

ИЗМЕРЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ЕСТЕСТВЕННОГО ОКСИДА НА КРЕМНИЕВОЙ РЕЛЬЕФНОЙ ШАГОВОЙ СТРУКТУРЕ

В. П. ГАВРИЛЕНКО*, **А. В. ЗАБЛОЦКИЙ***, **А. А. КУЗИН ****, **А. Ю. КУЗИН****,
А. А. КУЗЬМИН*, **М. А. ЕРМАКОВА***, **В. Б. МИТЮХЛЯЕВ****, **А. В. РАКОВ****,
П. А. ТОДУА**, **М. Н. ФИЛИПОВ*****

*Московский физико-технический институт, Долгопрудный, Россия

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

***Институт общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН,
Москва, Россия

Представлены результаты измерений толщины естественного оксида на кремниевой структуре, представляющей собой набор элементов (выступов) с трапецидальным профилем, шагом 2 мкм, шириной верхнего основания 10 нм, высотой элементов 500 нм, наклон боковой стороны элемента относительно его основания 54,7°. Вся структура покрыта естественным окислом, возникшим при комнатной температуре. Для обеспечения прослеживаемости измерений использовано расстояние между плоскостями {111} кремния.

Ключевые слова: оксид кремния, просвечивающая электронная микроскопия, прослеживаемость измерений.

These studies were performed on a test step relief structure of mono crystalline silicon. There was experimentally measured the thickness of the natural oxide on this structure consisting of a set of elements (protrusions) with a trapezoidal profile and 2,0 mm step size, upper base about 10 nm, height about 500 nm. The tilt angle of side face with respect to the lower base was 54,7°. The entire structure was covered with a natural oxide film that appeared at room temperature, the thickness of which is being measured using a transmission electron microscope with atomic resolution by the observed pattern in the direct mode resolution of the crystal structure. In order to calibrate the measurements there was used a distance between {111} planes.

Key words: silicon oxide, transmission electron microscopy, measurement traceability.

Согласно модели окисления кремния, предложенной в [1], возникающий на поверхности монокристаллического кремния оксидный слой зависит от ориентации кристаллической плоскости, образующей окисляемую поверхность, что неоднократно подтверждалось экспериментально [2] для разных пластин кремния с ориентацией поверхности $\{111\}$, $\{100\}$. Однако, в указанных работах наблюдались разные объекты и открытым оставался вопрос об одинаковом времени окисления и равнозначности прочих факторов воздействия на сравниваемые объекты.

В настоящей работе в качестве объекта использовали кремниевые шаговые рельефные структуры, описанные в [3], состоящие из элементов с трапецидальным профилем (выступов) с шагом 2,0 мкм, шириной верхнего основания 10 нм и высотой элементов 500 нм, изготовленные методом анизотропного травления из монокристаллического кремния, легированного фосфором с удельным сопротивлением 4,5 Ом·см. В этом случае боковые стороны выступов параллельны кристаллографической плоскости $\{111\}$ кремния, а верхние стороны выступов параллельны плоскости $\{100\}$, угол наклона боковой стороны относительно нижнего основания – $54,7^\circ$. В процессе изготовления изначальный слой окисла удалялся с помощью раствора HF, поэтому боковые, верхние и нижние элементы выступов покрыты тонкой пленкой естественного оксида, возникшей при комнатной температуре в одинаковых условиях.

Для измерения толщины естественного оксида образец с описанной выше структурой покрывали слоями титана, а затем золота (рис. 1). После этого изготавливали слайс толщиной 50 нм методом вырезания фокусированным ионным пучком в электронно-ионном микроскопе JIB 4500. На полученном слайсе с помощью просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) измеряли толщину естественного оксида на боковой стороне элемента, а на верхнем основании и дне рельефа – между двумя соседними выступами, используя для калибровки среднее расстояние между плоскостями кремния $\{111\}$ $0,314 \pm 0,001$ нм, определенное с помощью рентгеновского дифрактометра (схема просле-

