

## Исследование режимов формирования структур для метаповерхностей и конфокальных оптических систем

© Е.Ю. Гусев<sup>1</sup>, С.П. Авдеев<sup>1</sup>, В.В. Поляков<sup>1</sup>, Х. Ren<sup>2</sup>, D. Chen<sup>2</sup>, L. Han<sup>3</sup>, W. Zhang<sup>2,3</sup>, О.А. Агеев<sup>1,4</sup>

<sup>1</sup> Южный федеральный университет, институт нанотехнологий, электроники и приборостроения, Таганрог, Россия

<sup>2</sup> School of Optoelectronic Engineering, Qilu University of Technology (Shandong Academy of Sciences), 250353 Jinan, China

<sup>3</sup> Laser Institute, Qilu University of Technology (Shandong Academy of Sciences), 250104 Jinan, China

<sup>4</sup> Научно-образовательный центр „Нанотехнологии“ Южного федерального университета, Таганрог, Россия

E-mail: eyugusev@sfnu.ru

Поступила в Редакцию 16 мая 2023 г.

В окончательной редакции 17 августа 2023 г.

Принята к публикации 30 октября 2023 г.

Получены структуры поликристаллический кремний/оксид кремния/подложка кремния методом плазменно-химического осаждения из газовой фазы. Исследовано влияние мощности разряда, давления газовой смеси, а также температуры вакуумного отжига на шероховатость, механические напряжения и показатель преломления пленок. Показано, что вакуумный отжиг позволяет существенным образом корректировать значения параметров материалов. Установлены условия формирования структур, подходящие для дальнейшего изготовления метаповерхностей и оптических элементов и систем на их основе.

