

13.1

## Определение толщин и глубин залегания подповерхностных наноструктур с помощью сканирующего электронного микроскопа

© Э.И. Рау, С.В. Зайцев, В.Ю. Караулов

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия  
E-mail: rau@phys.msu.ru

Поступило в Редакцию 12 сентября 2022 г.

В окончательной редакции 12 октября 2022 г.

Принято к публикации 12 октября 2022 г.

Выведены расчетные соотношения сигнала обратнорассеянных электронов для многослойных наноструктур в зависимости от энергии зондирующих электронов и состава многокомпонентных образцов. По экспериментально измеренным сигналам и расчетным соотношениям определены не только толщины, но и впервые глубины залегания локальных микронеоднородностей трехмерных наноструктур. Исследования проведены неразрушающим методом детектирования обратнорассеянных электронов в сканирующем электронном микроскопе.

**Ключевые слова:** многослойные наноструктуры, сканирующая электронная микроскопия.

DOI: 10.21883/PJTF.2022.23.53947.19361

С помощью современных нанотехнологий создается все большее количество трехмерных наноструктур с субмикронными размерами. К ним относятся, например, многослойные микроэлектронные устройства, в том числе интегральные микросхемы, элементы оптоэлектроники, рентгенотехники и т.д. В этих областях с научной и прикладной точки зрения актуальна задача определения трехмерной архитектуры микрообъектов, в частности толщин многослойных нанопокровов, глубин залегания фрагментов различных неоднородностей в матрице. В настоящее время распространенным методом их определения является оптическая конфокальная микроскопия, но она применима только к оптически прозрачным средам и не обладает требуемым субмикронным разрешением. Что касается просвечивающей электронной микроскопии, то она является по сути разрушающей, так как требует препарирования или изготовления тонких срезов. Альтернативой является сканирующая электронная микроскопия, позволяющая зондировать твердотельную структуру с пространственным разрешением в единицы нанометров как в латеральном, так и в продольном (глубинном) направлении [1]. Измерение толщин ультратонких пленок на массивной подложке в сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) проводится при детектировании потока обратнорассеянных электронов (ОРЭ) [2] либо их энергетических спектров [3–5]. Но все эти методы применимы лишь для однослойных покрытий, т.е. ограничены композицией „пленка на подложке“. В настоящей работе предлагается методика определения не только толщины пленочных покрытий, но и глубин залегания подповерхностных элементов многослойной структуры. Эксперименты проводились на СЭМ в режиме ОРЭ при энергиях облучающих электронов в диапазоне от 2 до 30 keV. Важным свойством ОРЭ является их сравнительно большая глубина выхода,

достигающая сотен нанометров. Первичные электроны с энергией  $E_B = E_1$  проникают в образец на глубину  $R_0$ . Часть электронов отражается на глубине  $x_1$ , причем при движении по прямой и обратной траекториям ОРЭ теряют некоторую энергию. Коэффициент потерь энергии обозначим через  $\alpha$

$$\alpha = \langle E \rangle / E_B,$$

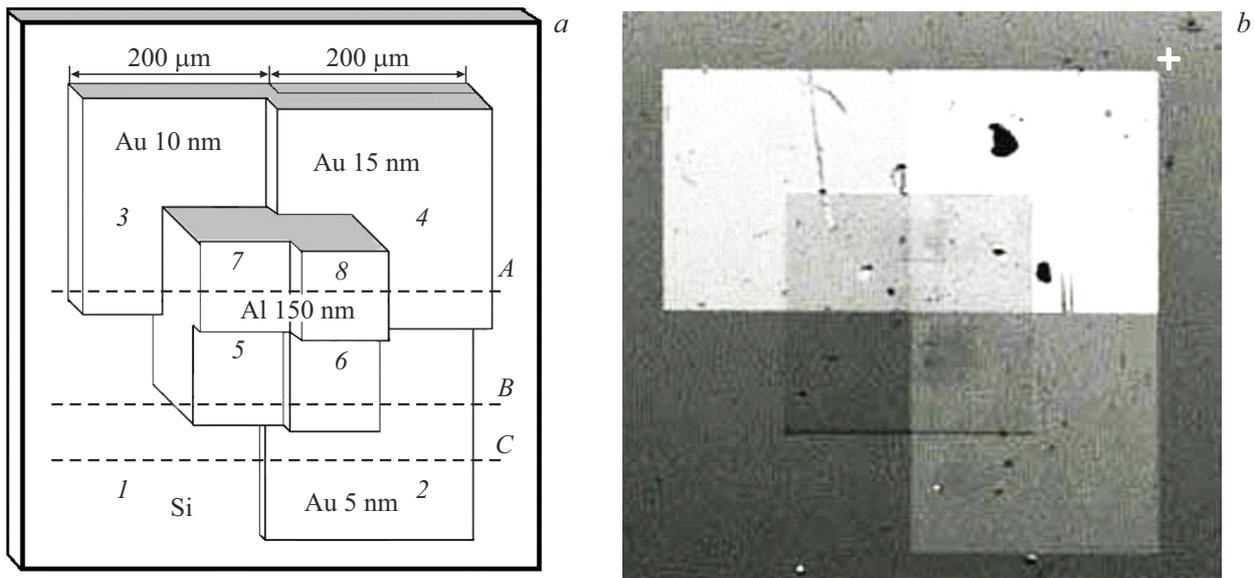
где  $\langle E \rangle$  — средняя энергия ОРЭ. При энергии  $E_B = E_{B2} > E_{B1}$  первичные электроны отражаются на большей глубине  $x_2$ . Если интегральный по всем глубинам и углам поток детектируется в пределах телесного угла  $\Omega$ , то в общем случае сигнал  $I$  с полупроводникового детектора выражается соотношением [1,6]:

