

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ СТРУКТУР
С НАНОМЕТРОВЫМИ ТОЛЩИНАМИ СЛОЕВ И РЕЗКИМИ ГРАНИЦАМИ
РАЗДЕЛА МЕЖДУ НИМИ С ПОМОЩЬЮ ПРОЦЕССОВ ИОННО-ЛУЧЕВОГО
И РЕАКТИВНОГО ИОННО-ЛУЧЕВОГО ОСАЖДЕНИЯ**

© 2019 г. А. А. Дедкова^{1*}, В. Ю. Киреев¹, А. С. Мысливец², П. А. Розель², А. Ю. Трифонов^{1,3}

¹Национальный исследовательский университет “МИЭТ”, Москва, Россия

²ООО “Изовак Технологии”, Минск, Беларусь

³Научно-исследовательский институт физических проблем им. Ф.В. Лукина, Москва, Россия

*E-mail: dedkova@ckp-miet.ru

Поступила в редакцию 06.03.2019

После доработки 21.07.2019

Принята к публикации 20.09.2019

В настоящее время для получения структур с нанометровыми толщинами слоев и резкими границами раздела между ними в производстве интегральных микросхем применяются процессы атомно-слоевого осаждения и магнетронного распыления. Однако существуют процессы ионно-лучевого и реактивного ионно-лучевого осаждения, которые в основном используются для получения многослойных оптических покрытий. Исследована возможность получения структур с нанометровыми толщинами слоев и резкими границами раздела между ними в процессах ионно-лучевого и реактивного ионно-лучевого осаждения. Исследования проведены методами времяпролетной вторичной ионной масс-спектрометрии и спектральной эллипсометрии. На примере структуры Ta (3 нм)/Nb (3 нм)/Ta (3 нм) впервые показано, что процесс ионно-лучевого осаждения позволяет формировать структуры с нанометровыми толщинами слоев и резкими границами раздела между ними. Тогда как в процессе реактивного ионно-лучевого осаждения структуры Nb (3 нм)/Ta₂O₅ (3 нм)/Nb (3 нм) происходит окисление на всю толщину металлического слоя, следующего за слоем оксида металла, за счет ионов, атомов и молекул кислорода, содержащихся в ионном пучке.

ВВЕДЕНИЕ

В 2018 году мировая микроэлектроника начала массовое производство передовых изделий интегральных микросхем (ИМС), к которым относятся микропроцессоры и устройства памяти с минимальными размерами 11/10 нм [1, 2]. А на пилотных линиях ведущих микроэлектронных фирм, таких как Intel, Samsung, TSMC и AMD, показана возможность изготовления передовых изделий с минимальным размером 7 нм [3, 4].

Одновременно со снижением минимальных размеров в горизонтальной плоскости уменьшаются до нанометрового уровня и толщины функциональных слоев микроэлектронных изделий, особенно:

- подзатворных диэлектриков КМОП-транзисторов [5];
- барьерных и адгезионных слоев медной металлизации [6];
- полупроводниковых слоев лазеров на эпитаксиальных гетероструктурах [7];
- магнитных, металлических и диэлектрических слоев ИМС энергонезависимой магнитной оперативной памяти (Magnetic RAM) на передаче спинового вращательного момента или крутящего момента вращения спина (*Spin Transfer Torque*, STT-MRAM) [8].

В микроэлектронном производстве для получения структур с нанометровыми толщинами слоев и резкими границами раздела между ними

используются процессы атомно-слоевого осаждения (*atomic layer deposition* – **ALD**) [9], разновидностью которых являются процессы атомно-слоевой эпитаксии (*atomic layer epitaxy* – **ALE**) [10], и процессы магнетронного распыления [11], разновидностью которых являются процессы реактивного магнетронного распыления [12].

Слои SiO_2 и HfO_2 нанометровой толщины при формировании структур подзатворного узла МОП-транзисторов были осаждены первый на кремниевую подложку, а второй на оксид кремния в [5] с помощью процессов атомно-слоевого осаждения, а набор последовательно нанесенных нанометровых пленок MgO , CoFeB и Ta для изготовления устройств памяти **STT-MRAM** был сформирован в [13] в процессе магнетронного распыления.