**Ключевые слова:** метаповерхность, кремний на изоляторе, оксид кремния, плазмохимическое осаждение.

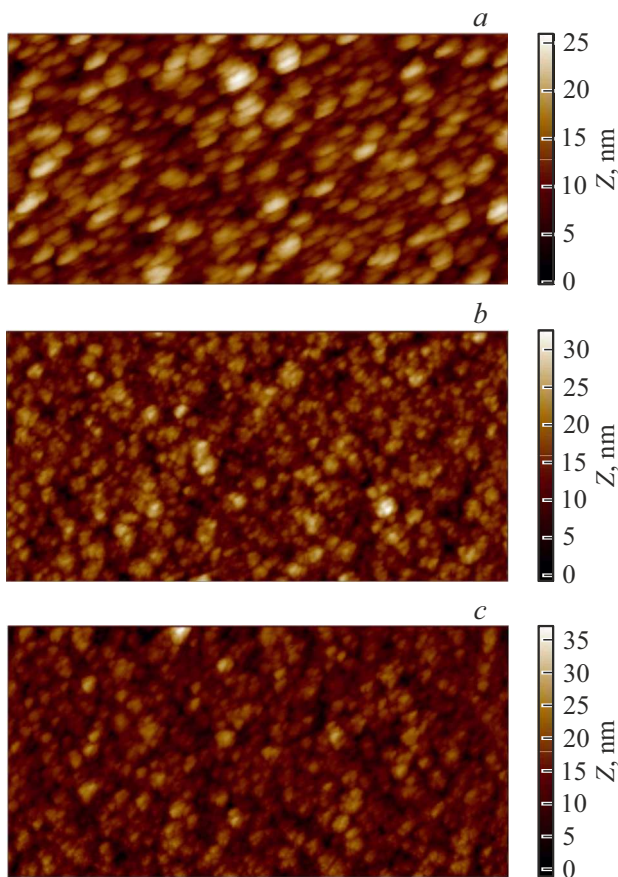
DOI: 10.61011/FTT.2023.12.56751.5160k

1. Использование метаматериалов является одним из перспективных способов решения проблем управления светом, присущих рефракционным и дифракционным элементам оптических приборов [1–3]. Метаповерхности, которые являются двумерными метаматериалами, лишены недостатков, присущих объемным материалам. Рационально конструируя элементы метаповерхности (метаатомы) и ячейки с ними, можно контролировать амплитуду, фазу и поляризацию отраженного, прошедшего или дифрагированного излучения. Это позволяет эффективно управлять излучением, например, собирая плоскую волну в точку на фокусном расстоянии, что дает возможность изготавливать металлинзы с толщиной меньше длины волны излучения [1,4]. Для формирования метаповерхностей используются различные методы, включая осаждение, литографию и травление [5–7]. Данные методы позволяют создавать метаповерхности и конфокальные оптические системы с различными характеристиками, а также оптимизировать их производство [5–10]. Однако главной проблемой их формирования остается отсутствие серийных технологий, позволяющих воспроизводимо создавать метаповерхности необходимого функционального назначения, параметров и размера, что ограничивает возможности их использования для решения практических задач. В качестве наиболее подходящего материала для формирования подобных метаповерхностей являются структуры „кремний на изоляторе“ (подложки КНИ) [6–8], а также близкие к ним структуры, в которых приборный слой кремния замещен слоем поликристаллического кремния [9,10].

Цель настоящей работы заключается в исследовании режимов плазмохимического осаждения и последующей вакуумной термообработки структур „поликристаллический кремний на изоляторе“, и исследовании их физико-механических и оптических свойств для разработки технологии изготовления метаповерхностей и конфокальных систем.

2. В работе проведены исследования по формированию структур для изготовления метаповерхностей, состоящих из слоев диоксида кремния (толщиной до  $2\mu\text{m}$ ) и поликристаллического кремния (толщиной  $1.2\mu\text{m}$ ). В качестве подложек использовали кремниевые пластины КЭФ (100) диаметром 100 mm толщиной  $460\mu\text{m}$ . Подложки проходили стандартную RCA очистку. Нанесение слоя оксида кремния толщиной  $2\mu\text{m}$  проводили методом плазмостимулированного осаждения из газовой фазы (Oxford Instruments PlasmaLab System 100 PECVD) [11] при следующих параметрах: температура  $350^\circ\text{C}$ , соотношение потоков моносилана, аргона и закиси азота 1:28:84, давление 1 mmHg, мощность плазмы 20 (образец #1) и 50 Wt (образец #2), давление 2 mmHg, мощность плазмы 50 Wt (образец #3). При этом скорость осаждения составляла 66.7–128.1 nm/min. Отжиг полученных структур осуществляли с помощью установки для быстрой термической обработки (ЗАО „НТО“ STE RTA79) в вакууме при температуре 450 и  $600^\circ\text{C}$ .

Исследование морфологии проводили методом атомно-силовой микроскопии (СЗМ NTegra Vita) и стилусной профилометрии (KLA Tencor AlphaStep



**Рис. 1.** АСМ-изображения (поле  $2.5 \times 5 \mu\text{m}$ ) пленок оксида кремния после осаждения (а), отжига при  $450^\circ\text{C}$  (b) и  $600^\circ\text{C}$  (c) образца #1.

D-100). На их основе рассчитывали параметры шероховатости на поле  $5 \times 5 \mu\text{m}$  (АСМ) и длине сканирования  $983 \mu\text{m}$  (профилометрия) и механических напряжений в пленках по методике [12] при длине сканирования  $10 \text{ mm}$ . Значения показателя преломления получали по данным эллипсометрических измерений (ЛЭФ-3М, длина волны  $632.8 \text{ nm}$ ).

