

СПЕЦИФИКА ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ЗАДАЧ ПРИ АНАЛИЗЕ РЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТЕЙ В НАНОМЕТРОВОМ ДИАПАЗОНЕ ЛИНЕЙНО-УГЛОВЫХ РАЗМЕРОВ

**С. Ю. ЗОЛОТАРЕВСКИЙ*, В. Г. ЛЫСЕНКО*, Н. А. ТАБАЧНИКОВА*,
Ф. В. БУЛЫГИН**, А. С. ГУСЕВ***, В. Л. ЛЯСКОВСКИЙ*****

*Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы,
Москва, Россия, e-mail: s.zolotarevskiy@vniims.ru

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
(Росстандарт), Москва, Россия

*** Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических
измерений, Москва, Россия

Рассмотрены вопросы методического обеспечения контроля качества поверхности, измерения ее шероховатости, формы и взаимного расположения поверхностей, требующиеся на различных стадиях производства изделий микроэлектроники. Проанализированы специфические особенности измерительных задач, решаемых методами и средствами сканирующей зондовой микроскопии и 3D-интерферометрии высокого разрешения. Также указаны структурные особенности характеристики атомарно-чистых и реальных поверхностей.

Ключевые слова: качество и текстура поверхности, измерительные задачи, геометрические параметры шероховатости.

The problem of methodical provision of a surface quality control, measurement of its roughness, a form and mutual disposition of surfaces required at various stages of microelectronics products manufacturing are considered. The specific features of measuring problems solved by scanning probe microscopy and high resolution 3D interferometry methods and instruments are analysed. The structural peculiarities of characterization of atomically clean and real surfaces are also considered.

Key words: quality and texture of surface, measuring problems, geometrical parameters of roughness.

Прецизионные измерения геометрических параметров шероховатости, формы и расположения поверхностей с разрешением по глубине до долей нанометров требуются во многих областях науки, техники и производства, в том числе и в нанотехнологиях [1 – 3].

Например, точность измерений пространственных и угловых координат летательных аппаратов с помощью лазерных гироскопов зависит от добротности резонаторов кольцевых лазеров, входящих в их состав. Для лазерных зеркал необходимы измерения параметров шероховатости и формы с погрешностью менее $5\text{\AA}$. Результаты измерений с субнанометровым разрешением шероховатости и формы оптических деталей лазерных систем следует знать для создания зеркал с высоким коэффициентом отражения.

Требования, предъявляемые к форме и шероховатости групповых кремниевых подложек для выращивания микрочипов, находятся в пределах единиц нанометров и менее. Для создания современных приборов ночного видения, объективов головок самонаведения и других подобных устройств с высоким пространственным разрешением нужны высокоточные измерения отклонения от плоскостности и определения радиусов кривизны, сферических или асферических поверхностей, при этом погрешность измерения формы профиля поверхности не должна превышать десятых долей нанометра.

Контроль качества поверхности и измерений ее шероховатости, формы и расположения поверхностей применяется на различных стадиях производства изделий микроэлектроники. Плоскостность и разнотолщинность кремниевых пластин, качество полировки их поверхности, наличие и глубина царапин, сколов и т. п. – все это необходимо соблюдать на начальной стадии производства.

Измерение формы и микроперемещений новейших электронно-механических наносистем типа MEMS также является актуальной задачей. Интерферометры для бесконтактных оптических измерений параметров трехмерной поверхности с разрешением по глубине до нескольких ангстрем, выполненные по схемам Линника, Физо, Майкельсона, Тваймана–Грина, Фабри–Перо и ряду других, позволяют решать вышеперечисленные задачи.

В настоящее время в России нет серийных приборов, которые смогли бы решить поставленные задачи, к числу которых, в первую очередь, относятся измерения шероховатости и рельефа с субнанометровым разрешением. Только две фирмы VEECO и ZYGO (США) выпускают интерференционные профилометры, обеспечивающие такое разрешение по глубине.