Наиболее предпочтительными и контролируемые процессами нанесения слоев нанометровой толщины с резкой границей между ними являются процессы атомно-слоевого осаждения (**АСО**). В процессах **АСО** за счет циклических дискретных химических реакций осуществляется послойное (по одному атомному слою материала за цикл) осаждение пленки материала из двух прекурсоров (реагентов), подаваемых в реактор последовательно после стадий прокачки (продувки) реактора. Поэтому для получения пленки требуемой толщины достаточно задать нужное количество циклов осаждения.

К сожалению, в настоящее время не для всех материалов, используемых в микроэлектронном производстве, особенно представляющих собой двух- и более элементарные соединения, существуют нужные прекурсоры (реагенты) [9].

Нанесение пленок в процессах магнетронного распыления основано на универсальном процессе физического распыления атомов или молекул материалов мишеней в плазме газовых разрядов пониженного давления ускоренными ионами инертных газов, обычно аргона. При наличии мишеней из требуемых материалов можно получить пленки этих материалов.

В случае использования мишеней из диэлектрических материалов при магнетронном распылении в качестве источников подачи напряжения на мишени используются высокочастотные (**ВЧ**) генераторы, при этом магнетронное распыление называется **ВЧ**-магнетронным распылением. Если в магнетронной системе нет **ВЧ**-генераторов, то пленки диэлектрических материалов, обычно оксидов металлов, можно получить при распылении металлических мишеней в плазме аргона и кислорода. При этом атомы и ионы кислорода будут

окислять атомы металла и на мишени, и в плазме разряда, и на поверхности подложки при формировании пленки. Такой процесс называется реактивным магнетронным распылением [12].

Хотя процессы магнетронного и реактивного магнетронного распыления достаточно просто реализуются с помощью магнетронных распылительных систем, режимные параметры получения нанометровых пленок с резкими границами раздела между ними находятся в очень узких технологических диапазонах. Это связано с особенностями магнетронных распылительных систем.

В магнетронных разрядах нельзя независимо регулировать плотность ионного тока на мишень и энергию ионов, бомбардирующих мишень. Поэтому скорость распыления мишени и, соответственно, скорость осаждения пленок на подложки определяются мощностью магнетронного разряда. Магнетронный разряд существует в достаточно узком диапазоне давлений рабочего газа. Он загорается при достаточно высоком значении минимальной мощности, при котором скорости распыления мишеней и скорости осаждения пленок на подложки достаточно высоки, что затрудняет контроль толщины пленок, особенно в нанометровом диапазоне [11, 12].

Энергия распыленных частиц материала мишеней даже при минимальных мощностях магнетронного разряда составляет несколько электронвольт [11], что способствует перемешиванию распыленных частиц с поверхностными атомами подложки и не позволяет получать пленки с резкими границами раздела. Для снижения энергии распыленных частиц в магнетронных системах подложкодержатели располагаются как можно дальше от распыляемых мишеней. Но при этом из-за столкновений распыленных частиц с молекулами остаточных газов (азота, кислорода и паров воды) и из-за более длительного воздействия последних на поверхность подложек происходит загрязнение и изменение структуры и состава осаждаемых пленок.

Таким образом, нанесение пленок нанометровой толщины с резкими границами раздела между ними является сложной технологической задачей для процессов магнетронного распыления, решение которой еще больше затрудняется для процессов реактивного магнетронного распыления.

Системы ионно-лучевого осаждения имеют более широкие технологические возможности и работают в более широком диапазоне давлений, чем магнетронные системы, так как в них ионные пучки генерируются в камерах автономных ионных источников с возможностью отдельного

управления плотностью ионного тока и энергии ионов [11]. Ионные пучки направляются в вакуумную камеру, где расположены мишени и подложкодержатели с пластинами, и распыляют материалы мишеней. Распыленные частицы (атомы или молекулы) материалов мишеней в вакуумной камере осаждаются на поверхность подложек и формируют нужные пленки.

