

Д. Е. Уткин¹, А. А. Шкляев^{1,2}, Ф. Н. Дульцев¹, А. В. Латышев^{1,2}

¹ Институт физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО РАН
пр. Акад. Лаврентьева, 13, Новосибирск, 630090, Россия

² Новосибирский государственный университет
ул. Пирогова 2, Новосибирск, 630090, Россия

utkinde@isp.nsc.ru, shklyae@isp.nsc.ru
fdultsev@isp.nsc.ru, latyshev@isp.nsc.ru

ФОРМИРОВАНИЕ «ПРОРЕЖЕННЫХ» ДВУМЕРНЫХ ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛОВ В КРЕМНИИ*

Исследованы особенности взаимодействия остророфокусированного пучка электронов с резистом РММА-950К при изготовлении в нем близко расположенных пор при их неоднородном пространственном распределении. Подобраны технологические параметры изготовления «прореженных» двумерных фотонных кристаллов в кремнии с использованием сканирующей электронной литографии, позволяющие получать структуры с погрешностью латеральных размеров, не превышающей 2 % с учетом ошибок измерений. Достигнутая точность изготовления пор является достаточной для исследования эффектов интерференции при излучении массива полостей в двумерных фотонных кристаллах.

Ключевые слова: электронная литография, двумерные фотонные кристаллы, кремний, растровая электронная микроскопия.

Введение

В настоящее время из материалов на основе кремния могут быть изготовлены все требуемые элементы оптоэлектроники за исключением эффективных источников излучения света, так как кремний является непрямозонным полупроводником. Тем не менее, продолжается поиск возможностей применения кремния как излучателя для диапазона длин волн 1,3–1,6 мкм, который соответствует «окнам прозрачности» кварцевых волоконных световодов и потому используется в приборах для телекоммуникаций. В этом диапазоне длин волн кремний мог бы заменить дорогостоящие излучатели,

изготавливаемые на основе полупроводниковых соединений типа $A^{III}B^V$. Для этого требуется модификация его зонной структуры, которая может быть реализована различными методами, в частности посредством внедрения в кремний точечных дефектов и дислокаций, которые создают глубокие энергетические уровни в его запрещенной зоне и через которые может происходить излучательная рекомбинация носителей заряда [1]. Было установлено, что высокая концентрация дислокаций в кремнии может быть получена в процессе его роста на поверхности пленки диоксида кремния (SiO_2) [2; 3]. Эта методика обеспечивает изготовление структур кремний-на-изоляторе (КНИ),

* Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 14-22-00143). Эксперименты выполнены на оборудовании ЦКП ВТАН НГУ.

Д. Е. Уткин, А. А. Шкляев, А. В. Латышев являются членами научной школы НШ-10211.2016.8

на основе которых обычно изготавливаются оптические резонансные структуры.

Хотя дислокационный кремний может излучать в требуемой области длин волн, тем не менее, его излучение является изотропным и характеризуется широким спектральным пиком. Эти его свойства существенно снижают эффективность излучения на заданной длине волны и в заданном направлении. Сужение спектральной линии излучения обычно достигается посредством изготовления оптических резонансных структур, таких как двумерные фотонные кристаллы (2D ФК) или резонаторы Фабри – Перо [4; 5]. Однако такие структуры незначительно влияют на направленность излучения. Для существенного улучшения направленности излучения недавно было предложено использовать эффект интерференции излучения от близко расположенных излучателей [6]. Разработана топология 2D ФК для слоев кремния на SiO₂, в которой используется массив излучающих полостей, встроенных в сетку пор фотонного кристалла. Излучающей полостью здесь является область 2D ФК, в которой отсутствует одна или несколько пор («прореженные» ФК). Интерференция излучения от полостей приводит к формированию направленного излучения. При этом его интенсивность в заданном направлении возрастает пропорционально N^2 , а полуширина конуса излучения убывает как $1/N$, где N – число излучающих полостей.