Наравне с методами и средствами прецизионной интерферометрии высокого разрешения и интерференционной микроскопии при анализе

наноструктур широко используют методы и средства электронной и сканирующей зондовой микроскопий для измерений геометрических размеров. Для применения их в качестве эталонных средств измерений (СИ) электронные и сканирующие зондовые микроскопы необходимо снабжать прецизионными интерферометрами с субнанометровым разрешением.

Рассмотрим специфические особенности измерительных задач, решаемых методами и средствами сканирующей (растровой) зондовой микроскопии и 3D-интерферометрии высокого разрешения.

Атомарно-чистая и реальная поверхность. Структурные особенности реальных поверхностей. Из квантовой механики известно, что для исследования любой системы микрочастиц, в частности для вычисления возможных значений ее энергии, надо решать соответствующее уравнение Шредингера, представляющее собой дифференциальное уравнение в частных производных, содержащее столько переменных, сколько степеней свободы имеет рассматриваемая система. В физике твердого тела в эту систему входят все электроны и атомные ядра атомов, составляющих кристалл. Таким образом, число степеней свободы, а с ним и число переменных в уравнении Шредингера, оказывается макроскопически большим – порядка $10^{22} - 10^{23}$. Современная квантовая теория твердого тела основывается на ряде упрощающих предположений. Их наиболее распространенная совокупность образует хорошо известную зонную теорию, в рамках которой описан ряд электрофизических и оптических свойств твердых тел. Например, в металлах валентные электроны слабо связаны с атомными остовами и имеют возможность свободно передвигаться от атома к атому под влиянием слабых электрических полей. В полупроводниках и диэлектриках эта связь достаточно сильная, поэтому для их перевода из валентной зоны в зону проводимости необходимо усилие такого внешнего электрического поля, под влиянием которого энергия электронов будет превышать так называемую ширину запрещенной энергетической зоны.

Если рассматривать изображения поверхности кристаллического тела, например, графита в сканирующем туннельном микроскопе с переменной температурой (Национальная физическая лаборатория, Великобритания) или поверхности меди в аналогичном микроскопе Национального института стандартов и технологий (NIST, США), то можно видеть регулярную последовательность плотно уложенных ато-

мов в виде полусфер с плотностью частиц порядка 10^2 на один квадратный нанометр. Это картина на самом деле является изображением электронных оболочек атомов, входящих в состав кристалла (изображением изоповерхности плотности электронных состояний в окрестности энергии Ферми) [4]. Важнейшие параметры топографии поверхности, а именно, линейные размеры и нанопрофиль, имеют такую же физическую природу, так как образованы теми же электронными состояниями поверхности Ферми, локализованными в окрестности структурных особенностей.

В обоих примерах речь идет об изображении атомарно-чистых поверхностей, т. е. поверхностей, полученных с помощью специальной технологической обработки (скол вдоль кристаллографической плоскости, ионное травление и т. п.). При этом кристалл помещается в камеру со сверхвысоким вакуумом (менее 10^{-8} Па) при температуре не выше 10 К для уменьшения искажающего влияния теплового шума.

Необходимо обратить внимание на то, что в данном случае имеет место пространственное изображение поверхности твердого тела. В физике твердых тел для выяснения деталей их свойств часто рассматривается структура твердых тел в импульсном и энергетическом пространствах. Понятно, что такая структура имеет мало общего с их пространственной структурой. В импульсном пространстве структурные свойства часто удобно описывать с помощью так называемых зон Бриллюэна [4], являющихся чисто геометрическим понятием, при этом их форма зависит не только от типа кристаллической решетки, но и от природы действующих в ней сил. В энергетическом пространстве электрофизические свойства приповерхностных слоев твердых тел определяются поверхностными состояниями, вызывающими искривление энергетических зон вблизи реальной поверхности [4].

