05

# Экспериментальное определение механических свойств анодного элемента рентгеновского литографа

© Н.А. Дюжев, Е.Э. Гусев, А.А. Дедкова, Д.А. Товарнов, М.А. Махиборода

Национальный исследовательский университет "МИЭТ", 124498 Москва, Россия e-mail: bubbledouble@mail.ru

Поступило в Редакцию 2 апреля 2020 г. Принято к публикации 2 апреля 2020 г. В окончательной редакции 2 апреля 2020 г.

Изготовлен анодный элемент рентгеновского литографа в виде мембранной структуры  $PolySi/Si_3N_4/SiO_2$  по групповой технологии. Модернизирована конструкция стенда для определения механических свойств мембран. Критическое давление мембранной структуры диаметром  $250 \,\mu$ m изменялось в диапазоне от 0.484 до 0.56 MPa для 15 образцов. Механическая прочность структуры  $PolySi*/Si_3N_4/SiO_2$  составила 3.13 GPa. Новая модель в пакете Comsol показала хорошую корреляцию между экспериментальным критическим давлением и теоретической механической прочностью мембраны. Представлено распределение механических напряжений по мембране посредством моделирования и аналитического расчета. Доказано, что область разрыва структуры локализована на границе мембрана/подложка.

Ключевые слова: механическая прочность, мембраны, тонкие пленки, поликристаллический кремний, оксид кремния, нитрид кремния.

DOI: 10.21883/JTF.2020.11.49971.107-20

## Введение

Десятикратное превышение дифракционного предела рабочей длины волны литографа 193 nm приводит к увеличению стоимости процесса и оборудования [1]. Вариант использования проекционной фотолитографии в глубоком ультрафиолете (EUV-литографии) с рабочей длиной волны 13.5 nm [2] при формировании критических размеров на чипе обладает недостаточной производительностью. Одним из возможных решений является безмасочная рентгеновская нанолитография [3], которая потенциально обладает высокой производительностью. В качестве источника рентгеновского излучения в литографе может быть рассмотрена рентгеновская трубка, включающая в себя катод и прострельный анод. Исследованию механических свойств прострельного анодного элемента посвящена настоящая работа (рис. 1). Анодный элемент должен выдерживать вакуумную атмосферу (избыточное давление в 0.1 MPa) рентгеновской трубки и обладать достаточной рентгенопрозрачностью за счет малой толщины материала в области мембраны. В качестве элемента мишени выбран материал поликремния, который позволяет сгенерировать волну длиной 13.5 nm. Слои SiO<sub>2</sub> и Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> обладают сжимающими и растягивающими механическими напряжениями, что приводит к компенсации напряжений и повышению запаса механической прочности.

Одной из проблем в процессе разработки приборов электроники на основе кремния является достоверность сведений о механической прочности материалов [4], особенно с учетом размерного эффекта между объемными и пленочными материалами [5]. Поэтому необходимо совершенствовать метрологическую базу измерений. В работе [6] механическая прочность боросиликатного стекла измерена методом ударного сжатия. В работе [7] механическая прочность слоя нитрида галлия, сформированного методом гидриднохлоридной парофазной эпитаксии, определена посредством индентора. В настоящей работе авторы применяли бесконтактный метод выдувания тонкой пленки посредством избыточного давления, к достоинствам которого можно отнести отсутствие внесенных дефектов.

В настоящее время совершенствуются технологические подходы повышения механической прочности. Например, переходят от прямоугольной к круглой форме



Рис. 1. Недостаток механической прочности тонкопленочной мембраны.

мембраны [8]. Это связано с тем, что разрушение мембраны в большинстве случаев происходит по границе мембрана-подложка. Форма круга обеспечивает значительно меньшие значения упругих деформаций по сравнению с прямоугольной формой мембраны. Значения деформаций равномерно распределены по контуру мембраны и в материале мембраны [8]. Известен метод увеличения механической прочности, заключающийся в изменении стехиометрического соотношения между атомами в материале, например увеличение концентрации углерода в SiC [9]. К другим факторам повышения механической прочности относят: уменьшение поверхностных дефектов [10], изменение размера зерен структуры [11], легирование материала пленки атомами меди, цинка, магния, марганца, кремния [5].

