

## РАЗРАБОТКА И ИСПЫТАНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ПЛАТФОРМЫ АТОМНО-СЛОЕВОГО ОСАЖДЕНИЯ ДЛЯ СИНТЕЗА МАТЕРИАЛОВ МИКРО- И НАНОЭЛЕКТРОНИКИ

© 2025 г. Р. Р. Амашаев<sup>a, b, \*</sup>, Ш. М. Исубгаджиев<sup>a, c</sup>, М. Х. Рабаданов<sup>a</sup>,  
И. М. Абдуллагатов<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования  
“Дагестанский государственный университет”, Махачкала, Россия

<sup>b</sup>Общество с ограниченной ответственностью “АСО ТЕХНОЛОГИИ”, Махачкала, Россия

<sup>c</sup>Общество с ограниченной ответственностью “ТЕХНОЛОГИИ АСО ПОКРЫТИЙ”, Киятль, Россия

\*E-mail: rustam.amashaev@gmail.com

Поступила в редакцию 24.10.2024 г.

После доработки 20.02.2025 г.

Принята к публикации 20.02.2025 г.

В данной работе представлены результаты проектирования, конструирования и испытания технологической платформы атомно-слоевого осаждения для синтеза разнообразных полупроводниковых, диэлектрических, металлизированных и барьерных тонкопленочных структур толщиной < 100 нм, применяемых в области микро- и наноэлектроники, с возможностью *in situ* мониторинга процессов прироста массы и толщины с точностью до 0.3 нг/см<sup>2</sup> и 0.037 Å/цикл, соответственно. В данной технологической платформе минимизировано количество импортных комплектующих за счет использования электроники и вакуумных фитингов отечественных производителей, что в свою очередь значительно снизит стоимость установки данного типа и сделает технологию атомно-слоевого осаждения доступной для большинства научных и научно-образовательных организаций России.

**Ключевые слова:** атомно-слоевое осаждение, молекулярно-слоевое осаждение, молекулярное насыщивание, тонкие пленки, нанотехнологии, вакуумное оборудование

**DOI:** 10.31857/S0544126925010088, **EDN:** GHYCXB

### 1. ВВЕДЕНИЕ

На сегодняшний день общемировые тенденции развития микро- и наноэлектроники направлены на миниатюризацию и увеличение производительности электронных компонентов, в связи с чем становятся все более актуальными научно-исследовательские работы, направленные на способы формирования и модификации поверхности для образования тонкопленочныхnanoструктур диэлектрического, полупроводникового, а также металлического типов. В последнее время значительную популярность за границей приобретает метод атомно-слоевого осаждения, который, стоит упомянуть, уже используется компанией Intel для получения эффективных *k*-диэлектриков в качестве затворного слоя в FinFet транзисторах [1, 2], а также для регулирования высоты ребра и ширины между сторонами транзисторов [3]. Технология атомно-слоевого осаждения является относительно новым, одновременно с этим многообещаю-

щим методом получения функциональных покрытий, благодаря таким отличительным свойствам по сравнению с другими методами, как атомарный контроль толщины пленок, высокая конформность, равномерность и качество покрытий на больших площадях осаждаемой поверхности [4].

Российские научно-образовательные организации за период с 2010 г. по 2024 г. приобретали установки атомно-слоевого осаждения преимущественно импортного образца, которые отличаются своей чрезмерной дороговизной, где даже базовая модель может достигать в стоимости до 250 тыс. долларов США. Однако в условиях санкционной политики западных стран по отношению к России, приобретение импортных установок стало фактически невозможным. Тем самым, одним из актуальных направлений развития современной электроники в России является наладка собственной научно-технической базы в области атомно-слоевого осаждения, развитие и поддержка собственных производителей данного типа обо-

рудования, а также развитие кадрового потенциала по тонкопленочному осаждению функциональных покрытий.

В настоящее время в данном направлении представляется актуальным разработка отечественной технологической платформы атомно-слоевого осаждения, которая могла бы использоваться для выполнения большого спектра задач научно-исследовательского характера, а также для реализации мелкосерийных производственных задач.

Атомно-слоевое осаждение (ACO) является одной из наиболее передовых технологий, применяемых для формирования тонких функциональных пленок с высокой степенью контроля их состава и толщины. В настоящее время данная технология широко используется в микро- и наноэлектронике для получения материалов, используемых в транзисторах, сенсорах, энергонакопительных устройствах и других высокотехнологичных системах. Важной особенностью ACO является возможность нанесения пленок с атомарным уровнем контроля, что особенно важно для создания высококачественных покрытий с высокой степенью конформности на сложных топографических подложках. Технология ACO активно развивается с конца 1990-х годов и находит все большее применение в различных областях науки и техники. Основные принципы метода ACO были впервые предложены в 60-х годах прошлого столетия научной школой член-корреспондента АН СССР В. Б. Александровского [5]. В 1977 году ученый Т. Суонберг продемонстрировал принципиальную возможность управления толщиной пленок на атомарном уровне за счет чередования последовательных циклов химических реакций [6]. В диссертации Кольцова С. И. [7] представлена и подробно описана одна из первых экспериментальных установок проточного типа для атомно-слоевого осаждения (молекулярного наслаждания). Первым создателем автоматизированной установки атомно-слоевого осаждения с возможностью *in situ* мониторинга толщины пленки является советский ученый Дрозд В. Е. [5, 8].

С развитием микро- и наноэлектроники увеличивается спрос на методы, обеспечивающие высокую точность и однородность осаждаемых пленок на больших поверхностях, что обуславливает активное развитие технологий атомно-слоевого осаждения. В частности, особое внимание уделяется разработке новых технологических платформ, обеспечивающих гибкость процесса и возможность работы с различными материалами, как, например, такими технологически важными диэлектрическими покрытиями, как  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{HfO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , и др. [9–12]. Это особенно важно в рамках масштабной государственной политики импортозамещения высокотехнологичного оборудования в России, поскольку основная часть оборудования для ACO производится за рубежом, что существенно ограничивает возможности его использова-

ния в России в условиях санкционного давления. В этой связи, важную роль играет разработка отечественных решений, способных конкурировать с зарубежными аналогами по качеству и эффективности.

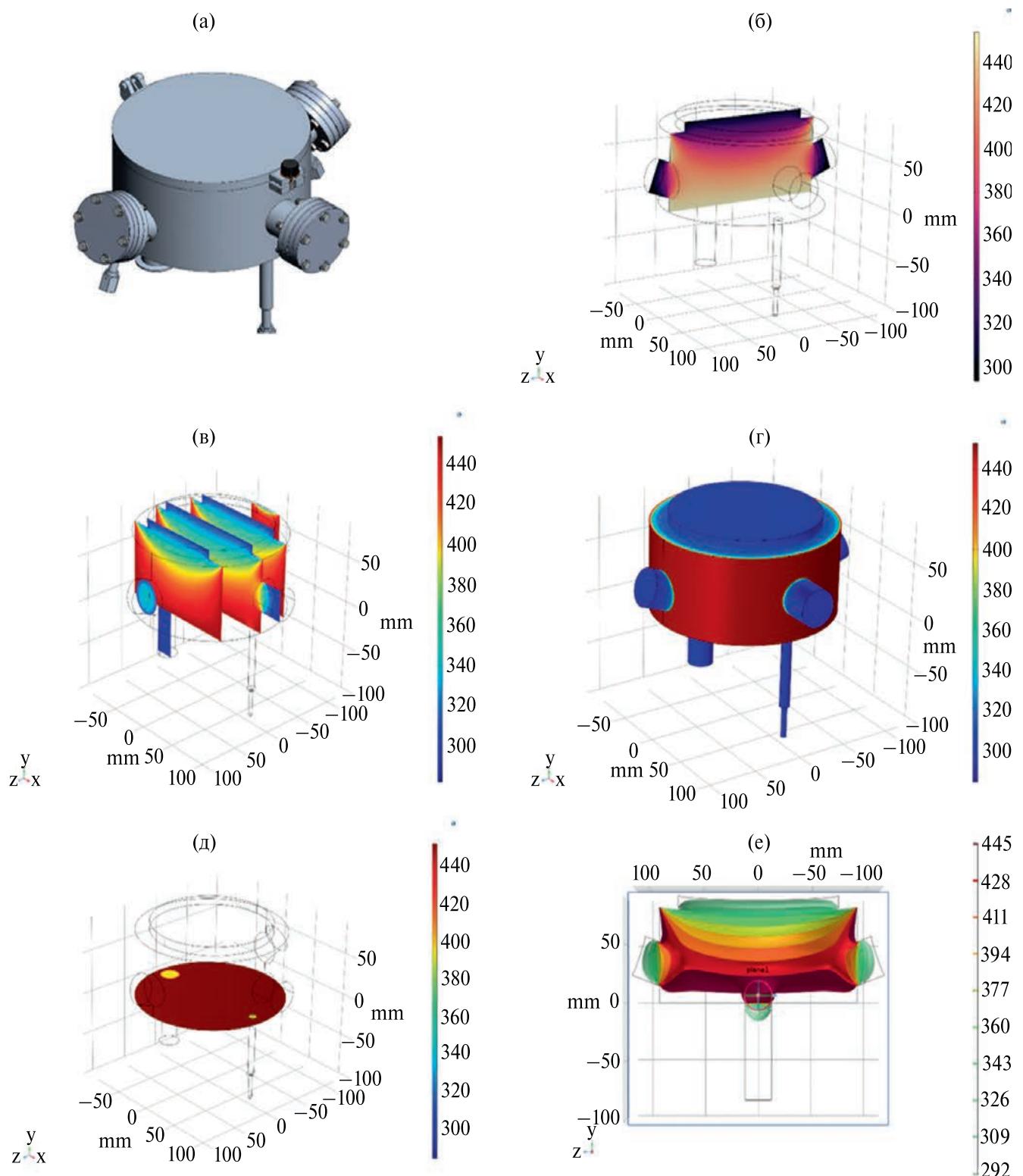
В работе представлены основные результаты разработки и испытания технологической платформы атомно-слоевого осаждения. Разработка направлена на создание компактной и экономичной станции, позволяющей получать качественные тонкопленочные покрытия с использованием отечественных компонентов. Важной задачей является обеспечение высокой точности контроля толщины, однородности осаждаемых пленок и воспроизводимости прироста массы на каждый цикл, что необходимо для их применения в производственных и исследовательских условиях.

