

УДК 620.3

## ОТ САМООРГАНИЗАЦИИ МОНОАТОМНЫХ СТУПЕНЕЙ НА ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНИЯ К СУБНАНОМЕТРОВОЙ МЕТРОЛОГИИ

© Д. В. Щеглов, С. В. Ситников, Л. И. Федина, Д. И. Роголо,  
А. С. Кожухов, А. В. Латышев

*Институт физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО РАН,  
630090, г. Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 13  
E-mail: sheglov@isp.nsc.ru*

Представлено, каким образом понимание фундаментальных процессов самоорганизации и морфологических перестроек на атомно-чистой поверхности Si(111), достигнутое в результате исследований методом *in situ* сверхвысоковакуумной отражательной электронной микроскопии, может быть использовано для приложений в метрологии. Методом высокоразрешающей электронной микроскопии показано, что естественный оксид, формирующийся на поверхности Si(111) в атмосферных условиях, с большой точностью реплицирует высоту атомной ступени. На основе этого разработаны методики создания мер вертикальных размеров в диапазоне 0,31–31 нм с погрешностью во всём интервале измерений менее 0,05 нм. Продемонстрирована возможность создания экстремально широких «атомно-гладких» поверхностей (до 230 мкм) и их использования в качестве опорных зеркал в интерферометрических микроскопах. Кристаллические образцы, содержащие выверенное количество моноатомных ступеней и атомно-гладких участков поверхности, включены в состав Государственного вторичного эталона в качестве меры высоты и меры плоскостности ангстремного диапазона.

*Ключевые слова:* кремний, метрология, атомные ступени, террасы, атомно-силовая микроскопия, меры высоты.

DOI: 10.15372/AUT20200512

**Введение.** Современное развитие технологии с применением наноматериалов и нанообъектов привело к необходимости метрологического обеспечения измерения длины в диапазоне 0,1–100 нм. Несмотря на кардинальные изменения определений основных единиц системы измерения, произошедшие в метрологии в 2019 г., когда они были привязаны к фундаментальным физическим константам, крайне актуальной остаётся проблема создания стандартных образцов носителей меры длины, пригодных для достижения требуемой точности измерений, производства и калибровок оборудования, а также стандартизации измерений в данном диапазоне. Работы в этом направлении ведутся с конца 90-х гг. XX века [1–5]. Кремний как самый чистый и исследованный материал, являющийся основой современной наноэлектроники, представляется одним из перспективных материалов для создания носителей мер. Успешно реализованный международный проект «Авогадро» (с участием России) по высокоточному измерению числа Авогадро с использованием изотопно-чистого монокристалла  $^{28}\text{Si}$ , приведший к переопределению единицы количества вещества (моль), подтверждает перспективность использования кремния для развития нанометрологии.

С применением современных методов литографии (технологии типа сверху вниз) в России и за рубежом были созданы компараторы нанометрового диапазона с точностью определения длины 0,5 нм. Используемые для формирования структур технологические процессы типа сверху вниз не позволяют далее улучшить точность создания объектов. Переход на применение технологии типа снизу вверх даёт возможность увеличить точность

формирования объектов вплоть до расстояния между отдельными атомами ( $\sim 0,1$  нм), и с учётом статистического набора данных точность определения длины может достигнуть  $0,01$  нм.

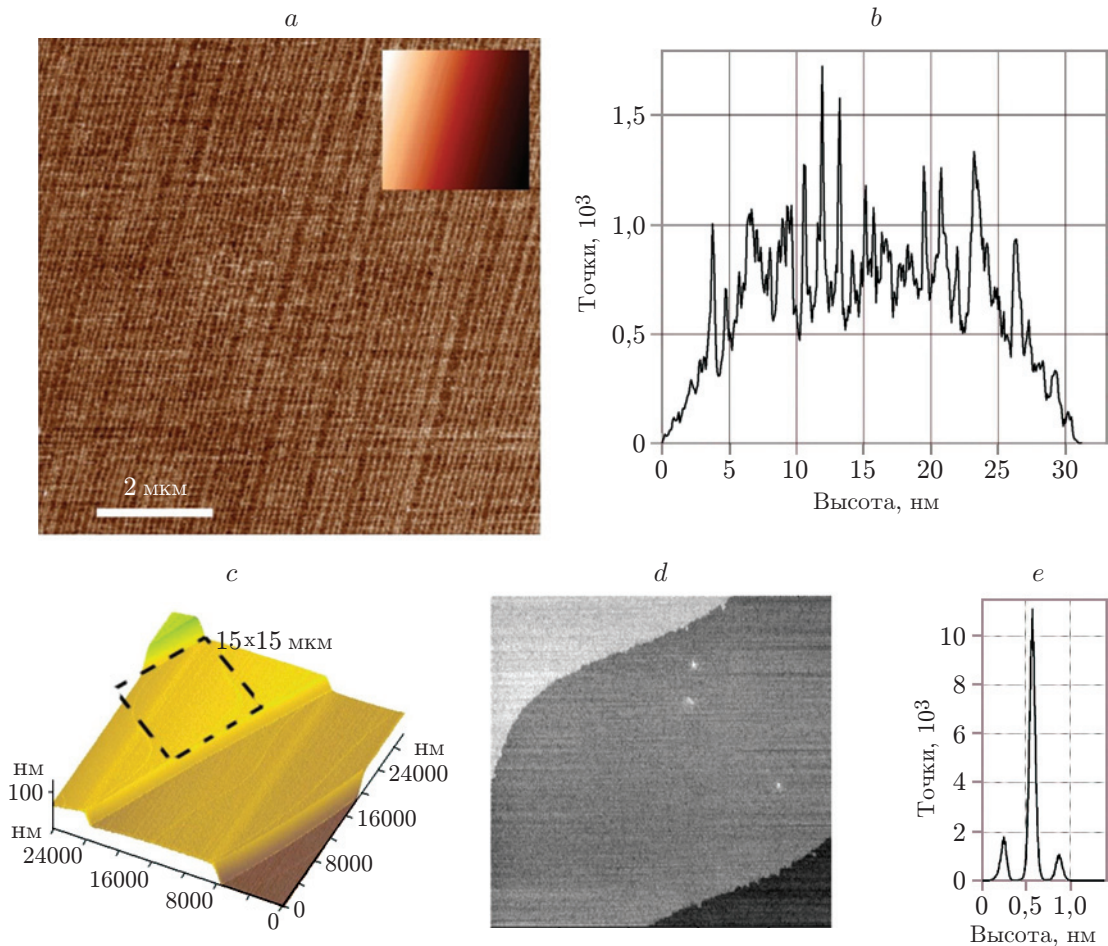
Целью данного исследования являлась разработка технологии создания мер вертикальных размеров в нанометровом и субнанометровом диапазонах с точностью не хуже  $0,05$  нм. Требуемые для этого комплексные исследования фундаментальных процессов самоорганизации и морфологических перестроек на атомно-чистой поверхности кремния проводились с использованием уникальной *in situ* сверхвысоковакуумной отражательной электронной микроскопии (СВВ ОЭМ), атомно-силовой микроскопии (АСМ), высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии (ВРЭМ) с корректором сферической аберрации и других современных методов диагностики поверхности [6].

