

## Использование атомно-силовой микроскопии для оценки качества очистки и трибومترических свойств поверхности кремниевых пластин

И.Д. Михеев<sup>1</sup>, Ф.Х. Вахитов<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева – КАИ, Казань, Россия

### Аннотация

Экспериментально исследованы различия в величинах адгезионных сил взаимодействия острия зонда атомно-силового микроскопа и очищенных поверхностей кремниевых пластин при их обработке изопропиловым спиртом и дистиллированной водой. Показано, что наличие на поверхности подложек молекул воды приводит к значительному (приблизительно в 5 раз) изменению этих сил. Установлено, что использование атомно-силового микроскопа позволяет оценивать относительную величину сил трения на малых участках поверхностей кремниевых пластин.

**Ключевые слова:** атомно-силовая микроскопия, кремниевые пластины, трибومترические свойства.

**Цитирование:** Михеев, И.Д. Использование атомно-силовой микроскопии для оценки качества очистки и трибومترических свойств поверхности кремниевых пластин / И.Д. Михеев, Ф.Х. Вахитов // Компьютерная оптика. – 2019. – Т. 43, № 3. – С. 507-511. – DOI: 10.18287/2412-6179-2019-43-3-507-511.

### Введение

Исследования адгезионных и трибومترических свойств поверхностей различных веществ востребованы для решения широкого круга технических и технологических задач в машиностроении, микроэлектронике, микромашинерии.

В ряде случаев трибومترические свойства служат индикатором качества очистки поверхностей, в других – важным является собственно величина коэффициента трения, влияющего на эффективность работы оборудования, необходимость использования и правильного подбора смазки.

В области микротехнологий повышение степени чистоты поверхности подложек значительно улучшает воспроизводимость параметров технологических операций формирования тонкоплёночных элементов, маскирующих слоёв, что существенно повышает выход годных изделий.

Большинство современных методов контроля чистоты поверхности основано на явлениях смачивания и трибометрии [1, 2]. Известно, однако, что в первом случае молекулы воды, оставшиеся на поверхности после операции контроля, диссоциируют на ионы H и OH, формируя слой активных поверхностных гидроксильных групп. Этот трудноудаляемый поверхностный слой благодаря своим активным свойствам существенно изменяет адгезионную составляющую коэффициента трения [3].

В работе [4] описан экспериментальный метод определения трибومترических характеристик поверхностей SiO<sub>2</sub> путём взаимодействия двух идентичных подложек, прошедших одинаковую операцию очистки, одна из которых скользит по поверхности другой, исследуемой подложки. Площади поверхностей контролируемых подложек в этом методе должны быть значительными, что позволяет оценивать качество очистки в целом, в то время как различные участки

подложки могут иметь степень очистки, значительно отличающуюся от средней.

В том случае, когда требуется оценить равномерность очистки, либо если исследуются образцы с различной степенью обработки соседних участков, описанный в [4] метод неприменим.

Среди современных методов оценки трибومترических характеристик поверхностей и концентрации загрязнений на них можно выделить методы атомно-силовой микроскопии (АСМ) [5, 6, 7, 8], основанные на регистрации так называемых латеральных сил, действующих на зонд атомно-силового микроскопа, находящегося в постоянном контакте с поверхностью.

При сканировании по методу постоянной силы перпендикулярно продольной оси зонда, помимо изгиба кантилевера в нормальном направлении, происходит также и его торсионный изгиб. Он обусловлен моментом силы, действующей на зонд. Для малых отклонений угол закручивания пропорционален поперечной (латеральной) силе. Торсионное закручивание кантилевера измеряется оптической следящей системой микроскопа.

