

**ВЛИЯНИЕ КОНТАМИНАЦИИ В РАСТРОВЫХ ЭЛЕКТРОННЫХ
МИКРОСКОПАХ НА ПРОФИЛЬ РЕЛЬЕФНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ
В МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ КРЕМНИИ**

**В. П. ГАВРИЛЕНКО, А. Ю. КУЗИН, В. Б. МИТЮХЛЯЕВ, А. В. РАКОВ,
П. А. ТОДУА, М. Н. ФИЛИППОВ, В. А. ШАРОНОВ**

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

Представлены результаты исследований влияния контаминации в РЭМ S-4800 на профиль рельефных элементов в монокристаллическом кремнии. Показано, что в результате облучения электронами с энергией 20 кэВ изменяется форма профиля рельефных элементов, рассмотрены зависимости их размерных параметров от дозы электронного облучения для разных режимов облучения.

Ключевые слова: контаминация, растровый электронный микроскоп, рельефные элементы, меры ширины и периода.

We present the results of the study of the effect of contamination in a S-4800 SEM on the profiles of relief elements on silicon surface. It is shown, that the 20 keV electron irradiation leads to the modification of the profiles of the relief elements. Dependences of the profile parameters on the electron irradiation dose are presented for different irradiation modes.

Key words: contamination, scanning electron microscope, relief elements, electron irradiation dose.

Измерение параметров объектов в растровом электронном микроскопе (РЭМ) сопровождается образованием контаминационной пленки на поверхности исследуемого образца [1]. Эффект контаминации обусловлен полимеризацией углеводородных молекул, адсорбированных поверхностью, под действием электронного облучения. Считается, что данный эффект можно уменьшить, но нельзя от него полностью избавиться [2]. Образование контаминационной пленки на рельефных элементах поверхности способно изменить их размерные параметры,

что необходимо учитывать при измерении объектов нанометровых размеров. Особую важность проблема приобретает в случае стандартных образцов нанорельефа поверхности, предназначенных для калибровки [3] и поверки [4] РЭМ, поскольку углеводородное загрязнение поверхности стандартного образца может менять его метрологические характеристики. Так, например, в [5] исследована проблема контаминационно-обусловленной деградации стандартного образца NIST, выполненного в виде шаговой структуры на кремнии, и предложена методика по оценке допустимого количества измерений с использованием указанного стандартного образца.

Данная работа посвящена определению изменения размеров элементов рельефа поверхности в результате контаминации в РЭМ на примере меры ширины и периода МШПС-2.0К методами вторичной электронной эмиссии и рентгеновского микроанализа (РМА) в РЭМ [6].

Условия эксперимента. Используемая в экспериментах мера ширины и периода МШПС-2.0К изготовлена на подложке из монокристаллического кремния, ориентированного по плоскости (100), методом фотолитографии с последующим травлением. Мера состоит из пяти одинаковых модулей, каждый из которых включает в себя три однотипные шаговые структуры, обозначаемые I-I, II-II и III-III. В свою очередь, каждая из структур имеет номинальное значение шага 2 мкм и состоит из десяти выступов, разделенных канавками.

Выступы трапецеидальной формы сформированы в подложке методом анизотропного травления. Боковые стенки выступов совпадают с плоскостями {111}. Таким образом, они имеют в сечении вид равнобедренной трапеции с углом при нижнем основании 54,7°.

Для создания контаминационной пленки и получения РЭМ-изображений меры МШПС-2.0К в режиме вторичной электронной эмиссии применяли РЭМ S-4800 (Hitachi, Япония), оснащенный автоэмиссионным катодом холодного типа и вакуумной системой, включающей турбомолекулярный и масляный форвакуумный насосы. Использовали энергию электронного пучка 20 кэВ при токе 0,2 нА. До начала эксперимента для выхода на стабильный рабочий режим катод прогревали в течение трех часов, а для минимизации дрейфа электроники и механики температуру в помещении поддерживали на уровне $(22 \pm 0,5)^\circ$.

Исследования методом рентгеновского микроанализа проводили с помощью РЭМ JSM-6460LV, оснащенного энергодисперсионным спектрометром INCAx-sight.