Для распыления диэлектрических мишеней в процессах ионно-лучевого осаждения применяются нейтрализованные или скомпенсированные по электрическому заряду ионные пучки [1]. Если системы ионно-лучевого осаждения не имеют устройств нейтрализации или компенсации электрического заряда ионных пучков или уровни нейтрализации и компенсации недостаточны для распыления диэлектрических мишеней, то для получения диэлектрических пленок, например оксидов металлов, используются металлические мишени и пучки, состоящие из ионов аргона и кислорода. Ионы кислорода позволяют окислять материал металлической мишени с одновременным его распылением ионами аргона, поэтому на поверхность подложки осаждается пленка оксида металла. Такой процесс называется реактивным ионно-лучевым осаждением [12, 14].

Так как системы ионно-лучевого осаждения в микроэлектронном производстве практически не применяются, то целью настоящей работы является исследование возможности получения структур с нанометровыми толщинами слоев и резкими границами раздела между ними с помощью процессов ионно-лучевого и реактивного ионно-лучевого осаждения.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Эксперименты проводили на установке ионно-лучевого осаждения Aspirа 150 производства компании ООО “Изовак” (Белоруссия), предназначенной для нанесения стабильных прецизионных оптических покрытий [15]. Схема внутри камерной оснастки установки Aspirа 150 приведена на рис. 1.

Рабочая камера установки перед процессами осаждения откачивалась безмасляным форвакуумным и турбомолекулярным насосами до остаточного давления $1 \cdot 10^{-3}$ Па. Установка оснащена двумя ионно-лучевыми источниками с компенсаторами объемного заряда ионного пучка: одним ионным источником для очистки поверхности подложки, а другим — для распыления мишени (рис. 2).

Узел мишени снабжен магазином на шесть сменных мишеней из различных материалов. Рас-

стояние между мишенями и подложками в процессах ионно-лучевого и реактивного ионно-лучевого осаждения покрытий составляло 180 мм.

Подложка прижималась к водоохлаждаемому подложкодержателю клампирующим кольцом, и в пространство между подложкой и подложкодержателем подавался гелий для обеспечения хорошего теплоотвода. Температура подложки в процессах ионной очистки и ионно-лучевого осаждения слоев устанавливалась на уровне 60°C .

В качестве подложек использовали кремниевые пластины КДБ-12(100) диаметром 150 мм со сформированным на их поверхности термическим оксидом толщиной 0.6 мкм. Перед нанесением покрытий проводилась ионная очистка поверхности подложек. Время нанесения слоев определялось путем измерения скорости осаждения по уходу резонансной частоты кварцевого датчика, установленного в вакуумной камере.

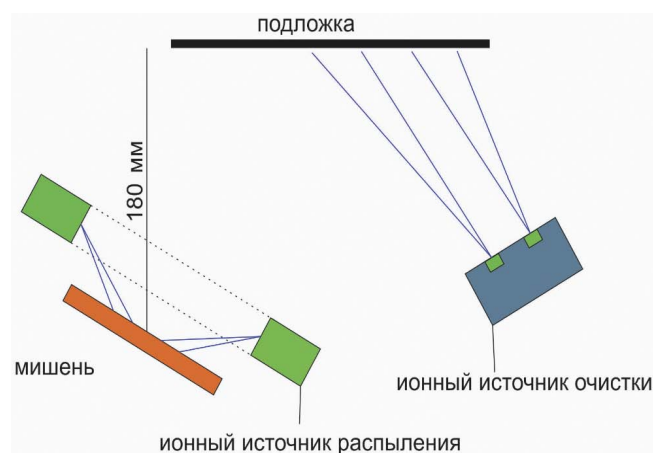


Рис. 1. Схема внутри камерной оснастки установки “Aspira 150”.

