____ ПЛАЗМЕННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

УДК 621.382.2/.3

НАНОРАЗМЕРНАЯ МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНИЯ МЕТОДОМ ФОКУСИРОВАННЫХ ИОННЫХ ПУЧКОВ

© 2022 г. И. Н. Коц^а, В. В. Полякова^а, Ю. В. Морозова^{а, *}, А. С. Коломийцев^а, В. С. Климин^а, О. А. Агеев^а

^а Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения, Южный федеральный университет, ул. Шевченко, 2, Таганрог, 347928 Россия *E-mail: ulamrzy@gmail.com
Поступила в редакцию 11.11.2021 г.
После доработки 10.01.2022 г.
Принята к публикации 11.01.2022 г.

В работе представлены результаты экспериментальных исследований режимов формирования наноразмерных структур на поверхности подложки кремния методом фокусированных ионных пучков. Определены закономерности влияния тока ионного пучка, ускоряющего напряжения и дозы облучения на морфологию поверхности наноразмерных структур. Определены режимы, при которых проявляются эффекты имплантационного свеллинга (высота структур до 3 нм) и травления (глубина структур до 8 нм). Средняя шероховатость получаемых структур варьировалась от 0.13 до 0.24 нм. Результаты могут быть использованы при разработке технологии изготовления приборных структур наноэлектроники и нанофотоники.

DOI: 10.31857/S0544126922030073

1. ВВЕДЕНИЕ

В связи с тенденцией к уменьшению латеральных размеров элементов наноэлектроники и нанофотоники повышается актуальность освоения новых методов локальной модификации поверхности подложек и структур с наноразмерным разрешением. Одним из перспективных методов формирования наноразмерных структур является использование фокусированных ионных пучков (ФИП), который применяется для безмасочного травления, осаждения, а также модификации поверхности при формировании наноразмерных структур в технологии микро и наноэлектроники [1–9]. Метод основан на взаимодействии ускоренных ионов с поверхностью подложки, в результате которого на поверхности и в приповерхностном слое происходят различные процессы: ионная имплантация, формирование нарушенного слоя, распыление материала и т.д. Минимальный диаметр ионного пучка в методе ФИП может достигать 7 нм, что открывает широкие возможности для использования его для формирования наноразмерных структур элементов наноэлектроники и нанофотоники. В работах [2, 10-14] представлены результаты исследований закономерностей процессов наноразмерной модификации поверхности подложки при воздействии фокусированным ионным пучком, однако области малых токов и ускоряющих напряжений применяемые при формировании структур масштаба единиц нанометров, используемых в современных приборных структурах наноэлектроники, остаются слабо изученными. Целью работы является исследование закономерностей влияния режимов ФИП для обеспечения наноразмерной модификации поверхности подложки кремния. Для этого были проведены экспериментальные исследования влияния тока ионного пучка, ускоряющего напряжения и дозы на морфологию структур, сформированных в приповерхностной области поверхности кремния.

2. МЕТОЛИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Экспериментальные исследования проводились с использованием растрового электронного микроскопа (РЭМ) Nova NanoLab 600 с ионной колонной (FEI. Нидерланды). Использовались подложки кремния КДБ-0.001 (100), после предварительной химической очистки в ацетоне и изопропиловом спирте при температуре 70° С в течение 10 мин и выдержки в водном растворе НГ (10%) в течение 30 с. Для формирования структур размером 5×5 мкм. с помощью встроенных средств программы управления РЭМ был сформирован шаблон, по которому проводилась обработка поверхности подложек фокусированным ионным пучком. Расчет дозы при точечном воздействии ионного пучка с учетом неравномерности воздействия приведен в работе [15]. В нашем случае перекрытие воздействия ион-

Таблица 1. Режимы экспериментальных исследований

Ускоряющее напряжение, кэВ	Ток ионного пучка, пА	Количество проходов, шт.	Диаметр ионного пучка, нм	Доза, пКл/мкм ²
10	0.3	120	13	1
		675	13	6
		2245	13	20
	3	30	20	1
		180	20	6
		590	20	20
	16	14	29.7	1
		80	29.7	6
		265	29.7	20
20		18	8.4	1
	0.7	108	8.4	6
		358	8.4	20
	4	9	12.5	1
		51	12.5	6
		169	12.5	20
	23	4	19.3	1
		21	19.3	6
		69	19.3	20
30		6	7	1
	1	31	7	6
		125	7	20
	10	3	12	1
		16	12	6
		52	12	20
	30	2	16	1
		9	16	6
		30	16	20