**Создание заданного распределения моноатомных ступеней.** Вицинальная поверхность Si(111) после отжига в сверхвысоком вакууме, сопровождающегося удалением оксида и загрязнений, представляет собой систему эквидистантных моноатомных ступеней высотой  $0,314$  нм, разделённых атомно-гладкими террасами, ширина которых определяется углом отклонения поверхности от кристаллографической грани (111) [7]. В работе [8], вызвавшей всплеск экспериментальных и теоретических исследований свойств атомно-чистой поверхности [9–12], было впервые показано, что морфологическая структура вицинальной поверхности Si(111) обратимо нестабильна относительно нагрева прямым пропусканием постоянного электрического тока. В зависимости от направления тока (приложенного электрического поля) и связанной с протеканием тока температуры кристалла морфология поверхности представляет собой либо систему эквидистантных ступеней, либо систему эшелонов ступеней — участков поверхности с большой плотностью ступеней, разделённых участками малой плотности ступеней. Количество ступеней в эшелоне, а также расстояние между ступенями зависят от температуры и времени отжига кристалла и определяются процессами взаимодействия находящихся на поверхности адсорбированных атомов (адатомов) со ступенями. Существует множество различных теоретических подходов, объясняющих эффект эшелонирования атомных ступеней для различных температурных интервалов, однако полного объяснения этого явления до сих пор нет [9–14].

Количество ступеней в эшелоне и ширина террас между эшелонами зависят от температуры и времени отжига кристалла, а также характера взаимодействия адатомов со ступенью (диффузии адатомов вдоль края ступени, неравенства барьеров Швобеля для встраивания в ступень с верхней и нижней террас, проницаемости ступеней и др.) [9–12]. Некоторые из этих параметров (температура, величина электрического поля, внешние потоки атомов Si и примесей) являются технологическими и могут быть использованы для управления процессом эшелонирования в целях формирования различного рода самоорганизованных систем эшелонов ступеней и атомно-гладких террас без применения литографии, включая полосы примесно-индуцированных сверхструктур вдоль эшелонов ступеней и латеральные поверхностные сверхрешётки [8, 15, 16].

Условия, необходимые для управления морфологией поверхности кремния, были реализованы в колонне уникального сверхвысоковакуумного отражательного электронного микроскопа, созданного в Институте физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО РАН на базе японского просвечивающего электронного микроскопа JEM-7A [17]. Метод СВВ ОЭМ позволяет визуализировать кинетику движения моноатомных ступеней, винтовых дислокаций, двумерных и трёхмерных островков роста, двумерных островков сублимации, а также формирование сверхструктурных доменов непосредственно в процессе отжига или осаждения на поверхность материала [8, 17–19].

На рис. 1, а представлены АСМ-изображения поверхности Si(111) с регулярными атомными ступенями, на которых можно различить отдельные террасы между ступенями, ширина которых составляет порядка  $100$  нм. Однако использование таких образ-



*Рис. 1.* Поверхность Si(111) после отжига в сверхвысоковакуумных условиях: *a* — фазовое (фрагмент — топографическое) АСМ-изображение ( $8 \times 8$  мкм) системы эквидистантно расположенных моноатомных ступеней; *b* — спектр высот точек поверхности (ошибка определения высот террас  $\sim 0,2$  нм); *c* — аксонометрическое топографическое АСМ-изображение ( $30 \times 30$  мкм) системы эшелонов ступеней; *d* — топографическое АСМ-изображение ( $15 \times 15$  мкм) участка с пониженной плотностью ступеней; *e* — спектр высот точек поверхности (ошибка определения высоты центральной террасы  $0,04$  нм)

цов метрологического обеспечения неприемлемо из-за высокой ошибки определения их высотного положения, связанной с фоновым шумом в спектре высот данного изображения (рис. 1, *b*). На эшелонированной поверхности расстояние между эшелонами значительно больше ( $\sim 10$  мкм, рис. 1, *c*), а террасы шире (рис. 1, *d*), что даёт возможность набрать достаточную статистику и с высокой точностью определить высотное положение отдельной террасы, а спектр высот демонстрирует практически полное отсутствие фонового сигнала (рис. 1, *e*). Ошибка определения высотной координаты атомно-гладкой террасы составила величину  $0,04$  нм. Такая поверхность позволяет осуществить привязку к оптическому излучению с помощью интерферометрических методик, так как террасы имеют области размерами более  $5 \times 5$  мкм, сравнимые с площадью сечения пучка оптического (лазерного) излучения. Способ формирования данного типа образцов был запатентован [20]. Однако образцы с такой морфологией поверхности не позволяют измерять высоту атомной ступени напрямую оптическими методами, так как ошибка определения высоты составляет

несколько ангстрем даже для самых совершенных интерферометрических комплексов. Одним из решений является использование эшелона ступеней в качестве калибровочной меры. В этом случае достаточно реализовать обрамление эшелона широкими атомно-гладкими террасами и подсчитать количество ступеней в эшелоне. Тогда ошибка измерения высоты эшелона делится на количество ступеней в эшелоне и получаемая таким образом ошибка измерения высоты единичной моноатомной ступени уменьшается в среднем на два порядка по сравнению с прямым измерением высоты одиночной ступени. Точный подсчёт количества моноатомных ступеней в эшелоне является зачастую невыполнимой задачей из-за очень малых расстояний между ступенями в эшелоне. Для решения задачи необходимо реализовать условие однозначного счёта моноатомных ступеней в области их скопления, что становится возможным при расстоянии между ними 20–40 нм.

В процессе исследования трансформаций поверхности Si(111) при длительном высокотемпературном отжиге было обнаружено вторичное формирование областей плотно расположенных ступеней (антиэшелонов) с морфологией, схожей с эшелонами ступеней, но с противоположно направленным знаком [21]. Формирование данных структур при сублимации происходит из-за локального изменения скорости движения ступени: движение ступени вблизи верхнего эшелона происходит быстрее движения края ступени вблизи нижнего эшелона (для эпитаксиального роста противоположная ситуация). Тогда со временем край ступени вблизи верхнего эшелона обгонит край ступени вблизи нижнего эшелона и реализуется ситуация, когда ступень, принадлежащая двум эшелонам, приобретает S-образную форму. Со временем такой процесс производит множество ступеней противоположного знака на участке между эшелонами, при этом расстояние между ними составляет несколько десятков нанометров, чего достаточно для их счёта на АСМ-изображении. Формирование антиэшелонов ступеней впервые наблюдалось в условиях сублимации [22], а анализ изгиба ступени между эшелонами при сублимации представлен в работе [23]. Позже процесс образования антиэшелонов был изучен в зависимости от условий пересыщения на поверхности по адатомам Si [24].

Из представленного выше краткого анализа динамики движения моноатомных ступеней на поверхности Si(111) следует, что возможности управления распределением ступеней по поверхности могут быть использованы для создания кремниевых мер вертикальных размеров в диапазоне размеров 0,31–31 нм с погрешностью во всём интервале измерений менее 0,05 нм. На рис. 2, *a* приведена фотография комплекта мер в упаковке с заводским номером 434. Топографическое и фазовое АСМ-изображения участка поверхности с мерой высоты 18,53 нм даны на рис. 2, *b*, *c*. Профиль рельефа поверхности меры в направлении, перпендикулярном моноатомным ступеням, показан на рис. 2, *d*. Спектр высот (рис. 2, *e*) меры демонстрирует множество пиков, соответствующих отдельным атомно-гладким террасам между моноатомными ступенями, а перепад высот между максимальными пиками составляет  $18,53 \pm 0,05$  нм, что соответствует высоте 59 моноатомных ступеней в антиэшелоне на поверхности Si(111). Можно видеть, что количество ступеней в мере (антиэшелоне) легко визуализируется на АСМ-изображении и однозначно считается. Этот разработанный комплект высокоточных мер вертикальных размеров «СТЕПП-ИФП-1» после проведения государственных испытаний был внесён в государственный реестр средств измерений как тип средства измерений № 48115-11 (приказ Росстандарта № 6290 от 31.10.2011 г.).