Известно, что изображения пространственной структуры твердых тел, полученные с атомарным разрешением в сканирующих микроскопах, являются изображениями атомарно-чистых поверхностей. В обычных условиях поверхность твердого тела всегда покрыта слоем оксидов. Кроме того, на ней находятся адсорбированные атомы, также создающие поверхностные электронные уровни энергии. Они могут обмениваться электронами с объемом кристалла, меняя электрофизические свойства приповерхностных слоев. Аналогичную роль играют и различные собственные структурные дефекты поверхности:

дислокации, микротрещины, включения инородных атомов и т. п. Следовательно, реальная структура поверхности твердого тела – сложное динамическое образование, в общем случае меняющее свою структуру и свойства с течением времени. При этом структура и свойства могут характеризоваться широким набором величин и параметров. В дальнейшем будем рассматривать только те величины и параметры твердых тел, которые имеют прямое отношение к 3D-измерениям рельефа поверхности. Это значит, что анализ, несмотря на отмеченный выше динамический характер структуры поверхности, должен вестись в предположении неизменности ее характеристик и параметров в течение времени, существенно превышающем время релаксации электрофизических процессов в приповерхностных слоях.

Поверхность твердого тела со структурными особенностями высотой менее 1 нм, т. е., по сути, атомарно-чистую поверхность принято считать **абсолютно гладкой поверхностью**. Известно, что реальная поверхность обладает сложным профилем, обусловленным как неконтролируемыми факторами, о которых говорилось выше, так и ее специальной обработкой, при этом структурные образования на реальной поверхности могут быть самыми разными. Особый интерес представляют структурные особенности поверхности, обусловленные ее обработкой. Соответствующие структурные образования могут быть одиночными, регулярными и носить случайный характер.

При количественном описании геометрических параметров поверхности важную роль играет понятие ее профиля. При этом под профилем понимают линию пересечения поверхности с нормальной плоскостью [5]. Часто употребляется также термин «рельеф поверхности», который в [6] определен как экспериментально наблюдаемая поверхность твердого тела, отклонения которой от идеально плоской поверхности обусловлены естественными причинами или специальной обработкой. Из сравнения определений следует, что рельеф поверхности более общее понятие, чем профиль, и должен характеризоваться большим числом параметров и характеристик.

Особенности СИ структуры и характеристик рельефа поверхностей в нанометровом диапазоне. Как отмечалось ранее, на площадке в квадратный нанометр уместается порядка ста атомов. Основным методом измерения геометрических параметров отдельных атомов и молекул или их конгломератов нанометровых размеров (единиц или десятых долей нанометра) в настоящее время является рентгеновская

дифрактометрия, поскольку длина волны рентгеновского излучения того же порядка, что и размеры измеряемых объектов. Правда, в последнее время кандидатами на такую роль является семейство сканирующих микроскопов (растровых электронных, атомно-силовых и туннельных), однако анализ характеристик таких микроскопов показывает, что их физические особенности (в основном размеры зондов) пока не позволяют достоверно измерять нанообъекты с разрешением менее нескольких нанометров.

Измерения в нанометровом диапазоне длин характеризуются ограничениями на достижимую точность (неопределенность) таких измерений. Это, прежде всего, ограничения, вытекающие из квантово-механического принципа неопределенности Гейзенберга, а применительно к растровой электронной микроскопии – являющиеся следствием так называемого «эффекта близости».

Рассмотрим влияние принципа неопределенности Гейзенберга на точность измерений длин в нанометровом диапазоне. Из него следует, что неопределенность импульса измеряемого объекта Δp связана с неопределенностью измерения его координаты Δx соотношением

$$\Delta p \geq h/\Delta x,$$

где $h = 1,05 \cdot 10^{-34}$ Дж·с – постоянная Планка.

При $\Delta x = 0,1$ нм неопределенность измерения оказывается довольно значительной в атомных масштабах. Дальнейшее повышение точности измерений длины может привести к тому, что объект измерения становится настолько неопределенным, что возникает естественный вопрос о предмете измерения. Принцип неопределенности Гейзенберга не позволяет дать однозначный ответ на этот вопрос.

Для получения изображения поверхности образца в растровом электронном микроскопе (РЭМ) используются вторичные, отраженные и поглощенные электроны. Важнейшая характеристика любого микроскопа – разрешающая способность. Она определяется площадью сечения или диаметром зонда, контрастом, создаваемым образцом и детекторной системой, и областью генерации сигнала. Экспериментальное определение разрешения РЭМ является серьезной научной проблемой, не имеющей до сих пор однозначного решения [7].