Были реализованы 2 режима облучения. В первом режиме облучению подвергали выступы 5 и 6 шаговой структуры III–III путем многократного непрерывного сканирования в режиме медленной развертки (40 с/кадр), причем размер раstra составлял $4,3 \times 3,2$ мкм² (увеличение РЭМ 30 $\times$). Область облучения располагалась симметрично относительно выступов 5 и 6, при этом левый и правый края раstra облучения не захватывали соседние (4 и 7) выступы. Длительность непрерывного облучения составляла 30 мин. После этого корректировали положение ручки тонкой фокусировки на участке, отдаленном от области облучения (более 15 мкм) и далее получали РЭМ-изображения с увеличением 30 $\times$, включающие пары выступов 5 – 6 и 8 – 9, размерность кадра составляла 2560 $\times$ 1920 пикс., длительность – 40 с. Вышеуказанный цикл из облучения и двух РЭМ-изображений последовательно повторяли несколько раз с тем, чтобы общее время облучения выступов 5 – 6 составило 3 ч. Перед первым циклом облучения также получали два аналогичные РЭМ-изображения выступов 5 – 6 и 8 – 9. Таким образом, первый режим облучения можно назвать квазинепрерывным.

Во втором режиме облучению подвергались выступы 9, 10 шаговой структуры II–II того же модуля меры, находящиеся на расстоянии примерно 25 мкм от первой облучаемой группы. Облучение проходило при аналогичных параметрах электронного пучка: энергия электронов 20 кэВ, ток пучка 0,2 нА, увеличение 30 $\times$, длительность кадровой развертки 40 с. Расчеты по Канайе и Окаяме [7], приведенные ниже, показали, что максимальный латеральный пробег электронов с энергией 20 кэВ в кремнии не превышает 3 мкм, что исключает взаимное влияние двух облучаемых областей друг на друга. Облучение во втором режиме выступов 9, 10 структуры II–II выполняли следующим образом: после окончания сканирования по кадру с номером N делали паузу в облучении длительностью τ в соответствии с таблицей, а полученное РЭМ-изображение заносили в память компьютера. Второй режим облучения назовем прерывистым.

Геометрические параметры профиля выступов меры определяли по полученным РЭМ-изображениям в соответствии с моделью [8].

**Последовательность электронного облучения меры ширины и периода
МШПС-2.0К во втором режиме**

Номер развертки	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Длительность паузы τ , мин	2	30	2	30	2	30	2	30	2	30	2	–

Полученные изображения обрабатывали в автоматическом режиме по заданному алгоритму с помощью компьютерной программы, выполняющей усреднение по группе строк с целью улучшения соотношения сигнал–шум. Вычислению подлежали параметры профиля выступа: ширина верхнего основания u , левая и правая проекции наклонной стенки S_L , S_R .

Шаг измеряли с помощью программы «CD Measurement Function», входящей в комплект программного обеспечения РЭМ S-4800, по расстоянию между максимумами, соответствующими эквивалентным элементам шаговой структуры меры. Численную обработку изображения осуществляли после усреднения по 10 строкам для уменьшения вклада шумов. При этом в качестве шага рассматривали расстояния между левыми и правыми эквивалентными точками шаговой структуры T_L , $T_{пр}$ и среднее из вышеуказанных расстояний $T_{ср}$.

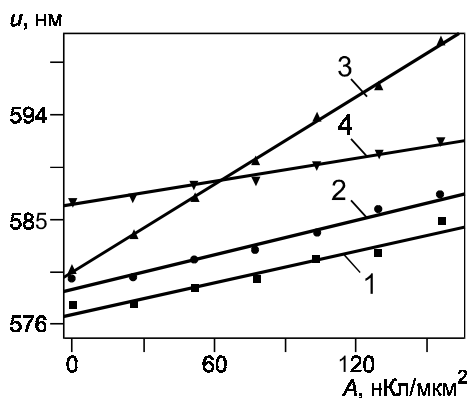


Рис. 1. Зависимость ширины u верхнего основания выступов 5, 6, 8, 9 структуры III–III от дозы A электронного облучения в квазинепрерывном режиме:

1 – 4 – выступы 5, 6, 8, 9, соответственно

Квазинепрерывный режим облучения. Обработка полученных РЭМ-изображений позволяет строить зависимости значений ширины верхнего основания исследуемых выступов 5, 6, 8, 9 структуры III–III от дозы электронного облучения. Как следует из рис. 1, верхнее основание всех исследуемых выступов уширяется, но в разной степени. Для выступов 5 и 6 это протекает примерно с одинаковой скоростью, что соответствует симметричной

картине облучения этих выступов. В наибольшей степени процесс контаминации способствует уширению 8 выступа, хотя он отстоит от края облучаемой области на расстоянии 3 мкм, а с минимальной скоростью растет ширина верхнего основания 9-го выступа.