2D ФК в кремнии обычно получают посредством изготовления регулярно расположенных пор с применением электронно-лучевой литографии и плазмохимического травления. Особенность структур, содержащих массивы излучающих полостей, состоит в том, что поры в таких кристаллах имеют различное окружение другими порами, а именно часть из них расположена рядом с излучающими полостями. Неодинаковое окружение пор влияет на точность изготовления их размера из-за так называемого эффекта близости (взаимного влияния соседних элементов друг на друга, характеризующегося изменением их дозы экспонирования). Вторая особенность заключается в том, что такие структуры состоят из большого числа элементов (пор), что существенно повышает время экспонирования.

В данной работе исследовано влияние технологических параметров процесса сканирующей электронной литографии на

формирование больших массивов близко расположенных пор. Найдены оптимальные параметры для изготовления «прореженных» 2D ФК в кремнии, проведена диагностика полученных структур, которая позволила оценить точность изготовления пор при использовании доступных технологических процессов.

Методика эксперимента

Для изготовления «прореженных» 2D ФК в кремнии использовался метод сканирующей электронной литографии, который не требует применения шаблона и обеспечивает изготовление маски в резисте с высокой точностью. Тем не менее при его использовании для изготовления структур с высокой плотностью элементов требуется учитывать влияние эффекта близости, а также возможное отклонение размеров элементов от заданных при последующем плазмохимическом травлении (ПХТ). В качестве подложки для изготовления 2D ФК использовалась пластина кремния с ориентацией поверхности (111), которая была разрезана на кусочки размером около 1 см², служившие в качестве подложек. Перед нанесением резиста подложки очищались в растворе диметилформамида (ДМФА) и затем промывались водой для удаления загрязнений, препятствующих адгезии пленки резиста на их поверхность.

Получение пленки резиста на поверхности подложки проводилось с использованием центрифуги «Spin 150». Данный метод предполагает нанесение на вращающуюся рабочую сторону подложки раствора резиста, который за счет действия центробежных сил растекается по поверхности подложки, при этом происходит испарение растворителя, что приводит к увеличению вязкости раствора и замедлению растекания, вплоть до полной остановки процесса. Выбор толщины пленки резиста обусловлен следующими требованиями. Она должна быть достаточно тонкой для достижения высокой разрешающей способности, но достаточно толстой для сохранения защитных свойств при ПХТ подложки через вскрытые в ней «окна». В нашем случае использовался позитивный электронный резист, основанный на полиметилметакрилате (PMMA-950K). Нанесение резиста на поверхность

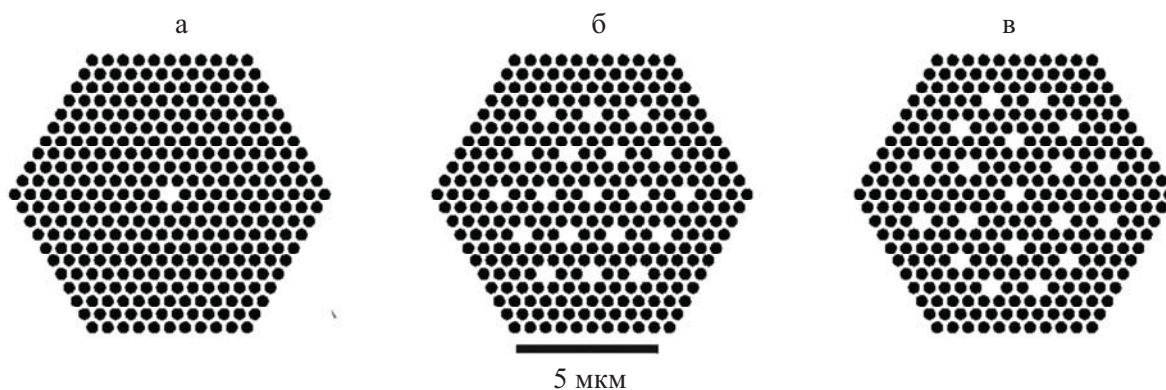


Рис. 1. Изображение САД дизайна 2D ФК с одиночной микрополостью (а), упорядоченным (б) и разупорядоченным (в) массивом микрополостей



Рис. 2. СЭМ-изображение маски 2D ФК, полученной в резисте РММА на кремнии, демонстрирующее влияние эффекта близости

подложки производилось в центрифуге при 2 000 об./мин в течение 30 с и затем при 5 000 об./мин в течение 60 с. В результате толщина пленки составила 180 нм. После нанесения резиста образцы помещались в конвекционную печь на 30 мин при температуре 170 °С для окончательного удаления растворителя из резиста и последующего затвердевания в процессе такой сушки.