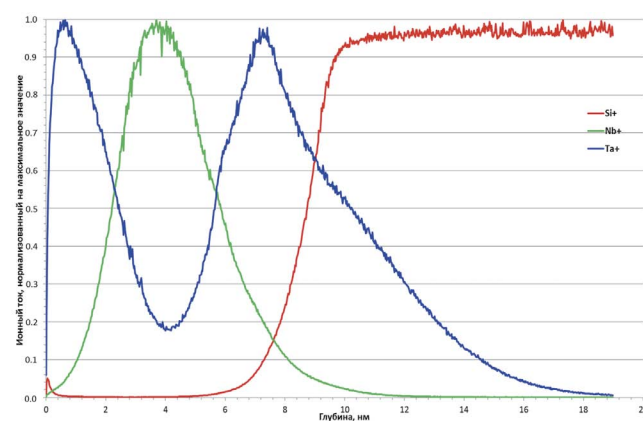


Рис. 2. Зависимости ионного тока основных положительных ионов, нормализованного на максимальное значение, от глубины травления структуры Ta (3 нм)/Nb (3 нм)/Ta (3 нм) ионами O_2^+ с энергией 500 эВ.

В процессе ионно-лучевого осаждения на подложку наносилась структура Ta (3 нм)/Nb (3 нм)/Ta (3 нм). Режимы процессов ионной очистки подложки и ионно-лучевого осаждения указанной структуры приведены в табл. 1.

В процессе реактивного ионно-лучевого осаждения на подложку наносилась структура Nb (3 нм)/Ta₂O₅ (3 нм)/Nb (3 нм). Режимы процессов ионной очистки подложки и реактивного ионно-лучевого осаждения указанной структуры приведены в табл. 2.

Каждая из двух исследуемых многослойных структур Ta (3 нм)/Nb (3 нм)/Ta (3 нм) и Nb (3 нм)/Ta₂O₅ (3 нм)/Nb (3 нм) формировалась на пяти пластинах.

Для исследования распределения элементов по глубине в полученных многослойных структурах использовался метод времяпролетной вторично-ионной масс-спектрометрии (**ВИМС**, или **SIMS** – *Secondary Ion Mass-Spectrometry*). Несмотря на высокую энергию аналитического пучка, благодаря использованию импульсного режима ток аналитического пучка и доза, вносимая в процессе анализа, оказываются пренебрежимо малы. В результате разрешение по глубине определяется энергией распыляющего пучка, которая может составлять всего несколько сотен электронвольт.

В современных времяпролетных спектрометрах разрешение по глубине составляет около 1 нм [16], поэтому целевое значение толщин слоев в получаемых многослойных структурах было установлено

по датчику толщины на 3 нм. Выбор конкретно трехслойных структур из данных материалов определялся направлением работ авторов по проектам, связанным с изготовлением суперконденсаторов и барьерных слоев для медной металлизации [14].

В настоящей работе метод ВИМС реализовывался с помощью времяпролетного масс-спектрометра TOF.SIMS 5-100 компании IONTOF (Германия) с оптимальным разрешением по глубине <1 нм [17].

Анализ образцов полученных многослойных структур Ta (3 нм)/Nb (3 нм)/Ta (3 нм) и Nb (3 нм)/Ta₂O₅ (3 нм)/Nb (3 нм) в системе TOF.SIMS 5-100 проводился в следующих условиях:

– анализирующий пучок ионов висмута Bi⁺ с током 1.5 пА имел энергию 30 кэВ и растр 100 × 100 мкм;

– распыление образцов многослойных структур проводилось ионами кислорода O₂⁺ с энергией 500 эВ при анализе положительных вторичных ионов и ионами цезия Cs⁺ с энергией 500 эВ при анализе отрицательных вторичных ионов. Размеры растра распыления: 300 × 300 мкм;

– для калибровки сигналов ВИМС-анализа образцов структур по глубине кратера ионного травления использовался оптический профилометр Wyko NT9300 компании Veeco в режиме фазосдвигающей интерферометрии (**PSI** – *phase shift interferometry*), применяемом для изменения структур с малым перепадом высот [18].