Зависимости изменения шага от дозы электронного облучения для пар выступов 5–6 и 8–9 показаны на рис. 2. На нем представлены данные по изменению значения шага, определяемого как расстояния между максимумами, расположенными в левой $T_{\text{л}}$ и правой $T_{\text{пр}}$ областях верхнего основания выступа и среднего значения $T_{\text{ср}}$, $T_{\text{ср}} = (T_{\text{л}} + T_{\text{пр}})/2$. Изменение среднего значения шага для выступов 5 – 6 не превышает 0,5 нм при облучении, что объясняется одинаковым темпом контаминации для 5 и 6 выступов (рис. 3) ввиду симметричного характера их облучения и стабильностью увеличения РЭМ. Результаты изменения шага для выступов 8 – 9 свидетельствуют о том, что контаминация для них существенно различна.

Для сравнительной оценки содержания углерода в образовавшейся в результате электронного облучения контамина-

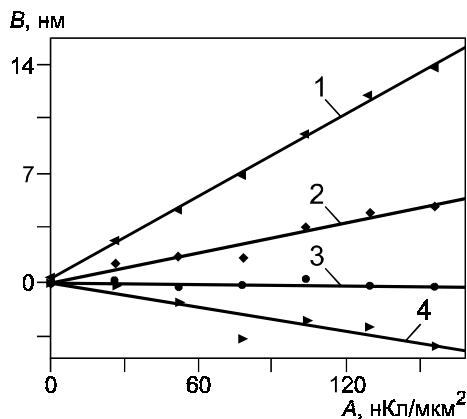


Рис. 2. Зависимость изменения шага B от дозы A электронного облучения для двух пар выступов 8, 9 и 5, 6 шаговой структуры III–III:

1 – выступы 8, 9 $T_{\text{л}}$; 2 – выступы 8, 9 $T_{\text{ср}}$; 3 – выступы 5, 6 $T_{\text{ср}}$; 4 – выступы 8, 9 $T_{\text{пр}}$

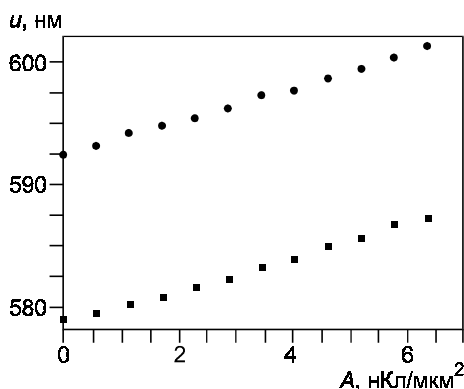


Рис. 3. Зависимость ширины u верхнего основания выступов 9, 10 структуры II–II от дозы A электронного облучения в прерывистом режиме:

■ – выступ 9; ● – выступ 10

ционной пленке были проведены исследования методом рентгеновского микроанализа для выступов 6 и 8. Энергия электронов пучка составляла 4 кэВ, ток пучка – 30 пА. Рентгеновские спектры были получены за время набора спектра 100 с из двух областей размером $0,3 \times 3$ мкм². Первая область расположена на верхнем основании выступа 6 в пределах области облучения, вторая область – на верхнем основании выступа 8 в непосредственной близости к первой области.

Рентгеновские спектры для двух вышеуказанных областей, состоящие из пиков K_{α} линий С и Si, представлены на рис. 4, а, б, из которых следует, что для выступа 8 по сравнению с выступом 6 характерно увеличение интенсивности пика K_{α} линии С и ее уменьшение на линии Si. Данные рентгеновского микроанализа подтверждают выводы, сделанные на основе исследований методом вторичной эмиссии и представленные на рис. 1, о том, что контаминация для выступа 8, находящегося вне зоны электронного облучения, проходит более интенсивно, чем для выступа 6, расположенного в зоне облучения электронами с энергией 20 кэВ.

Прерывистый режим облучения. Для данного режима облучения выступов 9 – 10 в структуре П–П были получены дозовые зависимости для ширины верхнего основания выступов 9, 10, представленные на рис. 3. Среднее значение шага $(T_n/2 + T_{np}/2)$ для указанных выступов остается постоянным в пределах ± 1 нм для всех измерений.