Для экспонирования подготовленных к литографии образцов использовались электронные литографы «RAITH-150» и «RAITH Pioneer». На рис. 1 показаны использованные в данной работе топологии гексагональных 2D ФК. Диаметр пор в них (на рис. 1 – темные кружки) составлял 384 нм с расстояни-

ем между ними 550 нм. Светлые области на рис. 1 представляют собой упорядоченный и разупорядоченный массивы излучающих микрополостей.

Для определения оптимальных условий экспонирования была проведена серия экспериментов с разными значениями параметров ускоряющего напряжения от 10 до 30 кВ, диафрагмы от 7,5 до 30 мкм, дозы экспонирования от 100 до 200 мкКл/см² с коррекцией эффекта близости [7]. В результате в качестве оптимальных были выбраны следующие параметры, обеспечивающие получение масок в резисте для изготовления «прореженных» 2D ФК: напряжение 20 кВ, диафрагма 10 мкм и доза 150 мкКл/см².

Под действием экспонирования электронным пучком в РММА-резисте формируется «скрытое изображение» за счет образования областей в объеме резиста с разорванными молекулярными связями у полимера (электронно-стимулированной деполимеризации). Эти области при жидкостном травлении растворяются с более высокой скоростью по сравнению с областями без поврежденных связей. В результате последующей процедуры проявления (растворения и вымывания материала резиста) на подложке кремния формируется маска из резиста, соответствующая «скрытому изображению». Проявление осуществлялось в растворе метилзиобутилкетона (МИБК) с изопропиловым спиртом (ИПС) в пропорциях 1 : 3 при комнатной температуре в течение 30 с. Затем для остановки процесса растворения полимера образец сразу же помещался в ИПС

на 30 с, после чего струей сжатого воздуха производилась его сушка.

ПХТ кремния через созданную маску в резисте проводилось в газовой смеси $\text{BCl}_3 + \text{Ar}$ (трихлорид бора в аргоне). Глубина травления кремния через поры в резисте зависела от выбранной мощности генератора плазмы, толщины и типа резиста, топологии маски и температуры подложки.

Диагностика полученных структур «прореженных» 2D ФК в кремнии осуществлялась с помощью сканирующего электронного микроскопа HITACHI SU 8220 и атомно-силового микроскопа производства компании NT MDT.

Результаты и обсуждение

На рис. 2. представлено изображение, полученное методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), на котором показано влияние внешнего эффекта близости на форму и размер элементов маски 2D ФК, у которого в центре отсутствуют несколько пор. Видно, что области с большим числом близко расположенных элементов получили избыточную дозу и «исчезли», в то время как поры, расположенные на границе с неэкспонированными участками, сохранились. Для компенсации эффекта близости использовался режим работы литографа с циркулярным экспонированием, и в САД-дизайне осуществлялось варьирование как дозы, так и размера пор.

Основное время, затрачиваемое на экспонирование резиста при изготовлении массивов с большим числом элементов, уходит на компенсацию гистерезиса отклоняющей системы электронного литографа. Для компенсации этого гистерезиса в процессе экспонирования используются временные задержки после каждого позиционирования электронного луча перед началом экспонирования следующих элементов. Электронный луч перекрывается (задерживается) посредством бланкирующего импульса на время, зависящее от конструкции колонны используемого микроскопа и расстояния между элементами. При этом время задержки задается линейно пропорциональным расстоянию, тогда как время «прыжка» на расстояние между элементами задается одинаковым, но выбирается разным в зависимости от конструкции колонны электронного литографа. Система «RAITH 150»

позволяет изменять коэффициент для варьирования времени задержки. На рис. 3 показаны участки «прореженного» 2D ФК, полученные в результате экспонирования с разными временными задержками (5, 3, 1,5, 0,7, 0,3 мс) при одинаковых прочих параметрах (20 кВ, 10 мкм апертура, доза 100 мкКл/см²).

