

06;11;12

## Новый универсальный метод контроля параметров слоев и шероховатости поверхности в процессах вакуумного осаждения и травления

© А.М. Баранов, С.А. Терешин, И.Ф. Михайлов

Институт радиотехники и электроники РАН,  
103907 Москва, Россия

(Поступило в Редакцию 12 февраля 1996 г.)

В последнее время в опто- и микроэлектронике все шире стали применяться туннельно-тонкие пленки из различных материалов толщиной порядка 2–10 нм. Области их применения чрезвычайно широки: от использования в элементах энергонезависимой памяти до применения в качестве функциональных слоев в многослойных структурах. При этом использовались металлы, полупроводники и диэлектрики. При работе с такими сверхтонкими пленками необходим жесткий контроль их параметров (толщины, плотности, шероховатости поверхности) непосредственно в технологическом процессе — так называемый *in situ* контроль.

В настоящее время для этой цели наиболее часто используются лазерная интерферометрия и эллипсометрия [1,2]. Недостатками метода лазерной интерферометрии является его неприменимость для анализа покрытий с субмикронными толщинами ( $d < 0.1$  мкм) и для материалов с изменяемым в зависимости от условий осаждения коэффициентом преломления (например, для алмазоподобных пленок [3,4]). Поэтому для анализа сверхтонких слоев обычно используют метод эллипсометрии. Однако эллипсометрия чрезвычайно чувствительна к состоянию поверхности подложки. Это затрудняет ее использование при наличии переходных слоев на границе раздела пленка–подложка, так как оптические константы материала на его поверхности меняются в процессе начального роста пленки. Кроме того, метод эллипсометрии не применим для исследования поглощающих материалов (например, металлов).

Поэтому для анализа свойств сверхтонких пленок был предложен метод контроля коэффициента отражения в рентгеновском диапазоне длин волн от 0.05 до 0.3 нм [5,6]. В этом диапазоне все материалы имеют чрезвычайно низкий коэффициент поглощения, что позволяет определить три важнейших параметра пленок: толщину, шероховатость поверхности и декремент преломления, который непосредственно связан с плотностью материала.

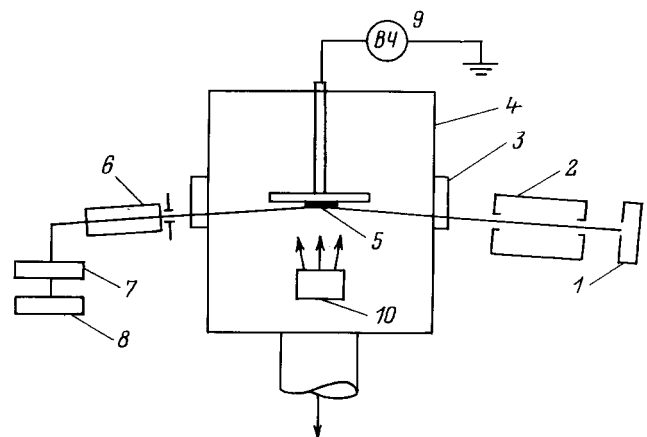
Важным преимуществом данного метода является его универсальность, т. е. нечувствительность к параметрам вакуумного технологического процесса (давлению, к составу рабочего газа, параметрам плазмы и т. д.) и виду наносимого материала. При этом источник и детектор

рентгеновского излучения располагаются вне рабочей камеры.

