

Образование окисной пленки на поверхности кремниевой рельефной структуры в процессе плазменной очистки

В. П. ГАВРИЛЕНКО¹, А. Ю. КУЗИН¹, В. Б. МИТЮХЛЯЕВ¹,
М. А. СТЕПОВИЧ², П. А. ТОДУА¹, М. Н. ФИЛИППОВ^{1, 3}, Д. А. КАРАБАНОВ¹

¹ Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума,
Москва, Россия, e-mail: fgurnicpv@mail.ru,

² Калужский государственный университет им. К. Э. Циолковского,
Калуга, Россия, e-mail: m.stepovich@mail.ru,

³ Институт общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН,
Москва, Россия, e-mail: fil@igic.ras.ru

Обнаружен эффект контаминации на поверхности кремниевой рельефной структуры в процессе плазменной очистки. Исследована кинетика роста окисной пленки и изменение размеров элементов структуры.

Ключевые слова: плазменная очистка, окисная пленка, рельеф

The effect of oxide film formation on silicon relief structure surface during plasma cleaning has been detected. The kinetics of oxide film growth and the change of sizes of structure elements have been examined.

Key words: plasma cleaning, oxide film, relief.

При проведении низковольтного рентгеноспектрально-го микроанализа (РСМА) и прецизионных измерений размеров элементов рельефных наноструктур проблемой является образование углеводородной пленки на поверхности исследуемого объекта (эффект контаминации) под действием электронного зонда [1—3], в результате чего снижается контраст изображений в растровом электронном микроскопе (РЭМ), особенно изображений с высоким разрешением, получаемых в микроскопе автоэмиссионного типа. Кроме того, электронно-стимулированное осаждение углеводородной пленки в определенной степени искажает линейные размеры исследуемых объектов [1, 2], что может критично отражаться, например, на метрологических характеристиках тест-объектов, используемых для калибровки РЭМ. Заращение пленкой углеводородных загрязнений элементов рельефной структуры ограничивает число использованных эталонных мер, применяемых для калибровки.

В РСМА эффект контаминации является основной причиной появления так называемого «аппаратного углерода» в рентгеновских спектрах, заметно искажающего результаты качественного и количественного анализа [3]. Механизм образования подобных пленок достаточно сложен, но можно считать, что процесс контаминации определяют два вида транспорта молекул — непосредственная аккомодация молекул остаточных газов в камере электронного микроскопа и поверхностная диффузия ранее адсорбированных на поверхности образца молекул [4]. Очистка поверхности образца перед исследованием в электронном микроскопе или микроанализаторе может уменьшить эффект контаминации.

Один из методов борьбы с контаминацией — метод плазменной очистки с целью удаления углеводородных загрязнений с поверхности исследуемого образца. Для очистки образец помещают в камеру, где индуцируется тлеющий высокочастотный разряд малой мощности в присутствии аргона и (или) кислорода.

В данной статье показано, что плазменная очистка приводит к изменению поверхностной структуры образца, росту окисной пленки на поверхности рельефных кремниевых

структур, искажению рельефа. Изучено влияние процесса плазменной очистки на линейные размеры кремниевых структур на примере тест-объекта — меры малой длины МШПС-2.0К, а также с помощью РЭМ JSM-6460LV (Jeol, Япония), снабженного рентгеновским микроанализатором энергодисперсионного типа ЭДС INCAx-sight, РЭМ S-4800 (Hitachi, Япония) и установки плазменной очистки Plasma Cleaner PC-2000 (South Bay Technology, США).

Мера МШПС-2.0К представляет набор рельефных шаговых структур с номинальным шагом 2 мкм, сформированных на пластине монокристаллического кремния с ориентацией поверхности (001). Рельефные элементы меры изготовлены по технологии анизотропного травления и имеют трапециевидный профиль, в котором боковые стенки образованы плоскостями {111} и расположены под углом 54,7° к поверхности меры [5].

Плазменную очистку проводили следующим образом. Один цикл очистки состоял из обработки меры в плазме аргона (15 мин), затем в кислородной плазме (5 мин). Подводимая мощность составляла 25 и 15 Вт для образцов 1, 2, соответственно. Режимы обработки соответствовали рекомендациям фирмы-изготовителя по продолжительности очистки и подводимой мощности (10—30 Вт). После каждого цикла получали изображение участка меры с помощью РЭМ S-4800, а также регистрировали в РЭМ JSM-6460LV спектр рентгеновского излучения (энергия электронов зонда 5 кэВ), в котором основными пиками являются включающий пик кремния Si K_{α} и пик кислорода O K_{α} , обусловленный поверхностным окислом. Всего было проведено 12 циклов очистки исходя из требования многократного использования меры для калибровки РЭМ и определения допустимости многократной очистки.

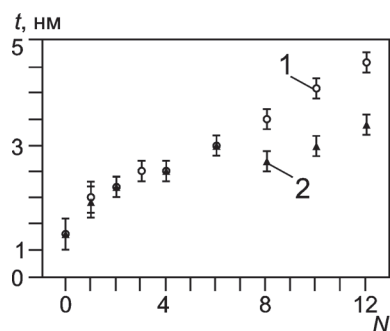
После четвертого цикла плазменной очистки при мощности 25 Вт отмечалось видимое на РЭМ-изображении изменение рельефа поверхности с образованием пятен, наиболее отчетливо наблюдаемых на боковых гранях рельефных элементов. Размер пятен и их поверхностная плотность увеличивались с возрастанием количества циклов очистки.

После каждого цикла плазменной очистки зафиксирован рост интенсивности I линии кислорода, что позволяет предположить увеличение толщины окисла t на поверхности меры.