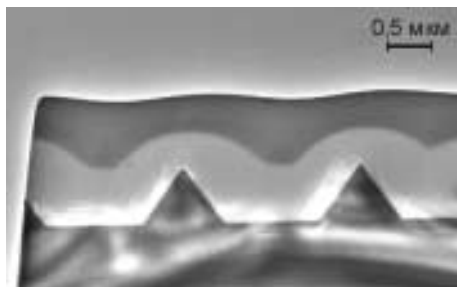


Рис. 1. Прямое ПЭМ-изображение общего вида тестовой рельефной структуры с размером верхнего основания 10 нм

живаемости к эталону длины приведена на рис. 2). Привязка к межплоскостному расстоянию позволила с высокой точностью определить толщину естественного окисла на плоскостях {110}, {101}, исследовать малые отклонения от трапецеидальной формы профиля выступа при переходе от одной плоскости к другой, а также получить количественные данные о параметрах рельефа дна между соседними выступами. Вырезанные слайсы изучали с помощью ПЭМ JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ в режиме прямого разрешения

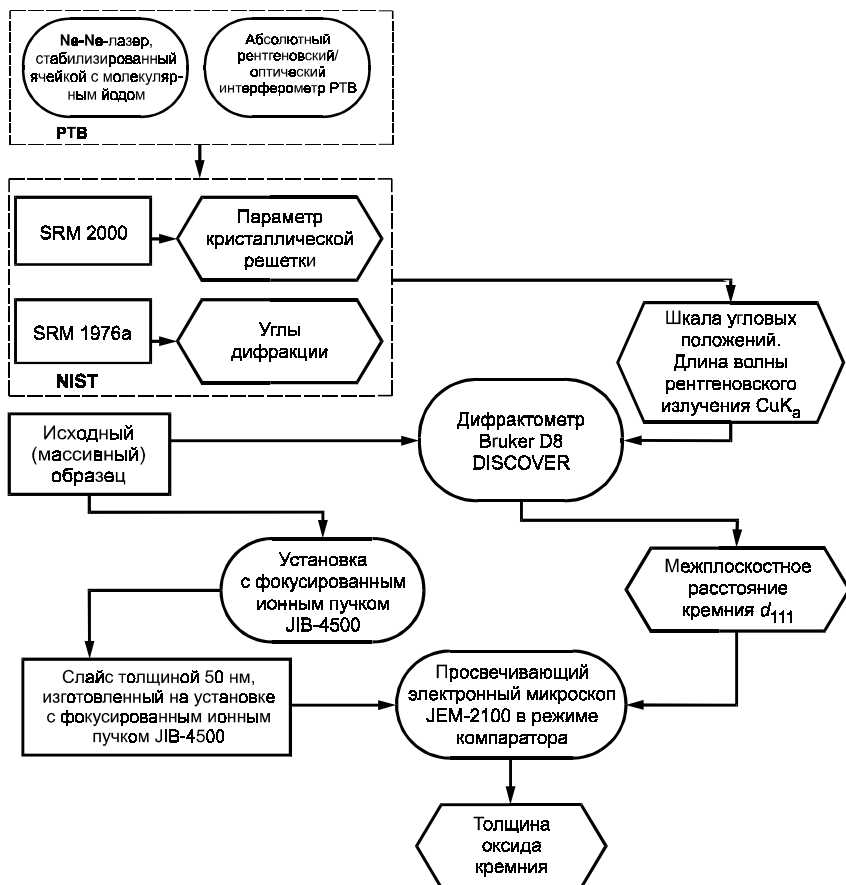


Рис. 2. Схема прослеживаемости результатов измерений к эталону длины

кристаллической структуры кремния [4]. Погрешность измерений по полученным ПЭМ-изображениям оценивали в 0,2 нм.

