

11;12

Изучение с помощью атомно-силового микроскопа in-situ химического травления структур SiO₂–Si

© А.А. Бухараев, А.А. Бухараева, Н.И. Нургазизов,
Д.В. Овчинников

Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского КНЦ РАН

Поступило в Редакцию 7 мая 1998 г.

Представлены первые результаты по визуализации с помощью атомно-силового микроскопа in-situ процесса химического травления в водном растворе HF структур SiO₂–Si, имплантированных ионами P⁺. Получены значения скоростей травления SiO₂, исследована кинетика фотостимулированного химического травления Si.

Атомно-силовой микроскоп (АСМ) позволяет проводить измерения непосредственно в жидкой среде [1]. Это открывает принципиально новые возможности для исследования физико-химических процессов на границе жидкость–твердое тело. Путем последовательного получения in-situ АСМ-изображений одного и того же участка поверхности можно в реальном масштабе времени наблюдать за трансформацией поверхности твердого тела при его травлении или растворении.

В настоящей работе этот метод впервые использован для изучения in-situ процесса травления в водном растворе HF структур SiO₂–Si, представляющего особый интерес, так как это один из основных технологических процессов в микроэлектронике.

Нами была создана ячейка для работы в растворе HF в режиме АСМ на зондовом микроскопе Р4-SPM-МДТ с полем сканирования 15 × 15 μm. В такой ячейке микрозонд (кантилевер) микроскопа полностью погружен в жидкость, покрывающую поверхность образца. Жидкость находится между образцом и кварцевым стеклом с тонкой прозрачной пленкой, предохраняющей стекло от повреждения кислотой. Использовались водные растворы с концентрацией HF от 0.1 до 3%, которые практически не повреждали иглу кантилевера из Si₃N₄. Регистрация вертикального отклонения кантилевера в микроскопе осу-

шестьлялась по отклонению луча полупроводникового лазера (670 nm, 1 mW), отражающегося от консоли кантилевера [2]. Наводя лазерный луч на конец консоли, где расположена игла кантилевера, можно было добиться, чтобы часть лазерного излучения попадала на сканируемый участок поверхности.

Образцы вырезались из пластины *n*-Si (100) с удельным сопротивлением $4.5 \Omega \cdot \text{cm}$, на которой с помощью фотолитографии была сформирована структура с периодом $3 \mu\text{m}$, состоящая из отдельно расположенных на Si полосок SiO_2 высотой $0.1 \mu\text{m}$ и шириной $1.5 \mu\text{m}$. Образцы облучались на ионном ускорителе ИЛУ-3 ионами P^+ с энергией 40keV и дозой 10^{15}ион/см^2 , превышающей порог аморфизации кремния.

На рис. 1, *a-e* представлены АСМ-изображения одного и того же участка исходной неимплантированной структуры с выступающими полосками из SiO_2 , полученные последовательно в разные моменты времени от начала травления в 0.25%-ном растворе HF. Из этой серии изображений хорошо видно, что с течением времени выступы из SiO_2 практически полностью исчезают. Отсутствие ступеньки на границе между SiO_2 и Si в конце эксперимента подтверждает известный факт, что водный раствор HF практически не растворяет поверхность кристаллического кремния [3]. Это позволило с точностью до 2nm измерять в процессе травления абсолютную высоту выступа из SiO_2 и таким образом получать данные о кинетике травления SiO_2 , которые представлены на рис. 1, *e*. Для регистрации высоты ступеньки достаточно было прописать лишь несколько профилей поперек структуры, поэтому время одного измерения не превышало нескольких секунд. Из кривых 1 и 2 на рис. 1, *e* видно, что скорость травления неимплантированного SiO_2 практически постоянна и составляет 1.6 и 2.8nm/min соответственно для 0.25 и 0.5%-ного раствора HF.

У образцов, имплантированных ионами P^+ (кривые 3, 4 на рис. 1, *e*), на начальном этапе скорость травления SiO_2 была более чем в 3 раза выше по сравнению с необлученным образцом. После уменьшения толщины SiO_2 до $20-40 \text{nm}$ скорость травления заметно снижается. Это связано с распределением радиационных дефектов в имплантированном слое [4], максимальная глубина залегания которых определяется величиной максимального проецированного пробега ионов P^+ в SiO_2 (приблизительно 70nm для нашего случая [5]). Все приведенные выше данные были получены, когда лазерное излучение датчика вертикальных перемещений микроскопа не попадало на сканируемый участок образца.