Накануне государственных испытаний было детально изучено влияние плёнки естественного оксида на поверхности Si(111) на высоту моноатомной ступени. Проведены прямые структурные исследования поперечных срезов ступенчатой поверхности Si(111) в сечении (110) методом ВРЭМ. ВРЭМ-анализ высоты атомной ступени (рис. 3, *a*), покрытой естественным оксидом, показал, что высота Si-ступени соответствует величине расстояния между плоскостями (111) в объёме Si с высокой точностью. Расчётный фурье-спектр для ВРЭМ-изображения (см. рис. 3, *a*), соответствующий дифракционной картине

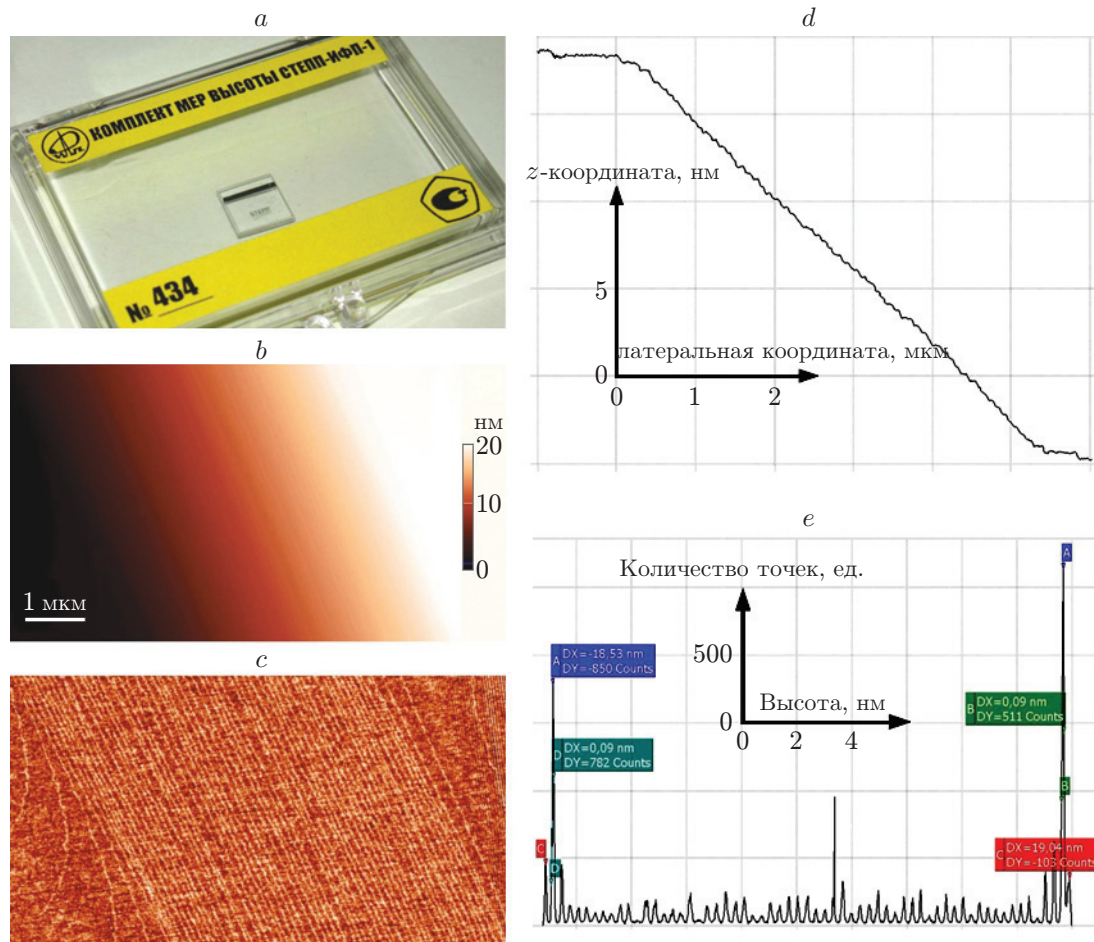


Рис. 2. Меры высоты с заводским номером 434: *a* — фотография комплекта в упаковке; *b* — топографическое и *c* — фазовое АСМ-изображения меры высоты (антиэшелона) 18,53 нм; *d* — профиль рельефа поверхности меры в направлении, перпендикулярном моноатомным ступеням; *e* — спектр высот меры демонстрирует множество пиков, соответствующих отдельным атомно-гладким террасам между моноатомными ступенями, а перепад высот между максимальными пиками составил  $18,53 \pm 0,05$  нм, что соответствует высоте 59 моноатомных ступеней на поверхности Si(111)

(рис. 3, *b*), демонстрирует возможность измерения параметров Si с точностью  $\pm 0,001$  нм, т. е. высота ступени на поверхности Si и оксидная ступень могут быть измерены с такой же точностью. Необходимо подчеркнуть, что результаты измерений, представленные на рис. 3, *a*–*c*, позволяют сделать вывод не только о создании меры, обеспечивающей прослеживаемость эталона меры к вещественному эталону, но и впервые показать аддитивность, линейность и взаимную компарированность размеров в диапазоне 0,1–30 нм.

**Создание экстремально широких атомно-гладких террас.** При калибровке приборов с применением ступенчатых мер высоты в диапазоне 0,1–30 нм становится важным не только точное измерение перепада высот между плоскостями, но и задание для прибора идеальной плоскости, относительно которой производятся измерения высоты. Для решения этой задачи используются меры плоскостности. Одновременное использование мер плоскостности и высоты для выполнения калибровки позволяет минимизировать влияние ошибок измерений, связанных с конструктивными особенностями прибора. В част-