Таблица 1. Режимы процессов ионной очистки подложек и ионно-лучевого осаждения структуры Ta (3 нм)/Nb (3 нм)/Ta (3 нм) на установке Aspira 150

Процесс	Расход рабочих газов, см ³ /мин		Рабочее давление, Па	Напряжение ионного источника, кВ	Ток ионного источника, мА	Время обработки, с
	Ar					
Очистка подложки	10		0.06	1.0	40	120
Нанесение Ta	20		0.08	1.5	90	35
Нанесение Nb	20		0.08	1.5	90	35

Таблица 2. Режимы процессов ионной очистки подложек и реактивного ионно-лучевого осаждения структуры Nb (3 нм)/Ta₂O₅ (3 нм)/Nb (3 нм) на установке Aspira 150

Процесс	Расход рабочих газов, см ³ /мин		Рабочее давление, Па	Напряжение ионного источника, кВ	Ток ионного источника, мА	Время обработки, с
	Ar	O ₂				
Очистка подложки	5.0	15	0.06	2.0	50	120
Нанесение Ta	21	0	0.11	3.0	70	50
Нанесение Nb	21	0	0.11	3.0	70	17
Нанесение Ta ₂ O ₅	11	60	0.17	3.8	90	25

Для проведения таких измерений исходные образцы с кратерами ионного травления, полученными в процессе ВИМС-анализа, были покрыты слоем Al толщиной порядка 50 нм на установке “МВУ ТМ-Магна 150” производства ОАО “НИИТМ” (Россия) [19].

Для сравнения результатов анализа толщины и характеристик слоев образцы многослойных структур Ta (3 нм)/Nb (3 нм)/Ta (3 нм) и Nb (3 нм)/Ta₂O₅ (3 нм)/Nb (3 нм) были также исследованы с помощью спектральных эллипсометров Horiba Auto SE и Horiba Uvisel 2. Метод спектральной эллипсометрии применялся для оценки толщины и количества слоев. Для этого была проведена обработка полученных экспериментальных эллипсометрических характеристик I_s и I_c , связанных с эллипсометрическими параметрами Ψ и Δ оптимизационным методом [18].

В частности, использовались различные модельные представления исследуемых структур, описывающие наличие или отсутствие каждого конкретного слоя, его толщины и оптические характеристики [20]. Исходя из такого комплексного анализа результатов, полученных методом спектральной эллипсометрии, были сделаны выводы о составе и толщине исследуемых структур, представленные в следующем разделе.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты ВИМС-анализа образцов двух типов структур Ta (3 нм)/Nb (3 нм)/Ta (3 нм) и Nb (3 нм)/Ta₂O₅ (3 нм)/Nb (3 нм) в виде зависимостей ионного тока от глубины травления образцов показаны на рис. 2 и 3.

Зависимости на рис. 2 четко показывают последовательные слои Ta, Nb и Ta толщиной по 3 нм каждый. В методе ВИМС разрешение по глубине чаще всего определяется как глубина, на которой сигнал от резко появляющегося слоя поднимается от 16 до 84% своей максимальной интенсивности. В рамках этого критерия профиль ниобия свидетельствует, что граница раздела (или разрешение по глубине) в данном случае составляет не более 1.5 нм.

Данные эллипсометрических исследований структуры Ta/Nb/Ta подтверждают, что два верхних слоя имеют суммарную толщину около 6 нм. Граница третьего слоя (глубинного слоя Ta) не фиксируется на фоне интенсивного сигнала от 0.6 мкм оксида кремния подложки.

