ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ МИКРО- И НАНОЭЛЕКТРОНИКИ

УДК 621.382

НАНОРАЗМЕРНОЕ ПРОФИЛИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНИЯ МЕТОДОМ ЛОКАЛЬНОГО АНОДНОГО ОКИСЛЕНИЯ

© 2019 г. В. В. Полякова^{1, *}, И. Н. Коц¹, В. А. Смирнов¹, О. А. Агеев²

¹Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Южный федеральный университет", Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения, кафедра нанотехнологий и микросистемной техники, Россия, 347922, Таганрог, ул. Шевченко, 2, ЮФУ ²Научно-образовательный Центр "Нанотехнологии" Южного федерального университета, Россия, 347928, Таганрог, ул. Шевченко, 2

**E-mail: vpolyakova@sfedu.ru* Поступила в редакцию 15.10.2018 г.

Представлены результаты исследований режимов наноразмерного профилирования поверхности подложки кремния КЭФ – 5 (111) методом локального анодного окисления. Показано, что изменение амплитуды импульсов приложенного напряжения от 5 до 12.5 В и влажности от 30 ± 1 до $70 \pm 1\%$ при локальном анодном окислении позволяет формировать на поверхности подложки кремния оксидные структуры высотой от 0.5 ± 0.3 до 2.1 ± 0.1 нм и профилированные структуры глубиной от 0.4 ± 0.3 до 1.5 ± 0.2 нм. Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологических процессов изготовления элементной базы наноэлектроники на основе кремния с использованием зондовых нанотехнологий.

DOI: 10.1134/S054412691902008X

ВВЕДЕНИЕ

Одной из основных проблем при изготовлении элементов наноэлектроники является необходимость совершенствования методов литографии, которые должны обеспечивать точность и воспроизводимость изготовления наноразмерных структур [1–5].

Одним из перспективных методов литографии является локальное анодное окисление (ЛАО). которое обеспечивает высокое пространственное разрешение и воспроизводимость, а также возможность прямой модификации поверхности подложки без дополнительных операций, характерных для фотолитографии [6]. Метод ЛАО позволяет формировать оксидные наноразмерные структуры (ОНС) на поверхности различных материалов, которые могут быть применены при разработке и создании элементов микро- и наноэлектроники, элементов резистивной памяти на основе мемристорных структур, литографических масок, а также каталитических центров для выращивания нитевидных наноструктур [7–12]. Кроме того, сочетание метода ЛАО и жидкостного травления позволяет осуществлять профилирование поверхности подложек для формирования структур микро и наноэлектроники, которые могут быть использованы для создания нанопроводов, сенсорных датчиков и транзисторов [8–13].

Однако, несмотря на достаточно большое количество научных публикации по данной проблеме [3–14], закономерности влияния технологических режимов локального анодного окисления на геометрические параметры профилированных наноразмерных структур (ПНС) на поверхности кремния остаются недостаточно изученным.

Целью данной работы является проведение исследований режимов и определение закономерностей наноразмерного профилирования поверхности кремния методом локального анодного окисления.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Для проведения экспериментальных исследований режимов наноразмероного профилирования поверхности кремния была реализована методика представленная в [15].

При проведении исследований использовались подложки кремния $K \ni \Phi 5$ (111), которые проходили очистку в ацетоне и изопропиловом спирте при температуре 70°С, в течение 10 мин, а также обработки в водном растворе HF (10%) в течение 30 с. Затем, с использованием зондовой нанолаборатории (ЗНЛ) Ntegra (НТ-МДТ, Россия) проводилась нанолитография методом ЛАО поверхности кремния в контактном режиме атомно силовой микроскопии (АСМ) кантилеверами марки NSG 10 с проводящим покрытием из Pt, при следующих параметрах: амплитуда импульсов напряжения изменялась от 5 до 12.5 В,



Рис. 1. АСМ-изображения поверхности: *а* – после формирования ОНС методом ЛАО; *б* – после формирования ПНС; *в* – профилограммы вдоль линий на *а* и *б*.

длительность импульсов напряжения составляла 100 мс, частота колебаний зонда 0.03 Гц, ток цепи обратной связи (в программе управления ЗНЛ параметр Set Point) 0.3 нА. Относительная влажности воздуха при ЛАО контролировалась с использованием измерителя влажности Oregon Scientific ETHG913R и изменялась от 30 ± 1 до $70 \pm 1\%$. В результате на поверхности подложки кремния формировались матрицы из 49 оксидных наноразмерных структур (рис. 1*a*).

Для исследования режимов профилирования кремния по разработанной методике [15], полученные методом ЛАО ОНС удалялись методом жидкостного травления в водном растворе HF (1:3) при комнатной температуре. В результате на поверхности кремния формировались профилированные наноразмерные структуры (рис. 16). Профилограмма полученных структур до и после травления в растворе HF представлена на рис. 1*в*.

