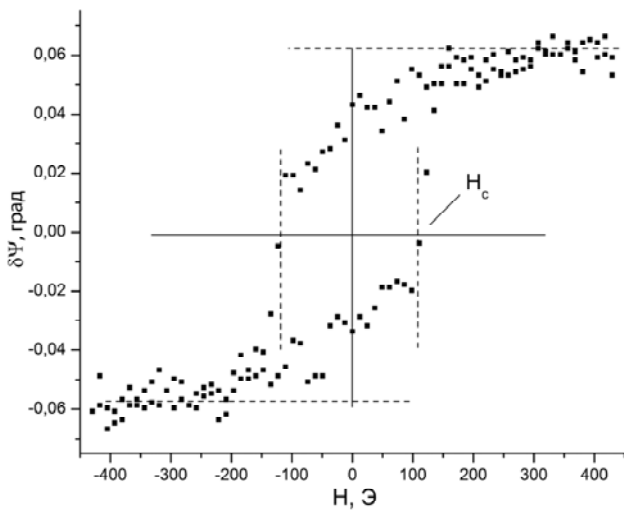


Рис. 5. Зависимость эллипсометрического параметра Ψ от величины магнитного поля для структуры Fe/SiO₂/Si(100)

В завершении тестирования были осуществлены измерения ЭЭК в зависимости от энергии падающего излучения (рис. 6). Величина приложенного магнит-

ного поля при перемагничивании образца до насыщения составляла ± 430 Э (см. рис. 5). С целью увеличения отношения сигнал/шум было сделано три полных цикла измерений по спектру с последующим усреднением данных. Полученная энергетическая зависимость ЭЭК качественно совпадает с результатами исследований, приведенных в работе [14].

На энергетическую зависимость магнитооптического эффекта Керра влияет ряд факторов, в том числе и плотности электронных состояний атомов железа. Из детального анализа полученной кривой, в принципе, можно получить информацию о спектре электронных состояний. Однако в данной работе интерпретация полученной спектральной зависимости ЭЭК не приводится, так как выходит за рамки поставленной задачи.

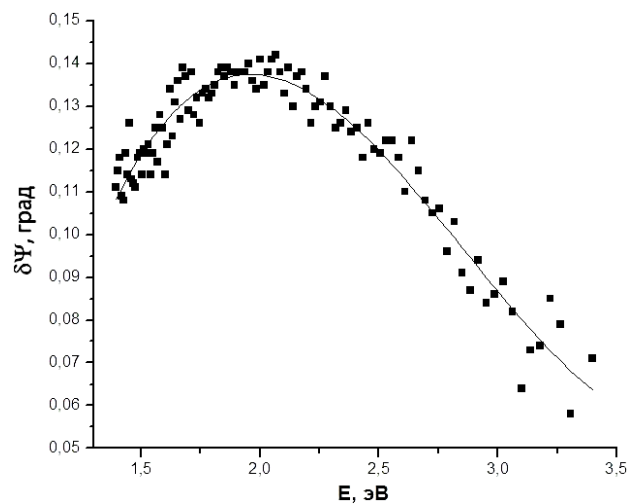


Рис. 6. Дисперсия магнитооптического эффекта Керра, измеренная для структуры Fe/SiO₂/Si(100)

Таким образом, модернизированный магнитоэллипсометрический комплекс обладает следующими преимуществами перед аналогами:

- легкостью доработки стандартной конструкции магнитоэллипсометра, так как все дополнительные элементы монтируются вне вакуумной камеры;
- возможностью проведения эллипсометрических *in situ* измерений в условиях меняющейся засветки рабочей камеры;
- универсальностью магнитооптической схемы с точки зрения режимов измерений благодаря одновременному управлению эллипсометром и блоком питания электромагнита.