## 2. ПРОЕКТИРОВАНИЕ И МОДЕЛИРОВАНИЕ РЕАКЦИОННОЙ ЗОНЫ

Процесс создания технологической платформы ACO начался с разработки 3D-моделей ее ключевых компонентов с использованием современных программных средств для автоматизированного проектирования (САПР). Были выполнены расчеты, направленные на оптимизацию конструкции реактора, контейнеров для прекурсоров и системы подачи газов. Моделирование теплопереноса и молекулярного течения в реакционной зоне проводилось с использованием среды COMSOL Multiphysics (лицензия 9601669), что позволило обеспечить равномерное распределение паров прекурсоров по всей поверхности подложки.

Основным требованием к разработке реактора стало обеспечение высокой однородности осаждаемой пленки на поверхности подложек. Для этого была создана модель реакционной камеры с учетом условий поддержания вакуума, равномерности подачи прекурсоров и контроля температуры во всех зонах установки. Особое внимание уделялось вопросам уменьшения габаритов оборудования для обеспечения компактности и мобильности платформы, что важно для её использования в лабораторных условиях и для образовательных целей.

Для моделирования распределения тепла в реакторе использовалась готовая 3D модель реактора, соответствующая реальным размерам предполагаемой к сборке камеры, которая представлена на рис. 1(а). На рис. 1(б) представлена модель распределения температуры на стенках реактора. Для моделирования были выбраны слюдяные нагреватели, радиально прилегающие к стенкам и слюдянной нагреватель, толщиной 6 мм в нижней части реактора (не изображены в представленной модели). За максимальную температуру на шкале справа было взято значение 453 К ( $180^\circ\text{C}$ ), поскольку большинство предполагаемых к реализации на данной установке процессов тестирования технологиче-



**Рис. 1.** Цифровая модель реактора (а), модели распределения тепла по плоскостям при установке температуры на гревателей на значении 180 °С (б, в), изотермическое распределение температуры внешних стенок реактора (г), распределение температуры в основании реактора (д), изотермическое распределение температуры в сечении (е)

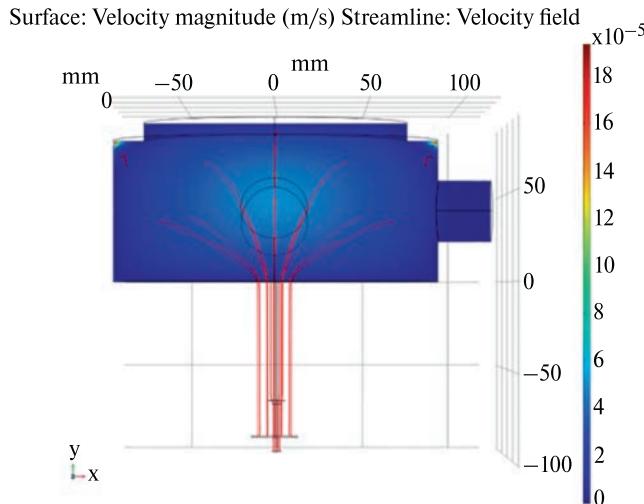
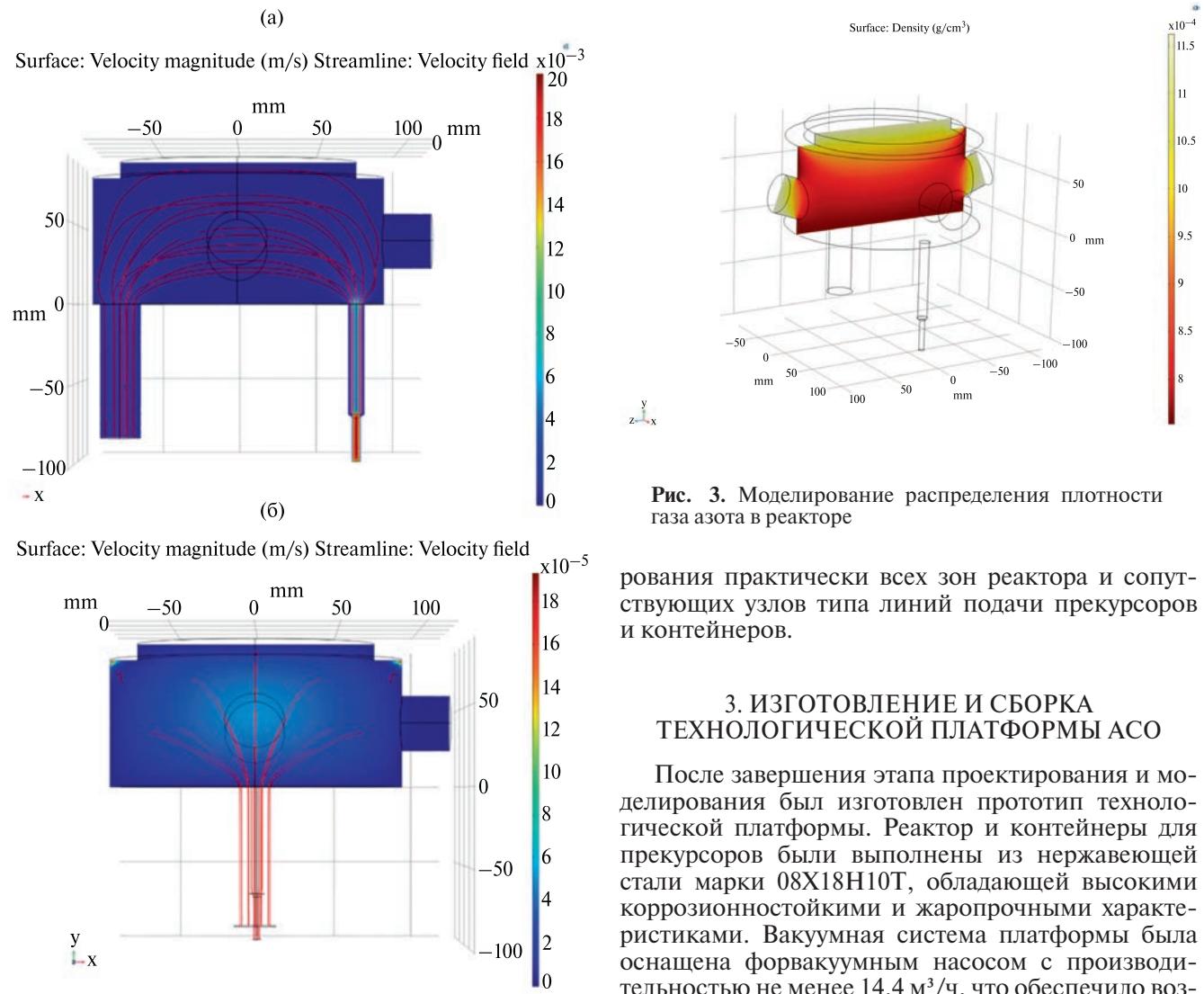
ской платформы атомно-слоевого осаждения будут проходить при температурах не выше 180 °C. Как можно видеть из представленной модели, основная часть дна реактора в серединной части, где будут располагаться подложки для последующего осаждения пленок, будет близка к заданной температуре 180 °C. Можно заметить из моделей на рис. 1(б, в), что зоны расположения дверца и фланцев имеют температуры всего около 100 °C (360–380 K), вследствие чего, данные участки могут являться причиной конденсации паров прекурсоров, что в целом способствует нежелательному лимитированию скорости роста пленок (постоянной роста). Исходя из представленных данных моделирования, будет осуществлена термоизоляция данных узлов реактора в процессе эксплуатации, а именно, основная часть стенок реактора, включая выходы на фланцы, будет покрыта стекловолокнистым материалом, обмотанным сверху вакуумной фольгой для минимизации потерь тепла и для более равномерного нагрева корпуса реактора. На рис. 1(г) представлена изотермическая модель распределения температуры, которая показывает отдельные участки камеры с относительно одинаковой температурой. Как можно видеть, наружные стенки реактора имеют практически одинаковую температуру на всей поверхности, за исключением выходов на фланцы и дверце. На рис. 1(д) представлена модель распределения температуры на дне реактора, из которой следует, что практически вся поверхность дна реактора имеет одинаковую температуру близкую к установленной на 180 °C (453 K), что, теоретически, должно обеспечивать высокую равномерность покрытий в процессах атомно-слоевого осаждения на относительно большом участке подложки (до 130 мм в диаметре). На рис. 1(е) представлена изотермическая модель реактора в срезе, где наглядно изображено распределение температурных зон внутри камеры. Из данной модели видно, что наиболее важный участок камеры – дно реактора, имеет температуру близкую к установленной температуре, равной 180 °C. Температурная зона, находящаяся на уровне отверстий для фланцев, равна примерно 155 °C, что также достаточно для поддержания воспроизведимости планируемых к тестированию процессов атомно- и молекулярно-слоевого осаждения.