МИКРОЭЛЕКТРОНИКА том 48 № 2 2019

Исследование морфологии поверхности структур проводилось методом атомно-силовой микроскопии в контактном режиме с использованием кантилеверов NSG 10. Обработка ACM-изображений, включая деконволюцию и статистическую обработку, проводилась с использованием программного пакета Image Analysis 3.5 по разработанной методике [15].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

По результатам обработки ACM изображений получены зависимости геометрических параметров OHC (высоты и диаметра) и ПНС (глубины и диаметра), от амплитуды импульсов напряжения и относительной влажности (рис. 2, 3).

Геометрические параметры сформированных структур определялись по ACM-профилограмме, по точкам, находящимся на 5% выше усредненного уровня поверхности подложки.



Рис. 2. Зависимости геометрических параметров наноструктур от амплитуды напряжения при ЛАО, при различной относительной влажности (1, $I' - 30 \pm 1\%$; 2, $2' - 50 \pm 1\%$; 3, $3' - 70 \pm 1\%$): a – высоты ОНС (1–3) и глубины ПНС (I'–3'); δ – диаметров ОНС (1–3) и ПНС (I'–3').

Анализ рис. 2 показал, что увеличение амплитуды импульсов напряжения от 5 до 12.5 В приводит к линейному увеличению геометрических размеров ОНС и ПНС, что можно объяснить увеличением плотности потока ионов кислорода к реакционной области при увеличении напряженности электрического поля в зазоре зонд—подложка [16].



Рис. 3. Зависимости геометрических параметров наноструктур от относительной влажности при различной амплитуде напряжения (*1*, *I*' – 10 B; *2*, *2*' – 12.5 B): *a* – высота ОНС и глубина ПНС; *б* – диаметры ОНС и ПНС.

МИКРОЭЛЕКТРОНИКА том 48 № 2 2019



Рис. 4. Зависимость отношений высоты ОНС/глубина ПНС и диаметр ОНС/ диаметр ПНС от: *a* – амплитуды импульсов напряжения при относительной влажности 70%; *б* – различной относительной влажности при амплитуде импульсов 15 В.

На рис. 3 представлены зависимости геометрических параметров ОНС и ПНС, полученных при напряжении 10 и 12.5 В при различной относительной влажности. Увеличение уровня относительной влажности приводит к увеличению геометрических размеров ОНС и ПНС, что объясняется увеличением концентрации окислителя.

На рис. 4, представлены зависимости отношений геометрических параметров ОНС и ПНС кремния от амплитуды напряжения и относительной влажности при проведении ЛАО, из анализа которых следует, что отношения $h_{OHC}/h_{\Pi HC}$ составляют 1.37 ± 0.2 (рис. 4*a*) и 1.59 ± 0.2 (рис. 4*б*) и практически не зависят от амплитуды импульсов приложенного напряжения и влажности.

Учитывая, что в процессе ЛАО формирование оксида происходит за счет потребления материала подложки, используя закон сохранения масс можно оценить плотность оксидного материала, получаемого методом ЛАО [15]. Анализ показал, что для полученных отношений $h_{\rm OHC}/h_{\rm IHC}$ значе-

ния плотности оксидного материала составляют в среднем 2.2 г/см³ что согласуется с плотностью диоксида кремния [17].

Полученные зависимости (рис. 4) показывают соответствие и хорошую корреляцию геометрических параметров ОНС и ПНС, что позволяет, задавая параметры ОНС, контролировать параметры ПНС. Ранее в [15] были представлены аналогичные зависимости для подложек кремния, кристаллографической ориентации (100), использование которых позволяет произвести сравнение полученных результатов (табл. 1).

Анализ результатов, представленных в табл. 1 показал, что кристаллографическая ориентация подложки влияет на размеры и формы получаемых методом ЛАО наноразмерных структур, что соответствует известным моделям термического окисления кремния и может быть связано с различными значениями коэффициента диффузии окислителя [18].

| Параметр | Ориентация Si | Влажность | | |
|----------------------------|---------------|-----------|------|------|
| | | 30% | 50% | 70% |
| $h_{\rm ohc}/h_{\rm IIHC}$ | 100 | 1 | 1.12 | 1.31 |
| | 111 | 1.6 | 1.7 | 1.49 |
| $d_{\rm ohc}/d_{\rm nhc}$ | 100 | 1.21 | 1.9 | 0.95 |
| | 111 | 0.85 | 0.9 | 1 |
| ρ, г/см ³ | 100 | 2.32 | | |
| | 111 | 2.2 | | |

Таблица 1. Параметры наноразмерных структур на подложках кремния различной кристаллографической ориентации

Полученные результаты позволяют реализовывать профилирование поверхности подложки и эпитаксиальных слоев кремния с наноразмерной точностью и могут быть востребованы при разработке, газовых сенсоров, элементов микро и наноэлекроники, а также перспективных приборов МЭМС и НЭМС.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведения исследований были изучены закономерности наноразмерного профилировании поверхности кремния ориентации (111) на основе метода локального анодного окисления. Установлено, что увеличение амплитуды импульсов приложенного напряжения во время ЛАО приводит к увеличению высоты и диаметра ОНС, а также увеличению глубины и диаметра ПНС на поверхности кремния.

Показано, что увеличение относительной влажности при ЛАО, приводит к увеличению высоты, глубины и диаметра сформированных оксидных и профилированных наноразмерных структур кремния.

