SiO₂ 薄膜の電子線照射支援スパッタリングのリソグラフィへの応用*大西 桂子*¹・藤田 大介*¹Application of Electron Beam Assisted Sputtering
of SiO₂ Thin Films for Lithography

Keiko ONISHI and Daisuke FUJITA

*¹Advanced Nano Characterization Center, National Institute for Materials Science,
1-2-1 Sengen Tsukuba Ibaraki 305-0047

(Received November 8, 2006, Accepted January 13, 2007)

We have demonstrated a novel lithography method by electron-beam enhanced sputtering on a SiO₂ thin film formed on a Si(001) substrate using scanning Auger microscopy (SAM) and atomic force microscopy (AFM). SAM analysis suggests that the sputtering rate in the region irradiated by an energetic electron beam with a certain amount of electron dose is found to be significantly enhanced. By combining a scanned electron beam with a nearly homogeneous Ar⁺ ion sputtering, it has been discovered that the beam-irradiated area are selectively more etched than non-irradiated regions. The mechanism is considered that oxygen-deficient SiO_x (x<2) regions formed by electron beam irradiation are relatively unstable against ion sputtering and has higher etching probability than area without beam irradiation.

1. はじめに

電子線照射により、SiO₂ 薄膜のスパッタ速度が増大することが報告されている^{1,2)}。これまで、電子線照射による試料損傷^{4,5)}は、試料表面の組成を変化させてしまう、深さ方向分析のスパッタ時間と深さ方向長さとの対応が崩れてしまうなど、避けるべきものと考えられてきた。しかし、この現象を利用して、化学エッチングを併用することによるサブミクロンスケールのマスクレスパターン形成⁶⁾や、STMを用いたナノスケールのリソグラフィ⁷⁾などが試みられている。今回我々は、オージェ電子顕微鏡を用いて、電子線照射しながらスパッタすることにより SiO₂ 薄膜のリソグラフィ（選択エッチング）を試みたので報告する。

2. 実 験

用いた試料は、Si(100) 基板上の熱酸化膜 SiO₂（膜厚100 nm）である。電気炉（400℃ 3 時間、大気中）で加熱処理することによって表面を清浄化した。走査型オージェ顕微鏡（FE-SAM : PHI-680）を用いて、電子線照射、スパッタ、オージェ電子分光などを行った。まず、電子線の照射のみの効果を調べてみた。加速電圧は20 kV、ビーム電流は約12.5 nA とした。観察倍率を10万倍（照射範囲1.1 μm × 0.8 μm）に固定し、1 時間の電子線照射を行った。次に、加速電圧20 kV、ビーム電流は約13.0 nA とし、電子線のエリアスキャン（照射範囲5.0 μm × 0.2 μm オージェスペクトルを計測）とアルゴンイオンスパッタ（2 kV, 照射範囲1 mm × 1 mm）を同時あるいは交互に行った。交互照射の場合、電子線エリアスキャン64.8 sec とスパッタ10.2 sec を交互に行った。

Fig. 1 AFM image of electron beam irradiated SiO₂ surface.

* 平成18年11月 8 日 第47回真空に関する連合講演会で発表

*¹ 物質・材料研究機構ナノ計測センター（〒305-0047 茨城県つくば市千現 1-2-1）

Fig. 2 The peak-shape change of Si LVV (a) and O KLL (b), and the depth profile (c) during Ar^+ ion sputtering.

Fig. 3 AFM image of electron beam and Ar^+ ions irradiated SiO_2 surface.

