

Экспериментальные исследования трёхмерной реконструкции рельефных структур по стереоизображениям, полученным в растровом электронном микроскопе

А. Ю. КУЗИН¹, А. Л. ВАСИЛЬЕВ^{2, 3}, Д. А. КАРАБАНОВ⁴, В. Б. МИТЮХЛЯЕВ⁴,
А. А. МИХУТКИН², М. Ю. ПРЕСНЯКОВ², П. А. ТОДУА^{4, 5}, М. Н. ФИЛИППОВ^{4, 5}

¹ Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы, Москва, Россия

² Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия

³ Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия

⁴ Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума, Москва, Россия

⁵ Московский физико-технический институт, Долгопрудный Московская обл., Россия, e-mail: fgupnicpv@mail.ru

Представлены результаты исследований трёхмерной реконструкции поверхности по стереоизображениям кремниевых структур с трапецидальным профилем рельефных элементов. Стереоиизображения получены с помощью растрового электронного микроскопа. Проведено сравнение результатов просвечивающей растровой электронной и атомно-силовой микроскопии. Установлено, что формирование на поверхности исследуемого объекта островковой плёнки золота позволяет повысить достоверность результатов трёхмерной реконструкции. Погрешность реконструкции выступа высотой 597—600 нм составила менее 4 %.

Ключевые слова: трёхмерная реконструкция поверхности, стереоиизображения, рельефные элементы, островковая плёнка золота.

The results of 3D surface reconstruction using stereo Scanning Electron Microscopy images of silicon structures with trapezoidal relief elements and the same structures covered with Au islands are reported. The results are compared with those obtained by transmission scanning electron microscopy (STEM) and atomic force microscopy (AFM). It was found that the formation of Au island film on the surface of investigated structure can improve the accuracy of the results of 3D surface reconstruction. The error of the protrusions height value measuring by this method is less than 4 % for 597—600 nm.

Key words: 3D surface reconstruction, SEM, stereo-pair images, relief elements, Au island film.

Одним из эффективных неразрушающих методов измерения геометрических параметров микрорельефа является метод трёхмерной реконструкции (3D-реконструкции), основанный на получении так называемых стереопар — изображений в растровом электронном микроскопе (РЭМ) одного и того же участка объекта при различных наклонах образца [1—3]. Пространственное разрешение РЭМ-изображений в режиме регистрации медленных вторичных электронов может иметь латеральное (в плоскости поверхности образца) разрешение до 1 нм. Это означает, что методами 3D-реконструкции можно измерить геометрические параметры объекта по трём изображениям с нанометровым разрешением. До настоящего времени методы 3D-реконструкции применяли преимущественно в микрометровом диапазоне [2, 3].

В [4] предпринята попытка расширения диапазона измерений геометрических параметров методом 3D-реконструкции по РЭМ-изображениям в нанометровую область. Главным ограничением метода стала невозможность корректно реконструировать те участки поверхности объектов, текстура РЭМ-изображений которых не развита или отсутствует (равномерная интенсивность вдоль всего участка). Выявление

несоответствие реконструированного профиля структур реальному. В результате было предложено создавать текстуру искусственно с использованием системы ионно-плазменного травления, что позволило получить дополнительные контрастные элементы на плоских участках трапецидальных структур. Искусственная текстура позволяет повысить правильность восстановления и получить профиль, соответствующий реальному. Однако на практике из-за частичного разрушения образца ионно-плазменное травление может привести к образованию артефактов, поэтому такая методика не может быть рекомендована для массовых измерений.

В настоящей работе для создания контрастных элементов предложен метод формирования на поверхности образца островковой плёнки золота. Получены данные о влиянии указанной дополнительной обработки поверхности исследуемого объекта на точность его 3D-реконструкции.