Для расчета режима типа течения газа было выбрано базовое давление в камере на уровне 1 мм рт. ст. (133 Па). Для определения типа потока течения газа используют коэффициент Кнудсена (Kn), который равен отношению длины свободного пробега  $\lambda$  (м) на средний диаметр системы, в данном случае длина внутренней полости реактора. В случае, когда  $\lambda$  намного больше диаметра системы и, соответственно,  $Kn \gg 1$ , перенос газовой массы происходит в режиме молекулярного течения. В противоположность, когда  $\lambda$  значительно меньше диаметра системы ( $Kn \ll 1$ ), наблюдается режим вязкого течения газа, который также из-

вестен как ламинарное течение, при котором газ перемещается в системе слоями без вихревого перемешивания. Соответственно для определения коэффициента Кнудсена необходимо найти среднюю длину свободного пробега молекул, которая рассчитывается по формуле (1):

$$\lambda = \frac{K_b \times T}{\sqrt{2} \times \pi \times d^2 \times p} \lambda = \\ = \frac{1.38 \times 10^{-23} \times 453}{\sqrt{2} \times 3.14 \times (3.7 \times 10^{-10})^2 \times 133} = 7.7 \times 10^{-5}, \quad (1)$$

где  $K_b$  – константа Больцмана,  $T$  – установленная температура 453 K (180 °C),  $d$  – средний диаметр молекул азота ( $3.7 \times 10^{-10}$  м),  $P$  – 133 Па. Диаметр внутренней окружности реактора 180 мм. Тем самым, согласно установленному значению средней длины свободного пробега  $\lambda$  равному  $7.7 \times 10^{-5}$  м, значение  $Kn \ll 1$ , что соответствует режиму вязкого (ламинарного) течения газа. На рис. 2(а) представлено моделирование характера течения газа азота в камере и шкала скорости потоков азота. Исходя из представленной модели, можно сделать заключение о ламинарном потоке азота без каких-либо существенных завихрений. В трубной магистрали для транспортировки паров прекурсоров, скорость, а также интенсивность потока наибольшая. Средняя скорость потока азота, при заданных параметрах в программе Comsol Multiphysics, а именно, при давлении 133 Па, температуре 180 °C и потоке азота 100 мл/мин находится в диапазоне от  $16 \times 10^{-3}$  до  $20 \times 10^{-3}$  м/сек (~2 см/сек), что находится во вполне приемлемом диапазоне для процессов атомно-слоевого осаждения, поскольку позволяет полностью проводить молекулам вещества с поверхностью подложки, что можно было наблюдать по кривым насыщения на графиках кварцевого пьезоэлектрического микровзвешивания (не приведены в данной работе). На рис. 2(б) представлено распределение потоков азота по всему объему внутренней полости реактора. Данные модели на рис. 2(а, б) могут создать впечатление об отсутствии как такового столкновения молекул газа с дном реактора, поскольку не наблюдается ламинарных потоков на близком к дну реактора положении. Наличие молекул азота в непосредственной близости к дну реактора, где будут располагаться подложки для атомно-слоевого осаждения, можно проверить с помощью моделирования плотности молекул азота в камере. На рис. 3 представлен результат моделирования плотности газа азота в вакуумной камере (реакторе). Как можно видеть, в основной реакционной зоне наблюдается относительно равномерное распределение молекул азота и плотность азота находится в диапазоне от  $7 \times 10^{-3}$  до  $9 \times 10^{-3}$  г/см<sup>3</sup>. Большая плотность азота в таких участках реактора как отверстия для фланцев и дверце реактора, очевидно,



**Рис. 2.** Моделирование характера течения газа азота в реакторе (вакуумной камере) и определение скорости течения азота на разных участках

связана с меньшей температурой в данных зонах, поскольку чем меньше температура той или иной объемной зоны, тем больше плотность газа в данном пространстве из-за уменьшения кинетической энергии молекул азота. Описанное обстоятельство может создать предпосылки для конденсации паров химических прекурсоров в холодных участках реактора. Конденсацию паров прекурсоров представляется возможным минимизировать путем обматывания корпуса реактора теплоизоляционным материалом. Конденсацию паров прекурсоров на участках портов камеры также возможно уменьшить с помощью кольцевых слюдяных нагревателей на патрубках фланцев, поскольку технологическая платформа атомно-слоевого осаждения имеет в наличии до 16 нагревателей с контролируемым нагревом, которых достаточно для терmostати-

**Рис. 3.** Моделирование распределения плотности газа азота в реакторе

рования практически всех зон реактора и сопутствующих узлов типа линий подачи прекурсоров и контейнеров.

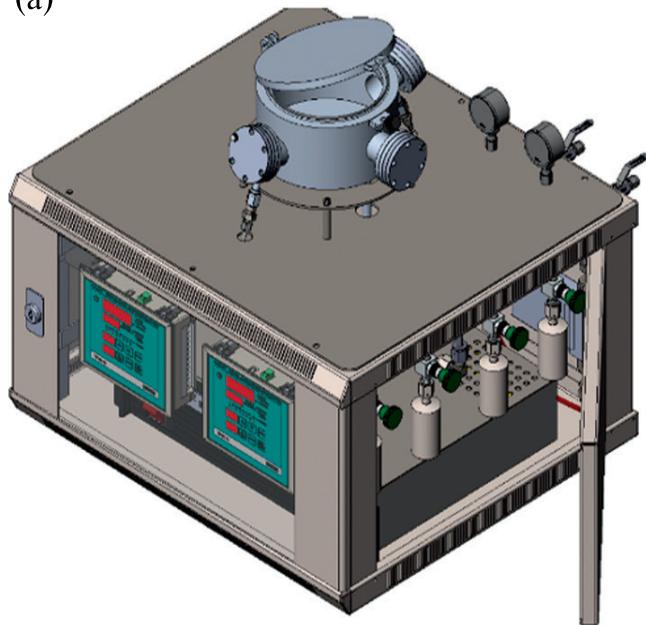
### 3. ИЗГОТОВЛЕНИЕ И СБОРКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ПЛАТФОРМЫ АСО

После завершения этапа проектирования и моделирования был изготовлен прототип технологической платформы. Реактор и контейнеры для прекурсоров были выполнены из нержавеющей стали марки 08Х18Н10Т, обладающей высокими коррозионностойкими и жаропрочными характеристиками. Вакуумная система платформы была оснащена форвакуумным насосом с производительностью не менее  $14.4 \text{ м}^3/\text{ч}$ , что обеспечило возможность быстрого создания и поддержания необходимого уровня вакуума в системе.

Контроль параметров процесса, таких как температура, давление и поток газов, осуществляется с помощью электронной системы управления, в которую были интегрированы датчики температуры и вакуума, а также автоматическая система подачи прекурсоров. Особое внимание уделялось возможности точного контроля температуры в реакционной зоне. На рис. 4(а) представлен общий вид технологической платформы атомно-слоевого осаждения в боковом ракурсе.

Представленная платформа настольного типа, для функционирования которой необходим подвод технологических газов: азота и воздуха, а также подключение к форвакуумному насосу вместе с азотной ловушкой с производительностью не менее  $14-15 \text{ м}^3/\text{ч}$ . Данная цифровая модель на рис. 4(а) включает до 1200 моделей отдельных узлов. В процессе цифрового проектирования технологической платформы учитывалось максимальное удобство работы для оператора и доступность

(а)



(б)



**Рис. 4.** (а) Цифровая модель технологической платформы атомно-слоевого осаждения, (б) боковой разрез прототипа технологической платформы атомно-слоевого осаждения

съемных узлов типа контейнеров для прекурсоров, вентили для подачи и отключения технологических газов, открытие и закрытие затворного клапана для вакуумирования системы, а также отдельный вентиль для открытия и закрытия подачи азота на фланцы при инсталляции эллипсометра. Как можно видеть на рис. 4(б), справа присутствует дверце для доступа к контейнерам с прекурсорами. Во фронтальной части платформы установлены два терморегулятора, что позволит оператору, по-

мимо задания основных параметров, включая температуру в программном интерфейсе компьютера, осуществлять регулировку температуры с использованием аналоговых кнопок на терморегуляторах. Стеклянное дверце позволяет обозревать текущую температуру той или иной зоны оператору при закрытом положении двери.

На верхней платформе, где расположен реактор, установлены два манометра, с диапазоном измерения давления от 1 до 10 атм., где один манометр слева показывает текущее давление воздуха для актуации пневматических клапанов, а второй манометр справа – для измерения давления азота на входе к расходомеру. Для актуации пневматических клапанов достаточно давления от 5 до 8 атм. Загрузка кремниевых пластин или других предметов осуществляется путем открытия дверца реактора в холодном состоянии. Открытие реактора в не остывшем состоянии не допускается, поскольку используемое витоновое уплотнение может относительно быстро прийти в негодность. Также не желательно использование острых предметов при загрузке предметов в реактор, поскольку при резком или неосторожном движении они могут создать царапины на нижней поверхности дверцы реактора, что может привести к ухудшению герметизации системы. Наиболее сложной частью в работах по подготовке составных частей и непосредственной сборке вакуумной камеры было выставление боковых фланцев под углом 20° к основанию вакуумной камеры (т.е. не имевшегося на тот момент дна) фрезы фрезерного станка для выреза отверстий под фланцы для эллипсометра, поскольку в соответствующих расчетах было необходимо учесть длину стенок дна реактора по косой, а также определить стороны прямоугольного треугольника в пределах толщины дна реактора. Стоит отметить, что незначительные отклонения в расчетах по выставлению угла для фланцев можно нивелировать с использованием регулируемых фиксаторов излучателя и детектора эллипсометра, которые дают определенную степень свободы (до 2°) для коррекции отраженного луча к фотоэлементу детектора.