ного пучка (overlap) составляло 50%, время воздействия в точке составляло 1 мкс. Это позволяет при оценке дозы облучения использовать соотношение:

$$D = \frac{It}{S},\tag{1}$$

$$t = dtNn, (2)$$

$$N = \frac{S}{S_{heam}} \frac{\pi}{4},\tag{3}$$

где D — доза (нKл/м κ м²), I — ток ионного пучка (HA), t — общее время воздействия ионного пучка по шаблону (c), S — площадь шаблона (мкм 2), dt время воздействия ионного пучка в точке (c), Nколичество точек в шаблоне, n — количество проходов ионного пучка по шаблону, $S_{\it beam}$ — площадь пучка (мкм²), $\frac{\pi}{4}$ — коэффициент, учитывающий плотность заполнения воздействий ионного пучка в шаблоне.

При проведении экспериментальных исследований проводился подбор режимов ФИП для обеспечения одинаковой дозы, включая минимальную, с учетом особенностей программы управления РЭМ, согласно которым для разных ускоряющих напряжений, из-за разных апертур, невозможно задать одинаковый ток ионного пучка. В табл. 1 представлены режимы, при которых проводились экспериментальные исследования.

Исследование морфологии полученных структур проводилось методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) на зондовой нанолаборатории Ntegra Vita (ЗАО "НТ-МДТ", Россия). На рис. 1 представлены типичные АСМ сканы, по которым были проведены измерения глубины и средней шероховатости внутренней области сформированных структур.

Глубина структуры определялась как разность между средними значениями высот в центре сформированной структуры и поверхности вне структу-

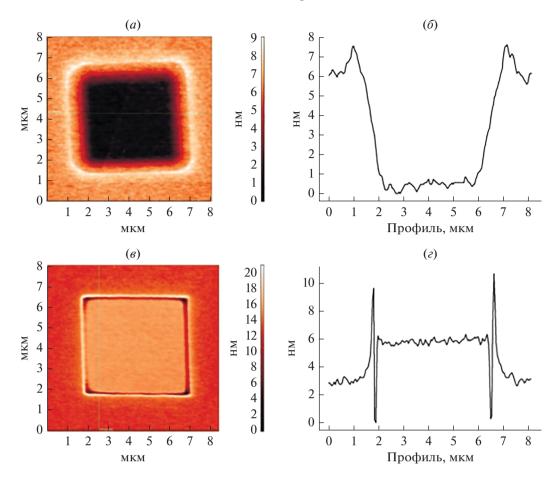


Рис. 1. АСМ-сканы структур, сформированных методом фокусированных ионных пучков на поверхности подложки Si при ускоряющем напряжении 10 kB и токе ионного пучка: 3 пA: (a, δ) и 0.3 пA (e, ϵ) : (a, e) АСМ-изображения; (δ, ϵ) профилограммы.

ры, которые определялись по гистограммам. Средняя шероховатость измерялась встроенными средствами программы управления ACM во внутренней области структур на площади 4×4 мкм².

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Анализ показал, что при малых дозах и токах ионного пучка увеличивается объем обработанной ионным пучком приповерхностной области (рис. 1a, ϵ), что можно объяснить эффектом радиационного порообразования (имплантационный свеллинг), при котором ионы внедряются в приповерхностный слой, но их энергии недостаточно для распыления атомов подложки. При этом происходит нарушение кристаллической структуры приповерхностного слоя, аморфизация и увеличивается его объем [13].

На рис. 2 представлены зависимости глубины и средней шероховатости полученных структур от тока ионного пучка при различных дозах. Положительные значения глубины структур при малых токах ионного пучка и дозах воздействия позволяют

определить режимы ФИП, при которых реализуется имплантационный свеллинг. Эти режимы соответствуют относительно высоким значениям средней шероховатости, что связано с высокой пористостью поверхности формируемых структур.

Анализ зависимости глубины полученных структур при 10 кэB (рис. 2a), показывает, что при токе ионного пучка 0.3 пА происходит имплантационный свеллинг. При дальнейшем увеличении тока ионного пучка увеличивается энергия ионов, начинает преобладать процесс удаления материала, при этом глубина структур увеличивается. Средняя шероховатость (рис. 26) при небольшом увеличении тока ионного пучка уменьшается, что объясняется увеличением плотности потока воздействующих на поверхность ионов и скорости удаления материала. При дальнейшем увеличении тока ионного пучка шероховатость незначительно увеличивается, что связано с перекрытием областей воздействия ионного пучка и его уширением из-за кулоновского взаимодействия.