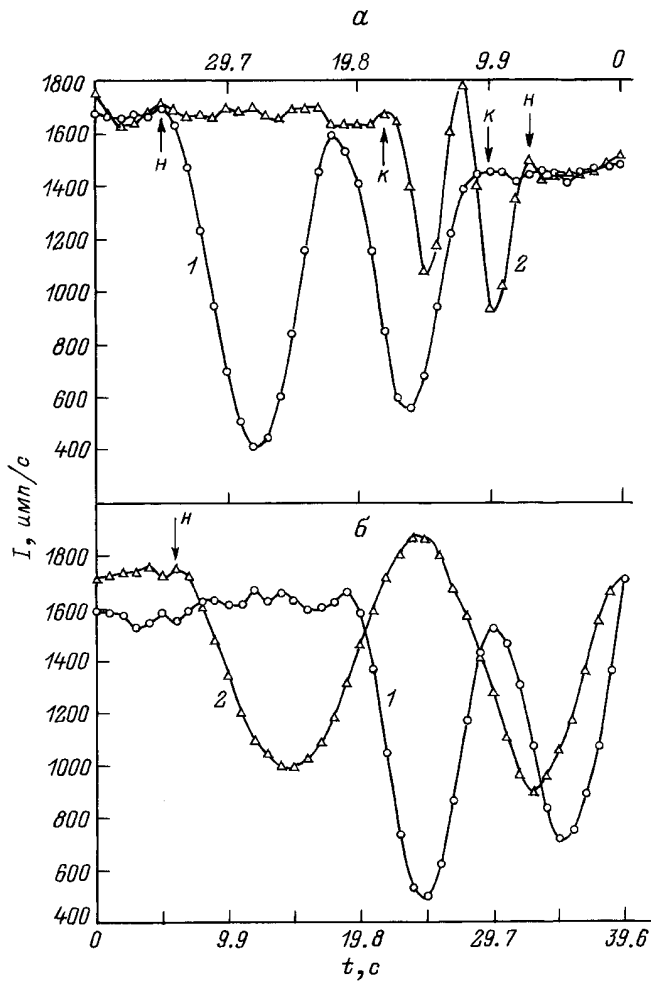
В данной работе представлены результаты использования метода рентгеновского *in situ* мониторинга для контроля процессов роста и травления многослойных углеродных структур, а также для контроля качества поверхности в процессе ее обработки.

На рис. 1 представлена схема вакуумной камеры с *in situ* рентгеновской системой измерения. Угол падения рентгеновского пучка  $\Theta = 1$  град. В качестве источника рентгеновского излучения использовалась трубка с медным анодом (длина волны  $\lambda = 0.154$  нм). Зеркально отраженный от поверхности пучок регистрировался детектором. Результаты регистрации через систему обработки данных и интерфейс передавались на компьютер. В качестве подложек использовались полированные пластины кремния с исходной среднеквадратичной шероховатостью  $\sigma = 0.4$  нм. Осаждение углеродных пленок проводилось двумя методами: магнетронным распылением графитовой мишени в аргоне и их газовой фазы в плазме, возбуждаемой высокочастотным (ВЧ) разрядом. В качестве рабочего газа использовались пары циклогексана  $C_6H_{12}$ .

На рис. 2, а представлены зависимости коэффициента отражения от времени  $I_0(t)$  в процессе осаждения I слоя



**Рис. 1.** Схема установки. 1 — источник излучения, 2 — коллимационная система, 3 — входное окно, 4 — вакуумная камера, 5 — образец, 6 — детектор, 7 — блок регистрации, 8 — компьютер, 9 — ВЧ генератор, 10 — магнетронный источник.



**Рис. 2.** Экспериментальные зависимости интенсивности отражения от времени нанесения углеродных слоев на кремниевую пластину (а) и их травления (б). 1 — слой, полученный в плазме, возбуждаемый ВЧ смещением, 2 — слой, полученный магнетронным распылением.

углерода на кремний из паров циклогексана (C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>) в плазме ВЧ разряда (рис. 2, а, кривая 1) и для II слоя, полученного магнетронным распылением графитовой мишени в Ag (рис. 2, а, кривая 2) в процессе его нанесения на первый слой (зависимость идет в обратном направлении). Стрелки на рис. 2, а показывают начало (н) и конец процесса нанесения (к).

Начальная интенсивность отраженного пучка составляла 1700 имп/с. Рост углеродного слоя вызывает осцилляции интенсивности отраженного от системы пленка-подложка рентгеновского пучка. Период осцилляций *L* определяется условием Брэгга  $2L \sin \Theta = \lambda$ . В соответствии с условием Брэгга оба слоя имеют одинаковую толщину  $d = 8.8$  нм. Из рис. 2, а следует, что скорость роста  $V_0$  первого слоя меньше, чем последующего. Наблюдаемый на зависимости  $I_0(t)$  минимум в первом порядке интерференции показывает, что плотность материала пленок меньше, чем плотность материала

подложки [5]. Меньшая амплитуда пика на кривой 2 (рис. 2, а) соответствует большей плотности второго слоя по отношению к первому. Значения плотности и шероховатости растущего слоя можно определить из анализа вида зависимости  $I = f(t)$ . Параметры пленок, усредненные в интервале  $L/2$ , представлены в таблице. Расчет средних значений плотности и среднеквадратичной шероховатости пленок в интервале толщин  $d = L/2$  связан с тем обстоятельством, что в этом случае, переходя от зависимости  $I = f(t)$  к зависимости  $I = f(d)$ , можно получить аналитические выражения для вычисления  $\rho$  и  $\sigma$  [5,6].