3. Изготовлена серия образцов трех типов со структурой слой оксида кремния на пластине кремния (всего 8 шт.). Исследования морфологии поверхности сформированных пленок после плазмохимического осаждения и термической обработки (отжига) показали, что с ростом температуры средний размер зерен и шероховатость поверхности (по длине сканирования) уменьшаются (рис. 1, табл. 1, 2). Однако, согласно данным АСМ (см. табл. 1), с повышением температуры отжига шероховатость претерпевает незначительное (до 3%) увеличение. Это может быть связано с различием использованных методов исследования, а именно — различными областями сканирования (линия в профилометрии и квадратная область в АСМ) и радиусом острия используемых зондов. При этом значения параметров шероховатости, рассчитанные по профилям, примерно

**Таблица 1.** Среднее арифметическое ( $Ra$ ) и квадратичное ( $Rq$ ) значение шероховатости поверхности пленок оксида кремния образца типа #1 на поле  $5 \times 5 \mu\text{m}$

Параметр	Температура, $^\circ\text{C}$		
	Осаждение		Отжиг
	350	450	600
$Ra$ , nm	3.01	3.34	3.43
$Rq$ , nm	3.80	4.20	4.31
Средний размер зерна, nm	187	113	104

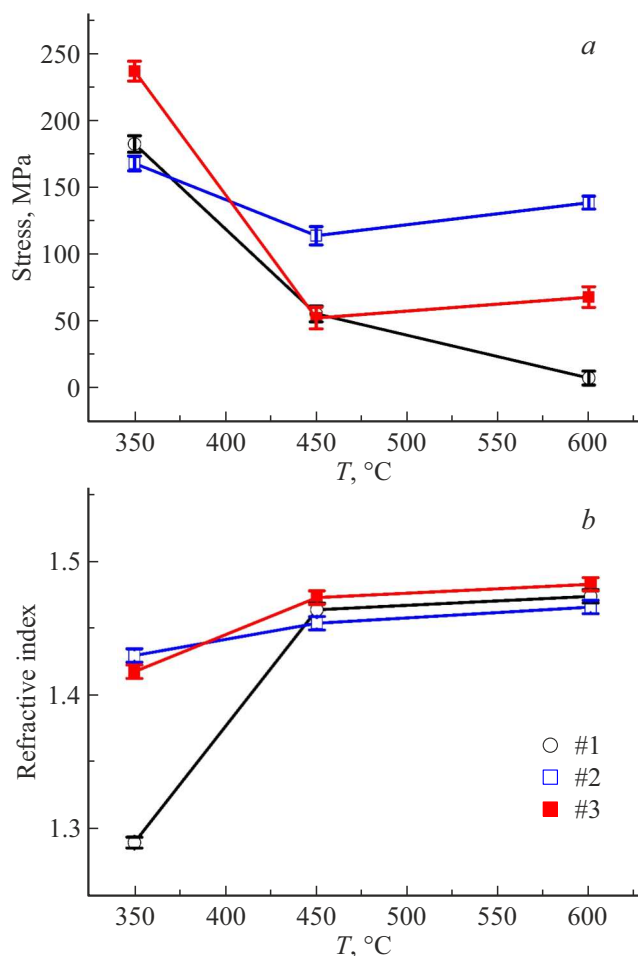
**Таблица 2.** Среднее арифметическое ( $Ra$ ) и квадратичное ( $Rq$ ) значение шероховатости поверхности пленок оксида кремния по длине сканирования  $983 \mu\text{m}$

Тип образца	Параметр	Температура, $^\circ\text{C}$		
		Осаждение		Отжиг
		350	450	600
#1	$Ra$ , nm	7.59	5.71	5.11
	$Rq$ , nm	9.79	8.55	7.91
#2	$Ra$ , nm	7.48	6.87	6.60
	$Rq$ , nm	13.22	12.21	10.61
#3	$Ra$ , nm	7.94	7.41	6.80
	$Rq$ , nm	14.10	13.20	13.07

в два раза выше в сравнении с данными АСМ. Для них также характерно большее отклонение от среднего значения. Это отчасти объясняется более вероятным включением в анализируемую область артефактов. В ранее проведенных исследованиях схожее влияние на структуру поверхности пленки толщиной менее  $100 \text{ nm}$  оказывала температура осаждения [11].