При увеличении ускоряющего напряжения до 20 кэВ (рис. 2*в*), характер зависимостей не изме-

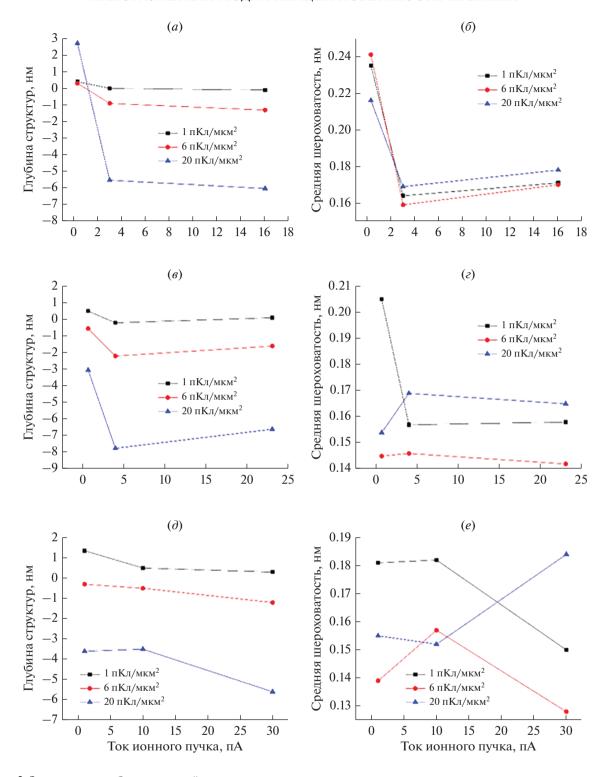


Рис. 2. Зависимости глубины и средней шероховатости полученных структур от тока ионного пучка при различных дозах и ускоряющих напряжениях: (a, δ) 10 кэB, (a, ϵ) 20 кэB, (d, e) 30 кэB.

няется. Можно отметить снижение имплантационного свеллинга, что, связано с увеличением энергии ионов и коэффициента распыления. Средняя шероховатость (рис. 2г) при 20 кэВ и дозе воздействия 1 пКл/мкм² при увеличении тока ионного

пучка уменьшается и переходит в насыщение, что вероятно, вызвано влиянием имплантационного свеллинга и недостаточным количеством ионов для стравливания неравномерностей исходного рельефа поверхности. При дозе воздействия 6 пКл/мкм²

и малых токах шероховатость снижается, и с увеличением тока ионного пучка зависимость входит в насыщение, поскольку при малых токах энергии ионов достаточно, чтобы убрать исходный рельеф, а при больших токах еще не происходит серьезного разрушения поверхности. При дозе воздействия 20 пКл/мкм² и токе 0.7 пА происходит выравнивание исходного рельефа поверхности, а при увеличении тока ионного пучка происходит рост шероховатости, связанный с неравномерностью распределения ионного пучка.

При увеличении ускоряющего напряжения до 30 кэВ (рис. 2∂) при дозе 1 пКл/мкм² проявляется имплантационный свеллинг во всем диапазоне используемых токов ионного луча. При увеличении дозы воздействия и тока ионного пучка увеличивается глубина структур, что объясняется увеличением количества и энергии ионов. Средняя шероховатость при ускоряющем напряжении 30 кэВ (рис. 2е) и дозе 1 пКл/мкм² ниже, чем при ускоряющих напряжениях и при увеличении тока ионного пучка уменьшается. При этом развитый рельеф определяется эффектом имплантационного свеллинга, который ослабевает по мере увеличения тока до 30 пА. При дозах 6 и 20 пКл/мкм² имплантационный свеллинг отсутствует, при малом токе поверхность имеет низкую среднюю шероховатость за счет стравливания исходного рельефа. Характер зависимостей при увеличении тока является достаточно сглаженным, вероятно из-за комплексного влияния перекрытия областей ионного воздействия и уширения ширины ионного пучка из-за кулоновского взаимодействия.