Из таблицы видно, что плотность и шероховатость первого слоя увеличиваются в процессе его роста. Плотность II слоя больше, чем плотность I слоя и близка по своему значению к плотности графита (2.26 г/см<sup>3</sup>). Кроме того, поверхность II слоя имеет меньшее значение  $\sigma$ . Различие в плотностях углеродных слоев является следствием как разного содержания  $sp^2$  и  $sp^3$  состояний, так и водорода [3,4].

Травление полученного двухслойного покрытия проводилось в едином технологическом процессе в кислородной плазме, возбуждаемой подачей ВЧ мощности на катод, на котором располагалась кремниевая подложка. Зависимость  $I_{тр}(t)$ , полученная при травлении, представлена на рис. 2, б. Видно (рис. 2, б, кривые 1 и 2 соответствуют рис. 2, а), что зависимость  $I_{тр}(t)$  по абсолютным значениям регистрируемого сигнала хорошо повторяет в обратном порядке зависимости  $I_0(t)$ . В результате зависимости  $\rho(d)$  и  $\sigma(d)$ , рассчитанные из  $I_{тр}(t)$  хорошо коррелируют со значениями найденными из зависимости  $I_0(t)$ . Однако скорость травления слоя ( $V_{тр}$ ), полученного магнетронным распылением в аргоне, идет медленнее (рис. 2, б, кривая 2), чем слоя, полученного осаждением в ВЧ разряде (рис. 2, б, кривая 1). По-видимому, это является следствием различия в плотностях первого и второго слоя.

Обычно перед началом процесса нанесения тонкопленочного покрытия проводят ионно-плазменную очистку поверхности подложки. Для очистки используют физическое распыление, ионно-химическое и плазмохимическое травление [7]. При этом во многих случаях важно,

Параметры I и II слоев, найденные в процессе осаждения и травления

Номер слоя	Толщина <i>d</i>	Осаждение			Травление		
		$\rho$ , г/см <sup>3</sup>	$\sigma$ , А	$V_0$ , А/с	$\rho$ , г/см <sup>3</sup>	$\sigma$ , А	$V_{тр}$ , А/с
I	0– <i>L</i> /2	1.78	4.00	3.7	1.84	4.01	4.4
	<i>L</i> /2– <i>L</i>	1.81	4.32	3.7	1.88	4.58	4.4
	<i>L</i> –3/2 <i>L</i>	1.90	4.31	3.7	2.01	4.54	4.4
	3/2 <i>L</i> –2 <i>L</i>	1.96	4.96	3.7	1.96	4.81	4.4
II	0– <i>L</i> /2	2.11	4.90	11	2.05	3.82	2.8
	<i>L</i> /2– <i>L</i>	2.04	3.44	11	2.00	2.90	2.8
	<i>L</i> –3/2 <i>L</i>	2.05	3.10	11	2.02	2.90	2.2
	3/2 <i>L</i> –2 <i>L</i>	2.11	3.70	11	2.09	3.68	2.5

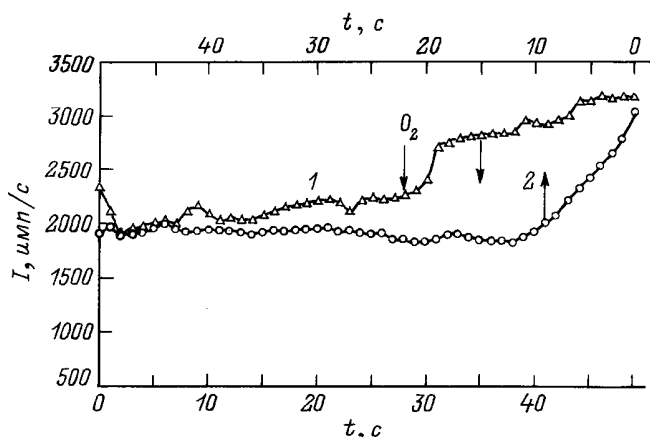


Рис. 3. Экспериментальные зависимости интенсивности от отражения от времени обработки кремниевой пластины. 1 — в смеси  $\text{Ar} + \text{O}_2$ , 2 — в  $\text{Ar}$ .