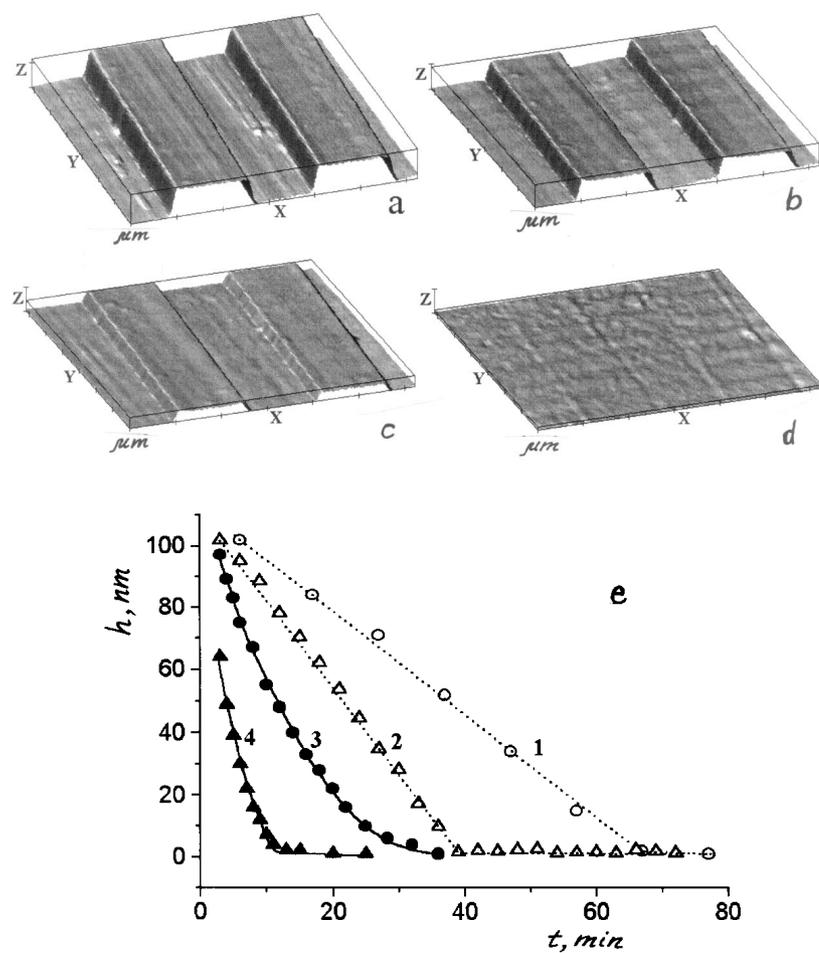


Рис. 1. Травление SiO_2 в водном растворе HF: время от начала травления в 0.25%-ном растворе — 4 (a), 25 (b), 45 (c), 75 min (d); масштаб АСМ-изображений X, Y: $1 \mu\text{m}$, Z: $0.1 \mu\text{m}$; e — кинетика травления исходного (1, 2) и имплантированного (3, 4) SiO_2 в 0.25%-ном (1, 3) и 0.5%-ном растворе HF (2, 4). (h — высота ступеньки, t — время травления).