$$I = I_B \eta \alpha E_B E_i^{-1} \Omega F = K \eta \alpha F, \quad (1)$$

где  $\eta$  — коэффициент ОРЭ от образца,  $K = \text{const}$ ,  $E_i$  — энергия рождения электронно-дырочных пар в материале детектора,  $F$  — аппаратная функция детектора (функция отклика),  $F = (1 - \eta_{Si} \alpha_{Si}) (1 - \frac{E_{th}}{\langle E \rangle})$ . Здесь  $\eta_{Si} \alpha_{Si}$  — поток электронов, отраженный от Si-детектора,  $E_{th} = 1 \text{ keV}$  — потери электронов в „мертвом“ лицевом электроде Si-детектора. В экспериментах поддерживается постоянное значение  $I_B E_B$ , т.е. при варьировании  $E_B$  от 2 до 30 keV ток зонда  $I_B$  устанавливается в интервале, например, от 0.1 до 3 nA.

Вначале производится калибровка шкалы серого экрана СЭМ в условных единицах от 0 до 1.0. При такой градации различаются перепады в сигнале в 2%. Сигнал с детектора  $I_{0s}$  в указанном диапазоне регулируется установкой двух параметров (уровня  $L$  и контраста  $C$ ) на двух массивных тестовых образцах:

$$I_{0s} = L + C(\eta_0 \alpha_0) F. \quad (2)$$



**Рис. 1.** *a* — условное представление калиброванного трехслойного тест-образца (цифрами 1–8 обозначены участки структуры), *b* — изображение тест-образца в ОПЭ при  $E_B = 15 \text{ keV}$ .

Сомножитель  $\eta_0\alpha_0$  рассчитывается для каждого тестового материала по следующим формулам [6–8]:

$$\eta_0(Z) = \exp[-(6.24Z^{-0.5})], \quad \alpha_0 = 0.47(1 + 1.4\eta_0), \quad (3)$$

где  $Z$  — атомный номер.

В наших экспериментах тестовая многослойная структура (рис. 1) состояла из массивной подложки кремния, на которую нанесены три слоя золота с различной толщиной  $d$  (для золота  $\eta_0 = 0.5$ ,  $\langle E \rangle / E_B = 0.8$ ). Сверху эта структура частично покрыта пленкой из алюминия толщиной  $t$ . Чтобы найти неизвестные  $L$  и  $C$  в (2) используются два уравнения, взятые для реперных образцов Si и Au при двух выбранных энергиях  $E_{B1}$  и  $E_{B2}$ . Из уравнений для  $I_{01}$  и  $I_{02}$  по формуле (2) находим значения для  $L$  и  $C$ . Для образцов, представляющих собой композицию из пленки толщиной  $d$  на подложке (в данном случае пленка Au на Si-подложке) формула (2) приобретает вид

$$I_{sf} = 0.3 + 1.5(\eta_{sf}\alpha_{sf})F,$$

где  $\eta_{sf}$  и  $\alpha_{sf}$  — коэффициенты отражения и средней энергии ОПЭ для данной точки зондирования. Значения  $\eta_{sf}$  определяются с помощью формулы [9,10]:

$$\eta_{sf} = [\eta_{0s} + (\eta_{0f} - \eta_{0s})(\eta_f/\eta_{0f})], \quad (4)$$