Фланец под кварцевые пьезоэлектрические микровесы установлен возле порта для напуска паров прекурсоров, благодаря чему обеспечивается прямой доступ кристалла КПМ к парам прекурсоров и воспроизводимое атомно-слоевое осаждение на АТ-резанном кристалле для кварцевого пьезоэлектрического микровзвешивания с соответствующим фланцем. Для соединения эллипсометра и кварцевых весов приварены фланцы CF2.75 к основному цилинду, из которого состоит реактор. Заглушки на основе фланцев CF2.75, могут быть заменены на вакуумные кварцевые окошки с фланцем CF2.75 во время эллипсометрических измерений прироста толщины. Отверстия для трубы вакуумной камеры диаметром 50 мм, идущей на вакуумирование и отверстие для трубы для доставки прекурсоров, точно совпадают в вертикальной плоскости в сто-

лике и нижней платформе. По середине столика присутствует дополнительное отверстие диаметром 60 мм, откуда выходит клемма нижнего нагревателя для питания и термодатчик сопротивления, предназначенный для измерения температуры основания камеры. Отверстие меньшего диаметра (35 мм) присутствует по середине платформы и предназначено для проводки нагревателей и термодатчиков сопротивления, идущих к вакуумной камере.

Каждый пневматический клапан при актуации открывает проход для третьего порта, расположенного вертикально. По бокам общего блока пневмоклапанов имеются угловые адаптеры VCR  $\frac{1}{4}$ , к которым присоединяются угловые патрубки с соответствующими штуцерами. Через данные угловые патрубки в систему поступает азот высокой чистоты, равно распределяясь после четырехходового фитинга и поступая в вакуумную камеру через тройник VCR  $\frac{1}{4}$ . Тройник, объединяющий две пары пневматических клапанов, соединяется с вакуумной камерой с помощью изогнутой соответствующим образом металлической трубы. Данная трубка с одной стороны имеет резьбу мама VCR  $\frac{1}{4}$ , а с другой стороны папа VCR  $\frac{1}{4}$ . Стоит отметить, что правильный изгиб трубы с целью попасть точно в пазы внутренней VCR  $\frac{1}{4}$  резьбы вакуумной камеры являлось трудоемкой задачей, поскольку нужный изгиб получился только после многократных неудачных попыток. Нагреватели полностью опоясывают реактор с боков с учетом расположения фланцев (рис. 4(б)) и соединяются с друг другом с возможностью натяжки (нагреватели типа хомут). Четвертый нагреватель лежит в основании реактора и не ограничивается в диаметре выходными патрубками за счет специальных ниш в местах расположения патрубков, поскольку их расположение учтено на этапе согласования с производителем эскизных чертежей нагревателей. Для контейнеров были смастерены специальные нагревательные кожухи, представляющие собой стеклотканевый кармашек, внутри которого расположено соответствующих размеров стеклоловокно, после которого зигзагообразно зафиксирован ленточный нагреватель. Данные кожухи имеют достаточную длину для охвата вентиля нагревателя вместе с контейнером. Снаружи к нагревательным кожухам сшиты небольшие ремешки в количестве 3 шт. по всей длине с металлическими кнопками для фиксации на контейнеры.

Таким образом, конструкция научно-технического продукта состоит из бокса из нержавеющей стали с дверцем для доступа к основным узлам. Внутри бокса располагаются контейнеры для прекурсоров, электронный бокс для контроля температуры, давления и потока азота, к которому будет подводиться проводка от нагревателей и термопар (терморезистивных датчиков), также от вакуумного датчика и расходомера. Внутри бокса также располагается вакуумметр (вакуумный датчик), затворный клапан, блок соленоидных клапан-

нов, блок пневматических клапанов, расходомер. В верхней части корпуса научно-технологического изделия располагается вакуумная камера. Управление технологической платформой осуществляется с использованием персонального компьютера.

#### 4. ИСПЫТАНИЯ ОСНОВНЫХ ФУНКЦИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ПЛАТФОРМЫ АСО

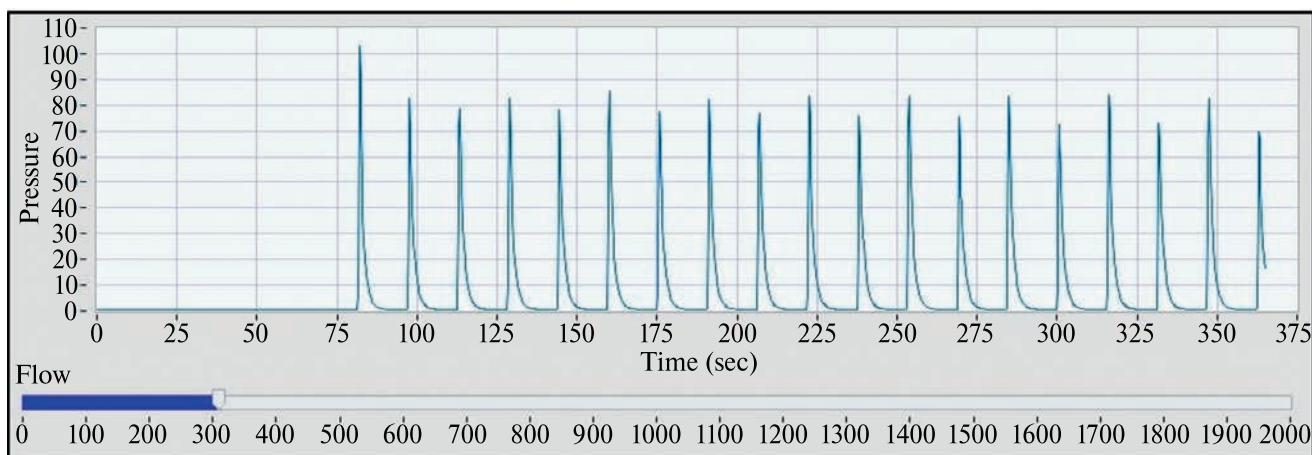
Испытания платформы проводились с целью оценки корректности и эффективности работы системы. Для испытания технологической платформы атомно-слоевого осаждения была разработана программа на платформе LabView в комбинации с Python с программным интерфейсом со всеми необходимыми функциями [13]. Перед установкой нагревателей, необходимо было испытание технологической платформы на отсутствие утечек в вакуумных коммуникациях. Для данной цели к технологической платформе был подключен вакуумный пластинчато-роторный насос с минимально создаваемым давлением 0.1–0.4 мм.рт.ст. После подсоединения насоса и включения всей системы, текущее давление фиксировалось с помощью вакуумного датчика. Отсутствие значительных колебаний давления в течение длительного периода времени после создания разряженной среды и закрытия затворного клапана свидетельствовало об отсутствии утечки в платформе. После закрытия затворного клапана не наблюдалось каких-либо значимых изменений давления – значение текущего давления держалось устойчиво на одном уровне  $\sim 0.51$  мм.рт.ст. (Торр). Затем на время  $\sim 0.5$  сек был открыт один из пневматических клапанов для нагнетания небольшого объема воздуха, в результате которого наблюдался резкий скачок давления и стабилизация давления уже на уровне  $\sim 11$  мм.рт.ст. После повторного открытия и закрытия пневматического клапана базовое давление в реакторе стабилизировалось на уровне 22 мм.рт.ст. После поднятия давления в результате открытия пневматического клапана, давление на следующей ступени также находится в устойчивом состоянии, без каких-либо скачков или подъемов, характерных для систем, где присутствует утечка. Данный процесс демонстрирует отсутствие утечки в системе атомно-слоевого осаждения. Стоит отметить, что вакуум в системе держался до следующего дня (вся электроника была выключена, но система оставалась под вакуумом). Стабильность вакуума более чем на одни сутки не испытывалась. Работоспособность расходомера испытывалась заданием определенных значений потока (для тестирования использовался поток в 100 мл/сек и 200 мл/сек). Текущее значение потока отображалось в соответствующей ячейке «Flow (scm – standard cubic centimeter per minute), и варьировалось незначительно от установленного с разницей не более  $\pm 0.5$  мл/сек. При увеличении потока со 100 мл/сек до 200 мл/сек наблюдался скачок базового давления, что свидетельствовало

о корректности работы расходомера. Также при переходе от 200 обратно к 100 мл/сек наблюдалось обратное снижение базового давления до первоначального значения.

Работоспособность соленоидных и, соответственно, пневматических клапанов испытывалась также в данной программе путем задания тестовых значений времени открытия клапанов (Dose Time) и времени продувки (Purge Time). Для теста были заданы время открытия клапанов 1 сек и время продувки 10 сек с количеством циклов открытия/закрытия 300. На графике давления (рис. 5) данный процесс можно наблюдать в виде характерных скачков давления (поскольку пневматические клапана в процессе открытия впускают в вакуумированную систему воздух) и промежутков между пиками давлений на уровне базового давления, которые соответствуют значению времени продувки (Purge Time). Стоит отметить, что система соленоидных и пневматических клапанов является, фактически, единой системой, где в результате открытия соленоидного клапана в считанные доли секунды открывается пневматический клапан за счет сжатого воздуха. В ходе испытаний не наблюдалось каких-либо значимых изменений в воспроизводимости пиков из цикла в цикл: высота и ширина пиков давлений в результате открытия/закрытия оставались практически неизменны для разных клапанов, что свидетельствует о корректной работе как соленоидных клапанов, так и пневматических. Данная система соленоидный клапан – пневматический клапан предпочтительна по той причине, что скорость реагирования (открытия) пневматического клапана выше, чем скорость открытия соленоидного клапана. Также пневматические клапаны имеют максимальные рабочие температуры до 150 °C, тогда как соленоидные клапаны не более 60 °C. В программе имелась возможность реализации управления всеми 10 выходами соле-

ноидных клапанов (управление двумя выходами на каждый клапан), однако, в связи с отсутствием такой необходимости, были задействованы четыре клапана. Имеющийся запас незадействованных соленоидных клапанов позволит, к примеру, в будущем установить затворный пневматический клапан или дополнительный пневматический клапан для напуска прекурсора (при условии расширения внутреннего пространства корпуса технологической платформы. Ввод в работу дополнительных узлов с использованием разработанного авторами программного обеспечения на платформе LabView в комбинации с Python не составит труда.