Механические напряжения в пленках оксида кремния толщиной  $2 \mu\text{m}$ , рассчитанные по данным профилометрии, были сжимающими и составили в среднем от  $-165$  до  $-240$ , от  $-50$  до  $-115$  и от  $-5$  до  $-140 \text{ MPa}$  после осаждения и отжига при  $450$  и  $600^\circ\text{C}$ , соответственно (рис. 2). Полученные значения согласуются с данными [12,13]. Для всех типов образцов наблюдалась релаксация напряжений при отжиге. Наименее напряженные пленки получены при температуре отжига  $450^\circ\text{C}$ . Однако при дальнейшем увеличении температуры в образцах, сформированных при большей мощности плазмы, кривая релаксации напряжений испытывает насыщение, а в случае давления  $1 \text{ mmHg}$  проявляется тенденция к их накоплению.

Влияние условий плазменного осаждения и термической обработки на показатель преломления также показано на рис. 2. С ростом температуры происходит



**Рис. 2.** Изменение модуля сжимающих напряжений (а) и показателя преломления (b) в пленках оксида кремния при отжиге образцов  $\circ$  — #1,  $\square$  — #2 и  $\blacksquare$  — #3.

не только уменьшение размера зерна в пленке оксида кремния, но и изменение стехиометрии и связанных с ней оптических свойств. Оценка стехиометрического индекса экспериментальных пленок по зависимости от показателя преломления, полученной в [14], позволяет предположить, что формирование пленок может протекать в условиях некоторого избытка кислорода (недостатка кремния), в особенности при малой мощности плазмы, что сказывается в некоторой степени на снижении плотности структуры. Подтверждением этого можно считать более высокую скорость травления такой пленки в жидких растворах в сравнении с пленкой, прошедшей термической отжиг. При отжиге (с увеличением температуры) состав оксидных пленок восстанавливался в направлении к стехиометрическому диоксиду кремния, что соответствует значениям показателя преломления 1.46–1.48 ( $\text{SiO}_2$  1.45–1.48) на рис. 2.

Отмеченный характер влияния условий формирования слоя оксида кремния с последующей термической обработкой в вакууме, как и численные значения исследованных параметров, следует учитывать при разработке

технологии изготовления структур (аморфный, поликристаллический) кремний на изоляторе методом плазмохимического осаждения. Так перед непосредственным плазмохимическим осаждением кремния, пластины с оксидом выдерживаются в вакууме в течение нескольких минут при температурах 450–700°C [12,14], при этом в состав, структура и свойства пленок меняются.

Полученные ранее результаты исследований влияния давления и температуры плазмохимического осаждения кремния на механические напряжения [12,14] позволили завершить исследование формированием структур кремний на изоляторе с напряжениями менее  $\pm 100$  МПа. Показатель преломления поликристаллического кремния в зависимости от условий осаждения находился в диапазоне от 3.71 до 4.86.

4. Методом плазмохимического осаждения изготовлены структуры поликристаллический кремний на изоляторе с контролируемой шероховатостью, внутренними напряжениями. За счет изменения условий осаждения и последующей термической обработки в вакууме выполнена модификация физико-механических и оптических параметров материалов слоев, определяющих возможность корректировки параметров элементов метаповерхностей. Шероховатость и механические напряжения в пленках (толщиной  $2 \mu\text{m}$ ) могут быть снижены до единиц nm и от  $-50$  до  $-10$  МПа соответственно. Показатель преломления оксида кремния и кремния составил 1.29–1.48 и 3.71–4.86, соответственно. Установлено, что высокотемпературная обработка позволяет корректировать значения параметров осажденных пленок оксида кремния в среднем на 12–25%.

Полученные результаты могут быть учтены при моделировании метаповерхностей [4] и разработке перспективных оптических элементов — металинз и конфокальных оптических систем на основе структур кремний на изоляторе.