На рис. 3 представлены зависимости глубины сформированных структур и средней шероховатости от ускоряющего напряжения. На рис. 3а характер зависимости для дозы воздействия ионного пучка 1 пКл/мкм² отражает наличие имплантационного свеллинга – наблюдается увеличение высоты структур при увеличении ускоряющего напряжения. При этом ток ионного пучка был минимально возможным для каждого ускоряющего напряжения исходя из апертур, установленных в РЭМ Nova NanoLab 600 (табл. 1). При увеличении дозы начинает преобладать распыление материала. Для дозы 20 пКл/мкм² при токе 0.3 пА и ускоряющем напряжении 10 кэВ наблюдается имплантационный свеллинг, при увеличении ускоряющего напряжения энергия плотность потока ионов повышается, за счет этого начинает преобладать процесс распыления материала. Зависимость средней шероховатости (рис. 36) при дозе 1 пКл/мкм² монотонно убывает, что может быть объяснено стравливанием исходного рельефа. При 30 кэВ ток ионного пучка составляет 1 пА (табл. 1), что соответствует снижению количества ионов и скорости травления. При увеличении дозы зависимости средней шероховатости убывают быстрее и переходят в насыщение из-за равномерного травления.

При увеличении токов ионного пучка до средних значений (табл. 1, рис. 3e) глубина получаемых структур сначала уменьшается, а затем растет, что можно объяснить влиянием имплантационного свеллинга при малом ускоряющем напряжении, аналогично минимальному току ионного пучка (рис. 3а). При ускоряющем напряжении 30 кэВ глубина структур начинает уменьшаться, за счет внедрения большего количества ионов в приповерхностный слой и, как следствие, уменьшение скорости травления. Средняя шероховатость (рис. 3г) при малых дозах сначала уменьшается, а затем увеличивается, что связано со стравливанием рельефа поверхности и последующим влиянием неравномерности воздействия ионного пучка. При дозе 20 пКл/мкм² шероховатость при увеличении ускоряющего напряжения сначала не меняется, а затем уменьшается, что связано с увеличением количества внедренных ионов и уменьшением скорости травления.

При увеличении токов ионного пучка до максимальных значений, взятых для исследования (табл. 1), при дозе 1 пКл/мкм² наблюдается имплантационный свеллинг (рис. 3∂). При увеличении дозы воздействия глубина структур сначала уменьшается, что может быть объяснено увеличением энергии ионов и как следствие увеличением количества выбиваемых атомов одним ионом, а затем увеличивается, из-за активного внедрения ионов галлия в приповерхностный слой кремния. Средняя шероховатость для малых доз уменьшается вероятно из-за малой глубины травления, связанной с увеличением энергии ионов и выравнивания рельефа. Для дозы 20 пКл/мкм² шероховатость сначала уменьшается из-за стравливания рельефа, а затем начинает расти ввиду большого тока и неравномерности воздействия ионного пучка по поверхности.

На рис. 4 представлены зависимости глубины сформированных структур и средней шероховатости от дозы ионного воздействия. Зависимость при ускоряющем напряжении 10 кэВ (рис. 4а), токе ионного пучка 0.3 пА отражает увеличение высоты структур за счет имплантационного свеллинга при увеличении дозы. При увеличении тока энергия ионов увеличивается, процесс распыления начинает преобладать, и глубина формируемых структур увеличивается. Средняя шероховатость (рис. 46) при токе 0.3 пA и малой дозе сначала увеличивается, что можно объяснить имплантационным свеллингом аналогично рис. 36, а при увеличении дозы уменьшается из-за стравливания рельефа. При увеличении тока ионного пучка общее значение шероховатости становится меньше, при этом зависимости сначала уменьшаются из-за