ВИМС-анализ образца структуры Nb (3 нм)/Ta₂O₅ (3 нм)/Nb (3 нм), приведенный на рис. 3, позволяет сделать следующие заключения:

– в структуре наблюдается чрезвычайно высокий сигнал кислорода, что свидетельствует о высокой степени окисления входящих в структуру пленок;

– в структуре присутствует верхний слой ниобия (Nb) с задаваемой толщиной 3 нм, однако граница раздела верхнего слоя Nb со слоем оксида тантала (Ta₂O₅) практически полностью размыта;

– в структуре фиксируется слой оксида тантала (Ta₂O₅) толщиной около 6 нм при заданной толщине в 3 нм и отсутствует внутренний (глубинный) слой ниобия (Nb) с заданной толщиной в 3 нм.

Отсутствие глубинного слоя ниобия связано с тем фактом, что при ионно-лучевом нанесении слоя оксида тантала (Ta₂O₅) на глубинный слой ниобия (Nb) воздействует частично ионизованная газовая смесь аргон/кислород (Ar/O₂) с процентным соотношением примерно 1 к 6 (табл. 2, последняя строка). В такой смеси глубинный слой Nb окисляется целиком атомами и ионами кислорода, и образуется слой оксида ниобия (Nb₂O₅), что наблюдается при ВИМС-анализе.

Результаты эллипсометрических исследований структуры Nb/Ta₂O₅/Nb показывают, что:

– толщина оксида SiO₂ в областях подложек под структурой Nb/Ta₂O₅/Nb меньше, чем в областях, экранированных клампирующим кольцом подложкодержателя без данных покрытий, что связано с предварительной ионной очисткой подложек с использованием газовой смеси Ar/O₂ = 1/3 (табл. 2, первая строка);

– наблюдается высокая степень окисления входящих в структуру металлических пленок ниобия;

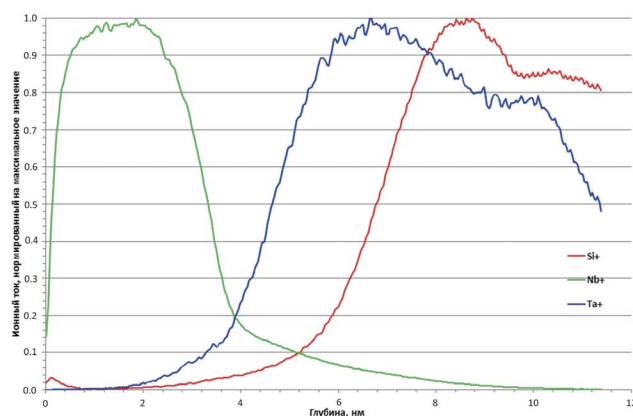


Рис. 3. Зависимости ионного тока основных положительных ионов, нормализованного на максимальное значение, от глубины травления структуры Nb (3 нм)/Ta₂O₅ (3 нм)/Nb (3 нм) ионами O₂⁺ с энергией 500 эВ. Фиксируемый уровень кислорода на данной структуре превышает динамический диапазон масс-спектрометра, что доказывает высокую степень окисления структуры.

– в структуре отсутствует четко выраженный внутренний (глубинный) слой ниобия.

Таким образом, эллипсометрические исследования структуры Nb/Ta₂O₅/Nb хорошо подтверждают результаты и выводы ВИМС-анализа.

Результаты исследования образцов многослойных структур с каждой пластины были одинаковыми в пределах ошибки эксперимента, что показывает стабильность режимов проводимых технологических процессов.

ВЫВОДЫ

На основании проведенных экспериментальных исследований с применением методов время-пролетной вторичной ионной масс-спектрометрии и спектральной эллипсометрии впервые показано:

– процесс ионно-лучевого осаждения в режиме, приведенном в табл. 1, позволяет получать структуры со слоями нанометровой толщины и резкими границами между слоями;

– процесс реактивного ионно-лучевого осаждения в режиме, приведенном в табл. 2, не позволяет получать структуры со слоями нанометровой толщины и резкими границами между слоями из-за окисления на всю толщину металлических слоев, следующих за слоями оксидов металлов, за счет ионов, атомов и молекул кислорода, содержащихся в ионных пучках.