Экспериментальная часть. Объекты исследования — тестовые образцы (ТО) из монокристаллического кремния, на поверхности (100) которых по технологии анизотропного травления [5] сформированы выступы трапецидальной формы (№ 1), на которые в дальнейшем наносилась плёнка золота

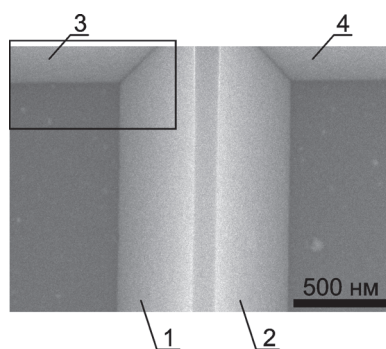


Рис. 1. РЭМ-изображение участка рельефной структуры тестового образца № 1:

1—4 — номера боковых стенок структуры; выделена область восстановления

(№ 2) с последующим отжигом (№ 3). Плёнку золота наносили методом магнетронного напыления на установке Q150T ES (фирма Quorum Technologies, Великобритания). Средняя толщина плёнки для горизонтальных участков ТО составила 2,4 нм при скорости нанесения 0,6 нм/с. Отжиг производили в вакууме при температуре 300 °С в течение 1 ч в сушильном вакуумном электрошкафу СНВС-2,5.2/4-И2В (ООО «Миус-Сервис», Россия).

Для получения изображений использовали РЭМ S-4800 (Hitachi, Япония), оснащённый автоэмиссионным катодом холодного типа. Измерение высоты выступа и контроль однородности параметров профиля тестовых образцов осуществляли с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) NTEGRA AURA (NT-MDT, Россия), который непосредственно перед измерениями калибровали с использованием меры высоты ступени TGZ3. Геометрические характеристики профиля рельефных элементов ТО контролировали по изображению поперечного среза ТО № 3 с помощью просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) Titan 80-300 TEM/STEM (FEI, США) при ускоряющем напряжении 300 кВ. Прибор имеет высокоугловой кольцевой детектор тёмного поля (Fischione, США). Поперечный срез получали методом фокусированного ионного пучка на установке Helios NanoLab DualBeam (FEI, США) в стандартном режиме при ускоряющем напряжении ионов Ga⁺ 30 кВ. Срез образца с помощью микроманипулятора Omniprobe (Omniprobe, США) извлекался и приваривался к стандартному полукольцу. После этого толщину образца доводили до окончательной в установке Helios NanoLab DualBeam в специальном режиме, используя ионы Ga⁺ с энергией в 2 кВ.

РЭМ-изображение участка рельефной структуры ТО № 1 при ускоряющем напряжении 15 кВ представлено на рис. 1. Области 1—4 поверхности структуры совпадают с плоскостями {111} кремния и наклонены под углом 54,7° по отноше-

нию к горизонтальной плоскости. Области 1, 2 образуют боковые стенки выступа, который имеет верхнее основание, совпадающее с плоскостью (100) кремния. Нижняя плоскость рельефной структуры также совпадает с плоскостью (100).

Для 3D-реконструкции были получены РЭМ-изображения участка рельефной структуры ТО № 1 при углах наклона ±5; 10; 15°. Используя полученные стереоизображения и программное обеспечение MeX (Alicona, Австрия) производилась 3D-реконструкция. При углах ±10; 15° не удалось получить устойчивой реконструкции, что можно объяснить некорректной работой автоматического алгоритма поиска точек привязки при выбранном увеличении и данных углах наклона (углы наклона слишком велики для используемого увеличения). Поэтому в дальнейшем для обработки применяли экспериментальные данные, полученные при углах наклона ±5°. Результат 3D-реконструкции участка ТО № 1 представлен на рис. 2, а. Несмотря на то, что результат 3D-реконструкции примерно соответствует РЭМ-изображению и ориентации соответствующих областей поверхности по плоскостям, параллельным (100) или {111}, имеются дефектные области (рис. 2, а), которые должны соответствовать плоскости, параллельной (111). Это связано с отсутствием необходимого количества точек привязки в виде контрастных элементов на поверхности ТО № 1, которые необходимы для вычисления параллакса при 3D-реконструкции.

Для оптимизации процесса 3D-реконструкции и изучения возможности создания контрастных элементов на поверхности исследуемых объектов проведён сравнительный анализ тестовых образцов №№ 2, 3. РЭМ-изображения ТО № 2 показали, что плёнка золота на поверхности образца носит островковый характер.