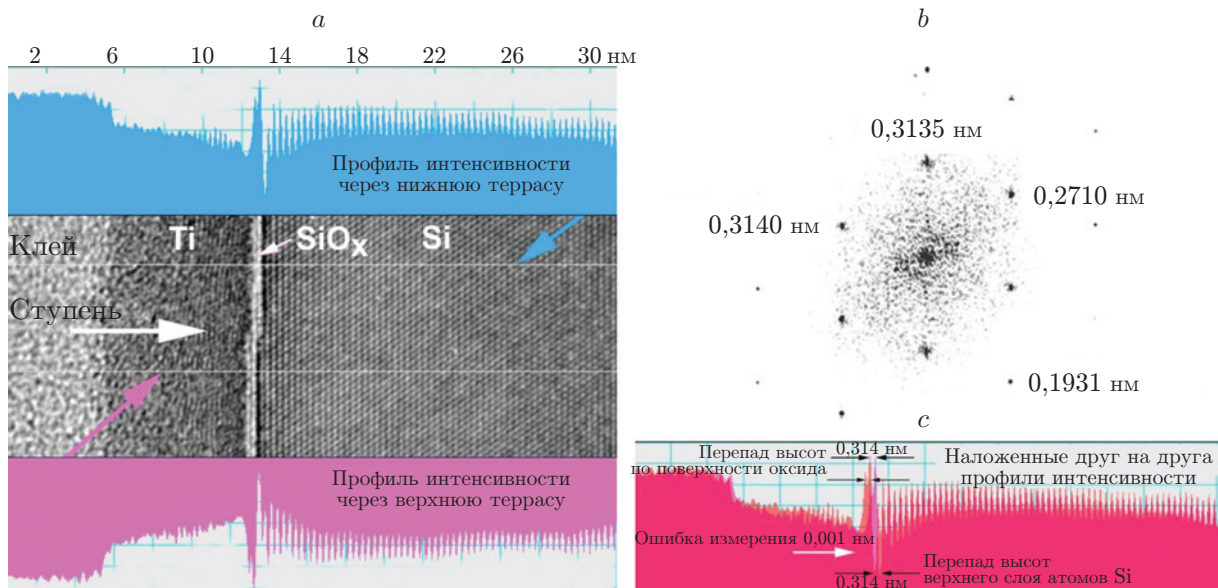


Рис. 3. Моноатомная ступень на поверхности Si(111): *a* — ВРЭМ-изображение в толстом образце с профилями интенсивности, взятыми ниже и выше от моноатомной ступени; *b* — фурье-спектр изображения; *c* — наложенные профили интенсивности

ности, для микроинтерференционного микроскопа идеальная плоскость не может быть измерена лучше, чем позволит качество полировки опорного зеркала. Теоретически идеальной плоскостью является бесконечная поверхность кристалла, ориентированная строго в низкоиндексном направлении, что является недостижимым, однако задача создания достаточно близких к идеалу поверхностей является решаемой. Эта задача, сложная сама по себе, дополнительно усложняется требованием к плоскости быть заведомо больше размеров области исследуемой поверхности, что определяется областью измерений (полем зрения микроскопа). Анализ научной литературы выявил перспективные методы структурирования поверхности для создания атомно-гладких участков поверхности. Примерно одновременно в [24, 25] предложено использовать мезаструктурирование поверхности для создания требуемых атомно-гладких участков. Максимальный размер участков составил порядка 50 и 30 мкм для поверхностей Si(111) [15] и Si(100) [26] соответственно. Поэтому для формирования экстремально широких террас (с латеральными размерами  $> 100$  мкм) более перспективной является поверхность Si(111).

Проведены исследования процессов формирования широких террас на поверхности Si(111) с применением различных методов структурирования поверхности: оптической литографии в совокупности с жидкостным или плазмохимическим травлением, бомбардировки поверхности низкоэнергетическими ионами аргона или кислорода, а также ионами галлия с энергией до 30 кэВ в системе фокусированного ионного пучка. Все вышеперечисленные методы применимы для создания широких террас на поверхности Si(111), но наиболее технологичной является оптическая литография с плазмохимическим травлением. После создания на поверхности углубления с латеральными размерами несколько сотен микрон и глубиной не менее 200 нм образец подвергался отжигу в сверхвысоком вакууме при температуре выше 1300 °С (рис. 4, *a*). В процессе отжига естественный оксид удалялся с поверхности образца и внутри углубления формировалась система замкнутых ступеней (рис. 4, *b*). При дальнейшем высокотемпературном отжиге, сопровождавшемся сублимацией Si, ступени генерировали адатомы, которые, диффундируя по террасе, де-

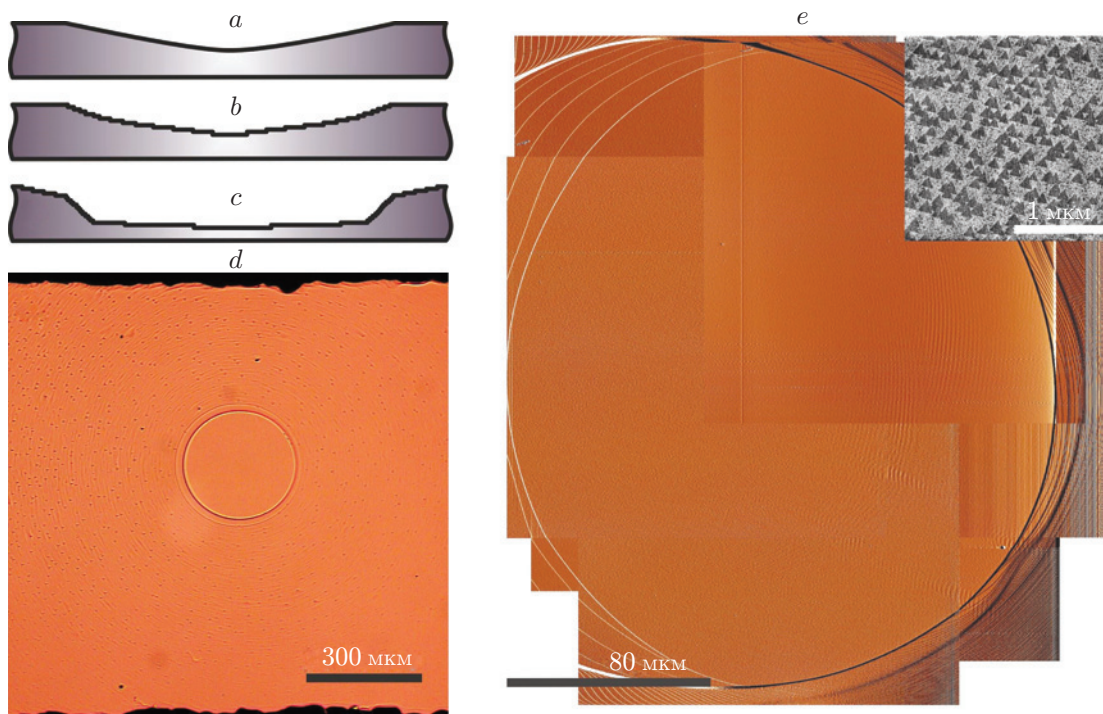


Рис. 4. Экстремально широкие атомно-гладкие террасы: *a* — исходная поверхность лунки после травления ионами  $\text{Ag}^+$  (схема); *b* — рельеф поверхности образца после первичного прогрева при  $1300\text{ }^\circ\text{C}$  (схема); *c* — формирование широкой террасы на дне лунки при длительном отжиге образца при  $1000\text{ }^\circ\text{C}$ ; *d* — образец со сформированной экстремально широкой террасой (оптическое изображение); *e* — экстремально широкая сингулярная терраса размером  $210 \times 230\text{ }\mu\text{m}$  (АСМ-изображение (фазовый контраст), собранное из отдельных сканов поверхности; фрагмент — топографическое АСМ-изображение треугольных доменов ( $7 \times 7$ ), возникших на широкой сингулярной террасе  $\text{Si}(111)$  при быстром её охлаждении от  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  до комнатной температуры)

сорбировались в вакуум. В полном соответствии с теорией [27, 28] этот процесс сопровождался непрерывным смещением всех атомных ступеней в сторону вышележащих террас, что для самой нижней террасы, ограниченной только восходящей ступенью, приводило к увеличению латеральных размеров до предельно возможных (рис. 4, *c*) [29]. При достижении ею критического диаметра в центре террасы зарождался вакансионный двумерный островок, который аналогично разрастался до критического диаметра, и далее процесс многократно повторялся при фиксированной температуре отжига [18]. Вся лунка хорошо различима в оптическом микроскопе, что позволяет проводить точное позиционирование образцов (рис. 4, *d*).