Также было проведено испытание низковакуумных пневматических клапанов. Для испытания были выбраны следующие условия: температура процесса – 150 °C, количество циклов открытия/закрытия – 2000, время напуска 1 сек, время продувки – 10 сек, используемый для испытания дозирующий прекурсор – вода. Нагрев пневматического клапана производился с использованием ленточного нагревателя мощностью 110 Вт на никромной основе, который был дополнительно покрыт стекловатой и стеклотканью. Базовое давление реактора было на уровне ~0.05–0.07 мм рт. ст. (Torr). В течение всего процесса открытия и закрытия наблюдались пики парциальных давлений паров прекурсоров на графике давления, которые имели одинаковую высоту и ширину. Скачки давления после каждого открытия клапана были на уровне 0.16–0.18 мм рт. ст. после примерно 100–150 циклов и держались на этом уровне на всем промежутке испытания. Уширение или сильное изменение высоты пиков может свидетельствовать о возникновении неисправности (зачастую это уширение пика или уменьшение угла наклона пика при закрытии, или возникновение постоянной утечки). Форма пиков не менялась практически все 2000 циклов, что свидетельствовало об отсутствии каких-либо деформаций тефло-



**Рис. 5.** Скачки давления в графике программного интерфейса в процессе открытия/закрытия пневматических клапанов технологической платформы ACO

новой мембранны внутри пневматического клапана, которая обеспечивает герметизацию клапанов. Вместе с тем наблюдались незначительные изменения базового давления процесса что, вероятней всего, связано с изменением режимов работы пластинчато-роторного насоса. Отсутствие каких-либо аномально высоких пиков давлений при открытии пневматического клапана указывало на полную герметизацию контейнера. Тем самым, данное испытание позволило протестировать работоспособность при высоких температурах пневматических клапанов и герметичность контейнеров компании ООО «Элточприбор».

#### *4.1. Испытание равномерности пленок, синтезируемых методом атомно-слоевого осаждения*

Особое внимание уделялось вопросам воспроизведимости результатов, так как одним из ключевых показателей эффективности платформы является стабильность параметров осажденных пленок в каждом цикле АСО. В ходе испытаний проводился синтез тонких пленок оксида алюминия ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), которые находят применение в микро- и наноэлектронике. Полученные пленки были исследованы с использованием методов эллипсометрии для оценки их толщины. Фото инсталляции эллипсометра в технологическую платформу атомно-слоевого осаждения представлено на рис. 6. Для установки детектора и излучателя эллипсометра на реактор в первую очередь были заменены заглушки CF35 на вакуумные кварцевые окошки. Одновременно с этим использовались специальные металлические приспособления, включающие круглые крепления на фланец, которые были зафиксированы на болты, соединяющие фланец и вакуумные окошки. Данные крепления имеют плоское основание, на дне которого имеются две внутренние резьбы для вкручивания болтов. К данным отверстиям устанавливается специальный манипулятор, который позволяет менять угол детектора или источника излучения (излучателя) для центрирования луча на входе в детектор. Манипулирование возможно как по высоте, так и по горизонтали. После инсталляции и включения эллипсометра, луч, исходящий от излучателя, был выставлен в середине входного отверстия детектора (вставка рис. 6). Источник излучения направляет луч через вакуумное кварцевое окошко к поверхности образца пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  на  $\text{Si}$  (100), расположенному в середине внутренней стенки дна реактора под углом  $20^\circ$ , который в дальнейшем отражается под тем же углом  $20^\circ$  к детектору эллипсометра. Точное выставление луча в середине входного отверстия детектора без значительных смещений детектора или источника излучения подтверждает максимально близкую корректность предварительных расчетов по выставлению угла фрезерного станка для выреза отверстий под фланцы для эллипсометра. Инсталляция эллипсометра в технологическую платформу атомно-слоевого осаждения позволяет осущест-



Рис. 6. Прототип технологической платформы атомно-слоевого осаждения с инсталлированным эллипсометром FS-1. Вставка иллюстрирует точное центрирование луча во входном отверстии детектора

влять мониторинг прироста толщины разнообразных пленок в режиме реального времени (*in situ*), с точностью до 0.001 нм, а также шероховатости и показателя преломления.

Выбор оптической модели имеет критическое значение для эллипсометрического анализа, особенно, с уменьшением толщины пленки. Для эллипсометрического анализа были получены пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  на спроектированной и собранной технологической платформе атомно-слоевого осаждения. Для атомно-слоевого осаждения пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  на поверхности кремниевой подложки использовались прекурсоры триметилалюминия ( $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ ) и вода. Данная система  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3 - \text{H}_2\text{O}$  хорошо исследована рядом научных групп и для нее известны основные параметры роста как, к примеру, прирост толщины на один цикл (постоянная роста) и прирост массы на один цикл [10, 11]. Осаждение было осуществлено на моноокристаллической кремниевой подложке диаметром 120 мм, общая площадь поверхности которой составляет  $\sim 113 \text{ см}^2$ . Температура процесса атомно-слоевого осаждения  $\text{Al}_2\text{O}_3$  держалась на уровне  $140^\circ\text{C}$ . Осаждение на кремниевой подложке больших диаметров не представляется возможным в разработанной вакуумной камере из-за присутствия технологических отверстий на дне реактора для подачи прекурсоров и вакуумирования. Для эллипсометрического анализа использовался эллипсометр FS-1 (Film Sense), имеющий четыре светодиодных источников: синий (465 нм), зеленый (525 нм), желтый (580 нм) и красный (635 нм). Данный эллипсометр имеет базу данных наиболее распространенных гетероструктур, типа  $\text{SiO}_2/\text{Si}$ ,  $\text{SiC}/\text{Si}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Si}$  и др. Наличие базы данных в программном обеспечении эллипсометра значительно облегчило задачу по

измерению толщины, поскольку не было необходимости в разработке собственной модели. Стоит отметить, что для системы атомно-слоевого осаждения  $\text{Al}_2\text{O}_3$  известно значение прироста толщины за один цикл равное примерно  $\sim 1.1 \text{ \AA}$ . Тем самым для 200 циклов  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3 - \text{H}_2\text{O}$  толщина пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  должна составить  $\sim 200 \text{ \AA}$  (20 нм). *In situ* измерение прироста толщины пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  полученного 200 циклами  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3 - \text{H}_2\text{O}$  показало воспроизводимость прироста толщины из цикла в цикл со средним значением прироста 23.08 нм/цикл. Для измерения равномерности толщины в *ex situ* режиме были измерены 17 точек на поверхности пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Измерение проводилось на стационарном столике данного эллипсометра. Наибольшая толщина наблюдалась возле порта для напуска прекурсоров и в среднем составляла  $\sim 24$  нм, тогда как наименьшая толщина пленки составила 19.4 нм, участок которой располагался с левого боку от порта для прекурсоров. Среднее значение толщины по всей поверхности составило 22.02 нм со средним стандартным отклонением 1.396 нм. Равномерность по толщине по всей поверхности пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  имела среднее отклонение 0.10743 нм.

#### *4.2. Испытание прироста массы на один цикл для системы атомно-слоевого осаждения $\text{Al}_2\text{O}_3$ с использованием кварцевого пьезоэлектрического микровзвешивания*

Для кварцевого пьезоэлектрического микровзвешивания (КПМ) использовался компактный модуль компании Inficon модели STM-2 вместе с держателем кристаллов. STM-2 имеет собственный программный продукт, где возможно в режиме реального времени прослеживать график изменения прироста массы. Данный держатель кристаллов имеет соответствующий фланец CF35 для инсталляции в вакуумную камеру технологической платформы атомно-слоевого осаждения. Для КПМ анализа в начале был установлен кристалл в держатель кристаллов. Данный кристалл представляет собой AT-резанный кварцевый диск диаметром 10 мм, покрытый с противоположных сторон тонкой пленкой золота. При установке в держатель кристаллов данный кристалл под воздействием электрического тока начинает резонировать вследствие своих пьезоэлектрических свойств. Частота колебаний составляет около 6 МГц. В процессе осаждения пленки на одну из сторон кристалла происходит уменьшение частоты колебаний кристалла. Благодаря обратной зависимости частоты колебаний кристалла от массы осаждаемой пленки представляется возможным определение массы пленки в процессе атомно-слоевого осаждения на единицу площади согласно формуле Заурбреха (2):

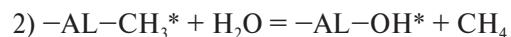
$$\Delta f = \frac{2f_0^2 \Delta m}{A\sqrt{\mu\rho}} = -C\Delta m, \quad (2)$$

где  $\Delta f$  – изменение резонансной частоты кристалла кварца (Гц),  $f_0$  – собственная частота ви-

брации кварцевого резонатора,  $\Delta m$  – изменение массы,  $A$  – площадь поверхности электродов,  $\mu$  – модуль сдвига AT – резаного кварца,  $\rho$  – плотность кварца.