При сканировании гладкой поверхности с участками с различными коэффициентами трения угол скручивания меняется на каждом участке. Это позволяет проводить измерения локальной силы трения. Если же поверхность не гладкая, то такая интерпретация затруднена. Для того, чтобы различить участки с различными коэффициентами трения и неоднородности рельефа, необходимо использовать второй проход в противоположном направлении. То есть сканирование зондом по одной траектории в двух направлениях позволяет исключить силы, возникающие вследствие шероховатости поверхности. Получаемые при этом АСМ-изображения распределения латеральных сил являются результатом действия адгезионных (Ван-дер-Ваальсовых) связей между зондом и

поверхностью, величина которых характеризует химический состав поверхностных слоёв.

К сожалению, такой способ исключения сил, связанных с шероховатостью, возможен для микронеровностей, характерные размеры которых существенно превышают характерные размеры острия зонда (контактного пятна).

При анализе взаимодействия зонда АСМ в реальных условиях необходимо учитывать влияние окружающей среды. При измерениях на воздухе велика роль дополнительных дальнедействующих сил, возникающих из-за появления жидкого мостика между остриём зонда и поверхностью за счёт спонтанной конденсации паров воды на исследуемой поверхности. Таким образом, кроме слоя активных поверхностных гидроксильных групп, при проведении исследований в воздушной среде между остриём зонда АСМ и контролируемой поверхностью формируется слой молекул воды, значительно изменяющий величину поверхностных сил, что приводит к изменению величины отклонения зонда АСМ.

Насколько велико это изменение, можно судить, если сопоставить величину латеральных сил для двух идентичных образцов, в одном из которых удалены как водная плёнка, так и слой поверхностных гидроксильных групп.

Целью настоящей работы, таким образом, является оценка влияния наличия воды и поверхностных гидроксильных групп на трибометрические характеристики поверхностей монокристаллического кремния и величину адгезионных сил.

#### **Методика проведения эксперимента**

В качестве объекта исследования была взята поверхность пластин монокристаллического кремния марки 102КД610 со следующими характеристиками:

Ориентация поверхности: (111)

Поверхность разориентирована по направлению [112] на  $4^\circ \pm 0,5^\circ$ .

Ориентация базового среза: (110)  $\pm 1^\circ$ .

Толщина:  $380 \pm 20$  мкм.

Диаметр:  $76 \pm 0,5$  мм.

Шероховатость рабочей поверхности:  $R_z = 0,05$ .

Пластины соответствуют ТУ ЕТО.035 124.

Из одной пластины этой серии с помощью алмазного стеклореза было изготовлено два образца площадью приблизительно  $1 \text{ см}^2$  каждый. Таким образом, шероховатость образцов можно было считать одинаковой.

Очистка поверхностей образцов осуществлялась следующим образом.

Для удаления с поверхности подложек органических загрязнений осуществлялась их обработка диметилформамидом  $(\text{CH}_3)_2\text{NCOH}$ .

Затем, для удаления оксидной плёнки и неорганических загрязнений подложки, погружались в водный раствор плавиковой кислоты  $\text{HF}$  с молярной концентрацией  $0,1$  моль/л, после чего осуществлялась отмывка поверхностей подложек в изопропиловом спирте  $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$ .

Так как кремний, взаимодействуя с воздухом, в течение нескольких часов покрывается оксидной плёнкой [9], один из обработанных образцов (№ 1) для хранения и транспортировки помещался в контейнер с изопропиловым спиртом, второй образец (№ 2) – в контейнер с дистиллированной водой.

С учётом этого можно считать, что поверхность образца № 1 во время исследования практически свободна от молекул воды и гидроксильных групп, в то время как на поверхности образца № 2 молекулы воды и гидроксильные группы присутствуют обязательно.

При сканировании поверхностей этих двух образцов с помощью АСМ разность величин латеральных сил будет обусловлена именно наличием молекул воды и гидроксильных групп на поверхности образца № 2, так как шероховатость поверхности исследуемых образцов одинакова.