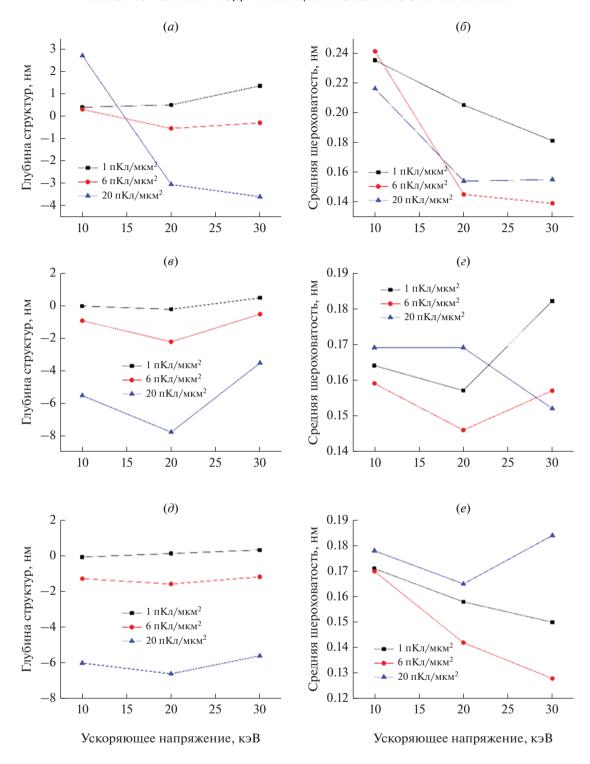


Рис. 3. Зависимость глубины и средней шероховатости формируемых структур от ускоряющего напряжения: (a, δ) при минимальных токах для ускоряющих напряжений 10, 20, 30 кэ $B, (\beta, e)$ при средних токах для ускоряющих напряжений 10, 20, 30 кэ $B, (\partial, e)$ при максимальных токах для ускоряющих напряжений 10, 20, 30 кэB.

стравливания рельефа, а затем увеличиваются из-за неравномерного воздействия ионного пучка.

При ускоряющем напряжении 20 кэB (рис. 4ϵ) при токе ионного пучка 0.7 пA имплантационный

свеллинг проявляется в меньшей степени, нежели при 0.3 пА и 10 кэВ, что объясняется увеличением энергии ионов, при этом начинает преобладать травление. При увеличении тока ионного пучка глубина формируемых структур увеличивает-

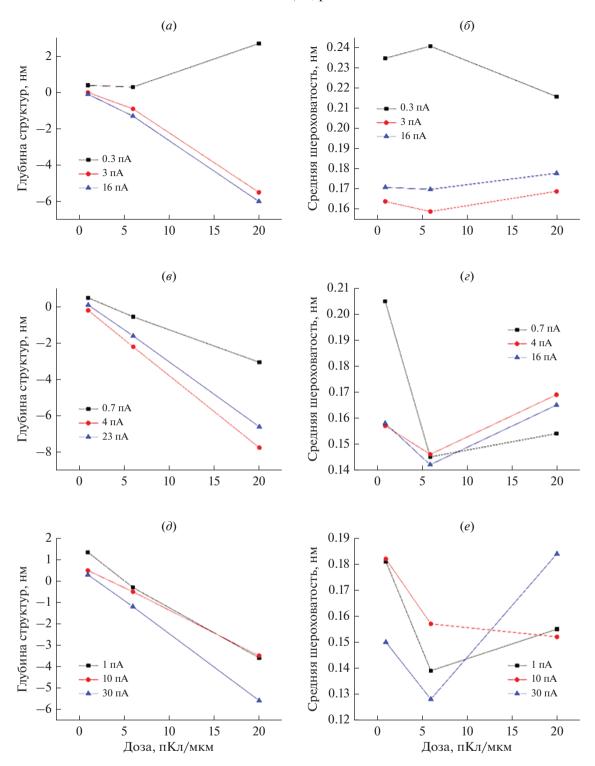


Рис. 4. Зависимости глубины структур и средней шероховатости от дозы облучения ионным пучком при различных токах ионного пучка для ускоряющих напряжений: (a, δ) 10 кэB, (θ, ϵ) 20 кэB, (∂, e) 30 кэB.

ся аналогично зависимостям для 10 кэВ (рис. 4*a*). Средняя шероховатость (рис. 4*e*) на всех зависимостях сначала уменьшается из-за стравливания рельефа, а затем растет из-за неравномерности воздействия ионного пучка.

При ускоряющем напряжении 30 кэВ (рис. 4∂), дозе ионного пучка 1 пКл/мкм 2 и всех токах ионного пучка начинается имплантационный свеллинг. При увеличении тока этот эффект уменьшается за счет увеличения плотности потока ионов. При