Тестирование воспроизводимости циклов атомно-слоевого осаждения в данном прототипе испытывалось на основе классической системы атомно-слоевого осаждения оксида алюминия, для которого хорошо известно значение прироста толщины на один цикл  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , синтезируемого с использованием паров прекурсоров  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  и  $\text{H}_2\text{O}$ . Базовое давление в реакторе поддерживалось на уровне  $\sim 1$  мм.рт.ст., а давление насыщенных паров химических реагентов  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  и  $\text{H}_2\text{O}$  было приблизительно равным  $\sim 0.45$  мм рт. ст. Время цикла атомно-слоевого осаждения для  $\text{Al}_2\text{O}_3$  было  $1/35/1/35$  с, где 35 сек – время очистки реакционной зоны транспортировочным газом азотом после дозирования паров каждого химического реагента, 1 сек – это время дозирования для триметилалюминия ( $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ ) и воды ( $\text{H}_2\text{O}$ ). Контейнеры с  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  и  $\text{H}_2\text{O}$  не нагревались, однако, обеспечивался нагрев манифольда до  $50^\circ\text{C}$  для предотвращения возможной конденсации  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  на всей линии подачи в реактор. Реактор термостатировался на уровне  $140^\circ\text{C}$ .

На рис. 7(а) изображен график пьезоэлектрических весов для 37 циклов атомно-слоевого осаждения циклов  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  и  $\text{H}_2\text{O}$  для синтеза пленок  $\text{Al}_2\text{O}_3$  при  $140^\circ\text{C}$ . Данный график иллюстрирует линейный прирост массы и воспроизводимость циклов друг другу. График также позволил определить увеличение массы на один цикл атомно-слоевого осаждения  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Прирост массы после дозирования  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  составил  $\sim 34 \text{ нг}/\text{см}^2$ , тогда как после дозирования воды прирост массы составил  $\sim 2 \text{ нг}/\text{см}^2$ . Общий прирост массы на один цикл по переменному дозированию  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  и  $\text{H}_2\text{O}$  составил около  $\sim 36 \text{ нг}/\text{см}^2$  (рис. 7(б)). Прирост массы после дозирования  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  до  $34 \text{ нг}/\text{см}^2$  и незначительный прирост всего в  $2 \text{ нг}/\text{см}^2$  связаны с механизмами реализуемых на поверхности кремниевой подложки реакций 1 и 2:



Звездочками указаны поверхностные функциональные группы.

Полученные результаты прироста массы на один цикл атомно-слоевого осаждения  $\text{Al}_2\text{O}_3$  хорошо согласуются с литературными данными, в которых средний прирост массы для системы атомно-слоевого осаждения  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , в независимости от типа реакционной зоны, где реализуется данный процесс, находится в диапазоне от  $32 \text{ нг}/\text{см}^2$  до  $46 \text{ нг}/\text{см}^2$  [12, 14].

Ранее была продемонстрирована возможность синтеза полупроводниковых пленок кубического

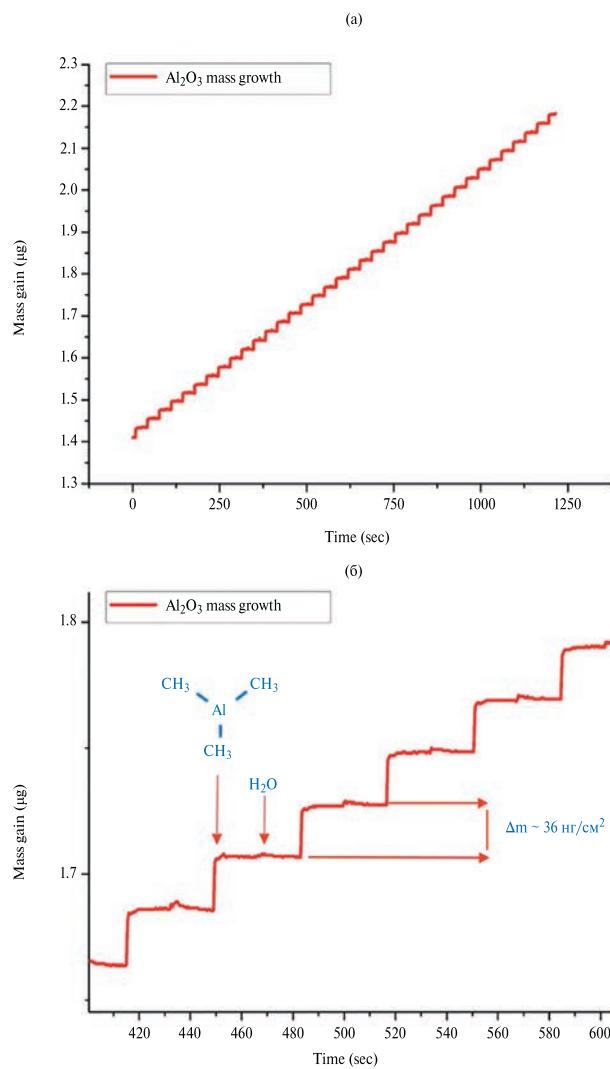


Рис. 7. (а) Линейный график прироста толщины пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , (б) прирост массы за 6 циклов  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  и  $\text{H}_2\text{O}$

карбида на  $\text{Si}(111)$  с использованием метода молекулярно-слоевого осаждения [15]. Использование метода атомно/молекулярно-слоевого осаждения позволило осуществить синтез высококонформных пленок карбида кремния на кремниевой подложке, поверхность которой представляла собой ряд микроколонок, полученных реактивным ионным травлением (РИТ). Предварительно пленки полиамида были получены на поверхности микроколонок  $\text{Si}(111)$  60 циклами молекулярно-слоевого осаждения с использованием прекурсоров хлорангидрида 1,3,5-бензолтрикарбоновой кислоты и этилендиамина-1,2 привело к образованию гетероструктуры полимер- $\text{Si}-\text{SiO}_2-\text{Si}_{\text{подл}}$ . Дальнейший пиролиз при температуре 1300 °C и давлении  $10^{-7}$  мм рт. ст. способствовал формированию пленки  $\text{SiC}$  на поверхности  $\text{SiO}_2$  за счет твердофазной реакции поверхностного слоя  $\text{Si}$  с образовавшимся в процессе карбонизации углеродом. На рис. 9(а) представлено поперечное СЭМ изображение сформированной в результате высокотемпературной обработки пленки  $\text{SiC}$  на поверхности  $\text{SiO}_2-\text{Si}_{\text{подл}}$ . На рис. 9(б) представлена элементная картограмма С в поперечном сечении, которая показывает присутствие С только

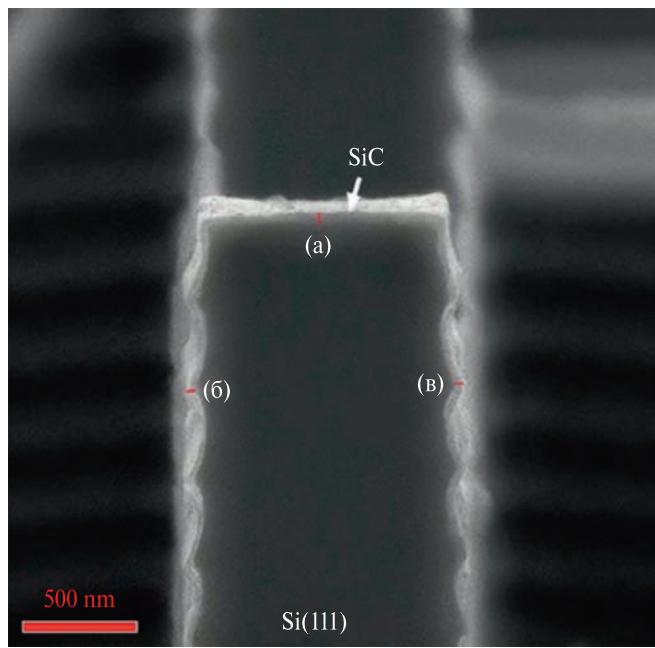


Рис. 8. Поперечное сечение канавок  $\text{Si}$ , полученных по технологии Bosch и покрытых пленками  $\text{SiC}$  (образованными пиролизом полиамидной пленки MLD толщиной 122 нм при температуре 1300 °C) [15]

крытым однородным и конформным слоем  $\text{SiC}$ , полученным пиролизом пленки полиамида представлено на рис. 8. В отмеченных зонах  $a, b, c$  толщина пленки 3С- $\text{SiC}$  составляла 44 нм, 45.6 нм и 46.5 нм, что свидетельствует о высокой однородности пленки  $\text{SiC}$ .

Данный прием предварительного молекулярно-слоевого осаждения полиамидных пленок на поверхность кремния для дальнейшего пиролиза и формирования пленок  $\text{SiC}$ , также может использоваться для получения  $\text{SiC}$  на изоляторе – диэлектрике  $\text{SiO}_2$ . Для данной цели была использована гетероструктура  $\text{Si}-\text{SiO}_2-\text{Si}_{\text{подл}}$ . Толщина слоя  $\text{SiO}_2$  составляла 3000 нм, а толщина слоя  $\text{Si}$  на поверхности  $\text{SiO}_2$  – 70 нм. Предварительное молекулярно-слоевое осаждение пленки полиамида с использованием прекурсоров хлорангидрида 1,3,5-бензолтрикарбоновой кислоты и этилендиамина-1,2 привело к образованию гетероструктуры полимер- $\text{Si}-\text{SiO}_2-\text{Si}_{\text{подл}}$ . Дальнейший пиролиз при температуре 1300 °C и давлении  $10^{-7}$  мм рт. ст. способствовал формированию пленки  $\text{SiC}$  на поверхности  $\text{SiO}_2$  за счет твердофазной реакции поверхностного слоя  $\text{Si}$  с образовавшимся в процессе карбонизации углеродом. На рис. 9(а) представлено поперечное СЭМ изображение сформированной в результате высокотемпературной обработки пленки  $\text{SiC}$  на поверхности  $\text{SiO}_2-\text{Si}_{\text{подл}}$ . На рис. 9(б) представлена элементная картограмма С в поперечном сечении, которая показывает присутствие С только