Массивы «прореженных» 2D ФК (рис. 3) с одинаковым числом пор были изготовлены на одном образце для одновременного проявления. Видно, что искажения формы пор появляются при задержке длительностью 0,7 мс и увеличиваются при уменьше-

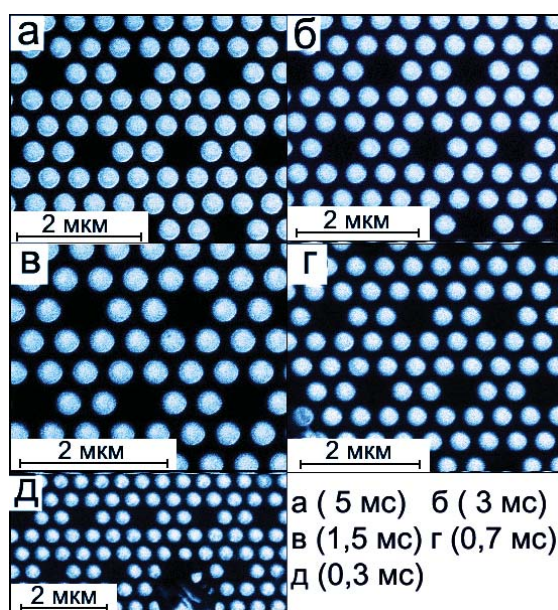


Рис. 3. СЭМ-изображения участков маски 2D ФК, изготовленных в резисте РММА на поверхности Si(111). Экспонирование проводилось с временными задержками от 5 до 0,3 мс

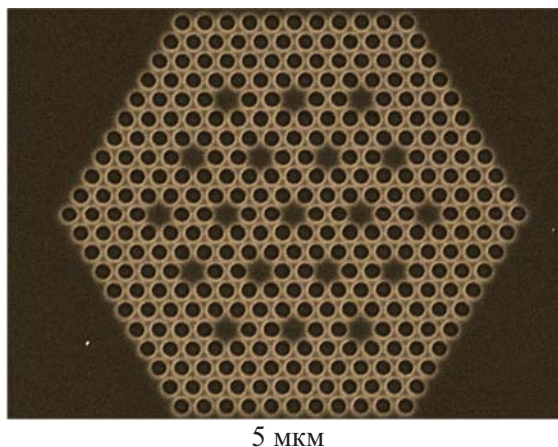


Рис. 4. СЭМ-изображение «прореженного» 2D ФК, изготовленного в кремнии

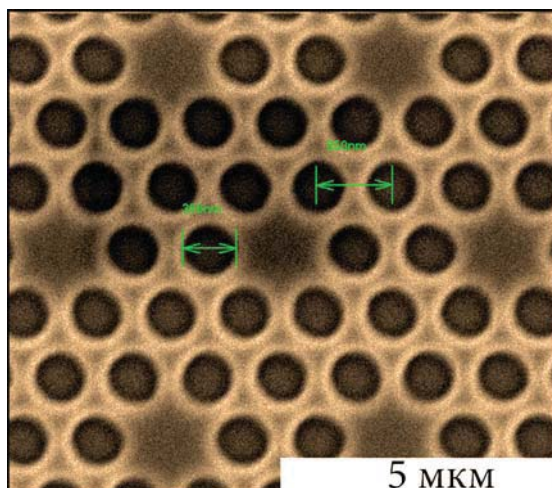


Рис. 5. СЭМ-изображение с результатами измерений отдельного участка «прореженного» 2D ФК, изготовленного в кремнии