Процесс формирования широких террас связан с обширным диффузионным массопереносом и требует достаточно длительного времени, а также использования дополнительных потоков  $\text{Si}$  для подавления формирования вакансионных дефектов на поверхности, неизбежно возникающих в условиях сублимации даже при относительно невысоких температурах. Поэтому температурная зависимость критического диаметра террасы для зарождения вакансионного островка была экспериментально изучена не только при сублимации, но и в присутствии внешнего потока  $\text{Si}$ , не превышающего сублимационный (рис. 5). На поверхности  $\text{Si}(111)$  в условиях, близких к динамическому равновесию между сублимирующим и

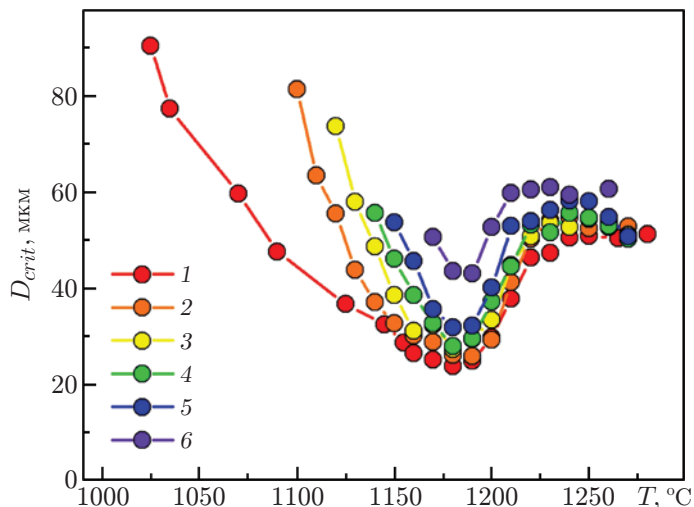


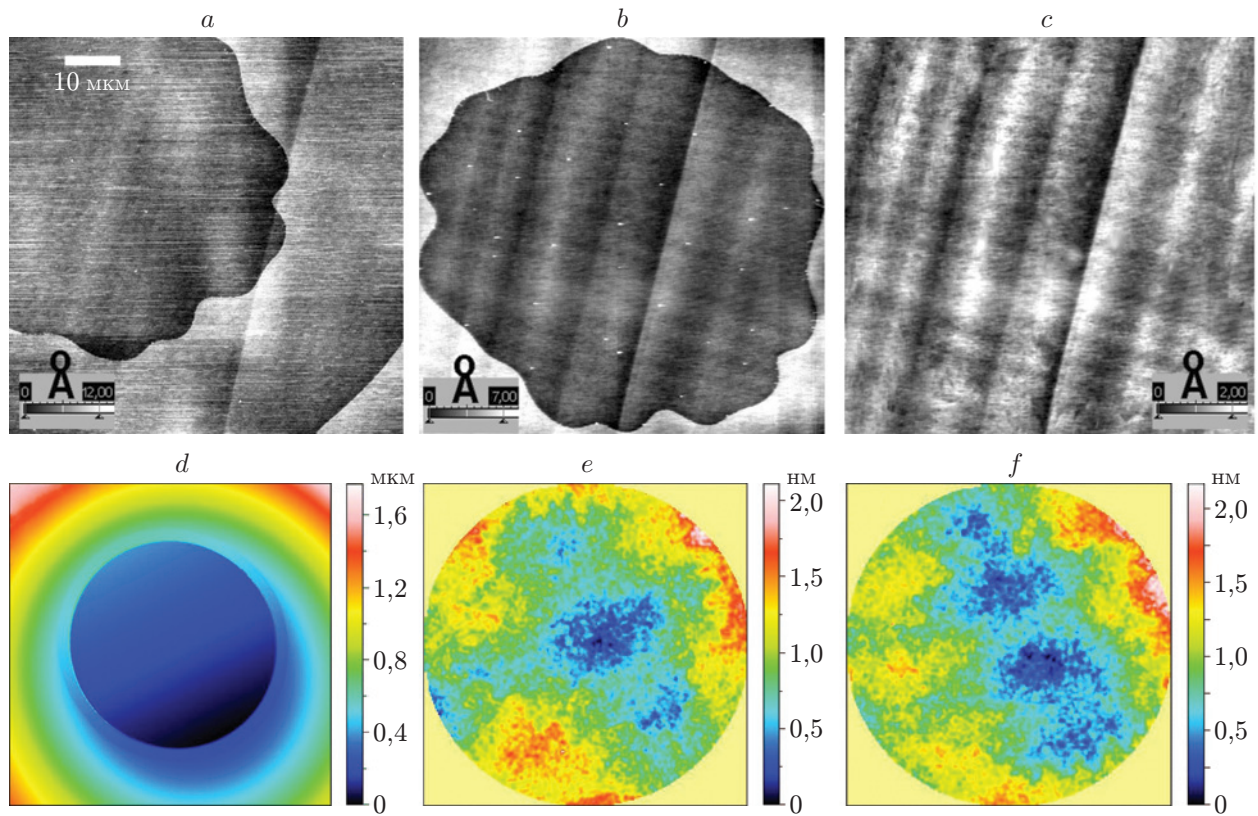
Рис. 5. Зависимость критического диаметра террасы от температуры образца при различных потоках Si на поверхность ( $\times 10^{14} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ ): 1 — 0, 2 — 0,62, 3 — 1,4, 4 — 1,87, 5 — 3,74, 6 — 4,2

осаждаемым потоками Si, обнаружено, что центральная терраса увеличивается в размерах вплоть до нескольких сотен микрон. При этом вакансионный островок в центре террасы не формируется. Следует отметить, что стабильность и равномерность температуры подложки являются чрезвычайно важными параметрами для получения широких террас из-за экспоненциальной зависимости от температуры основных величин, характеризующих высокотемпературную диффузию адатомов и поверхностных вакансий, их взаимодействие со ступенью и взаимную рекомбинацию, а также зарождение вакансионного двумерного островка. Использование внешнего потока Si при высокотемпературных отжигах позволяет создавать сингулярные участки поверхности диаметром, многократно превышающим диффузионную длину адатомов, поэтому такие участки мы называем экстремально широкими террасами.

После формирования экстремально широкой террасы при высоких температурах ( $>900 \text{ }^\circ\text{C}$ ) её неизбежно приходится охлаждать до комнатной температуры. Как известно, при температурах ниже  $830 \text{ }^\circ\text{C}$  на поверхности Si(111) формируется сверхструктурная реконструкция  $(7 \times 7)$  [30], которая имеет меньшую плотность, чем нереконструированная поверхность Si(111)-« $1 \times 1$ » (с учётом адсорбционного слоя) [31], что обеспечивает появление избыточных адатомов [32, 33]. При быстром охлаждении (закалке) образца высвобождающиеся адатомы формируют мелкие кластеры, покрывающие поверхность террасы вокруг доменов сверхструктуры  $(7 \times 7)$ , — двумерных треугольных островков, занятых сверхструктурой  $(7 \times 7)$  [32]. Шероховатость данной поверхности ограничивается лишь адатомами и их кластерами, возникающими при сверхструктурном переходе. На фрагменте рис. 4, e представлено АСМ-изображение такого участка поверхности в центре широкой террасы. Тёмные треугольные области на изображении являются доменами сверхструктуры  $(7 \times 7)$ , зародившимися в процессе закалки, а области более светлого контраста являются областями, занятыми адатомами и их кластерами [32]. Меньшей шероховатостью может обладать только идеальная поверхность террасы без адсорбированных атомов, которую в реальности получить невозможно. Как показывает АСМ-анализ, среднеквадратичная шероховатость образцов такой поверхности составляет порядка  $0,04 \text{ нм}$ .