где  $\eta_{0s}$  — коэффициент ОПЭ от материала массивной подложки,  $\eta_{0f}$  — от массивного материала пленки,  $\eta_f$  — от свободной покровной пленки толщиной  $d$ . Последняя величина находится из эмпирического выражения [7,8]:

$$\frac{\eta_f}{\eta_{0f}} = 1 - \exp\left(-A\left(\frac{d}{R_0 - d}\right)^p\right), \quad R_0 = 74E_B^{1.55}\rho^{-1}, \quad (5)$$

где  $R_0$  — глубина пробега первичных электронов в материале пленки с удельной плотностью  $\rho$  (взята из работы [11]). В рассматриваемой тестовой структуре получается  $R_0(\text{Au}) = 3.83E_B^{1.55}$ ,  $R_2(\text{Al}) = 27E_B^{1.55}$  (величина  $R_0$  выражена в nm,  $E_B$  — в keV). Параметр  $A$  в формуле (5) определяет среднюю приведенную глубину отражения ОПЭ  $x_c$  [8]:

$$A^{-1} = x_c/R_0 = 0.52 \exp[-0.022(Z + 2)]. \quad (6)$$

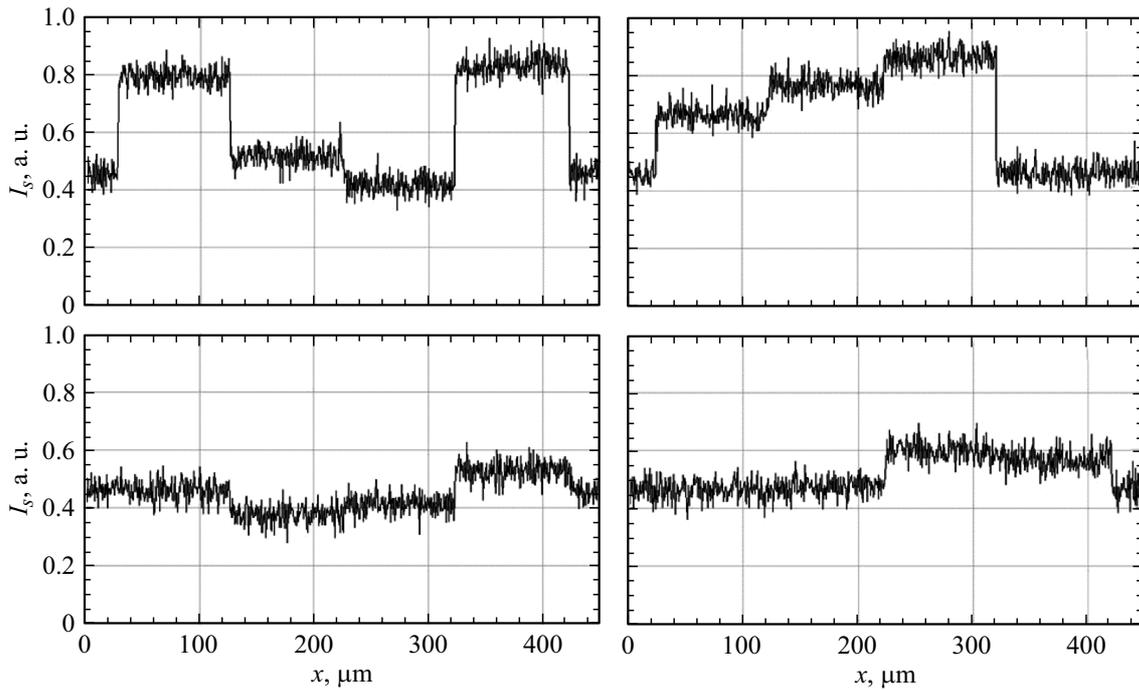
Степень экспоненты  $p$  в соотношении (5), определенная в работах [4,7], равна  $p = 1.12\eta_0^{-0.333}$ . Учтем также, что при детектировании ОПЭ под средним углом выхода  $\theta = 45^\circ$  суммарный путь, проходимый ими в прямом и обратном направлении движения, равен

$$s = 0.5x_c \left(1 + \frac{1}{\cos \theta}\right) = 1.207x_c.$$

Поэтому необходимо сделать следующую поправку в сомножителе  $A$  (формулы (5) и (6)):  $\frac{x_c}{R_0} = 0.106$ ;  $A = (1/0.106)^{1.41} = 23.7$  для Au и  $A = 4.97$  для Al. В итоге получаем расчетную формулу

$$\eta_f/\eta_{0f} = 1 - \exp\left[23.7(d/(R_0 - d))^{1.41}\right]. \quad (7)$$

В рассматриваемом случае тестового образца значения  $I_s$  берутся на участках Au–Si, обозначенных на рис. 1 цифрами 2–4. Примеры сигналограмм, полученных при сканировании вдоль линий A и C, при двух энергиях  $E_B$  представлены на рис. 2. Из экспериментальных значений  $I_s$ , взятых на участках 2–4, по приведенным выше формулам определяются искомые