Экспериментальные исследования поверхности образцов проводились на сканирующем зондовом микроскопе Bruker Innova, USA, с кремниевым зондом-кантилевером (радиус скругления острия зонда –  $20$  нм) при скорости сканирования  $0,5$  мкм/с.

Поверхности исследуемых образцов поочередно прописывались на сканирующем зондовом микроскопе в режиме постоянной силы на участках размером  $100 \times 50$  мкм.

#### **Полученные результаты и их обсуждение**

На рис. 1, 2 приведены графические изображения распределения латеральных сил образца № 1, а на рис. 3, 4 – образца № 2 на сравнительно небольших участках исследуемой поверхности при сканировании как в прямом, так и в обратном направлениях.

На представленных графиках наблюдается скачкообразный характер изменения латеральных сил при сканировании зонда по поверхности образцов, который, возможно, связан с изменением размеров и формы контакта острия зонда с поверхностью (контактного пятна).

Проведённые эксперименты показали, что регистrogramмы сканирования пластин по одной и той же траектории фиксируют совпадение только крупных (относительно радиуса скругления зонда) дефектов пластин. То есть способ исключения сил, связанных с шероховатостью, основанный на вычитании сигналов прямого и обратного прохода, возможен и оправдан только для микронеровностей, характерные размеры которых существенно превышают характерные размеры острия зонда (контактного пятна). Таким образом, необходимость проведения процедуры вычитания сигналов прямого и обратного прохода отсутствует.

С учётом этого величина межмолекулярных сил при взаимодействии зонда АСМ с поверхностью образцов оценивалась по методу  $\min - \max$ :

$$dV = V_{\min} - V_{\max},$$

где  $V_{\min}$  и  $V_{\max}$  – минимальные и максимальные значения сигнала датчика при действии латеральных сил на отклонение кантилевера.

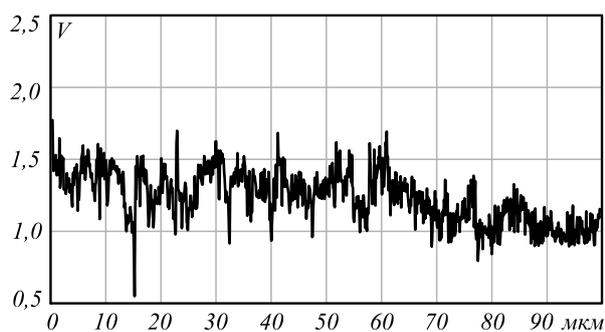


Рис. 1. Действие латеральных сил на отклонение от нормали кантилевера (образец №1) при сканировании в прямом направлении

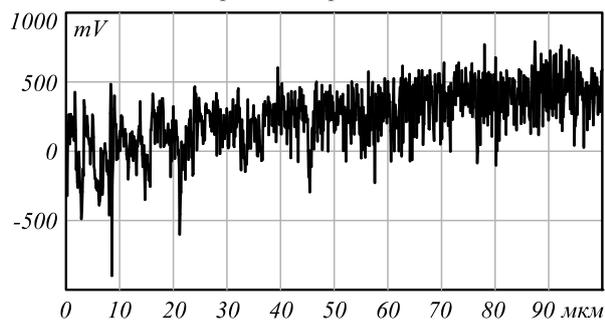


Рис. 2. Действие латеральных сил на отклонение от нормали кантилевера (образец №1) при сканировании в обратном направлении

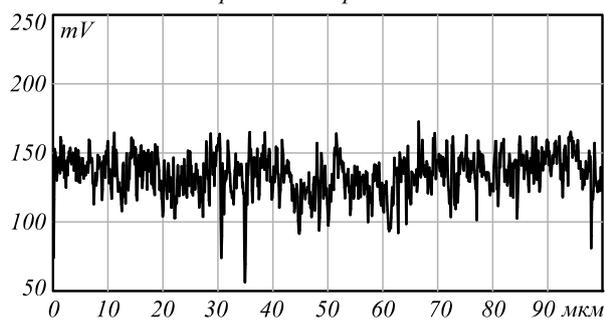


Рис. 3. Действие латеральных сил на отклонение от нормали кантилевера (образец №2) при сканировании в прямом направлении