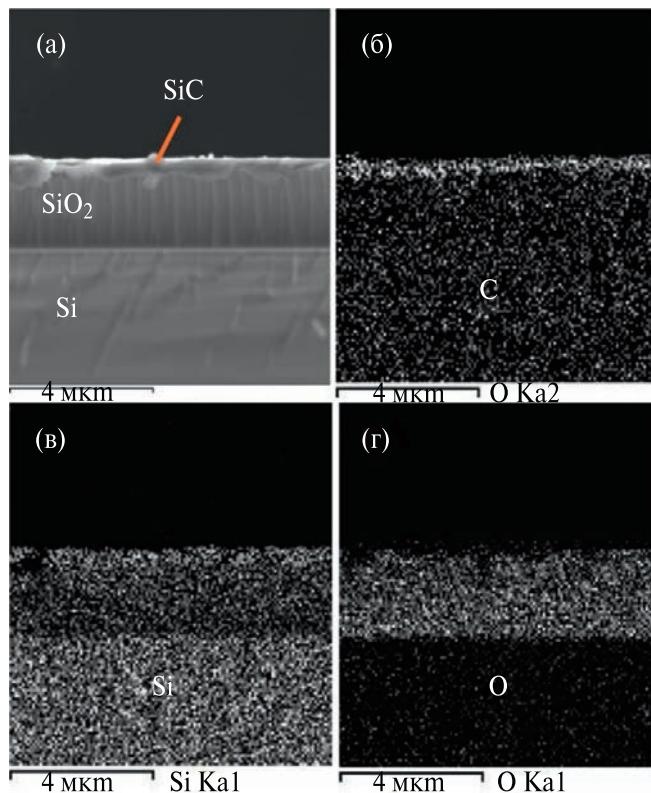


Рис. 9. СЭМ изображение SiC на КНИ подложке (а), распределение элементов C, Si, O (б, в, г)

в поверхностном слое. На рис. 9(в) элементная картограмма показывает повсеместное присутствие Si в гетероструктуре SiC-SiO<sub>2</sub>-Si. Вместе с тем, степень свечения, указывающая на уровень концентрации кремния, в поверхностном слое (SiC) и в основании подложки (Si) выше чем в промежуточном слое SiO<sub>2</sub>. Кислород, согласно, элементной картограмме на рис. 9(г), показывает присутствие кислорода только в фазе SiO<sub>2</sub>. Подложки SiC-на-изоляторе (SiCOI – SiC on Insulator) могут использоваться для создания новых конструкций электронных переключателей, микрорезонаторов для использования в гребенке частот Керра, а также в фотонных приложениях [16]. Подложки SiC-на-изоляторе, согласно ряду исследований [17–20], обеспечивают улучшенную теплопроводность, сниженное рассеивание тепла и более высокое напряжение пробоя, что делает их идеальными для использования в мощных электронных устройствах, таких как электромобили, системы возобновляемой энергии и передовые промышленные приложения.

Технология атомно/молекулярно-слоевого осаждения может также использоваться для получения токопроводящих дорожек в микроэлектронике, для формирования металлизированных слоев на поверхности диэлектрических и полупроводни-

ковых подложек при производстве интегральных схем. К примеру, авторами в своем изобретении [21] была продемонстрирована методика процессов атомно/молекулярно-слоевого осаждения, обеспечивающая преимущество контроля толщины, однородности, а также высокой адгезии пленок меди на кремний, которая включает процесс предварительного атомно-слоевого осаждения оксида алюминия ( $Al_2O_3$ ) на подложке кремния и последующее молекулярно-слоевое осаждение пленок меди с использованием ацетилацетата меди (II) и гидрохинона. На рис. 10 представлено СЭМ изображение пленки Cu толщиной 30 нм на поверхности предварительно нанесенного слоя  $Al_2O_3$  на кремний. Данный процесс обеспечивал высокую нуклеацию и рост пленки меди на активной поверхности оксида алюминия. Прогнозирование толщины пленок гетероструктуры Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> на кремнии осуществляется контролем количества циклов атомно-слоевого осаждения  $Al_2O_3$  и молекулярно-слоевого осаждения меди. Поверхностное сопротивление данной пленки меди измерялось четырехзондовым методом. Для десяти параллельных измерений среднее значение поверхностного сопротивления пленки меди толщиной 30 нм составило 0.0425 Ом/□.

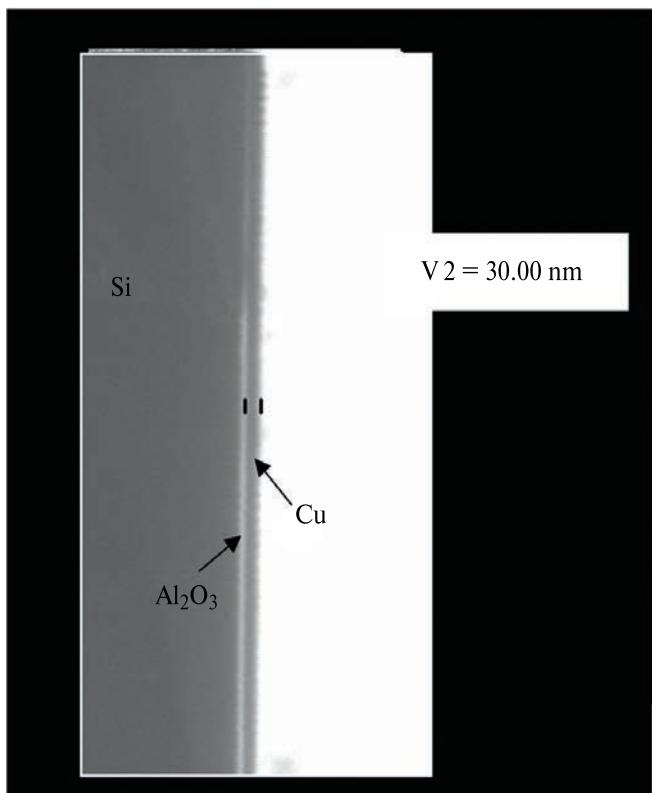


Рис. 10. Изображение сканирующей электронной микроскопии образца пленки меди на поверхности кремния с промежуточным слоем оксида алюминия в сколе [21]

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты испытаний показали, что разработанная технологическая платформа обладает высокой степенью воспроизводимости процесса атомно-слоевого осаждения  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . При испытаниях был достигнут высокий уровень автоматизации процесса. Все параметры процесса осаждения контролировались автоматически, и система могла работать в полностью автономном режиме, что значительно повышает её привлекательность для научных лабораторий и научно-производственный предприятий.

Проведенные испытания подтвердили способность разработанной платформы атомно-слоевого осаждения к получению качественных тонкопленочных покрытий с высоким уровнем контроля параметров процесса. К примеру, среднее стандартное отклонение по толщине пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  на площади кремниевой пластины площадью  $113 \text{ см}^2$ , полученной 200 циклами атомно-слоевого осаждения  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3-\text{H}_2\text{O}$  при температуре  $140^\circ\text{C}$ , составило 1.396 нм. Равномерность по толщине по всей поверхности пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  имела среднее отклонение 0.10743 нм.

Данная платформа может найти применение в исследовательских институтах, университетах и производственных лабораториях, работающих в области создания и исследования тонкопленочных материалов. Важным преимуществом платформы является её модульная конструкция, которая позволяет легко адаптировать систему под нужды конкретного пользователя.

## ФИНАНСИРОВАНИЕ

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (государственное задание FZNZ-2020-0002), а также при финансовой поддержке гранта Старт-1 (договор № 4885ГС1/83473 от 13.02.2023 г.).

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Robertson J., Wallace R. High-K materials and metal gates for CMOS applications // Materials Science and Engineering: R: Reports. 2015. V. 88. P. 1–41.
- Choi J.H., Mao Y., Chang J.P. Development of hafnium based high-k materials—A review // Materials Science and Engineering: R: Reports. 2015. V. 72. № 6. P. 97–136.
- Yeoh A., Madhavan A., Kybert N. et al. Interconnect Stack using Self-Aligned Quad and Double Patterning for 10nm High Volume Manufacturing // 2018 IEEE International Interconnect Technology Conference (IITC). 2018. P. 144–147.
- Johnson R.W., Hultqvist A., Bent S.F. A brief review of atomic layer deposition: from fundamentals to applications // Materials Today. 2014. V. 17. № 5. P. 236–246.
- Malygin A.A., Drozd V.E., Malkov A.A., Smirnov V.M. From V. B. Aleskovskii's "Framework" Hypothesis to the Method of Molecular Layering/Atomic Layer Deposition // Chemical Vapor Deposition. 2015. V. 21. № 10–11–12. P. 216–240.
- Suntola T. Atomic Layer Epitaxy // Materials Science Reports. 1989. Vol. 4. P. 261–312.
- Кольцов С.И. Синтез твердых веществ методом молекулярного наслаждения: дис. докт.хим.наук. Ленинград. 1971. 383 с.
- Кольцов С.И. Исследование степени гидратации поверхности монокристаллического кремния при различных температурах // Кольцов С.И., Дрозд В.Е., Алексовский В.Б. / Под ред. СССР ДАН. 1976. Т. 229. № 5. С. 1145–1147.
- Lee Y.-S., Choi D.-W., Shong B., Oh S., Park J.-S. Low temperature atomic layer deposition of  $\text{SiO}_2$  thin films using di-isopropylaminosilane and ozone // Ceramics International. 2017. V. 43, № 2. P. 2095–2099.
- Wang, X., Ghosh, S.K., Afshar-Mohajer M., Zhou H., Liu Y., Han X., Cai J., Zou M., Meng X. Atomic layer deposition of zirconium oxide thin films // Journal of Materials Research. 2020. V. 35. № 7. P. 804–812.
- Gieraltowska S., Wachnicki L., Dluzewski P., Witkowski B.S., Godlewski M., Guziewicz E. Atomic Layer Deposition of  $\text{HfO}_2$  Films Using TDMAH and Water or Ammonia Water // Materials. 2023. V. 16. № 11. P. 4077.
- Groner M.D., Fabreguette F.H., Elam J.W., George S.M. Low-Temperature  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Atomic Layer Deposition Chemistry of Materials. 2004. V. 16. № 4. P. 639–645.
- Аманаев Р.Р., Курбанов М.М., Халилов Р.Ш. Программный комплекс для автоматизации процессов атомно-слоевого осаждения // Свидетельство о регистрации программы ЭВМ. № 2024612675 от 01.09.2024.
- Wind R.A., George S.M. Quartz Crystal Microbalance Studies of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Atomic Layer Deposition Using Trimethylaluminum and Water at  $125^\circ\text{C}$  // The Journal of Physical Chemistry A. 2010. V. 114. № 3. P. 1281–1289.
- Amashaev R.R., Alikhanov N.M-R., Ismailov A.M., Abdulagatov I.M. Synthesis of Ultrathin Heteroepitaxial 3C-SiC films by The Thermal Treatment of Molecular Layer Deposition Polyamide Films on Si // Journal of Vacuum Science and Technology. 2022. Vol. 40. № 5. P. 052401–052401.
- Steiner J., Schultheiß J., Wang S., Wellmann P.J. Fabrication of SiC-on-Insulator (SiCOI) Layers by Chemical Vapor Deposition of 3C-SiC on Si-in-Insulator Substrates at Low Deposition Temperatures of  $1120^\circ\text{C}$  // Crystals. 2023. V. 13. № 11. P. 1590.
- Yao J., Li A., Liu Y., Hu Z., Li M., Yang K., Zhang J., Chen J., Zhang M., Guo Y. SiC-on-insulator based