## 1. Изготовление структуры

Использовали пластину из монокристаллического кремния КДБ12 диаметром 150 mm с кристаллографической ориентацией (100) и толщиной 670  $\mu$ m. Была сформирована круглая мембрана на Si кристалле квадратной формы со стороной 6 mm. Исследуемая мембранная структура состоит из верхнего слоя поликристаллического кремния толщиной  $0.8 \pm 0.05 \,\mu$ m, слоя нитрида кремния толщиной  $0.13 \pm 0.02 \,\mu$ m, и нижнего диэлектрического слоя оксида кремния толщиной  $0.5 \pm 0.1 \,\mu$ m (рис. 2). Топология набора мембран представляет собой круг диаметром 0.25 mm, расположенный по центру кристалла. В мембране отсутствуют концентраторы механических напряжений за счет использования шаблона травления круглой формы.

# Анализ механической прочности структуры

В следующих работах указан диапазон значений механической прочности пленки оксида кремния: от 1.2 до 1.9 GPa PECVD оксида кремния [12];  $0.364 \pm 0.057$  GPa РЕСVD SiO<sub>2</sub> толщиной  $1.0\,\mu m$  [13];  $0.89 \pm 0.07 \,\text{GPa}$ термического SiO<sub>2</sub> для слоев толщиной от 507 до 985 nm [14]; 8.4 GPa для нитевидных структур из SiO<sub>2</sub> [15]. Значение механической прочности пленки нитрида кремния составляет 14.0 GPa [15-17]. В книге 2018 г. [18] указано, что механическая прочность пленки нитрида кремния, полученной методом LPCVD, изменяется в диапазоне от 10.8 до 11.7 GPa, при толщине пленки от 72.6 до 83.4 nm. По результатам работы [19] механическая прочность LPCVD нитрида кремния составляет 5.87 GPa. В процессе анализа литературы были найдены следующие значения механической прочности тонких слоев поликристаллического кремния: от 1.8 до 3.7 GPa в зависимости от размера зерен [20], 8.11 ± 0.31 GPa [21], 1.7 ± 0.5 GPa для площади поверхности  $225\,\mu\text{m}^2,\,1.3\pm0.3\,\text{GPa}$ для  $1100\,\mu\text{m}^2$ и  $0.6 \pm 0.2$  GPa для  $8600 \,\mu\text{m}^2$  [22], 1-1.2 GPa [23],



**Рис. 2.** Исследуемая структура: *а* — общий вид, *b* — срез структуры в области тонкой пленки.

 $3.15 \pm 0.69$  GPa [24], от 0.8 до 1.1 GPa [25], от 1.0 до 1.5 GPa [26]. Для дальнейших расчетов было использовано значение механической прочности поликристаллического кремния 1.8 GPa, оксида кремния 0.365 GPa и нитрида кремния 14 GPa.

Теоретическое значение механической прочности (максимальных механических напряжений) мембраны  $\sigma_{\rm T}$  вычисляется по формуле:

$$\sigma_{\rm T} = \frac{\sigma_{\rm Poly\,Si} h_{\rm Poly\,Si} + \sigma_{\rm SiO_2} h_{\rm SiO_2} + \sigma_{\rm Si_3N_4} h_{\rm Si_3N_4}}{h_{\rm Poly\,Si} + h_{\rm SiO_2} + h_{\rm Si_3N_4}}, \qquad (1)$$

где  $h_{\text{Poly Si}}$  — толщина слоя поликристаллического кремния,  $h_{\text{Si}O_2}$  — толщина оксида кремния,  $h_{\text{Si}_3\text{N}_4}$  — толщина слоя нитрида кремния.

Рассчитанное значение  $\sigma_{\rm T}$  составляет 3.2 GPa. Распределение механических напряжений по диаметру мембраны рассчитывается по формуле [5]:

$$\sigma = \frac{3P}{8h^2} \times \sqrt{\left((1+\mu)^2(2a^4-8a^2r^2)+r^4(10+12\mu+10\mu^2)\right)}, \quad (2)$$

где a — радиус мембраны, h — толщина мембраны, P — давление на мембрану,  $\mu$  — коэффициент Пуассона мембраны, r — расстояние от центра мембраны.