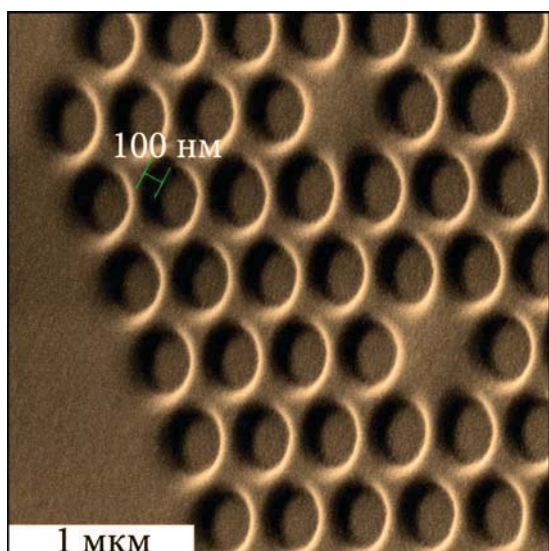


Рис. 6. СЭМ-изображение области «прореженного» 2D ФК в кремнии, полученное при падении пучка электронов на образец под углом 45°

нии времени задержки. При уменьшении времени задержки происходит также уменьшение и общего времени экспонирования, которое в случаях 2D ФК, показанных на рис. 3, *a-d*, составило 49, 32, 19, 12 и 9 мин соответственно. Таким образом, варьирование времени компенсации гистерезиса отклоняющей системы пучка электронов позволяет оптимизировать время экспонирования резиста при изготовлении массивов с большим числом плотноупакованных элементов без существенного ухудшения качества маски.

На рис. 4 представлено СЭМ-изображение «прореженного» 2D ФК в кремнии с упорядоченной сеткой микрополостей. Этот 2D ФК изготовлен с использованием коррекции эффекта близости и с оптимизированными параметрами экспонирования. Темные круги на изображении соответствуют порам («колодцам») в кремнии, а их светлая окантовка вызвана рассеянием электронов на их краях. Прореженные области имеют форму шестиконечной «звезды» и создают сетку дополнительной периодичности излучающих микрополостей ФК.

Увеличенное изображение части ФК показано на рис. 5. Видно, что структура с высокой точностью соответствует заданным латеральным размерам (диаметр пор 384 нм и расстояние между ними 550 нм) в САД-файле и периоду с учетом погрешности измерения.

Оптимальный режим травления обеспечил вертикальность стенок пор ФК, что демонстрируется на рис. 6. СЭМ-изображение также показывает, что дно пор является плоским. Метка размером 100 нм показывает глубину пор с учетом наклона образца

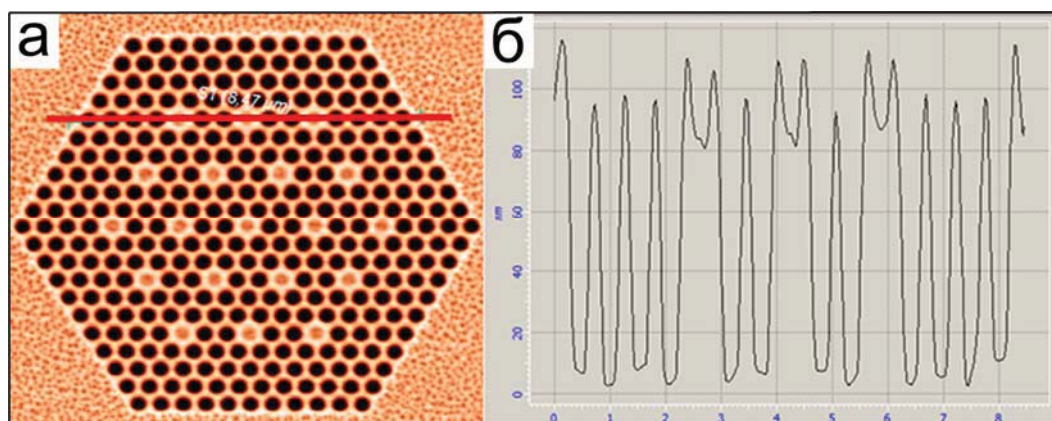


Рис. 7. АСМ-изображение «прореженного» 2D ФК с упорядоченным расположением полостей, изготовленного в кремнии (*a*). Профиль высот (*b*), измеренный вдоль красной линии

под углом 45° по отношению к падающему пучку электронов, тогда как метка масштаба на изображении приводится без коррекции на наличие этого наклона.