Оценочные оценки показали, что плотность оксидного материала, образовавшегося в процессе ЛАО поверхности кремния, хорошо коррелирует с плотностью диоксида кремния. Таким образом, показано, что локальное анодное окисление является перспективным методом нанолитографии, использование которого позволяет проводить профилирование поверхности кремния в нанометровом масштабе. Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологических процессов формирования перспективных элементов наноэлектроники и наносистемной техники с использованием методов зондовой нанолитографии.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований (проект № 18-29-11019мк) и внутреннего гранта Южного Федерального Университета (проекты: № ВнГр-07-/2017-26 и № ВнГр-07/2017-02) с использованием оборудования Научно-образовательного центра и Центра коллективного пользования "Нанотехнологии" Южного федерального университета.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. *Неволин В.К.* Зондовые нанотехнологии в электронике. Москва: Техносфера, 2014. С. 176.
- 2. Baker Mohammad, Maguy Abi Jaoude, Vikas Kumar, Dirar Mohammad Al Homouz, Heba Abu Nahla, Mahmoud Al-Qutayri and Nicolas Christoforou. State of the art of metal oxide memristor devices // Nanotechnol Rev 2015. V. 3. № 5. P. 301–309.
- 3. Avilov V.I., Ageev O.A., Kolomiitsev A.S., Konoplev B.G., Smirnov V.A. The formation and study of the memristors matrix based on titanium oxide by using probe nanotechnologies methods // Semiconductors. 2014. V. 48. № 13. P. 1757–1762.
- Avilov V.I., Ageev O.A., Smirnov V.A., Solodovnik M.S., Tsukanova O.G. Studying the Modes of Nanodimensional Surface Profiling of Gallium Arsenide Epitaxial Structures by Local Anodic Oxidation // Nanotechnologies in Russia. 2015. V. 10. № 3–4. P. 214–219.
- Miakonkikh Andrey V., Tatarintsev Andrey A., Rogozhin Alexander E., Rudenko Konstantin V. // Technology for fabrication of sub-20 nm Silicon planar nanowires array Moscow, Russia, The International Conference on Micro- and Nano-Electronics 2016. P. 136.
- 6. *Chung T.H., Liao W.H., Lin S.Y.* The fabrication of nanomesas and nanometal contacts by using atomic force microscopy lithography // J. of Applied Physics 2010. № 108. P. 298–300.
- Zheng J. Chew, Lijie Li A discrete memristor made of ZnO nanowires synthesized on printed circuit board // Materials Letters, 2013. V. 91. P. 298–300.
- Ghenzi N., Rubi D., Mangano E., Gimenez G., Lell J., Zelcer A., Stoliar P., Levy P. Building memristive and radiation hardness TiO₂-based junctions // Thin Solid Films, 2014. V. 550. P. 683–688.
- Gemma Rius, Matteo Lorenzoni, Soichiro Matsui I, Masaki Tanemura I, Francesc Perez-Murano. Boosting the local anodic oxidation of silicon through carbon nanofiber atomic force microscopy probes // Beilstein J. Nanotechnol. 2015. № 6. P. 215–222.
- 10. Aung K. Soea, Saeid Nahavandia, Khashayar Khoshmanesh Neuroscience goes on a chip // Published in

Biosensors & Bioelectronics Article. 2012. V. 1. № 35. P. 1–13.

- 11. *Athanasios T.* Giannitsis, Microfabrication of biomedical lab-on-chip devices // Estonian J. Engineering 2011. № 17. P. 109–139.
- 12. *Radmila Panajotović*. Cleaning silicon and goldcoated substrates for SPM measurements // European network on applications of Atomic Force Microscopy to Nano Medicine and Life Sciences. 2013. www.afm4nanomedbio.eu.
- 13. Avilov V.I., Ageev O.A., Blinov Yu.F., Konoplev B.G., Polyakov V.V., Smirnov V.A., Tsukanova O.G. Simulation of the Formation of Nanosize Oxide Structures by Local Anode Oxidation of the Metal Surface // Technical Physics. 2015. V. 60. № 5. P. 717–723.
- 14. Ageev O.A., Smirnov V.A., Solodovnik M.S., Rukomoikin A.V., Avilov V.I. A study of the formation modes of

nanosized oxide structures of gallium arsenide by local anodic oxidation // Semiconductors. 2012. V. 46. N^{0} 94. P. 1616–1621.

- 15. *Polyakova V.V., Smirnov V.A., Ageev O.A.* Study of Nanoscale Profiling Modes of a Silicon Surface via Local Anodic Oxidation // Nanotechnologies in Russia. 2018. V. 13. № 1–2. P. 84–89.
- Шевяков В.И., Локальное зондовое окисление. Основные проблемы // Известия ЮФУ. Технические науки. 2011. Т. 117. № 4. С. 35–39.
- Волков А.И., Жарский И.М. Большой химический справочник // Минск: Современная школа, 2005. С. 139.
- Александров О.В., Дусь А.И. Модель термического окисления кремния с релаксацией коэффициента диффузии // Известия высших учебных заведений. Электроника. 2009. Т. 78. № 4. С. 9–18.