Анализ РЭМ-изображений ТО № 3 показал, что в результате отжига при 300 °С происходит укрупнение островков золота, и они становятся более контрастными. На наклонных участках рельефной структуры островки золота имеют меньший размер, но достаточно высокий контраст.

Для ТО № 3 при углах наклона ±5° и ускоряющем напряжении 15 кВ получены стереоизображения участка поверхности, соответствующего представленному на рис. 1. На основании данных стереоизображений проведена 3D-реконструкция поверхности (см. рис. 2, б). Соответствующий участок, результат реконструкции рельефа в котором отличается от реального показан стрелкой. Все параметры и усло-

вия реконструкции аналогичны тем, что использовали для ТО № 1.

Измерения методом АСМ показали, что среднее квадратичное отклонение (СКО) результатов измерений глубины рельефной структуры ТО № 1 не превышает 1,5 нм. Это подтверждает однородность параметров профиля исследуемых ТО.

Для подтверждения реальной формы профиля исследуемых ТО был изготовлен поперечный срез ТО № 3 по плоскости, перпендикулярной направлению выступа из области, примерно соответствующей центру изображения на рис. 1. Тёмнопольное изображение поперечного среза

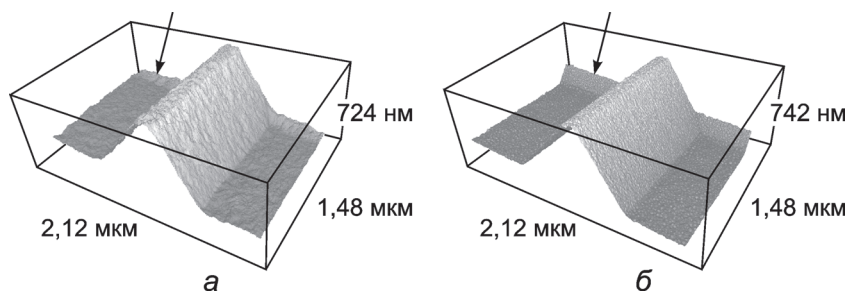


Рис. 2. Результат 3D-реконструкции тестовых образцов № 1 (а) и 2 (б); области, обозначенные стрелками, соответствуют области восстановления на рис. 1

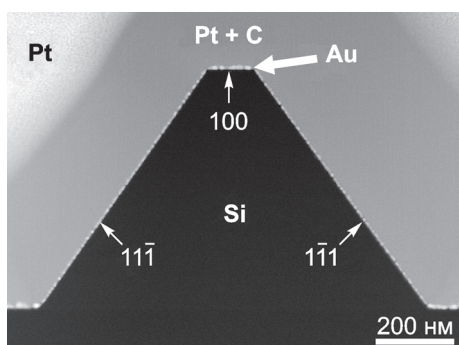


Рис. 3. Темнопольное ПРЭМ-изображение поперечного среза рельефной структуры

в просвечивающем растровом электронном микроскопе (ПРЭМ), полученное в режиме регистрации электронов, рассеянных на большие углы, представлено на рис. 3. Такой метод регистрации изображения позволяет однозначно по контрасту выделить частицы золота на поверхности кремниевой рельефной структуры, которые расположены тонким слоем в виде светлых округлых островков размером не более 10 нм, прикрытых сверху защитным слоем платины с углеродом. Выступ в исследуемом ТО имеет в поперечном сечении форму трапеции. В результате анализа установлено, что отклонение реальной формы профиля от трапециевидальной составляет не более 5 нм.

На основе обработки реконструированных моделей поверхностей определены средние наклоны боковых стенок рельефных структур ТО №№ 1, 3 (табл. 1, номера боковых стенок соответствуют обозначениям на рис. 1).

Таблица 1

Номер образца	Номер боковой стенки рельефной структуры			
	1	2	3	4
1	54,1±1,0°	55,7±1,0°	16±5°	25±5°
3	54,5±1,0°	53,5±1,0°	53,3±1,0°	53,8±1,0°

Параметр шероховатости R_q реконструируемых плоскостей (100) ТО №№ 1, 3 соответственно составил 8 и 4 нм.