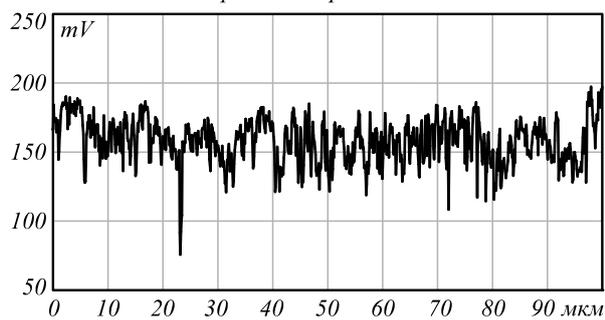


Рис. 4. Действие латеральных сил на отклонение от нормали кантилевера (образец №2) при сканировании в обратном направлении

Как видно из представленных рисунков, величина  $dV$  для образца №1 составила приблизительно 400 мВ, для образца №2 – приблизительно 75 мВ при сканировании как в прямом, так и в обратном направлении. То есть при хранении пластин после очистки в изопропиловом спирте величина межатомных сил, а,

следовательно, и коэффициент трения изменяется примерно в 5 раз относительно пластин, хранившихся в дистиллированной воде.

Полученный результат, по-видимому, можно объяснить тем, что, как молекулы группы  $H_2O$ , так и группы  $OH$ , с которыми в нашем эксперименте взаимодействует кантилевер АСМ, являются полярными. Кроме того, возможное формирование жидкого мостика между остриём зонда и поверхностью пластин может привести к появлению эффекта «смазки». Наличие на поверхности пластин полярных молекул и эффект «смазки» могут приводить к изменению сил Ван-дер-Ваальса и, соответственно, латеральных сил, что и наблюдалось в эксперименте.

### Заключение

Таким образом, в настоящей работе исследовано влияние способов очистки и хранения очищенных пластин кремния на величину адгезионных сил взаимодействия поверхности пластин с остриём зонда атомно-силового микроскопа.

Показано, что использование АСМ в режиме латеральных сил позволяет оценивать относительную величину межмолекулярных сил и степень однородности очистки поверхностей кремниевых подложек на малых участках поверхности размерами порядка  $100 \times 50$  мкм.

Применение предлагаемого подхода позволило установить относительную величину межмолекулярных сил, обусловленных формированием на поверхности кремния слоя гидроксильных радикалов и водного конденсата.

Установлено, что обработка очищенной поверхности кремния изопропиловым спиртом позволяет увеличить величину латеральных сил, а, следовательно, и сил трения приблизительно в пять раз.

### Литература

1. **Borodin, S.A.** Device for analyzing nanoroughness and contamination on a substrate from the dynamic state of a liquid drop deposited on its surface / S.A. Borodin, A.V. Volkov, N.L. Kazanskii // Journal of Optical Technology. – 2009. – Vol. 76, Issue 7. – P. 408-412. – DOI: 10.1364/JOT.76.000408.
2. **Ivliev, N.A.** Determination of concentration of organic contaminants on a silicon dioxide surface by tribometry / N.A. Ivliev, V.A. Kolpakov, S.V. Krichevskii, N.L. Kazanskii // Measurement Techniques. – 2017. – Vol. 60, Issue 9. – P. 869-873.
3. **Tong, Q.-Y.** Wafer bonding and layer splitting for microsystems / Q.-Y. Tong, U. Gosele // Advanced Materials. – 1999. – Vol. 11, Issue 17. – P. 1409-1425.
4. **Kolpakov, V.A.** Measuring the surface purity of substrates by the tribometry method / V.A. Kolpakov, N.A. Ivliev // Instruments and Experimental Techniques. – 2014. – Vol. 57, Issue 5. – P. 640-645. –
5. **Бухараев, А.А.** Диагностика поверхности с помощью сканирующей силовой микроскопии (обзор) / А.А. Бухараев, Д.В. Овчинников, А.А. Бухараева // Заводская лаборатория. – 1997. – № 5. – С. 10-27.
6. **Liu, Y.** Lateral force microscopy study on the shear properties of self-assembled monolayers of dialkylammonium sur-