При сравнении двух режимов облучения и изменения параметров облучаемых выступов, видна существенная разница в дозовых зависимостях (рис. 1, 3). При втором режиме, характеризующимся наличием пауз, темп изменения ширины верхнего основания более высокий и отличается более чем на порядок.

Для анализа полученных результатов рассмотрим границы области контаминации с точки зрения взаимодействия электронного зонда с образцом. Согласно данных [9], основную роль в электронно-стимулированном осаждении углеводородов играют электроны с энергией от 5эВ до нескольких сотен эВ. Таким образом, контаминация обусловлена медленными вторичными электронами, генерирующимися как первичным пучком, так и обратнорассеянными электронами при их выходе на поверхность образца.

Расчеты для радиуса r_b области выхода через поверхность обратнорассеянных электронов для сфокусированного первичного электронного пучка, проведенные по Канайе и Окаяме [7], дали значение $r_b = 2,64$ мкм.

Таким образом, при облучении выступов 5, 6, левая половина выступа 8 попадает в край области выхода вторичных электронов, а выступ 9

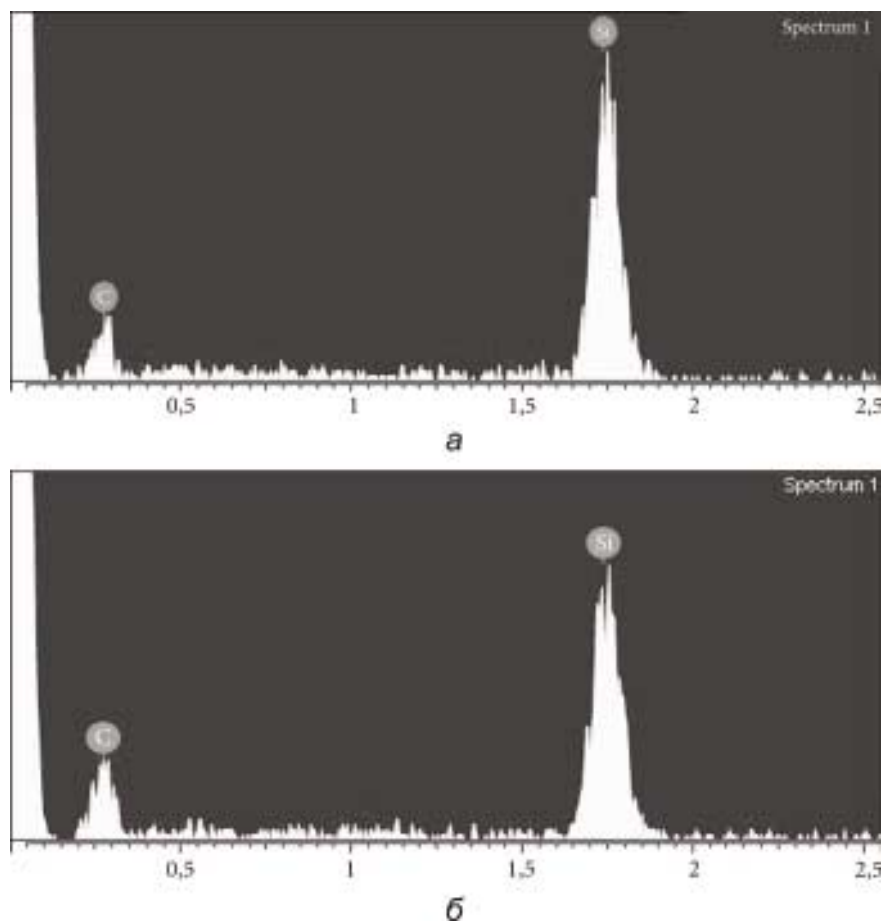


Рис. 4. Рентгеновский спектр для области выступа 5 меры, подвергшейся электронному облучению (а), и выступа 8 меры, находящейся вне зоны электронного облучения (б)

не попадает. Это объясняет существенное увеличение шага для выступов 8, 9 с увеличением дозы облучения (рис. 2).

Источником контаминационной пленки в РЭМ служат различные молекулы углеводородов типа $C_n H_{2n+2}$ [1]. Под действием электронного облучения отдельные органические молекулы, локализованные на поверхности образца, приобретают свободные связи, способные соединять

соседние молекулы в конгломераты и, таким образом, формировать пленку на ее поверхности. В [2] приведены основные источники органических молекул:

адсорбированные слои углеводов на самом образце, возникающие при нахождении образца в атмосферных условиях;

молекулы углеводов, входящие в состав остаточной атмосферы камеры образцов, источником которых может быть вакуумное масло из насосов откачки (например, диффузионного насоса).