Благодарности. Исследования выполнены с использованием оборудования Центра коллективного пользования “Микросистемная техника и электронная компонентная база” МИЭТ при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках выполнения работ по контракту № 14.578.21.0250 (УН RFMEFI57817X0250).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Киреев В.Ю.* Нанотехнологии в микроэлектронике. Нанолитография – процессы и оборудование. Долгопрудный: Издательский дом “Интеллект”, 2016. 320 с.
2. International Roadmap for Device and Systems (IRDS). 2017 Edition. Executive Summary // The Institute of Electrical and Electronics Engineers (IEEE), Incorporated. 2017. 30 с.
3. AMD Navi GPU is based on 7 nm process. <https://fudzilla.com/news/graphics/43677-amd-navi-gpu-is-based-on-7nm-process>.
4. Проектные нормы в микроэлектронике. 24.09.2018. www.nanonewsnet.ru/articles/2018/proektnye-normy-v-mikroelektronike-gde-na-samom-dele-7-nanometrov-v-tehnologii-7nm.
5. *Robertson J.* High dielectric constant gate oxides for metal gate Si transistors // Rep. Prog. Phys. 2006. V. 69. P. 327. <https://doi.org/10.1088/0034-4885/69/2/R02>.
6. *Громов Д.Г., Мочалов А.И., Сулимин А.Д., Шевяков В.И.* Металлизация ультрабольших интегральных схем. М.: БИНОМ, 2012. 277 с.
7. *Мартинес-Дуарт Дж.М., Мартин-Пальма Р.Дж., Агулло-Рюеда Ф.* Нанотехнологии для микро- и оптоэлектроники. М.: Техносфера, 2009. 368 с.
8. UMC and Avalanche Technology partner for MRAM development and 28nm production. <https://electroiq.com/2018/08/umc-and-avalanche-technology-partner-for-mram-development-and-28nm-production>.
9. Atomic Layer Deposition for Semiconductors / Editors Cheol Seong Hwang and Cha Young Yoo. USA. New York: Springer Science + Business Media, 2014. 263 p.
10. *Асеев А.Л.* Наноматериалы и нанотехнологии для современной полупроводниковой электроники // Российские нанотехнологии. 2006. Т. 1. № 1–2. С. 97.
11. *Данилин Б.С.* Применение низкотемпературной плазмы для нанесения тонких пленок. М.: Энергоатомиздат, 1989. 328 с.
12. *Берлин Е.В., Сейдман Л.А.* Получение тонких пленок реактивным магнетронным распылением. М.: Техносфера, 2014. 256 с.
13. *Sato H., Yamanouchi M., Ikeda S. et al.* MgO/CoFeB/Ta/CoFeB/MgO Recording Structure in Magnetic Tunnel Junctions with Perpendicular Easy Axis // IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS. 2013. V. 49. №. 7. P. 4437. <https://doi.org/10.1109/tmag.2013.2251326>.
14. Handbook of Semiconductor Interconnection Technology / Eds. Schwartz G.C., Srikrishnan K.V. 2-nd edition. USA. N.Y. CRC Press, Taylor & Francis Group, 2006. 506 p.
15. Aspira 150. www.izovac.com.
16. *Van der Heide P.* Secondary ion mass spectrometry: an introduction to principles and practices. USA. New Jersey: John Wiley & Sons, 2014. 365 p.
17. TOF.SIMS 5 - 100 brochure. www.iontof.com.
18. *Швец В.А., Спесивцев Е.В., Рыхлицкий С.В., Михайлов Н.Н.* Эллипсометрия – прецизионный метод контроля тонкопленочных структур с субмикронным разрешением // Российские нанотехнологии. 2009. Т. 4. № 3–4. С. 106.
19. Установка «МВУ ТМ-Магна 150». www.niitm.ru.
20. *Дедкова А.А., Киреев В.Ю., Мазуркин Н.С.* Анализ ферромагнитных пленок с помощью системы исследования магнитооптического эффекта Керра и спектрального эллипсометра // Нано- и микросистемная техника. 2018. Т. 20. № 9. С. 521. <https://doi.org/10.17587/nmst.20.521-527>.