АСМ-анализ поверхности Si(111), содержащей атомно-гладкие участки большой площади (около  $100 \times 100 \text{ мкм}$ ), позволил визуализировать систематическую ошибку сканиру-



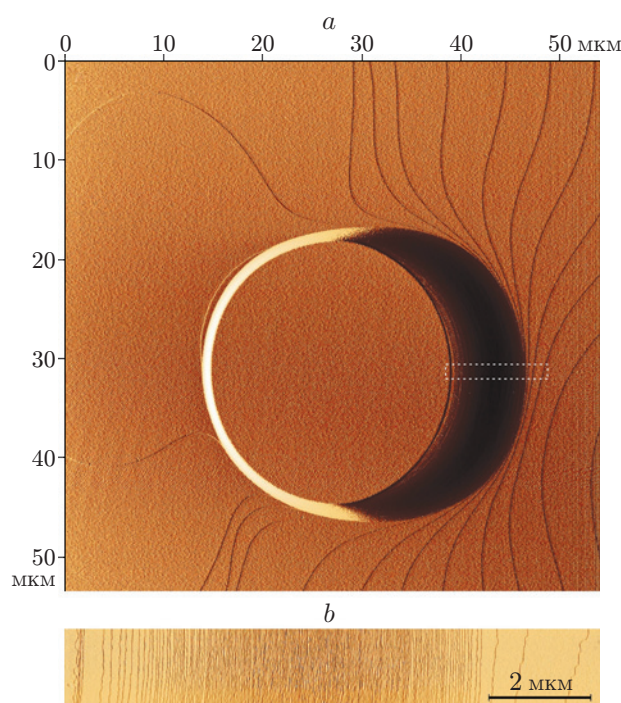


*Рис. 6.* Топографические изображения атомно-гладкой области, полученные с использованием атомно-силового микроскопа NT-MDT Solver P47 ИФП СО РАН: со сдвигом относительно центра участка (*a*), с поворотом (*b*), последовательным сложением множества изображений, подобных *a* и *b* (изображение образа ошибки сканера атомно-силового микроскопа) (*c*); топографические изображения лунки ( $375 \times 375$  мкм) (*d*) и поверхности атомно-гладкого зеркала ( $150 \times 150$  мкм) до поворота (*e*) и после поворота на  $90^\circ$  (*f*) получены с использованием оптического интерференционного микроскопа Zygo NewView 6200 ФГУП «ВНИИОФИ»

ющей системы микроскопа, заключающуюся в сбое распознавания плоскостности больших размеров атомно-гладкой поверхности образца в отображаемом посредством микроскопа массиве трёхмерных данных (рис. 6, *a–c*). На представленных на рис. 6, *a, b* АСМ-изображениях, полученных со смещением и поворотом террасы на  $90$  градусов, видно, что характер артефактных полос и их направление на изображениях не изменяется. Это подтверждает наличие ошибки сканера при анализе экстремально широкой террасы.

В результате проведённых исследований трансформации структурированной поверхности Si(111) при сублимации и эпитаксиальном росте были разработаны методы формирования экстремально широких атомно-гладких террас [34]. На рис. 4, *e* представлено изображение сингулярной атомно-гладкой террасы Si(111) размером  $210 \times 230$  мкм, собранное из отдельных АСМ-изображений. Данная структура была создана при температуре  $1050$  °С с применением частичной компенсации процесса сублимации потоком Si. В литературе получение таких широких террас не описано.

Тот факт, что область со сформированной экстремально широкой террасой хорошо различима в оптическом микроскопе, является значительным преимуществом перед мерами вертикальных размеров «СТЕПП-ИФП-1», на которых позиционирование структуры



*Рис. 7.* АСМ-изображения (фазовый контраст) замкнутой макроступени, сформированной на экстремально широкой террасе: *a* — общий вид, *b* — область (выделена пунктиром на общем виде) с атомными ступенями, где их плотность достаточно мала для подсчёта количества ступеней

задаётся расстоянием от краёв образца. Поэтому были проведены исследования по созданию следующего поколения ступенчатых высотных мер, расположенных в центре экстремально широкой террасы. Для этого предложено использовать процесс формирования широкой террасы и эффект электромиграции. В центре заранее сформированной экстремально широкой террасы методом фокусированного ионного пучка или с помощью процесса фотолитографии с плазмохимическим травлением создавалось затравочное углубление диаметром порядка 5–20 мкм и глубиной 100–1000 нм. Далее в процессе высокотемпературного отжига в сверхвысоковакуумной камере в условиях компенсирующего сублимационного потока Si на поверхности формировалась замкнутая макроступень. Если отжиг проводился при нагреве постоянным электрическим током, то за счёт процессов электромиграции с одной стороны макроступени формировалась плотная группа ступеней (как в эшелоне ступеней), а с другой — достаточно разрежённая для подсчёта количества атомных ступеней.

На рис. 7 дано АСМ-изображение созданной таким образом структуры. Можно видеть, что к области макроступени с высокой плотностью прилегают две террасы размерами более 20 мкм, что позволяет проводить интерферометрические измерения высоты такой макроступени, состоящей из 228 атомных ступеней. Результаты данных исследований представлены в [35].

**Применение мер высоты и экстремально широких террас.** Созданные образцы мер и экстремально широкие террасы оказались востребованы для разработки новых методик измерений и даже новых приборов — микроинтерферометров с использованием экстремально широкой атомно-гладкой террасы в качестве опорного зеркала [6]. Образцы, изготовленные на основе [34, 35] и содержащие выверенное количество моноатомных ступеней и атомно-гладких участков поверхности, включены в состав Государственного вто-

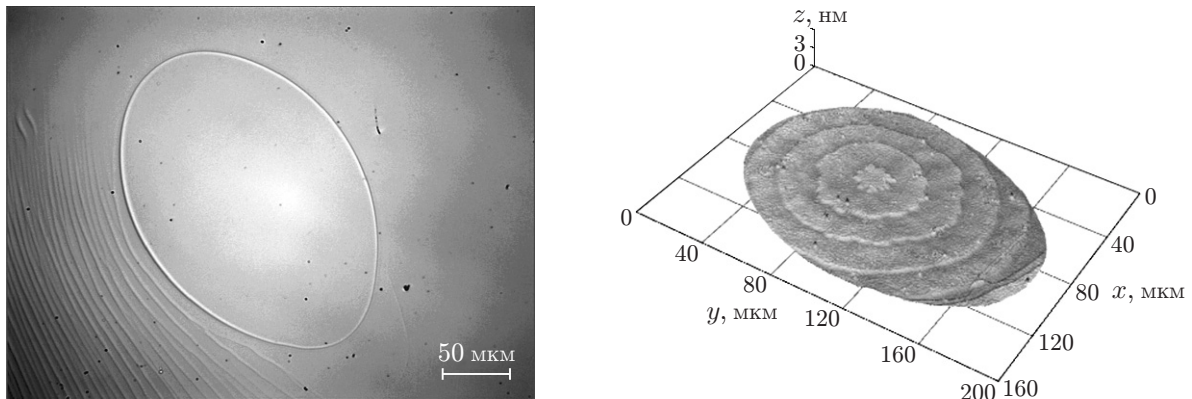


Рис. 8. Атомно-гладкое зеркало на поверхности Si(111) (слева) [40], использованное для получения изображения моноатомных ступеней высотой 0,314 нм на поверхности кристалла Si(111) (справа) [41]