**Рис. 2.** Сигналограммы сканирования вдоль линий А (слева) и С (справа) (см. рис. 1) тестовой структуры, измеренные при энергиях  $E_B = 7$  (вверху) и  $20 \text{ keV}$  (внизу).

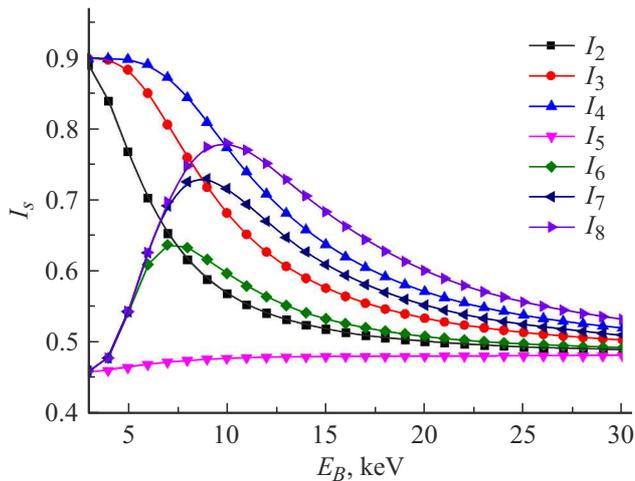
значения  $d$ . Зависимости сигналов  $I_2$ ,  $I_3$  и  $I_4$  от  $E_B$  представлены на рис. 3. Получены следующие значения толщин пленки Au:  $d_1 = 5.00 \pm 0.25 \text{ nm}$ ,  $d_2 = 10.0 \pm 0.5 \text{ nm}$ ,  $d_3 = 15.0 \pm 1.0 \text{ nm}$ . На участке 5 образца структура такова: на Si-подложку нанесен слой Al толщиной  $t = 150 \text{ nm}$ . Этот пример демонстрирует способность методики различать разнородные структуры, отличающиеся по атомному номеру лишь на единицу. Более сложной является операция по нахождению толщин пленок в трехслойных структурах. В рассматриваемом случае тестовой структуры в роли подложки выступает композиция „пленка Au на Si-подложке“, которая в свою очередь покрыта частично пленкой алюминия толщиной  $t$  (рис. 1). Здесь необходимо отметить два важных момента в процессе взаимодействия падающего пучка электронов с указанной сандвич-структурой. Во-первых, часть первичных электронов поглощается покровной пленкой алюминия, поэтому на композиционную подложку Au–Si падает не поток  $I_B$ , а только его часть  $I_B \eta_t$ , где  $\eta_t$  — коэффициент поглощения электронов. Во-вторых, этот поток ослаблен и по энергии. Поэтому комплексную подложку облучает поток со средней энергией  $\langle E_t \rangle = \beta_t E_B$ . Согласно [8], эти коэффициенты для алюминиевой пленки равны

$$\eta_t = \exp\left[-4.6(t/R_2)^2\right], \quad \beta_t = 0.95 \exp\left[-\frac{t}{R_2}\right], \quad (8)$$

где  $R_2$  — глубина пробега электронов в Al. Следствием уменьшения энергии  $E_B$  в  $\beta_t$  раз является то, что глубина пробега первичных электронов в системе „пленка Au на Si-подложке“ будет не  $R_0$ , как ранее