В современных РЭМ достигнуто высокое совершенство компонентов конструкции, что позволило уменьшить диаметр зонда до 5 – 10 нм. Но это вовсе не означает, что разрешающая способность

РЭМ равна указанному значению, особенно в режиме регистрации отраженных электронов, поскольку имеются другие факторы, оказывающие решающее влияние на разрешение.

Как известно, изображение поверхности (контраст) в РЭМ определяется разностью детектируемых сигналов от соседних участков образца: чем она больше, тем выше контраст изображения, зависящий от следующих факторов: топографии поверхности, химического состава объекта, поверхностных локальных магнитных и электрических полей, кристаллографической ориентации элементов структуры. Важнейшим из видов контраста является топографический контраст, зависящий от неровностей образца, при этом его уровень определяется также и эффективностью преобразования падающего на детектор излучения, создающего сигнал на его выходе. Если контраст недостаточен, то его можно повысить, увеличив силу тока зонда. Однако большой поток электронов в силу особенностей электронной оптики не может быть хорошо сфокусирован, что приводит к снижению разрешающей способности.

Другой фактор, существенно ограничивающий разрешение, зависит от размеров области генерации сигнала в образце. Дело в том, что при проникновении первичных электронов в образец они рассеиваются во всех направлениях, что приводит к расширению пучка электронов внутри образца, при этом область образца, в котором первичные электроны полностью тормозятся, имеет грушевидную форму («груша»). При зонде диаметром 10 нм поперечные размеры «груши» могут достигать значений 1 – 2 мкм. Этот эффект в электронной литографии иногда называют «эффектом близости». Правда он не позволяет получать и контролировать структурные особенности поверхности нанометровых размеров.

В области «груши» атомы образца ионизируются, а высвобождающиеся электроны могут покинуть образец и появиться в виде вторичных электронов. В силу ряда особенностей образования вторичных электронов именно они, в основном, используются для формирования изображений в РЭМ и обеспечивают разрешающую способность лучших экземпляров порядка 5 – 10 нм (т. е. порядка диаметра зонда). Число поверхностных атомов, уместяющихся на площадке в один квадратный микрометр, имеет порядок 10^8 . Это уже вполне «макроскопическое» количество, при этом методы описания структурных особенностей поверхностного рельефа отличаются от исполь-

зующихся на площадках порядка квадратного нанометра. В этом случае на первый план выходят методы, позволяющие оценить статистические (шероховатость) и «макроскопические» (ширина полос, высота выступов или глубина канавок) параметры обработки поверхности и параметры рельефа. Речь идет, в первую очередь, о профилометрии, лазерной интерференционной микроскопии, интерферометрии и сканирующей микроскопии. При этом возможности данных методов измерения особенностей структуры поверхности ограничены как размерами зондов, так и длиной волны используемого при измерениях излучения.

Например, при измерении перепада высот порядка 10 нм платиново-иридиевые иглы (зонды) сканирующих туннельных микроскопов с таким же радиусом закругления (предельно достижимое на настоящий момент значение) не позволяют обнаружить и распознать указанную структурную особенность. В то же время использование излучения гелий-неонового лазера ($\lambda = 630$ нм) для измерения указанного перепада высот требует «дробления» длины волны в интерферометре, по меньшей мере, до значения $\lambda/100$, что методически вполне достижимо, но в ряде случаев может встретить технические трудности. В то же время потребности промышленной асферической оптики в настоящее время часто находятся в пределах «точности поверхности» порядка $\lambda/10$. Это значит, что обеспечение таких требований к измерительному контролю параметров поверхности на площадках порядка 1 мкм² достигается с помощью соответствующих серийно выпускаемых средств измерений (СИ).

При разработке методологии 3D-метрии параметров рельефа поверхности важную роль играет выбор контролируемых параметров. Особый интерес представляют структурные особенности поверхности, обусловленные ее обработкой. Они могут быть одиночными, регулярными, а также носить случайный характер.