ричного эталона 2.1.ZZA.0034.2015 ФГУП «ВНИИОФИ» в качестве меры высоты ангстремного диапазона (МВА) и меры плоскостности ангстремного диапазона (МПА). Одними из самых лучших сертифицированных в России литографических компараторов нанометрового размера являются литографические меры серии TGZ производства MikroMash [36], прошедшие сличение в Национальном институте стандартов и технологий США (TGS01C) и Физико-технологическом государственном институте Германии (TGS1\_PTB). Эти меры (TGZ1) позволяют проводить поверку вертикальных размеров 20 нм с точностью 0,5 нм. Для сравнения разработанные нами МВА включают несколько высот: 0,31, 1,57, 3,14, 12,54, 21,95, 31,35 нм с точностью 0,05 нм.

В Центре коллективного пользования высокоточных измерительных технологий в области фотоники (Москва) авторы [37] исследовали предложенное нами атомно-гладкое зеркало и показали, что оно может использоваться в качестве меры плоскостности в субнанометровом диапазоне. Более того, было подтверждено, что если его использовать в качестве опорного зеркала интерференционного микроскопа, то точность измерений существенно повышается, поскольку такое зеркало имеет предельно малую шероховатость и высокую плоскостность. В [38] также была показана возможность применения моноатомных ступеней кремния в качестве мер высоты в субнанометровом диапазоне, например для передачи размера 0,31 нм с погрешностью 0,05 нм. При этом данные меры могут быть использованы для поверки и калибровки не только атомно-силовых микроскопов, но и оптических интерференционных микроскопов.

Разность фаз интерферирующих волн в опорном и измерительном плечах интерферометра определяется не только рельефом измеряемой поверхности [39], но в значительной мере также рельефом поверхности зеркала в опорном плече интерферометра. На рис. 6,  $d-f$  представлен характерный пример влияния шероховатости промышленного опорного зеркала на изображение исследуемой атомно-гладкой поверхности, шероховатость которой меньше, чем шероховатость опорного зеркала. Простой поворот исследуемого образца атомно-гладкой поверхности в его латеральной плоскости показывает, что положение синих пятен по диагонали изображения фактически не изменяется, что выявляет структуру шероховатости опорного зеркала. Использование же в качестве опорного зеркала образца атомно-гладкой поверхности, имеющей вид эллипса с размерами по осям  $160 \times 200$  мкм (рис. 8, слева), позволило визуализировать моноатомные ступени на поверхности Si(111) (рис. 8, справа) и измерить их высоту с разрешением менее 0,05 нм [40, 41].

Таким образом, установлено, что использование в интерферометре атомно-гладкой поверхности Si(111) в качестве эталонного зеркала при измерении нанорельефа поверхности позволяет достигнуть рекордного для оптической профилометрии разрешения  $\lambda/13000$  по высоте менее 0,05 нм [42].

**Заключение.** Возможность визуализации движения атомных ступеней на поверхности в широком интервале температур 20–1350 °С методом *in situ* сверхвысоковакуумной отражательной электронной микроскопии, открытие и изучение трансформаций ступенчатой поверхности кремния, управляемых температурой образца, электрическим полем, внешним потоком Si и предварительным структурированием поверхности методами типа сверху вниз фактически заложили основы кремниевой нанометрологии. Широкие (3–5 мкм) сингулярные террасы Si(111), примыкающие к одиночным атомным ступеням высотой 0,314 нм, обеспечивают большую статистику набора точек высоты террас при измерениях методом атомно-силовой микроскопии, а значит, высокую точность измерения её высоты. При этом согласно результатам измерений методом высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии естественный оксид, формирующийся на поверхности Si(111) в атмосферных условиях, с большой точностью реплицирует высоту атомной ступени.

На основе данных фундаментальных исследований разработаны высокоточные ступенчатые меры и атомно-гладкие зеркала для измерений вертикальных размеров, обеспечивающие прослеживаемость эталона длины к вещественному эталону — высоте атомной ступени на поверхности кремния. Показана аддитивность, линейность и взаимная компарированность этих размеров в диапазоне 0,1–30 нм. Разработанные способы серийного изготовления функциональных образцов, содержащих выверенное количество моноатомных ступеней и атомно-гладких участков, обеспечивают их использование в качестве высокоточных мер высоты и плоскостности ангстремного диапазона, соответствующих требованиям к Государственным вторичным эталонам и Государственным поверочным схемам. Подтверждено, что их технические характеристики являются уникальными и превышают параметры отечественных и известных зарубежных аналогов.

**Благодарности.** Работа проводилась на оборудовании Центра коллективного пользования «Наноструктуры» в Институте физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО РАН.

**Финансирование.** Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (грант № 14-22-00143).

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Cresswell M. W., Allen R. A., Guthrie W. F. et al. Comparison of SEM and HRTEM CD measurements extracted from test structures having feature linewidths from 40 to 240 nm // IEEE Trans. Instrum. Meas. 2008. **57**, N 1. P. 100–109.
2. Toth M., Lobo C. J., Knowles W. R. et al. Nanostructure fabrication by ultra-high-resolution environmental scanning electron microscopy // Nano Lett. 2007. **7**, N 2. P. 525–530.
3. Данилова М. А., Митюхляев В. Б., Новиков Ю. А. и др. Тест-объект с шириной линии менее 10 нм для растровой электронной микроскопии // Измерительная техника. 2008. № 8. С. 20–23.
4. Misumi I., Dai G., Peng G.-S. Final report on supplementary comparison APMP.L-S2: Bilateral comparison on pitch measurements of nanometric lateral scales (50 nm and 100 nm) between NMIJ/AIST (Japan) and PTB (Germany) // Metrologia. 2007. **44**, N 1A. P. 04006.
5. Misumi I., Dai G., Lu M. et al. Bilateral comparison of 25 nm pitch nanometric lateral scales for metrological scanning probe microscopes // Meas. Sci. Technol. 2010. **21**, N 3. P. 035105.