увеличении дозы глубина получаемых структур монотонно увеличивается. Средняя шероховатость (рис. 4e), поначалу имеет тенденцию к уменьшению, а при дальнейшем увеличении дозы увеличивается аналогично структурам, сформированным при 10 и 20 кэB (рис. 4δ , e).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведенной работы показана возможность формирования структур с глубиной порядка единиц нанометров с низкой шероховатостью. Определены закономерности влияния дозы имплантации, тока и ускоряющего напряжения ионного пучка на морфологию поверхности Si. Исследованы пограничные режимы перехода от имплантационного свеллинга к травлению. Ввиду перекрытия областей травления ФИП и уширения ионного пучка из-за увеличения плотности потока ионов при больших дозах наблюдается увеличение шероховатости. Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологии изготовления приборных структур наноэлектроники и нанофотоники.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ, грант № 20-69-46076.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Лучинин В.В. Нанотехнологии: физика, процессы, диагностика, приборы. М: Физматлит. 2006. 552 с.
- Нанотехнологии в микроэлектронике // Под ред. Агеева О.А., Коноплёва Б.Г. М.: Наука, 2019. 511 с. ISBN 978-5-02-040201-0
- 3. *Комаров Ф.Ф., Новиков А.П., Ширяев С.Ю.* Дефекты структуры в ионно-имплантированном кремнии. Минск: Университетское, 1990. 320 с.
- Salvati E., Brandt L.R., Papadaki C., Zhang H., Mousavi S.M., Wermeille D., Korsunsky A.M. Nanoscale structural damage due to focused ion beam milling of silicon with Ga ions. // Mater. Lett. 2018. V. 213, P. 346–349.
- Lunt A.J.G., Korsunsky A.M. A review of micro-scale focused ion beam milling and digital image correlation analysis for residual stress evaluation and error estimation // Surf. Coat. Technol. 2015. V. 283. P. 373–388.

- 6. Wang Y.-C., Xie D.-G., Ning X.-H., Shan Z.-W. Thermal treatment-induced ductile-tobrittle transition of submicron-sized si pillars fabricated by focused ion beam // Appl. Phys. Lett. 2015. V. 106. № 8. 081905.
- Korsunsky A.M., Guénolé J., Salvati E., Sui T., Mousavi M., Prakash A., Bitzek E. Quantifying eigenstrain distributions induced by focused ion beam damage in silicon // Mater. Lett. 2016. V. 185. P. 47–49.
- 8. Schöngrundner R., Treml R., Antretter T., Kozic D., Ecker W., Kiener D., Brunner R. Critical assessment of the determination of residual stress profiles in thin films by means of the ion beam layer removal method // Thin Solid Films. 2014. V. 564. P. 321.
- Salvati E., Sui T., Lunt A.J.G., Korsunsky A.M. The effect of eigenstrain induced by ion beam damage on the apparent strain relief in FIB-DIC residual stress evaluation // JMADE. 2016. V. 9. P. 649–658.
- Baxter F., Garner A., Topping M., Hulme H., Preuss M. Phase stability of zirconium oxide fi lms during focused ion beam milling // J. Nuclear Materials. 2018. V. 504. P. 176–180.
- 11. Lisitsyn S.A., Kolomiytsev A.S., Il'in O.I., Il'ina M.V., Konoplev B.G., Bykov A.V., Ageev O.A. Study of Ion Beam Including Deposition Modes of Platinum Nanosized Structures Using by Focused Ion Beams // Russian Microelectronics. 2017. V. 46. № 7. P. 468–473.
- 12. Агеев О.А., Внукова А.В., Громов А.Л., Ильин О.И., Коломийцев А.С., Коноплев Б.Г., Лисицын С.А. Исследование режимов наноразмерного профилирования при ионно-стимулированном осаждении W и Pt методом фокусированных ионных пучков // Российские нанотехнологии. 2014. Т. 9. № 3—4. С. 37—41.
- 13. Лисицын С.А., Балакирев С.В., Авилов В.И., Коломийцев А.С., Климин В.С., Солодовник М.С., Коноплев Б.Г., Агеев О.А. Исследование режимов наноразмерного профилирования эпитаксиальных структур GaAs методом фокусированных ионных пучков // Российские нанотехнологии. 2018. Т. 13. № 1–2. С. 28–35.
- 14. *Kots I.N., Kolomiitsev A.S., Lisitsyn S.A., Polyakova V.V., Klimin V.S., Ageev O.A.* Studying the regimes of silicon surface profiling by focused ion beams // Russian Microelectronics. 2019. V. 48. № 2. P. 72–79.
- 15. Mitrofanova M.I., Voznyuka G.V., Rodina S.N., Lundina W.V., Evtikhieva V.P., Tsatsulnikovb A.F., Kaliteevskic M.A. Calculation of the Ga+ FIB Ion Dose Distribution by SEM Image // Semiconductors. 2020. V. 54. № 12. P. 1682–1684.