При наличии условно «безмасляного» вакуума, обеспечивающегося в наших условиях турбомолекулярным насосом, темп контаминации определяется поверхностной диффузией углеводородных молекул, а область облучения играет роль их стока.

В случае прерывания электронного облучения наблюдается диффузия углеводородных молекул к области, где происходит облучение, в результате чего их концентрация в данной области возрастает.

При непрерывном облучении диффундирующие по поверхности углеводородные молекулы не успевают дойти до облучаемых выступов, их электронно-стимулированная фиксация на поверхности проходит в поле медленных вторичных электронов, рождаемых обратноотраженными электронами, рассеянными в радиусе порядка 3 мкм от области облучения. Это может объяснить более крутую дозовую зависимость для выступа 8 по сравнению с выступами 5, 6 (рис. 1), что также подтверждается данными рентгеновского микроанализа.

При прерывистом режиме паузы в облучении (2 и 30 мин), вероятно, превышают характерные времена диффузии, необходимые для выравнивания поверхностных концентраций углеводов в области облучения и вне ее. Закономерность изменения ширины верхнего основания выступа 9 структуры III–III (рис. 1) практически совпадает с таковой для выступов 9 и 10 структуры II–II (рис. 3). Это очевидно, если принять во внимание, что обратнорассеянные электроны, возникающие при облучении выступов 5, 6, не доходят до выступа 9, а изменения геометрических параметров выступа 9 структуры III–III обусловлены облучением при получении РЭМ-изображений (7 РЭМ-изображений, полученных с интервалом примерно 30 мин).

По совокупности проведенных измерений констатируем, что дозовые зависимости ширины верхнего основания и проекции боковой стенки выступов меры, обусловленные контаминацией в РЭМ, существенно зависят от характера набора дозы электронного облучения. Изменения указанных параметров в расчете на единицу дозы облучения более чем на порядок выше для прерывистого характера облучения, чем для квазинепре-

рывного. Поэтому оценки влияния контаминации, выполненные на основе непрерывного облучения меры, как это сделано в [5], могут дать завышенные значения допустимого количества измерений в одной области.

Таким образом, область контаминации углеводородного загрязнения образца под действием электронного облучения распространяется на большую площадь, чем зона облучения. Контаминация рельефной меры нанометрового диапазона МШПС-2.0К в результате ее длительной эксплуатации в РЭМ способна привести к изменению профиля ее рельефных элементов, при этом наиболее сильно, на величину до 20 нм, меняется ширина верхнего основания выступов меры. Также она может увеличиться более чем на порядок в случае наличия пауз в облучении.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации с использованием оборудования ЦКП НИЦПВ в рамках Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007 – 2013 годы» (контракт № 16.552.11.7038).

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. **Жданов Г. С.** О скорости углеводородного загрязнения объектов в микронных системах // Поверхность. 1983. № 1. С. 65 – 72.
2. **Postek M. T.** An approach to the reduction of hydrocarbon contamination in the scanning electron microscope // Scanning. 1996. V. 18. N 4. P. 269 – 274.
3. **ГОСТ Р 8.636–2007.** ГСИ. Микроскопы электронные растровые. Методика калибровки.
4. **ГОСТ Р 8.631–2007.** ГСИ. Микроскопы электронные растровые измерительные. Методика поверки.
5. **Tortonesi M., Guan Y., Prochazka J.** NIST-traceable calibration of CD-SEM magnification using a 100 nm pitch standard // Proc. SPIE. 2003. V. 5038. P. 711 – 718.
6. **Новиков Ю. А. и др.** Линейная мера микрометрового и нанометрового диапазонов для растровой электронной и атомно-силовой микроскопии // Труды ИОФАН. 2006. Т. 62. С. 36 – 76.
7. **Капая К., Okayama S.** Penetration and energy-loss theory of electrons in solid targets // J. Phys. D. 1972. V. 5, N 1. P. 43 – 58.
8. **Novikov Yu. A. et al.** Method for linear measurements in the nanometre range // Meas. Sci. Tech. 2008. V. 18. N 2. P. 367 – 374.
9. **Silvis-Cividjan N., Hagen C.W., Kruit P.** Spatial resolution limits in electron-beam-induced deposition // J. Appl. Phys. 2005. V. 98. P. 084905-1 – 084905-12.

Дата принятия 05.07.2012 г.