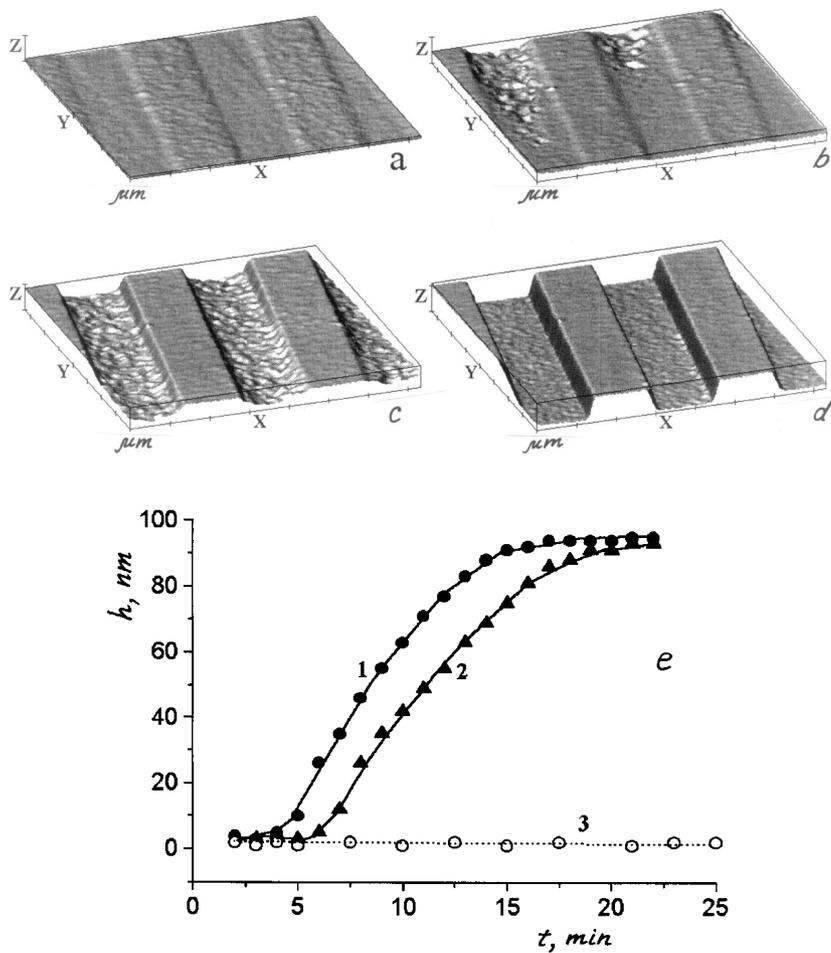


Рис. 2. Фотостимулированное травление $a\text{Si}$ в 0.5%-ном водном растворе HF: время от начала травления — 2 (*a*), 7 (*b*), 13 (*c*), 23 min (*d*); масштаб АСМ-изображений X, Y : $1 \mu\text{m}$, Z : $0.1 \mu\text{m}$; *e* — кинетика травления $a\text{Si}$ под действием света разной интенсивности (1, 2) и без света (3).

После завершения процесса травления SiO_2 поверхность имплантированного образца почти плоская (рис. 2, *a*) и состоит из периодически расположенных областей кристаллического (*cSi*) и аморфного (*aSi*) кремния. Участки *cSi* располагаются на месте стравленных полосок SiO_2 , предотвративших попадание P^+ в кремний, а аморфизованные имплантацией области *aSi* — между ними. Известно [3], что *aSi* в отличие от *cSi* растворяется в HF, однако для получения канавок глубиной 90 nm (90 nm — толщина *aSi* при используемых дозах и энергиях имплантации [5]) образец приходилось выдерживать в 3%-ном растворе HF несколько суток. Оказалось, что если в процессе травления лазерное излучение воздействует на сканируемый участок образца, травление *aSi* происходит во много раз быстрее (рис. 2, *e*). При этом из-за неравномерного распределения интенсивности света лазера скорость роста ступенек на границе *cSi*–*aSi* на различных участках поля сканирования неодинакова. Фактически кривые на рис. 2, *e* представляют собой продолжение кривой 4 на рис. 1, причем кривые 1 и 2 получены при облучении поверхности светом различной интенсивности, кривая 3 — без подсветки. Судя по форме кривых 1, 2 и высоте сформированного рельефа, можно предположить, что изменение скорости травления *aSi* под действием света (относительно *cSi*) связано с распределением в кремнии внедренных атомов P. Из рис. 2, *b* и *c* видно, что травление *aSi* под действием света происходит неравномерно, с образованием пористой структуры.

В контрольных экспериментах *ex-situ* с использованием He–Ne лазера ЛГ-78 (2 mW, 633 nm) фотостимулированное травление *aSi* в 0.5%-ном растворе HF с формированием ступенек высотой 90 nm происходило за 6 min при плотности мощности лазерного излучения 0.3 W/cm^2 . Аналогичные эксперименты по лазерному облучению неимплантированных структур SiO_2 –Si показали, что свет также стимулирует химическое травление *cSi*. Измеренная *in-situ* кинетика этого процесса имела более сложный характер, так как одновременно с индуцированным светом травлением *cSi* происходило растворение SiO_2 . На АСМ-изображениях было видно, что через 50 min (после полного растворения SiO_2) под действием света на кремнии образуется пористая структура с сильно развитым микрорельефом.

Таким образом, предложенный метод позволяет в реальном масштабе времени изучать кинетику процессов химического травления и наблюдать за трансформацией поверхности многофазных структур, индуцированной ионным и лазерным излучениями.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант 98–03–32753) и программ ”Физика твердотельных наноструктур” (грант 96–1034), ”Перспективные технологии и устройства микро- и наноэлектроники” (грант 02.04.143).

Список литературы

- [1] *Drake B., Prater C.B., Weisenhorn A.L. et al. // Science. 1988. V. 243. P. 1586–1589.*
- [2] *Бухараев А.А., Овчинников Д.В., Бухараева А.А. // Заводская лаборатория. 1997. № 5. С. 10–27.*
- [3] *Валиев К.А., Махвиладзе Т.М., Раков А.В. // Микроэлектроника. 1986. Т. 15. № 5. С. 392–397.*
- [4] *Валиев К.А., Данилов В.А., Дракин К.А. и др. // Микроэлектроника. 1982. Т. 11. № 4. С. 323–328.*
- [5] *Риссел Х., Руге И. Ионная имплантация. М.: Наука, 1983. 360 с.*