## Благодарности

Результаты получены с использованием инфраструктуры научно-образовательного центра „Нанотехнологии“ Южного федерального университета и Лазерного института Технологического университета Цилу (Академия наук Шаньдун). Работа авторов из Технологического университета выполнена при поддержке Правительства г. Цзинань, Китай (грант № 202228032).

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] М.А. Ремнев, В.В. Климов. УФН **188**, 169 (2018). DOI: 10.3367/UFN.2017.08.038192 [M.A. Remnev, V.V. Klimov. Phys. Usp. **61**, 157 (2018)]. DOI: 10.3367/UFN.2017.08.038192)

- [2] A.M. Shaltout, A.V. Kildishev, V.M. Shalaev. *J. Opt. Soc. Am. B* **33**, 2, 501 (2016). DOI: 10.1364/JOSAB.33.000A21
- [3] J. Yang, S. Gurung, S. Bej, P. Ni, H.W.H. Lee. *Rep. Prog. Phys.* **85**, 3, 036101 (2022). DOI: 10.1088/1361-6633/ac2aaf
- [4] X. Zeng, Y. Zhang, R. Zhang, X. Ren, Z. Zhan, M. Gu, R. Sun, C. Liu, C. Cheng. *Opt. Lett.* **46**, 3, 528 (2021). DOI: 10.1364/OL.415981
- [5] M. Liu, Q. Fan, L. Yu, T. Xu. *Opt. Express* **27**, 8, 10738 (2019). DOI: 10.1364/OE.27.010738
- [6] H. Chen, Z. Wu, Z. Li, Z. Luo, X. Jiang, Z. Wen, L. Zhu, X. Zhou, H. Li, Z. Shang, Z. Zhang, K. Zhang, G. Liang, S. Jiang, L. Du, G. Chen. *Opt. Express* **26**, 23, 29817 (2018). DOI: 10.1364/OE.26.029817
- [7] C.A. Dirdal, G.U. Jensen, H. Angelskår, P.C.V. Thrane, J. Gjessing, D.A. Ordnung. *Opt. Express* **28**, 10, 15542 (2020). DOI: 10.1364/OE.393328
- [8] F. Zhao, Z. Li, S. Li, X. Dai, Y. Zhou, X. Liao, J.C. Cao, G. Liang, Z. Shang, Z. Zhang, Z. Wen, H. Li, G. Chen. *Photon. Res.* **10**, 4, 886 (2022) DOI: 10.1364/PRJ.439481
- [9] B.A. Slovick, Y. Zhou, Z.G. Yu, I.I. Kravchenko, D.P. Briggs, P. Moitra, S. Krishnamurthy, J. Valentine. *Phil. Trans. R. Soc. A* **375**, 20160072 (2017). DOI: 10.1098/rsta.2016.0072
- [10] M.I. Shalaev, J. Sun, A.T., A. Pandey, K. Nikolskiy, N.M. Litchinitser. *Nano Lett.* **15**, 6261 (2015). DOI: 10.1021/acs.nanolett.5b02926
- [11] E.Y. Gusev, J.Y. Jityaeva, S.P. Avdeev, O.A. Ageev. *J. Phys.: Conf. Ser.* **1124**, 022034 (2018). DOI: 10.1088/1742-6596/1124/2/022034
- [12] E.Y. Gusev, J.Y. Jityaeva, O.A. Ageev. *Mater. Phys. Mech.* **37**, 1, 67 (2018). DOI: 10.18720/MPM.3712018\_9
- [13] N. Wostbrock, T. Busani. *Nanomaterials* **10**, 11, 2105 (2020). DOI: 10.3390/nano10112105
- [14] E.Y. Gusev, J.Y. Jityaeva, A.A. Geldash, O.A. Ageev. *J. Phys.: Conf. Ser.* **917**, 3, 032029 (2017). DOI: 10.1088/1742-6596/917/3/032029

*Редактор Д.В. Жуманов*