Результат измеренной глубины пор (около 100 нм), полученный методом СЭМ, подтверждается данными атомно-силовой микроскопии (97 ± 2 нм), как показано на рис. 7.

Выводы и заключение

Изучение особенностей взаимодействия острогофокусированного пучка электронов с материалом подложки и электронным резистом при создании большого числа плотноупакованных элементов ФК в условиях влияния эффекта близости позволило установить оптимальные параметры процесса литографии для формирования «прореженных» структур 2D ФК в кремнии. Латеральные размеры структур, изготовленных в Si, соответствуют заданным с погрешностью, не превышающей 2 % с учетом ошибок измерений. Выбранный режим травления позволяет получать структуры с глубиной пор в кремнии, достигающей 100 нм, с сохранением высокого соответствия между топологией 2D ФК в кремнии и в «маске», изготавливаемой из резиста толщиной 180 нм.

В результате проведенных исследований установлены технологические параметры изготовления «прореженных» 2D ФК в кремнии с точностью, достаточной для изучения эффектов интерференции при излучении массивов их полостей.

Список литературы

1. Drozdov N. A., Patrino A. A., Tkachev V. D. Recombination radiation on dislocations in silicon // JETP Lett. 1976. Vol. 23. P. 597–599.
2. Shklyayev A. A., Kozhukhov A. S., Armbrister V. A., Gulyaev D. V. Surface morphology of Si layers grown on SiO₂, Appl. Surf. Sci., 2013. Vol. 267. P. 40–44.
3. Shklyayev A. A., Vdovin V. I., Volodin V. A., Gulyaev D. V., Kozhukhov A. S., Sakuraba M., Murota J. Structure and optical properties of Si and SiGe layers grown on SiO₂ by chemical vapor deposition // Thin Solid Films. 2015. Vol. 579. P. 131–135.
4. Benisty H., Weisbuch C. Photonic crystals // Progress in Optics. 2006. Vol. 49. P. 177.
5. Shklyayev A. A., Gulyaev D. V., Zhuravlev K. S., Latyshev A. V., Armbrister V. A., Dvurechenskii A. V. Resonant photoluminescence of Si layers grown on SiO₂ // Opt. Commun. 2013. Vol. 286. P. 228–232.
6. Tsarev A. A., Shklyayev A. A. Highly Directive and Broadband Radiation From Photonic Crystals With Partially Disordered Cavities Arrays // J. Lightwave Technol. 2014. Vol. 32. P. 4277–4281.
7. Utkin D. E., Nasimov D. A. Two-dimensional Photonic Crystals Fabrication and Close-Packing by Electron-beam Lithography // Micro/Nanotechnologies and Electron Devices (EDM). 2012. P. 13.

Материал поступил в редколлегию 07.12.2015

D. E. Utkin¹, A. A. Shklyayev^{1,2}, F. N. Dultsev¹, A. V. Latyshev^{1,2}

¹ Institute of Semiconductor Physics of SB RAS
13 Acad. Lavrentiev Ave., Novosibirsk, 630090, Russian Federation

² Novosibirsk State University
2 Pirogov Str., Novosibirsk, 630090, Russian Federation

utkinde@isp.nsc.ru, shklyayev@isp.nsc.ru, fdultsev@isp.nsc.ru, latyshev@isp.nsc.ru

FORMATION OF TWO-DIMENSIONAL PHOTONIC CRYSTALS WITH CAVITIES ARRAYS IN SILICON

Specific aspects of finely focused electron beam interaction with the PMMA-950K resist for the fabrication of closely spaced holes having inhomogeneous spatial distributions are studied. The technological parameters for the creation of two-dimensional photonic crystals with microcavities (missing holes) arrays, which allow obtaining the lateral sizes of the structure within the accuracy better than 2 %, in silicon using electron-beam lithography are determined. Such holes fabrication accuracy is thought to be sufficient to study the interference effects of cavity array radiation in two-dimensional photonic crystals.

Keywords: electron beam lithography, two dimensional photonic crystals, silicon, scanning electron microscopy.