Результаты измерений высоты выступа ТО № 3 показаны в табл. 2. Высоту профиля, полученную методами АСМ и 3D-реконструкции, усредняли по всей длине выступа, указанная в таблице погрешность измерений для методов АСМ и ПРЭМ представляет оценку абсолютной погрешности измерений, в то время как погрешность результата 3D-реконструкции — СКО результатов измерений.

Таблица 2

Высота выступа, нм, рельефной структуры ТО №3, измеренная методами АСМ, ПРЭМ и 3D-реконструкции

Метод измерений	Высота, нм
АСМ	597±4
ПРЭМ	600±5
Трёхмерная реконструкция	579±3

Обсуждение результатов. Анализ ПРЭМ-изображения поперечного среза ТО № 3 показывает, что в пределах погрешности измерений наклон боковых стенок исследуемой рельефной структуры соответствует положению плоскостей, параллельных {111} в кремнии, а нижняя плоскость рельефной структуры соответствует плоскости, параллельной (100). Это подтверждает правильность технологических приёмов, выбранных для изготовления ТО, и позволяет считать поверхность ТО совокупностью горизонтально ориентированных и наклонных (под углом 54,7°) областей, совпадающих с кристаллографическими плоскостями кремния соответственно (100) и {111}.

Сравнение изображений, представленных на рис. 2, а, б, позволяет сделать вывод о более точном соответствии результатов 3D-реконструкции названной выше модели рельефной структуры для ТО № 3. Недостоверность результатов реконструкции ТО № 1 объясняется отсутствием характерных точек привязки в виде контрастных элементов на изображении. Достаточно близкое соответствие формы выступа трапециевидальной (см. рис. 2, а) можно объяснить тем, что программа 3D-реконструкции использует в качестве точек привязки границы областей, параллельных плоскостям (100) и {111}, имеющие хороший контраст, а координаты точек между ними определяют методом аппроксимации. Однако такую методику нельзя использовать, например, для выделенной области на рис. 1. Наличие на поверхности ТО № 3 многочисленных точек привязки, образованных островками золота, позволяет уменьшить погрешность измерения параллакса [6] и добиться большей достоверности результатов 3D-реконструкции.

Особенно ярко повышение достоверности 3D-реконструкции при нанесении островков золота демонстрирует данная табл. 1. Для боковых стенок № 3 и № 4 образца № 1 полученный наклон резко отличается от углов наклона боковых стенок № 1 и № 2. На самом деле эти углы наклона определяются кристаллографическими плоскостями {111} и должны быть одинаковыми. В тех же условиях эксперимента для образца № 3 углы наклона всех боковых стенок практически совпадают. Кроме того, установлено более низкое (примерно в 2 раза) значение параметра шероховатости R_q для реконструируемых плоскостей (100) тестового образца № 3.

Сравнение данных абсолютных измерений высоты выступа разными методами, представленных в табл. 2, указывает на более низкое (примерно на 3,5 %) значение высоты выступа для метода трёхмерной реконструкции по сравнению с методами АСМ и ПРЭМ. Наиболее вероятной причиной данного расхождения следует считать погрешность измерений угла наклона образца, вносимую гониометрическим столиком РЭМ.

Выводы. Проведённые экспериментальные исследования показали, что формирование на поверхности исследуемого объекта островковой плёнки золота позволяет повысить достоверность результатов 3D-реконструкции поверхности по стереоизображениям, полученным в РЭМ. При этом полученная экспериментально высота выступа рельефной структуры менее чем на 4 % отличается от данных, полученных методами АСМ и ПРЭМ.

Работа выполнена при поддержке Минобрнауки РФ в рамках реализации Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на

2014—20120 годы» (соглашение № 14.576.21.0027, уникальный идентификатор прикладных научных исследований (проекта) RFMEFI57614X0027).

Л и т е р а т у р а

1. Goldstein J., Newbury D., Joy D. Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. N.-Y.: Kluwer Academic, Plenum Publishers, 2003.