- lateral power device and it's analytical models // Results in Physics. V. 58. 2024. P. 107477.
18. Li J., Zhang Q., Wang J. et al. An integrated 3C-silicon carbide-on-insulator photonic platform for nonlinear and quantum light sources // Commun Physics. 2024. V. 7. № 125.
  19. Vinod. K.N., Zorman C.A., Mehregany M. A novel SiC on insulator technology using wafer bonding // Proceedings of International Solid State Sensors and Actuators Conference (Transducers '97). 1997. V. 1. P. 653–656.
  20. Lukin D.M., Dory C., Gudry M.A. et al. 4H-silicon-carbide-on-insulator for integrated quantum and nonlinear photonics // Nature Photonics. 2020. V. 14. P. 330–334.
  21. Амашаев Р.Р., Исубгаджисев Ш.М., Фараджев Ш.П., Бузин А.В., Ахмедова П.М., Абдулагатов И.М. Способ улучшения роста и адгезии нанопленок меди на подложках кремния с использованием технологии молекулярно-слоевого осаждения: Пат. 2800189 Российской Федерации от 21.11.2022 г.

## DEVELOPMENT OF ATOMIC LAYER DEPOSITION TECHNOLOGICAL PLATFORM FOR THE SYNTHESIS OF MICRO- AND NANOELECTRONICS MATERIALS

© 2025 R. R. Amashaev<sup>a, b, \*</sup>, Sh. M. Isubgadzhiev<sup>a, c</sup>, M. H. Rabadanov<sup>a</sup>, I. M. Abdulagatov<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education

"Dagestan State University", Makhachkala, Russia

<sup>b</sup>ALD TECHNOLOGIES Limited Liability Company, Makhachkala, Russia

<sup>c</sup>ALD COATING TECHNOLOGIES Limited Liability Company, Kilyatl, Russia

\*E-mail: rustam.amashaev@gmail.com

This work presents the results of designing, constructing and testing the atomic layer deposition (ALD) platform for the synthesis of various semiconductor, dielectric, metallized and barrier thin-film structures with a thickness of < 100 nm. This ALD platform can be used in the field of micro- and nanoelectronics, with the possibility of *in situ* monitoring of mass and thickness growth processes with an accuracy of 0.3 ng/cm<sup>2</sup> and 0.037 Å/cycle, respectively. In this ALD platform, the number of imported components is minimized due to the use of electronics and vacuum fittings from domestic manufacturers, which in turn will significantly reduce the cost of this type of installation and make atomic layer deposition technology available to most scientific and educational organizations in Russia.

**Keywords:** atomic layer deposition, molecular layer deposition, molecular layering, thin films, nanotechnology, vacuum equipment

## REFERENCES

1. Robertson J., Wallace R. High-K materials and metal gates for CMOS applications // Materials Science and Engineering: R: Reports. 2015. V. 88. P. 1–41.
2. Choi J.H., Mao Y., Chang J.P. Development of hafnium based high-k materials – A review // Materials Science and Engineering: R: Reports. 2015. V. 72. № 6. P. 97–136.
3. Yeoh A., Madhavan A., Kybert N. et al. Interconnect Stack using Self-Aligned Quad and Double Patterning for 10nm High Volume Manufacturing // 2018 IEEE International Interconnect Technology Conference (IITC). 2018. P. 144–147.
4. Johnson R.W., Hultqvist A., Bent S.F. A brief review of atomic layer deposition: from fundamentals to applications // Materials Today. 2014. V. 17. № 5. P. 236–246.
5. Malygin A.A., Drozd V.E., Malkov A.A., Smirnov V.M. From V. B. Aleskovskii's "Framework" Hypothesis to the Method of Molecular Layering/Atomic Layer Deposition // Chemical Vapor Deposition. 2015. V. 21. № 10-11-12. P. 216–240.
6. Suntola T. Atomic Layer Epitaxy // Materials Science Reports. 1989. Vol. 4. P. 261–312.
7. Koltsov S.I. Synthesis of solids by molecular layering: diss. dokt. chemistry. Leningrad. 1971. 383 p.
8. Koltsov S.I. Study of the degree of hydration of the surface of single-crystal silicon at different temperatures // Koltsov S.I., Drozd V.E., Aleskovskiy V.B. / Ed. USSR Reports of the Academy of Sciences. 1976. Vol. 229. No. 5. Pp. 1145–1147.
9. Lee Y-S., Choi D-W., Shong B., Oh S., Park J-S. Low temperature atomic layer deposition of SiO<sub>2</sub> thin films using di-isopropylaminosilane and ozone // Ceramics International. 2017. V. 43, № 2. P. 2095–2099.
10. Wang X., Ghosh S.K., Afshar-Mohajer M., Zhou H., Liu Y., Han X., Cai J., Zou M., Meng X. Atomic layer deposition of zirconium oxide thin films // Journal of Materials Research. 2020. V. 35. № 7. P. 804–812.

11. Gieraltowska S., Wachnicki L., Dluzewski P., Witkowski B.S., Godlewski M., Guziewicz E. Atomic Layer Deposition of HfO<sub>2</sub> Films Using TDMAH and Water or Ammonia Water // Materials. 2023. V. 16. № 11. P. 4077.
12. Groner M.D., Fabreguette F.H., Elam J.W., George S.M. Low-Temperature Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Atomic Layer Deposition Chemistry of Materials. 2004. V. 16. № 4. P. 639–645.
13. Amashaev R.R., Kurbanov M.M., Khalilov R.Sh. Software package for automation of atomic layer deposition processes // Certificate of registration of computer program. No. 2024612675, dated 01/09/2024.
14. Wind R.A., George S.M. Quartz Crystal Microbalance Studies of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Atomic Layer Deposition Using Trimethylaluminum and Water at 125 °C // The Journal of Physical Chemistry A. 2010. V. 114. № 3. P. 1281–1289.
15. Amashaev R.R., Alikhanov N. M-R., Ismailov A.M., Abdulagatov I.M. Synthesis of Ultrathin Heteroepitaxial 3C-SiC films by The Thermal Treatment of Molecular Layer Deposition Polyamide Films on Si // Journal of Vacuum Science and Technology. 2022. Vol. 40. № 5. P. 052401–052401.
16. Steiner J., Schultheiß J., Wang S., Wellmann P.J. Fabrication of SiC-on-Insulator (SiCOI) Layers by Chemical Vapor Deposition of 3C-SiC on Si-in-Insulator Substrates at Low Deposition Temperatures of 1120 °C // Crystals. 2023. V. 13. № 11. P. 1590.
17. Yao J., Li A., Liu Y., Hu Z., Li M., Yang K., Zhang J., Chen J., Zhang M., Guo Y. SiC-on-insulator based lateral power device and its analytical models // Results in Physics. V. 58. 2024. P. 107477.
18. Li J., Zhang Q., Wang J. et al. An integrated 3C-silicon carbide-on-insulator photonic platform for nonlinear and quantum light sources // Commun Physics. 2024. V. 7. № 125.
19. Vinod K.N., Zorman C.A., Mehregany M. A novel SiC on insulator technology using wafer bonding // Proceedings of International Solid State Sensors and Actuators Conference (Transducers '97). 1997. V. 1. P. 653–656.
20. Lukin D.M., Dory C., Gudry M.A. et al. 4H-silicon-carbide-on-insulator for integrated quantum and nonlinear photonics // Nature Photonics. 2020. V. 14. P. 330–334.
21. Amashaev R.R., Isubgadzhiev Sh.M., Faradzhev Sh.P., Buzin A.V., Akhmedova P.M., Abdulagatov I.M. Method for Improving the Growth and Adhesion of Copper Nanofilms on Silicon Substrates Using Molecular Layer Deposition Technology: Patent. No. RU 2800189 C1, dated 11/21/2022.