6. **Щеглов Д. В., Федина Л. И., Латышев А. В.** Кремниевая метрология в развитии нанотехнологий. Новосибирск: Параллель, 2018. 184 с.
7. **Bergamin A., Cavagnero G., Mana G. et al.** Lattice parameter and thermal expansion of monocrystalline silicon // *Journ. Appl. Phys.* 1997. **82**, N 11. P. 5396–5400.
8. **Latyshev A. V., Aseev A. L., Krasilnikov A. B. et al.** Transformations on clean Si(111) stepped surface during sublimation // *Surf. Sci.* 1989. **213**, N 1. P. 157–169.
9. **Stoyanov S.** Heating current induced conversion between  $2\times 1$  and  $1\times 2$  domains at vicinal (001) Si surfaces — Can it be explained by electromigration of Si adatoms? // *Jpn. Journ. Appl. Phys.* 1990. **29**, Pt 2, N 4. P. L659–L662.
10. **Natori A., Fujimura H., Yasunaga H.** Step structure transformation of Si(001) surface induced by current // *Jpn. Journ. Appl. Phys.* 1992. **31**, Pt 1, N 4. P. 1164–1169.
11. **Khare S. V., Einstein T. L., Bartelt N. C.** Dynamics of step doubling: Simulations for a simple model and comparison with experiment // *Surf. Sci.* 1995. **339**, N 3. P. 353–362.
12. **Kandel D., Weeks J. D.** Step motion, patterns, and kinetic instabilities on crystal surfaces // *Phys. Rev. Lett.* 1994. **72**, N 11. P. 1678–1681.
13. **Pimpinelli A., Villain J.** What does an evaporating surface look like? // *Phys. A. Stat. Mech. Appl.* 1994. **204**, N 1–4. P. 521–542.
14. **Pang A. B., Man K. L., Altman M. S. et al.** Step line tension and step morphological evolution on the Si(111) ( $1\times 1$ ) surface // *Phys. Rev. B.* 2008. **77**, N 11. P. 115424.
15. **Finnie P., Homma Y.** Motion of atomic steps on ultraflat Si (111): Constructive collisions // *Journ. Vac. Sci. Technol. A. Interfaces, and Processing.* 2000. **18**, N 4. P. 1941.
16. **Aseev A. L., Latyshev A. V., Krasilnikov A. B.** Reflection electron microscopy observation of the behavior of monoatomic steps on the silicon surfaces // *Surf. Rev. Lett.* 1997. **4**, N 3. P. 551.
17. **Latyshev A. V., Krasilnikov A. B., Aseev A. L.** Application of ultrahigh vacuum reflection electron microscopy for the study of clean silicon surfaces in sublimation, epitaxy, and phase transitions // *Microsc. Res. Tech.* 1992. **20**, N 4. P. 341–351.
18. **Sitnikov S. V., Latyshev A. V., Kosolobov S. S.** Advacancy-mediated atomic steps kinetics and two-dimensional negative island nucleation on ultra-flat Si(111) surface // *Journ. Cryst. Growth.* 2017. **457**. P. 196–201.
19. **Alfonso C., Bermond J. M., Heyraud J. C. et al.** The meandering of steps and the terrace width distribution on clean Si (111): An in-situ experiment using reflection electron microscopy // *Surf. Sci.* 1992. **262**, N 3. P. 371–381.
20. **Пат. 2371674 РФ.** Способ изготовления ступенчатого высотного калибровочного стандарта для профилометрии и сканирующей зондовой микроскопии /Д. В. Щеглов, С. С. Косолюбов, Е. Е. Родякина, А. В. Латышев. Опубл. 27.10.2009, Бюл. 30. 28 с.
21. **Latyshev A. V., Krasilnikov A. B., Aseev A. L.** UHV REM study of the anti-band structure on the vicinal Si (111) surface under heating by a direct electric current // *Surf. Sci.* 1994. **311**, N 3. P. 395–403.
22. **Thürmer K., Liu D.-J., Williams E. D. et al.** Onset of step antibanding instability due to surface electromigration // *Phys. Rev. Lett.* 1999. **83**, N 26. P. 5531–5534.
23. **Родякина Е. Е., Косолюбов С. С., Латышев А. В.** Дрейф адатомов на поверхности кремния (111) в условиях электромиграции // *Письма в ЖЭТФ.* 2011. **94**, № 2. С. 151–156.
24. **Homma Y., Aizawa N., Ogino T.** Ultra-large-scale step-free terraces formed at the bottom of craters on vicinal Si(111) surfaces // *Jpn. Journ. Appl. Phys.* 1996. **35**, Pt 2, N 2B. P. L241–L243.
25. **Tanaka S., Umbach C. S., Blakely J. M. et al.** Fabrication of arrays of large step-free regions on Si(001) // *Appl. Phys. Lett.* 1996. **69**, N 9. P. 1235–1237.

26. Lee D., Blakely J. Formation and stability of large step-free areas on Si(001) and Si(111) // Surf. Sci. 2000. **445**, N 1. P. 32–40.
27. Uwaha M. Introduction to the BCF theory // Prog. Cryst. Growth Charact. Mater. 2016. **62**, N 2. P. 58–68.
28. Burton W. K., Cabrera N., Frank F. C. The growth of crystals and the equilibrium structure of their surfaces // Philos. Trans. R. Soc. A. 1951. **243**, N 866. P. 299–358.
29. Homma Y., Hibino H., Ogino T. et al. Sublimation of the Si(111) surface in ultrahigh vacuum // Phys. Rev. B. 1997. **55**, N 16. P. R10237–R10240.
30. Takayanagi K., Tanishiro Y. Dimer-chain model for the  $7\times 7$  and the  $2\times 8$  reconstructed surfaces of reconstructed surfaces of Si(111) and Ge(111) // Phys. Rev. B. 1986. **34**, N 2. P. 1034–1040.
31. Yang Y.-N., Williams E. D. High atom density in the “ $1\times 1$ ” phase and origin of the metastable reconstructions on Si(111) // Phys. Rev. Lett. 1994. **72**, N 12. P. 1862–1865.
32. Nasimov D. A., Sheglov D. V., Rodyakina E. E. et al. AFM and STM studies of quenched Si(111) surface // Phys. Low-Dimens. Str. 2003. **3/4**. P. 157–166.
33. Fukaya Y., Shigeta Y. New phase and surface melting of Si(111) at high temperature above the  $(7\times 7)$ – $(1\times 1)$  phase transition // Phys. Rev. Lett. 2000. **85**, N 24. P. 5150–5153.
34. Пат. 2453874 РФ. Способ формирования плоских гладких поверхностей твердотельных материалов /С. В. Ситников, С. С. Косолюбов, А. В. Латышев. Опубл. 20.06.2012, Бюл. 17. 33 с.
35. Пат. 2649058 РФ. Способ изготовления ступенчатого высотного калибровочного эталона и ступенчатый высотный калибровочный эталон /С. В. Ситников, С. С. Косолюбов, А. В. Латышев. Опубл. 29.03.2018, Бюл. 10. 135 с.
36. Государственный реестр средств измерений № 41678-09.
37. Вишняков Г. Н., Левин Г. Г., Минаев В. Л. и др. Интерференционная микроскопия субнанометрового разрешения по глубине. Экспериментальные исследования // Оптика и спектроскопия. 2014. **116**, № 1. С. 170–175.
38. Минаев В. Л., Левин Г. Г., Щеглов Д. В. и др. Измерение профиля поверхности монокристаллической многослойной наноструктуры кремния интерференционным методом // Измерительная техника. 2017. № 11. С. 12–14.
39. Сысоев Е. В. Метод частичного сканирования коррелограмм для измерения микрорельефа поверхностей // Автометрия. 2007. **43**, № 1. С. 107–115.
40. Sysoev E., Kosolobov S., Kulikov R. et al. Interferometric surface relief measurements with subnano/picometer height resolution // Meas. Sci. Rev. 2017. **17**, N 5. P. 213–218.
41. Сысоев Е. В. Измерение микро- и нанорельефа поверхности методами низкокогерентной интерферометрии: Дис. ... канд. техн. наук. Новосибирск, 2010. 136 с.
42. Sysoev E. V. Nanorelief measurements errors for a white-light interferometer with chromatic aberrations // Key Eng. Mater. 2010. **437**. P. 51–55.

Поступила в редакцию 29.06.2020

После доработки 05.08.2020

Принята к публикации 10.08.2020