2. Михуткин А. А., Васильев А. Л. Трёхмерная реконструкция поверхности по изображениям, полученным в растровом электронном микроскопе // Кристаллография. 2014. Т. 59. № 6. С. 999—1007.

3. Marinello F., Bariani P., Savio E., Horsewel A., Chiffre L. Critical factors in SEM 3D stereo microscopy // Meas. Sci. Technol. 2008. V. 19. № 6. P. 065705-1-065705-12.

4. Гавриленко В. П., Карабанов Д. А., Кузин А. Ю., Митюхляев В. Б., Михуткин А. А., Тодуа П. А., Филиппов М. Н., Баймухаметов Т. Н., Васильев А. Л. Трёхмерная реконструкция поверхности рельефных структур по стереоизображениям, полученным в растровом электронном микроскопе // Измерительная техника. 2015. № 3. С. 15—18.

5. Gavrilenko 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 // Meas. Sci. Technol. 2009. Vol. 20, p. 084022.

6. Кузин А. Ю., Васильев А. Л., Митюхляев В. Б., Михуткин А. А., Тодуа П. А., Филиппов М. Н. Анализ факторов, влияющих на погрешность трёхмерной реконструкции поверхности объектов с субмикронным рельефом, по полученным в растровом электронном микроскопе стереоизображениям // Измерительная техника. 2016. № 3. С. 20—23.

Дата принятия: 15.09.2015.

543.427.34

Измерение неоднородности толщины наноплёнок электронно-зондовым методом

С. А. ДАРЗНЕК¹, А. Ю. КУЗИН², В. Б. МИТЮХЛЯЕВ¹, М. А. СТЕПОВИЧ³,
П. А. ТОДУА¹, М. Н. ФИЛИППОВ^{1, 4}

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

² Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы, Москва, Россия

³ Калужский государственный университет им. К. Э. Циолковского, Калуга, Россия

⁴ Институт общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН, Москва, Россия, e-mail: fil@igic.ras.ru

Предложен электронно-зондовый способ измерений неоднородности толщины наноплёнок, основанный на зависимости отношения интенсивностей характеристического рентгеновского излучения элементов плёнки от её толщины. Калибровочная зависимость построена расчётным путём, взаимодействие электронов с образцом промоделировано по методу Монте-Карло.

Ключевые слова: низковольтный электронно-зондовый рентгеноспектральный микроанализ, наноплёнки, измерение толщины, метод Монте-Карло.

Electron probe measuring method the inhomogeneity of the thickness of the nanofilms, based on the dependence of the ratio of intensities of characteristic x-rays of the elements included in the film from its thickness is proposed. Calibration dependence is created by calculations on the basis of simulation of interaction of electrons with the sample by the Monte Carlo method.

Key words: low-voltage electron probe x-ray microanalysis, nanofilm, thickness measurement, Monte Carlo method.

Плёнки нанометровой толщины — важный элемент современной электронной техники. Одним из наиболее перспективных методов создания таких плёнок, является метод атомно-слоевого осаждения, позволяющий получать однородные по толщине плёнки с заданным составом [1]. Однородность толщины — параметр, имеющий принципиальное значение для практического применения наноплёнок.

В работе предложен экспрессный метод измерений неоднородности наноплёнок на кремниевых подложках толщиной 5—25 нм. Объектом исследования выбраны плёнки состава $\text{Hf}_{0,5}\text{Zr}_{0,5}\text{O}_2$, изготовленные методом атомно-слоевого

осаждения на подложках из монокристаллического кремния. Для измерений применяли сигнал характеристического рентгеновского излучения (ХРИ), возбуждаемый электронным зондом с энергией 4—6 кэВ. Если химический состав плёнки постоянен, то изменения интенсивностей линий ХРИ кислорода, гафния и циркония, входящих в её состав, будут вызваны неоднородностью толщины.

Эксперименты проводили в растровом электронном микроскопе JSM 6460 LV (JEOL, Япония), оснащённом энергодисперсионным рентгеновским спектрометром INCAx-sight (Oxford Instruments, Великобритания). Использовали энер-