Одной из важных характеристик поверхности, определяемой на основе статистической измерительной информации о неровностях поверхности, является ее шероховатость. В [8] приведены определения 23 параметров и характеристик, используемых при определении шероховатости. В национальном стандарте [9] приведен ряд параметров шероховатости, основанных на использовании понятий фурье-преобразований и пространственных частот (радиус-вектор поверхности, фурье-преобразование функции рельефа поверхности, функция спектральной плотности мощности поверхности образца и т. п.).

При описании поверхностей в ряде случаев используются параметры, характеризующие, например, плоскостность поверхности [10]. Наконец, в 3D-метрии важную роль играют измерения перепада высот структурных элементов на поверхности, т. е. определяется линейный размер вдоль оси Z .

Из приведенного перечисления следует, что выбор параметров поверхности, подлежащих измерительному контролю, в том числе и в нанотехнологиях, определяется как постановкой измерительной задачи, так и возможностями имеющихся в распоряжении метрологов методик и средств. При этом СИ, с использованием которых измеряются длины в указанном диапазоне, должны обладать возможностью уверенно разрешать детали измеряемых объектов нанометровых размеров.

Латеральное разрешение порядка 1 нм и более может быть достигнуто рядом приборов, к которым можно отнести интерферометры фазового сдвига, вертикального сканирования (интерферометры в «белом свете»), конфокальные микроскопы с фокусным считыванием, с хроматической линейной абберацией, стереоскопы на основе сканирующих электронных микроскопов, сканирующие туннельные и атомно-силовые микроскопы, дифференциальные оптические профилометры и др.

Часть из перечисленных СИ (дифференциальные оптические профилометры, интерферометры вертикального сканирования (интерферометры в «белом свете»), сканирующие туннельные и атомно-силовые микроскопы) способны обеспечить разрешение элементов поверхности по вертикали порядка десятых долей и единиц нанометра.

Указанные СИ позволяют получать информацию о топографии поверхности, т. е. зависимости типа $Z(X, Y)$ или $Z(X)$ как функции γ . Таким образом, с помощью указанных приборов можно решить проблемы 3D-метрии в области нанометрового диапазона длин, если бы не одно обстоятельство, что большинство перечисленных приборов являются не средствами измерений, а средствами визуализации. Детальный анализ метрологического обеспечения СИ нанометрового диапазона длин на примере сканирующей зондовой микроскопии приведен в [11].

Отметим, что, например, методы электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа не являются в полной мере методами измерений геометрических параметров нанометрового диапазона, поскольку они не воссоздают достаточно полную трехмерную картину

поверхности с необходимым разрешением, а лишь дают усредненные по площади геометрические параметры наноструктуры. С другой стороны, существует ряд принципиальных трудностей на пути создания законченного и логически непротиворечивого метрологического обеспечения, например, для сканирующих зондовых микроскопов (СЗМ).

Среди них выделим проблемы, относящиеся к фактическому отсутствию аттестованных мер нанометрового диапазона. Имеющиеся на настоящий момент отечественные меры обладают либо слишком «крупным» рельефом (искусственные решетки с периодом порядка 100 нм), либо, наоборот, слишком «мелким» (природные меры на основе кристаллического графита, золота и т. п.). Правда, имеется информация о разработке меры в виде тест-объекта с шириной линии менее 10 нм для растровой электронной микроскопии [12]. Разработки такого рода носят единичный характер и не решают в полной мере проблему мер длины нанометрового диапазона.

В [13] отмечено, что идеальная мера для калибровки 3D-координатного СИ – трехмерная решетка, полученная трансляциями куба с известным ребром по всем трем осям декартовой системы координат. В этом случае координаты каждой узловой точки решетки известны, и по ним можно провести калибровку механической системы СИ. Однако создать такую идеальную решетку в реальном приборе невозможно. Поэтому для калибровки приходится применять различные геометрические структуры с количественно известной топографией поверхности. В [11] приведен обзор метрологических характеристик мер, используемых в настоящее время для калибровки сканирующих зондовых микроскопов и, тем самым, для превращения их из средств визуализации объектов наблюдений нанометровых размеров в соответствующие СИ.