для не покрытых алюминием участков образца, а равна меньшему значению  $R_1 = 3.83 \langle E_t \rangle^{1.55}$ . В результате выражения (5)–(7) трансформируются с заменой  $R_0$  на  $R_1$  и добавлением множителя  $\eta_t$ , определяемого формулой (8). В результате в расчетные уравнения сигналов  $I_s$  для структуры, содержащей двойной слой на подложке, входят два неизвестных параметра:  $d$  и  $t$ . Следовательно, необходимо брать два уравнения для  $I_s$ , рассчитанные для данной точки структуры при двух энергиях  $E_B$ , т.е.  $I_1(E_{B1})$  и  $I_2(E_{B2})$ . Тогда из двух уравнений находятся искомые параметры толщин пленок  $d$  и  $t$ . Расчетные и экспериментальные значения сигналов  $I_s(E_B)$ , взятые на участках 6–8, представлены на рис. 3 кривыми  $I_6$ ,  $I_7$ ,  $I_8$ . Результаты подтверждают правильность предложенной модели расчетов толщин  $d$  и  $t$  двойного тонкопленочного слоя на подложке. Расхождение расчетных и экспериментальных данных не превосходит 10%. Из представленных на рис. 3 кривых для системы „пленка на подложке“ следует обратно пропорциональная зависимость сигнала  $I_s$  от энергии  $E_B$  и прямо пропорциональная от толщины  $d$  (см. кривые  $I_1$ ,  $I_2$ ,  $I_3$ ). Но для двойного слоя на подложке зависимости немонотонные, они имеют максимумы (см. кривые  $I_6$ ,  $I_7$ ,  $I_8$ ). Более того, обнаружен новый эффект, заключающийся в усилении сигнала от скрытого слоя под поверхностью по сравнению с сигналом от непокрытого слоя на подложке. Этот неожиданный феномен требует дополнительного самостоятельного исследования.

Таким образом, впервые представлен алгоритм определения не только толщины нанометровых элементов многослойных структур, но и их глубины залегания



**Рис. 3.** Расчетные (кривые) и экспериментальные (точки) зависимости сигналов  $I_s$  от энергии первичных электронов  $E_B$  для соответствующих участков структуры, показанных на рис. 1. Значения  $I_s$  нормированы на функцию отклика детектора  $F_{s,f}$ .

под поверхностью. Пространственное разрешение в латеральной плоскости сканирования образца в СЭМ определяется в первом приближении диаметром зонда и составляет единицы и десятки нанометров. Продольное разрешение „по глубине“ структуры достигает десятых долей и единиц нанометров. Представленный метод может быть экстраполирован на любые многослойные наноструктуры.

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

[1] L. Reimer, *Scanning electron microscopy physics of image formation and microanalysis*, 2nd ed. (Springer, Berlin, 1998).

[2] H. Niedrig, *J. Appl. Phys.*, **53** (4), R15 (1982). DOI: 10.1063/1.331005

[3] F. Schlichting, D. Berger, H. Niedrig, *Scanning*, **21** (3), 197 (1999). DOI: 10.1002/sca.4950210305

[4] С.Ю. Купреенко, Н.А. Орликовский, Э.И. Рау, А.М. Тагаченков, А.А. Татаринцев, *ЖТФ*, **85** (10), 101 (2015). [S.Yu. Kupreenko, N.A. Orlikovskii, E.I. Rau, A.M. Tagachenkov, A.A. Tatarintsev, *Tech. Phys.*, **60** (10), 1515 (2015). DOI: 10.1134/S1063784215100205].

[5] В.П. Афанасьев, П.С. Капля, И.А. Костановский, *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, № 2, 30 (2013).

[6] E.I. Rau, V.Yu. Karaulov, S.V. Zaitsev, *Rev. Sci. Instrum.*, **90** (2), 023701 (2019). DOI: 10.1063/1.5054746

[7] В.В. Забродский, С.В. Зайцев, В.Ю. Караулов, Э.И. Рау, В.А. Смоляр, Е.В. Шерстнев, *Изв. РАН. Сер. физ.*, **83** (11), 1488 (2019). DOI: 10.1134/S0367676519110280

[V.V. Zabrodsky, S.V. Zaitsev, V.Yu. Karaulov, E.I. Rau, V.A. Smolyar, E.V. Sherstnev, *Bull. Russ. Acad. Sci. Phys.*, **83** (11), 1357 (2019). DOI: 10.3103/S1062873819110273].

[8] H.J. Fitting, *J. Electron Spectr. Relat. Phenom.*, **136** (3), 265 (2004). DOI: 10.1016/j.elspec.2004.04.003

[9] P.B. De Nee, in *Scanning electron microscopy*, ed. by O. Johari (SEM., Inc., O'Hare, Ill, N.Y., 1978), vol. 1, p. 741.

[10] M. Dapor, N. Bazzanella, L. Toniutti, A. Miotello, M. Crivellari, S. Gialanella, *Surf. Interface Anal.*, **45** (2), 677 (2013). DOI: 10.1002/sia.5144

[11] V.E. Cosslett, R.N. Thomas, *Brit. J. Appl. Phys.*, **15** (8), 883 (1964). DOI: 10.1088/0508-3443/15/8/303