Библиографические ссылки

1. Fujiwara H. Spectroscopic Ellipsometry: Principles and Application. N. Y. : John Wiley & Sons Inc., 2007.
2. Growth of Hg_{1-x}CdxTe Nanostructures by Molecular Beam Epitaxy with Ellipsometric Control / N. N. Mikhailov, R. N. Smirnov, S. A. Dvoretzky et al. // Intern. J. of Nanotechnology. 2006. Т. 3. № 1. P. 120–130.
3. Измерение намагниченности мультислойных наноструктур Fe/Si в процессе синтеза и постростового нагрева / С. Н. Варнаков и др. // Физика металлов и металловедение. 2008. Т. 106, № 1. С. 54–58.
4. Автоматизация технологического оборудования для получения многослойных структур в сверхвысоком вакууме / С. Н. Варнаков, А. А. Лепешев, С. Г. Овчинников и др. // Приборы и техника эксперимента. 2004. № 6. С. 125–129.
5. High-Speed Spectral Ellipsometry for *in Situ* Diagnostics and Process Control / W. M. Duncan, S. A. Henck, J. W. Kuehne et al. // J. of Vacuum Sci. and Technology. B. 1994. Vol. 12, № 4. P. 27–79.
6. Aspnes D. E. New Developments in Spectroellipsometry: the Challenge of Surface // Thin Solid Films. 1993. Vol. 233. P. 1–8.
7. Косырев Н. Н., Овчинников С. Г. Ферромагнетизм при комнатной температуре в двухслойной структуре Dy_{1-x}Nix/Ni: магнитооптические измерения *in situ* // Письма в ЖЭТФ. 2008. Т. 88, № 2. С. 152–154.
8. Измерительно-ростовой комплекс для синтеза и исследования *in situ* материалов спинтроники / С. В. Рыхлицкий, В. А. Швец, Е. В. Спесивцев и др. // Приборы и техника эксперимента. 2012. № 2. С. 165–166.
9. Александров Е. Б., Запасский В. С. Лазерная магнитная спектроскопия. М. : Наука, 1986.
10. Сравнение силицидов железа, полученных методами молекулярно-лучевой и твердофазной эпитаксии / С. Н. Варнаков, И. А. Яковлев, С. А. Лященко и др. // Вестник СибГАУ. 2010. № 4 (30). С. 45–51.
11. Швец В. А., Спесивцев Е. В., Рыхлицкий С. В. Анализ статической схемы эллипсометрических измерений // Оптика и спектроскопия. 2004. Т. 97, № 3. С. 514–525.
12. Azzam R. M. A., Bashara N. M. Ellipsometry and Polarized Light / North Holland Publ. Co. N. Y., 1977.
13. Эллипсометр : пат. РФ № 2302623 / Спесивцев Е. В., Рыхлицкий С. В., Швец В. А. Опубл. 10.07.2007, Бюл. № 19.
14. Ebert H. Magneto-Optical Effects in Transition Metal Systems // Reports on Progress in Physics. 1996. Vol. 59. P. 1665–1735.
15. Magnetic-field- and Bias-Sensitive Conductivity of a Hybrid Fe/SiO₂/p-Si Structure in Planar Geometry / N. V. Volkov, A. S. Tarasov, E. V. Eremin et al. // J. of Appl. Physics. 2011. Vol. 109. P. 123924.
16. Mathews J. H., Fink K. D. Numerical Methods. Using MATLAB. Jersey : Prentice Hall, 2001.

S. A. Lyaschenko, S. N. Varnakov, I. A. Tarasov, D. V. Shevtsov, S. G. Ovchinnikov

AUTOMATION OF MAGNETOELLIPSOMETRIC *IN SITU* MEASUREMENTS ON THE ULTRAHIGH-VACUUM COMPLEX FOR SYNTHESIS AND RESEARCH OF MATERIALS OF SPINTRONICS

*The article is a presentation of results of modernization of magnetic-ellipsometric complex created by group of authors. Automation of processes of hardware component control is carried out and algorithms of processing of signals of magnetic ellipsometer are realized. Possibilities of the created system were shown on the example of technological cycle of production and *in situ* of research of structural, optical and magnetic properties of nanostructure of Fe/SiO₂/Si(100).*

Keywords: Ultrahigh-vacuum technology of multilayered nano-structures, spectral ellipsometry, Kerr effect.

© Лященко С. А., Варнаков С. Н., Тарасов И. А., Шевцов Д. В., Овчинников С. Г., 2012