При использовании СЗМ для измерения параметров рельефа поверхности в нанометровом диапазоне важным является измерение расстояний порядка единиц нанометров. Аттестованные меры для такого диапазона длин в настоящее время отсутствуют. Для решения этой проблемы в [14] предложена так называемая «динамическая» (виртуальная) мера нанометрового диапазона длин. При помощи дополнительного пьезоманипулятора непосредственно внутри микроскопа создают виртуальные ступени фиксированной высоты, определяемой

амплитудой прикладываемого к пьезокерамике напряжения. Тем самым в сочетании с процессом сканирования зонда относительно пьезоманипулятора в памяти компьютера формируется виртуальный (синусоидальный или меандровый) рельеф, период которого определяется соотношением частот сканирования и модуляции напряжения на пьезокерамике. Особенностью «динамической» меры является то, что, несмотря на виртуальный характер реализации, методы ее калибровки основаны на вполне понятных и физически реализуемых процедурах калибровки по частотам сканирования и модуляции напряжения. С помощью такой меры была проведена, например, калибровка атомно-силового микроскопа для измерений в диапазоне 20 – 10000 нм с погрешностью, не превышающей 5 % в указанном диапазоне длин. Следовательно, возможности виртуальных мер далеко не исчерпаны и с их помощью вполне возможно проводить измерения длин от десятых долей и единиц нанометра.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (государственный контракт № 16.552.11.7056) с применением оборудования Центра коллективного пользования ВНИИОФИ.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Ковальчук М. В., Тодуа П. А. Нанотехнологии, метрология, стандартизация и сертификация в терминах и определениях. М.: Техносфера, 2009.
2. Метрологическое обеспечение нанотехнологий и продукции нанотехнологий. Учеб. пособие /Под ред. В. Н. Крутикова. М.: Изд-во Логос, 2011.
3. Тодуа П. А. Метрология и стандартизация в нанотехнологиях //Мир измерений. 2008. № 1. С. 4 – 10.
4. Бонч-Бруевич В. Л., Калашников С. Г. Физика полупроводников. М.: Наука, 1977.
5. ГОСТ 25142–82. Шероховатость поверхности. Термины и определения.
6. ГОСТ Р 8.631–2007. ГСИ. Микроскопы электронные растровые измерительные. Методы поверки.
7. Практическая растровая электронная микроскопия /Под ред. Дж. Гоулдстейна, Х. Яковица. М.: Мир, 1978.

8. **ГОСТ 2789–73.** Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики.
9. **ГОСТ Р 8.700–2010.** ГСИ. Методика измерений эффективной высоты шероховатости поверхности с помощью сканирующего зондового атомно-силового микроскопа.
10. **ГОСТ 24642–81.** Допуски формы и расположения поверхностей. Основные термины и определения.
11. **Голубев С. С.** Разработка и исследование методов и средств метрологического обслуживания сканирующих зондовых микроскопов: Автореф. дис. на соиск. учен. степ. канд. техн. наук. М., 2008.
12. **Данилова М. А. и др.** Тест-объект с шириной линии менее 10 нм для растровой электронной микроскопии //Измерительная техника. 2008. № 8. С. 20 – 23; **Danilova M. A. et al.** A test object with a line width less than 10 nm for scanning electron microscopy //Measurement Techniques. 2008. V. 51. N 8. P. 839 – 843.
13. **Новиков Ю. А., Раков А. В., Тодуа П. А.** Точность измерения линейных размеров на растровых электронных микроскопах в микро- и нанотехнологиях //Измерительная техника. 2008. № 6. С. 15 – 18; **Novikov Yu. A., Rakov A. V., Todua P. A.** Linearity measurement in an atomic-force microscope //Measurement Techniques. 2008. V. 51. N 6. P. 594 – 598.
14. **Кононогов С. А., Голубев С. С., Лысенко В. Г.** Исследование измерительных и калибровочных возможностей средств измерений нанометрового диапазона //Законодательная и прикладная метрология. 2008. № 3. С. 19 – 26.

Дата принятия 10.01.2013 г.