オージェスペクトルをモニターすることにより、電子線を照射した部分が SiO_2 と Si の界面に達したところでスパッタを停止し、その後、原子間力顕微鏡 (AFM) を用いて、表面形状を観察した。

3. 結果および考察

電子線照射のみを行った試料表面の AFM 像を Fig. 1 に示す。電子線を照射した部分が、約 13 nm のくぼみになって

いることがわかる。これは、電子線照射により SiO_2 が分解し、取り除かれたことを示している。スキャン範囲の端の部分が、基板表面より高くなっているが、これは、分解した SiO_2 が、スキャン範囲の外側に押しやられた結果だと考えられる。

また、電子線とアルゴンイオンを交互に照射しながらスパッタを行ったときの Si LVV および O KLL オージェスペクトルの変化を Fig. 2 に、AFM 像を Fig. 3 に示す。電子線

Fig. 4 The schematic picture of electron-beam enhanced sputtering of SiO_2 under irradiation of Ar^+ ions.

を照射した部分のオージェスペクトルをモニターすることにより、容易にスパッタを SiO_2 がなくなったところでとめることができた。また、AFM 像により電子線を照射した部分が、約13 nm のくぼみになっていることがわかる。これは、電子線照射部分が照射しない部分よりスパッタ速度が速いために、より深くエッチングが進んだことを示している。電子線照射部分におけるスパッタ速度は1.2倍程度であり、リソグラフィに応用できることがわかった。さらに照射電流密度を上げることによって、スパッタ速度が増大し、より効率的にリソグラフィを行えると考えられる。電子線とアルゴンイオンを同時に照射した場合には、チャージングによりオージェスペクトルを得ることができなかったため、スパッタを停

止する条件を別に決定しておく必要があることがわかった。交互照射の場合、オージェスペクトルでモニターしながらエッチングするため、ちょうど酸化膜をすべてエッチングしたところでスパッタをとめることができ、それによって、酸化物表面上に半導体部分のパターニングができた。

スパッタ速度増大のメカニズムは Fig. 4 のように考えられる。まず、電子線が酸素の脱離を促進し、 SiO_2 が SiO_x に還元される^{1,8,9)}。 SiO_x は O と Si の結合が部分的に切れているためにスパッタ速度が増加する。

4. ま と め

電子線を照射するとスパッタ速度が速くなるために、その部分がより早くスパッタされるため、リソグラフィを行うことができることが判明した。今回の条件では、電子線照射部のスパッタ速度は照射していない部分に比べて1.2倍程度であった。この方法では、オージェスペクトルでモニターしながらエッチングするため、ちょうど酸化膜をすべてエッチングしたところでスパッタをとめることができ、それによって、絶縁体である SiO_2 表面に半導体である Si のパターンを形成することができるという利点がある。また、電子線照射のみを行った場合でも、リソグラフィ効果があることがわかった。電子線照射によるスパッタ速度増大の理由は、電子線を照射することによって試料最表面の SiO_2 から酸素の脱離が起こり、より不安定な SiO_x 層が形成されるためだと考えられる。

〔文 献〕

- 1) T. Yakabe, D. Fujita and K. Yoshihara: Appl. Surf. Sci., **241** (2005) 127.
- 2) J. Ahn, C. R. Perleberg, D. L. Wilcox, J. W. Coburn and H. F. Winters: J. Appl. Phys., **46** (1975) 4581.
- 3) D. Fujita, K. Onishi, T. Yakabe and K. Yoshihara: J. Surf. Anal., **13** (2006) 190.
- 4) S. Thomas: J. Appl. Phys., **45** (1974) 161.
- 5) C. G. Pantano and T. E. Madey: Appl. Surf. Sci., **7** (1981) 115.
- 6) P. E. Allen, D. P. Griffis, Z. J. Radzimski and P. E. Russell: J. Vac. Sci. Technol. A, **10** (1992) 965.
- 7) H. Iwasaki, T. Yoshinobu and K. Sudoh: Nanotechnology, **14** (2003) R55.
- 8) H. Nonaka, S. Ichimura, K. Arai and C. Le. Greessus: Surf. Interf. Anal., **16** (1990) 435.
- 9) S. Tanuma, T. Kimura, K. Nishida, S. Hashimoto, M. Inoue, T. Ogiwara, M. Suzuki and K. Miura: Appl. Surf. Sci., (2005) 122.