На ПЭМ-изображении (рис. 3, *а*) выступа с верхним основанием около 10 нм средняя толщина естественного оксида на боковых сторонах выступа составила $2,3 \pm 0,2$ нм. Все верхнее основание, с учетом естественного окисла, равно $7,7 \pm 0,2$ нм и имеет округление с обоих концов, с радиусом около 0,6 нм. На рис. 3, *а* видно, что обе боковые грани выступа параллельны кристаллографическим плоскостям {111}. На рис. 3, *б, в* приведены ПЭМ-изображения, полученные в режиме прямого разрешения кристаллической решетки вблизи левого и правого краев дна рельефного элемента кристаллической структуры кремния, где находится неоднородность толщины естественного оксида и достаточно большой радиус закругления при переходе от боковой грани ко дну структуры.

Так, из рис. 3, *б* следует, что толщина естественного оксида заметно увеличивается при переходе ко дну структуры, достигая размера $5,0 \pm 0,2$ нм, а затем уменьшается. На рис. 3, *в* показан другой край дна структуры, соответствующий переходу к соседнему выступу. Толщина окисла на кристаллической плоскости {100} составляет $4,5 \pm 0,2$ нм вблизи перехода к плоскости {111} и $2,3 \pm 0,2$ нм в середине дна между рельефными элементами.

Таким образом, результаты исследований показали, что нанесение металла на поверхность кремниевой рельефной тестовой шаговой структуры позволяет выделить на ПЭМ-изображениях обе противоположные границы естественного оксида на кремнии. Основные неоднородности толщины этого окисла имеют место на дне структуры между двумя соседними выступами, полученными при анизотропном травлении

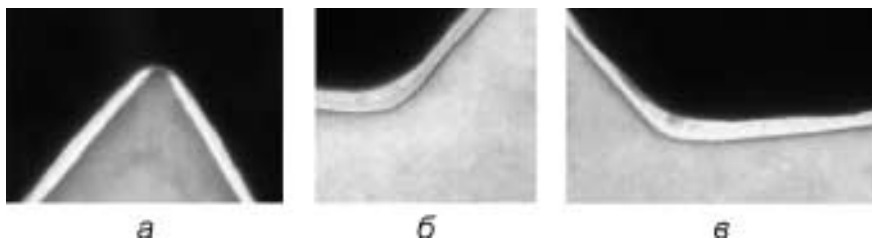


Рис. 3. Прямое ПЭМ-изображение части верхнего выступа (*а*) и областей рельефа дна (*б, в*) тестовой структуры с размерами верхнего основания, правой и левой частей соседнего выступа около 10 нм

в водном растворе КОН до глубины рельефа 500 нм. Установлено, что у краев рельефа дна видна заметная область закругления протяженностью около десяти расстояний между плоскостями {111} с плавным изменением толщины естественного окисла. Экспериментально показано, что в области рельефа дна располагается неоднородность толщины естественного оксида, возрастающая от $2,3 \pm 0,2$ нм в середине рельефа дна к левому и правому краям этого дна, достигая $5,0 \pm 0,2$ нм и $4,5 \pm 0,2$ нм, соответственно. Средняя толщина естественного окисла на боковых сторонах выступа равна $2,3 \pm 0,2$ нм.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (государственный контракт № 16.552.11.7022), с использованием оборудования Центров коллективного пользования МФТИ и НИЦПВ.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. **Engel T.** The interaction of molecular and atomic oxygen with Si(100) and Si(111) // Surf. Sci. Rep. 1993. V. 18. P. 91.
2. **Филатова Е. О. и др.** Исследование естественного окисла на поверхности монокристаллического кремния (111) и (100) марки КЭФ (111) и марки КДБ методом спектроскопии отражения // Письма в ЖТФ. 2009. Т. 35. Вып. 2. С. 36.
3. **Gavrilenko V. P. e. a.** Test object of the linewidth with a trapezoidal profile and three certified sizes for an SEM and AFM // Meas. Sci. Tech. 2009. V. 20. N 084022. P. 7.
4. **Filippov M. N. e. a.** Reference material for transmission electron microscope calibration // Meas. Sci. Tech. 2011. V. 22. N 094014. P. 5.

Дата принятия 19.11.2012 г.