Результаты расчета по формуле (2) распределения механических напряжений по диаметру мембраны показаны на рис. 3, *а*. Согласно аналитическому расчету, максимальные механические напряжения  $\sigma_{\text{max}}$  возникают, когда расстояние от центра (середины) мембраны равно радиусу, т.е. r = a. Таким образом, прогнозируемое значение критического избыточного давления  $P_{cr}$  рассчитывают по формуле (3) [5]:

$$P_{cr} = \frac{\sigma_{\max}h^2}{a^2 B(\mu)}.$$
 (3)

Коэффициент  $B(\mu)$  рассчитывается как  $\frac{3}{4}\sqrt{1 + \mu^2}$ . Значение коэффициента Пуассона мембраны  $\mu$  рассчитывается аналогично подходу в формуле (1). Учитывая, что  $\mu_{\text{Poly Si}}$  составляет 0.22,  $\mu_{\text{SiO}_2}$  составляет 0.2,  $\mu_{\text{Si}_3N_4}$  составляет 0.23, то коэффициент Пуассона мембраны  $\mu$  будет равным 0.21. Следовательно, значение коэффициента  $B(\mu)$  составляет 0.76. Таким образом, согласно расчетам по формуле (2) для мембраны диаметром 0.25 mm прогнозируемое значение критического избыточного давления  $P_{cr}$  составляет 0.554 MPa.

Также была составлена модель в среде Comsol Multiphysics. Координаты области подложки от -325



**Рис. 3.** Распределение механических напряжений в мембране диаметром 0.25 mm: a — расчет по формуле при P = 5.4 atm; b — моделирование при P = 5.4 atm.



Рис. 4. Вид сверху на структуру после разрыва.

до  $-125 \,\mu$ m и от 125 до  $325 \,\mu$ m по оси X. Область мембраны расположена симметрично относительно координаты оси X = 0. В области мембраны была выбрана прямоугольная сетка, в которой 1040 элементов по оси X и 22 элемента по оси Y (каждый слой пленки разделен на 10 элементов, а слой Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> на 2 в силу величины толщины слоя). В области кремниевой подложки выбран свободный треугольный тип сетки. Получена зависимость распределения механических напряжений мембраны диаметром 0.25 mm и в тонкой пленке при избыточном давлении 0.54 MPa (рис. 3, *b*), полученном из экспериментальных данных. Характер распределения напряжений в области мембраны совпадает с результатами, приведенными в работе 2020 г. [4].

Максимум механических напряжений локализован на границе мембрана/подложка. Разработанная модель в среде Comsol хорошо коррелирует (относительная погрешность 0.25%) с экспериментальными и теоретическими данными, так как при избыточном давлении 0.54 МРа максимальное значение механических напряжений составляет 3.17 GPa. Наблюдается отсутствие материала мембраны в полости кремния на изображении структуры после критической деформации мембраны (рис. 4). Таким образом, мембрана разрывается по границе мембрана/подложка.

# Анализ двухосного модуля упругости структуры

Анализируя зависимость (формула (4)) прогиба мембраны w от избыточного давления P, можно определить двухосный модуль упругости  $E/(1-\mu)$ :

$$P = C_1 \frac{\sigma_0 h w}{a^2} + C_2 \frac{E h w^3}{(1-\mu)a^4},$$
(4)

где P — избыточное давление,  $\sigma_0$  — остаточные механические напряжения в структуре при P = 0, h толщина мембраны, w — прогиб мембраны, a радиус мембраны, E — модуль Юнга,  $\mu$  — коэффициент Пуассона. Значения коэффициентов  $C_1$  и  $C_2$  зависят от формы мембраны. Обычно при работе с круглыми мембранами используют  $C_1 = 4$  и  $C_2 = 8/3$ . Зависимость P(w)можно разделить на крутую и пологую область. Критерий крутой области выполняется при малых значениях прогиба мембраны w, т. е. первое слагаемое значительно больше второго. Значение двуосного модуля упругости  $E/(1-\mu)$  вычисляют на пологой области зависимости (4) при больших значениях прогиба мембраны w, т. е. значением первого слагаемого можно пренебречь (формула (5)):

$$\frac{E}{1-\mu} = \frac{Pa^4}{C_0 hw^3}.$$
(5)

Модуль Юнга нитрида кремния составляет 225 GPa [19], модуль Юнга оксида кремния составляет 60.1  $\pm$  3.4 GPa [13], а модуль Юнга поликристаллического кремния 155 GPa [16,20]. Следовательно, модуль Юнга мембраны составляет 128 GPa. Теоретическое значение двуосного модуля упругости мембраны  $E/(1-\mu)$  составит 162 GPa при коэффициенте Пуассона мембраны  $\mu$  равном 0.21 рассчитанном ранее.

Ниже представлена зависимость максимального прогиба мембраны от избыточного давления (рис. 5). В формуле (4) величина остаточных напряжений в структуре составляет 100 МРа. Для повышения корреляции между расчетом по формуле (4), моделированием в среде Comsol и экспериментальными данными величина начального прогиба (при P = 0) составляет 4.5  $\mu$ m при моделировании и в аналитическом расчете, также величина двуосного модуля упругости  $E/(1 - \mu)$  составляет 85 GPa.