Зависимость интенсивности I от толщины t определяется несколькими процессами. В [6] показано, что флуоресцентное возбуждение характеристическими линиями кремния от подложки и поглощение излучения кислорода веществом пленки не влияют на интенсивность I до определенной толщины t . Для окисной пленки на поверхности кремния этими эффектами, а также эффектом изменения энергии электронов при прохождении через пленку можно пренебречь вплоть до $\lambda = 100$ нм. Тогда интенсивность I определяется двумя потоками электронов: сфокусированным электронным зондом прибора (электроны движутся от поверхности пленки к подложке) и встречным потоком электронов, обратно рассеянных подложкой. При этом область возбуждения сигнала кислорода электронами зонда практически определяется его эффективным диаметром (единицы нанометров). Обратно рассеянные электроны облучают круглое пятно радиусом r . Размер области облучения $2r$ обратно рассеянными электронами определяет латеральное разрешение метода измерений толщины t окисной пленки. Оценка с помощью полумпирической модели [7] для энергии электронов зонда 5 кэВ дает $r = 0,14$ мкм. Таким образом, для окисных пленок на кремнии с $t < 100$ мкм интенсивность I будет прямо пропорциональна числу возбужденных атомов. Отсутствие эффектов поглощения и флуоресцентного возбуждения, а также незначительное изменение энергии первичных электронов при прохождении пленки позволяет считать, что интенсивность прямо пропорциональна t . Окисную пленку известной толщины t_0 на кремниевой подложке можно использовать как образец для сравнения. Авторы использовали образец окисной пленки, толщину которой определили на просвечивающем электронном микроскопе по специально изготовленному срезу: $t_0 = (15,5 \pm 0,6)$ нм. Предположим, что плотность, молекулярная масса и элементный состав исследуемой пленки и образца сравнения совпадают, экспериментальные условия одинаковы (энергия электронов, ток зонда, расположение исследуемого образца и образца сравнения относительно электронного зонда и ЭДС), тогда неизвестная толщина связана с толщиной пленки в образце сравнения соотношением

$$t = t_0 I / I_0, \quad (1)$$

где I_0 — интенсивность линии кислорода окисной пленки в образце сравнения.



Зависимость толщины окисной пленки на выступе меры МШПС-2,0К от числа циклов плазменной очистки при мощностях 25 и 15 Вт, соответственно данные 1, 2

С помощью обработки полученных экспериментальных результатов по (1) определили толщину t окисла на поверхности исследуемой меры в зависимости от количества циклов плазменной очистки для двух различных значений подводимой к плазме мощности (25 и 15 Вт), что представлено на рисунке.

Используемые в эксперименте значения мощности находятся вблизи верхней и нижней границы диапазона этой величины, рекомендуемой фирмой-изготовителем установок плазменной очистки. Тем не менее, в обоих случаях наблюдается почти линейный рост толщины окисла от количества циклов очистки (в 2,5—3,5 раза) на поверхности исследуемой меры. Образование нанорельефа на поверхности выступов меры предположительно связано с процессами неоднородного окисления поверхности меры при ее плазменной очистке.

Для определения влияния плазменной очистки на метрологические характеристики меры измеряли неоднородность ширины верхнего основания выступа меры до и после 12 циклов плазменной очистки меры при мощности 25 Вт. Измерения проводили с помощью предустановленной в РЭМ S-4800 программы линейных измерений «CD Measurement Function» по изображениям, полученным с помощью РЭМ. Неоднородность определяли как среднее квадратическое отклонение ширины верхнего основания для различных участков меры. Получено, что в результате 12 циклов плазменной очистки неоднородность ширины верхнего основания меры увеличивается от 4 до 6 нм.

Работа выполнена при поддержке РНФ (соглашение № 14-19-01652 от 27 июня 2014 г).

Л и т е р а т у р а

1. Гавриленко В. П., Кузин А. Ю., Митюхляев В. Б., Раков А. В., Тодуа П. А., Филиппов М. Н., Шаронов В. А. Влияние контаминации в растровых электронных микроскопах на профиль рельефных элементов в монокристаллическом кремнии // Метрология. 2012. № 8. С. 15—23.
2. Гавриленко В. П., Кузин А. Ю., Митюхляев В. Б., Раков А. В., Тодуа П. А., Филиппов М. Н., Шаронов В. А. Влияние контаминации в низковольтном растровом электронном микроскопе на профиль рельефных элементов нанометрового диапазона // Нано- и микросистемная техника. 2013. № 1. С. 2—5.
3. Кузин А. Ю., Куприянова Т. А., Тодуа П. А., Филиппов М. Н., Швындина Н. В., Шкловер В. Я. Электронно-зондовое определение углерода в условиях образования пленки поверхностных загрязнений // Метрология. 2012. № 11. С. 24—33.
4. Ларионов Ю. В., Митюхляев В. Б., Филиппов М. Н. Влияние загрязнений образцов в РЭМ на измерение линейных размеров // Поверхность. Рентгеновские, нейтронные и синхротронные исследования. 2008. № 9. С. 53—64.
5. Gavrilenco V. P., Mityukhlyayev V. B., Novikov Yu. A., Ozerin Yu. V., Rakov A. V., Todua P. A. Test object of the linewidth with a trapezoidal profile and three certified sizes for an SEM and AFM // Measur. Sci. and Technol. 2009. V. 20. P. 084022-1—084022-7.
6. Philibert J., Tixier R. Electron probe microanalysis of transmission electron microscope specimens / Eds. B. Siegel, D. R. Beaman // Physical Aspects of Electron Microscopy and Microbeam Analysis. N.Y.: Wiley, 1975. P. 333—354.
7. Kanaya K., Okayama S. Penetration and energy-loss theory of electrons in solid targets // J. Phys. Devices: Appl. Phys. 1972. V. 5. P. 43—58.

Дата принятия 21.11.2014 г.