- factant on mica / Y. Liu, T. Wu, D.F. Evans // *Langmuir*. – 1994. – Vol. 10, Issue 7. – P. 2241-2245.
7. **Guo, Y.B.** Adhesion and friction of nanoparticles/polyelectrolyte multilayer films by AFM and micro-tribometer / Y.B. Guo, D.G. Wang, S.W. Zhang // *Tribology International*. – 2011. – Vol. 44, Issues 7-8. – P. 906-917.
8. **Ивлиев, Н.А.** Определение концентрации органических загрязнений на поверхности диоксида кремния методами атомно-силовой микроскопии / Н.А. Ивлиев, В.А. Колпаков, С.В. Кричевский // *Компьютерная оптика*. – 2016. – Т. 40, № 6. – С. 837-843. – DOI: 10.18287/2412-6179-2016-40-6-837-843.
9. **Прокопьев, Е.П.** Особенности технологии изготовления КНИ структур прямым сращиванием пластин кремния и контроля их качества / Е.П. Прокопьев, С.П. Тимошенко, А.Л. Суворов [и др.]. – Препринт института теоретической и экспериментальной физики 24-00. – М.: 2000. – 20 с.

#### Сведения об авторах

**Михеев Игорь Дмитриевич**, 1952 года рождения, в 1974 году окончил Казанский государственный университет им. В.И. Ульянова-Ленина по специальности «Физика», работает доцентом в КНИТУ-КАИ им. А.Н.Туполева. Область научных интересов: спектроскопия, физика плазмы, физика тонких пленок.  
E-mail: [igor\\_mikheev@yahoo.com](mailto:igor_mikheev@yahoo.com).

**Вахитов Фаат Хасанович**, 1936 года рождения, в 1968 году окончил Казанский государственный университет им. В.И. Ульянова-Ленина по специальности «Физика», работает ведущим инженером в КНИТУ-КАИ им. А.Н.Туполева. Область научных интересов: спектроскопия, физика поверхности, физика тонких пленок.  
E-mail: [FKhVakhitov@kai](mailto:FKhVakhitov@kai).

ГРПТИ: 29.19.16

Поступила в редакцию 18 июня 2018 г. Окончательный вариант – 9 апреля 2019 г.

## The use of atomic force microscopy to assess the quality of cleaning and tribometric properties of a silicon wafer surface

I.D. Mikheev<sup>1</sup>, F.Kh. Vakhitov<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Kazan National Research Technical University n.a. A.N. Tupolev – KAI, Kazan, Russia

#### Abstract

Differences in the values of adhesive forces of interaction between the probe tip of an atomic force microscope and the cleaned surfaces of silicon wafers during their treatment with isopropyl alcohol and distilled water were investigated experimentally. It was shown that the presence of water molecules on the surface of the substrates leads to a significant (approximately 5 times) change in the value of these forces. It was found that the use of AFM allows the relative magnitude of friction forces in small areas of silicon wafer surfaces to be estimated.

**Keywords:** atomic force microscopy, silicon wafers, tribometric properties.

**Citation:** Mikheev ID, Vakhitov FKh. The use of atomic force microscopy to assess the quality of cleaning and tribometric properties of a silicon wafer surface. *Computer Optics* 2019; 43(3): 507-511. DOI: 10.18287/2412-6179-2019-43-3-507-511.