Из рис. 5 можно сделать несколько выводов. Относительная погрешность формулы с экспериментальными данными составляет 3.24%, а относительная погрешность моделирования с экспериментальными данными составляет 3.02%. Исходная структура имеет значительную величину прогиба мембраны, которая не учитывается в исходной формуле и в модели Comsol. Рассчитывая



**Рис. 5.** Зависимость максимального прогиба мембраны от избыточного давления для диаметра 0.25 mm.



**Рис. 6.** Экспериментальная зависимость прогиба мембраны от избыточного давления.

по формуле (5) модуль упругости из экспериментальных данных при давлении P, равном 0.32 MPa, получим значение 20 GPa, что в несколько раз меньше теоретического значения. Это может быть связано с тем, что экспериментально измеренный массив значений w(P) расположен в крутой области зависимости (4). Следовательно, необходимо разрабатывать оснастки для защиты профилометра от материала взрывающейся мембраны во время сканирования. Это позволит получить больший массив данных w(P), что приведет к повышению точности определения двуосного модуля упругости.

# Экспериментальное измерение механической прочности

Для определения механических свойств мембранных элементов был модернизирован ранее разработанный стенд [5]. Избыточное давление подается с магистрали (вместо компрессора). Таким образом, расширен верхний диапазон величины давления до 0.65 MPa, увеличена стабильность значения давления в системе.

Были экспериментально определены значения критического избыточного давления на модернизированном стенде. При диаметре 0.25 mm механическая прочность мембраны PolySi/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> составляет  $0.52 \pm 0.04$  MPa для диаметра 0.25 mm (15 образцов). Заметно, что полученные результаты обладают высокой воспроизводимостью. Экспериментальное значение механической прочности трехслойной мембраны составляет 3.13 GPa.

В процессе проведения эксперимента при избыточных давлениях более 0.32 МРа прогиб мембраны не измерялся (рис. 6). Ограничение связано с защитой дорогостоящего объектива профилометра от материала разрывающейся мембраны. Разрыв мембраны может произойти в процессе сканирования поверхности образца профилометром.

#### Выводы

Экспериментальное значение механической прочности трехслойной мембраны PolySi/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> составляет 3.13 GPa, двуосный модуль упругости E/(1-u)

составляет 20 GPa. Критическое избыточное давление мембранных структур из PolySi/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> на кремниевой подложке составляет  $0.52 \pm 0.04$  MPa для диаметра 0.25 mm. Полученный результат позволяет использовать данные мембраны в качестве анодов рентгеновских источников прострельного типа с запасом механической прочности в несколько раз. Повышение механической прочности объясняется эффектом использования набора слоев вместо монослоя мембраны; эффектом повышения механической прочности пленок за счет модернизации технологии осаждения.

#### Финансирование работы

Работы выполнены на оборудовании ЦКП "МСТ и ЭКБ" НИУ МИЭТ при поддержке Минобрнауки РФ (ГК № 14.581.21.0021, УН RFMEFI58117X0021).

#### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] Дюжев Н.А., Демин Г.Д., Пестов А.Е., Салащенко Н.Н., Чхало Н.И. // Микроэлектроника-2019. С. 429.
- Wu B., Kumar A. // Appl. Phys. Rew. 2014. Vol. 1. N 1. DOI: 10.1063/1.4863412
- [3] Chkhalo N.I., Lopatin A.Ya., Pestov A.E., Salashchenko N.N., Gemin G.D., Dyuzhev N.A., Makhiboroda M.A. // Proc. SPIE. 2019. Vol. 110221M. DOI: 10.1117/12.2522105
- [4] Шпейзман В.В., Николаев В.И., Поздняков А.О., Бобыль А.В., Тимашов Р.Б., Аверкин А.И. // ЖТФ. 2020.
  Т. 90. Вып. 1. С. 79–84. [SHpejzman V.V., Nikolaev V.I., Pozdnyakov A.O., Bobyl' A.V., Timashov R.B., Averkin A.I. // Tech. Phys. 2020. Vol. 90. N 1. P. 79–84. DOI: 10.21883/JTF.2020.01.48665.148-19]
- [5] Gusev E.E., Borisova A.V., Dedkova A.A., Salnikov A.A., Kireev V.Y. // 2019 IEEE Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (EIConRus). 2019. № 8657243. P. 1990–1994. DOI: 10.1109/eiconrus.2019.8657243
- [6] Савиных А.С., Канель Г.И., Разоренов С.В. // ЖТФ.
   2010. Т. 80. Вып. 6. [Savinykh A.S., Kanel G.I., Razorenov S.V. // Tech. Phys. 2010. Vol. 55. N 6. P. 839– 843. DOI: 10.1134/S1063784210060150]
- [7] Жиляев Ю.В., Раевский С.Д., Грабко Д.З., Леу Д.С., Компан М.Е., Юсупова Ш.А., Щеглов М.П. // Письма в ЖТФ. 2005. Т. 31. Вып. 9. С. 20–25. [Zhilyaev Y.V., Raevskii S.D., Grabko D.Z., Leu D.S., Kompan M.E., Yusupova S.A., Shcheglov M.P. // Tech. Phys. Lett. 2005. Vol. 31. N 5. P. 367– 369. DOI: 10.1134/1.1931770]
- [8] Vlasov A., Civinskaya T., Shahnov A. // MES-2016. 2016.
- [9] Шикунов С.Л., Курлов В.Н. // ЖТФ. 2017. Т. 87. Вып. 12.
   С. 1871–1878. [Shikunov S.L., Kurlov V.N. // Tech. Phys. 2017. Vol. 62. N 12. P. 1869–1876.
   DOI: 10.1134/S1063784217120222]
- [10] Mueller M.G., Fornabaio M., Zagar G., Mortensen A. // Acta Mater. 2016. Vol. 105. P. 165–175.
   DOI: 10.1016/j.actamat.2015.12.006

- [11] Ramnath Venkatraman, John C. Bravman // J. Mater. Res. 1992. Vol. 7. N 8. P. 2040–2048. DOI: https://doi.org/10.1557/JMR.1992.2040
- [12] Tsuchiya T., Inoue A., Sakata J. // Sensors and Actuators. 2000. Vol. 82. P. 286-290.
   DOI: 10.1016/S0924-4247(99)00363-5
- [13] Sharpe W.N., Pulskamp J., Gianola D.S., Eberl C., Polcawich R.G., Thompson R.J. // Experiment. Mechan. 2007.
   Vol. 47. P. 649–658. DOI: 10.1007/s11340-006-9010-z
- [14] Jinling Yang // J. Microelectromechan. System. 2008. Vol. 17. N 5.
- [15] Petersen K. // Proceed. IEEE. 1982. Vol. 70. N 5. P. 420-457.
- [16] Tai-Ran Hsu. MEMS and Microsystems: Design and Manufacture. Boston: McGraw-Hill Education, 2002. 436 p.
- [17] Marc Madou. Fundamentals of Microfabrication. London: Taylor & Francis, 1997. 589 p.
- [18] *Qing An Huang.* Micro Electro Mechanical Systems. Singapore: Springer, 2018. 1479 p.
- [19] Edwards R.L., Coles G., Sharpe W.N. // Experiment. Mechan.
   2004. Vol. 44. N 1. P. 49–54. DOI: 10.1007/bf02427976
- [20] Tsuchiya T., Sakata J., Taga Y. // MRS Proceedings. 1998.
   Vol. 505. P. 285–290. DOI:10.1557/proc-505-285
- [21] Ozaki T., Koga T., Fujitsuka N., Makino H., Hohjo H., Kadoura H. // Sensors Actuators A-Physical. 2018. Vol. 278.
   P. 48–59. DOI: 10.1016/j.sna.2018.05.034
- [22] Vayrette R., Raskin J.-P., Pardoen T. // Eng. Fract. Mechan. 2015. Vol. 150. P. 222–238.
- [23] Boyce B.L., Grazier J.M., Buchheit T.E., Shaw M.J. // J. Microelectromech. Syst. 2007. Vol. 16. N 2. P. 179–190.
- [24] Kaiser B., Drabe C., Graßhoff T., Conrad H., Schenk H. // J. Micromech. Microeng. 2015. Vol. 25. DOI: 10.1088/0960-1317/25/8/085003
- [25] Sharpe W.N., Bagdahn J. // Mechan. Mater. 2004. Vol. 36.
   N 1–2. P. 3–11. DOI: 10.1016/s0167-6636(03)00027-9
- [26] Sharpe W.N., Turner K.T. // FATIGUE 99 Proceedings of the Seventh International Fatigue Congress. 1999. P. 1837– 1844.