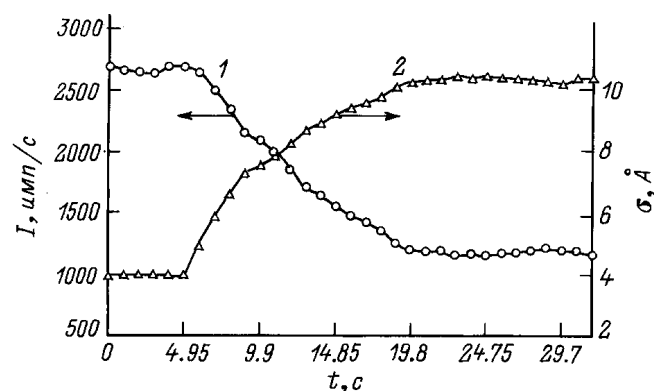


Рис. 4. Экспериментальная зависимость  $I(t)$  от времени обработки кремниевой пластины в  $\text{CF}_4$  ( $I$ ) и зависимость  $\sigma(t)$  (2).

чтобы в процессе очистки подложки не происходило увеличения шероховатости ее поверхности, а также ее окисления или адсорбции углерода.

На рис. 3 представлены зависимости  $I(t)$  при отражении рентгеновского луча от пластины кремния в процессе ее обработки в плазме аргона при добавлении кислорода. Видно, что в начале процесса обработки в  $\text{Ar}$  интенсивность отраженного сигнала от поверхности пластины  $\text{Si}$  резко уменьшается (рис. 3, кривая 1). Далее величина отраженного сигнала не изменяется. Однако при добавлении к  $\text{Ar}$  кислорода коэффициент отражения резко увеличивается, выходя на постоянное значение. При последующей обработке пластины кремния в среде чистого аргона значение интенсивности вновь уменьшается и выходит на уровень, соответствующий отражению до добавления кислорода (рис. 3, кривая 2). Такое изменение коэффициента отражения можно объяснить изменением шероховатости поверхности кремния.

На рис. 4 показана зависимость  $I(t)$  в процессе обработки пластины кремния в плазме  $\text{CF}_4$ . Видно, что наблюдается уменьшение отраженного сигнала более чем

в два раза. В соответствии с условием Дебая–Валлера  $I = I_0 \exp[-(4\pi\sigma \sin \Theta / \lambda)^2]$  (где  $I_0$  — интенсивность до начала процесса обработки) [8] это соответствует увеличению среднеквадратичной шероховатости поверхности пластин от 0.4 до 1.3 нм. Наблюдаемый эффект увеличения шероховатости кремния не имеет однозначного механизма. Он является результатом суммирования разных процессов, происходящих на поверхности кремния в плазме  $\text{CF}_4$  (например, травления поверхностного слоя  $\text{SiO}_x$ , травление поверхности кремния радикалами фтора в местах выхода дислокаций, осаждения атомов углерода на  $\text{Si}$  и т.д.).

Таким образом, в данной работе показано, что метод *in situ* рентгеновского мониторинга на длине волны 0.154 нм может быть использован для контроля качества поверхности и исследования кинетики роста однослойных и многослойных структур с точностью измерения до 0.1 нм. Преимуществом данного способа являются простота в осуществлении, универсальность при исследовании любых подложек и пленок, а также возможность определения наиболее важных параметров тонкопленочных покрытий (толщины, плотности и шероховатости) на начальных стадиях роста пленок.

## Список литературы

- [1] Sterheim M.S., Gelder W., Hartman A.W. // J. Electrochem. Soc. 1983. Vol. 130. N 3. P. 655–658.
- [2] Hong B., Wakagi W., Collins R.W. et al. // Diamond and Related Materials. 1994. Vol. 3. P. 431–437.
- [3] Tsai H., Body B. // J. Vac. Sci. Technol. A. 1987. Vol. 5. P. 3287–3313.
- [4] Sleptsov V.V., Kuzin A.A., Ivanovsky G.F. et al. // J. NonCryst. Sol. 1991. Vol. 136. P. 53–59.
- [5] Mikhailov I.F., Pinegin V.I., Sleptsov V.V., Baranov A.M. // Cryst. Res. Technol. 1995. Vol. 30. N 5. P. 643–649.
- [6] Baranov A.M., Tereshin S.A., Mikhailov I.F. et al. Proc. SPIE. The Int. Soc. for Opt. Eng. 1995. Vol. 2519. P. 108–115.
- [7] Ивановский Г.Ф., Петров В.И. Ионно-плазменная обработка материалов. М.: Радио и связь, 1986. 323 с.
- [8] Виноградов А.В., Кожевников И.В. // Тр. ФИАН. 1989. Т. 196. С. 63–102.