#### References

- [1] Borodin SA, Volkov AV, Kazanskii NL. Device for analyzing nanoroughness and contamination on a substrate from the dynamic state of a liquid drop deposited on its surface. *J Opt Technol* 2009; 76(7): 408-412. DOI: 10.1364/JOT.76.000408.
- [2] Ivliev NA, Kolpakov VA, Krichevskii SV, Kazanskiy NL. Determination of concentration of organic contaminants on a silicon dioxide surface by tribometry. *Measurement Techniques* 2017; 9: 869-873.
- [3] Tong Q-Y, Gosele U. Wafer bonding and layer splitting for microsystems. *Advanced Materials* 1999; 11(17): 1409-1425.
- [4] Kolpakov VA, Ivliev NA. Measuring the surface purity of substrates by the tribometry method. *Instruments and Experimental Techniques* 2014; 57(5): 640-645. DOI: 10.1134/S0020441214040174.
- [5] Bukharaev AA, Ovchinnikov DV, Bukharaev AA. Surface diagnostics using scanning force microscopy (review) [In Russian]. *Zavodskaya Laboratoriya* 1997; 5: 10-27.
- [6] Liu Y, Wu T, Evans DF. Lateral force microscopy study on the shear properties of self-assembled monolayers of dialkylammonium surfactant on mica. *Langmuir* 1994; 7: 2241-2245.
- [7] Guo YB, Wang DG, Zhang SW. Adhesion and friction of nanoparticles/polyelectrolyte multilayer films by AFM and micro-tribometer. *Tribology International* 2011; 44(7-8): 906-917.
- [8] Ivliev NA, Kolpakov VA, Krichevskii SV. Determination of organic contaminants concentration on the silica surface by lateral force microscopy [In Russian]. *Computer Optics* 2016; 40(6): 837-843. DOI: 10.18287/2412-6179-2016-40-6-837-843.
- [9] Prokop'ev EP, Timoshenkov SP, Suvorov AL, et al. Features of the technology of manufacturing of SOI structures by direct splicing and quality control of silicon wafers [In Russian]. Preprint of the Institute of theoretical and experimental physics 24-00. Moscow: 2000.

*Author's information*

**Igor Dmitriyevich Mikheev** (b. 1952) graduated from Kazan State University in 1974, majoring in Physics, Optics and Spectroscopy. Currently he works as the associate professor at the Kazan National Research Technical University n.a. A.N. Tupolev – KAI. His research interests are spectroscopy, plasma physics, thin films physics.

E-mail: [igor\\_mikheev@yahoo.com](mailto:igor_mikheev@yahoo.com).

**Faat Khasanovich Vakhitov** (b. 1936) graduated from Kazan State University in 1968, majoring in Physics, Optics and Spectroscopy. Currently he works as the leading engineer at the Kazan National Research Technical University n.a. A.N. Tupolev – KAI. His research interests are spectroscopy, surface physics, thin films physics.

E-mail: [FKhVakhitov@kai.ru](mailto:FKhVakhitov@kai.ru).

*Received June 18, 2018. The final version – April 9, 2019.*

**ПОПРАВКА****Поправка к статье**

**Балбекин Н.С., Куля М.С., Петров Н.В.**

**Импульсная терагерцовая голография с разрешением во времени  
в дисперсионных средах  
(т.41 №3 стр. 348-355, 2017 г.)**

Корректные формулы 5 и 7 на странице 349:

$$u(x, y, l) = \iint_{-\infty}^{+\infty} U(f_x, f_y) \exp[2\pi i(f_x x, f_y y)] \times \\ \times \exp\left[2\pi i n(\lambda) \Delta l / \lambda \sqrt{1 - (f_x)^2 - (f_y)^2}\right] df_x df_y, \quad (5)$$

$$h'(x, y, l) = \left(\exp[2\pi i n(\lambda) \Delta l / \lambda] / i \lambda r\right) (l / r). \quad (7)$$