

基于光谱椭偏仪的纳米光栅无损检测*

马智超¹⁾ 徐智谋^{1)†} 彭静²⁾ 孙堂友¹⁾ 陈修国³⁾ 赵文宁¹⁾ 刘思思¹⁾
武兴会¹⁾ 邹超¹⁾ 刘世元³⁾

1)(华中科技大学光学与电子信息学院, 武汉 430074)

2)(武汉科技大学理学院, 武汉 430081)

3)(华中科技大学数学制造装备与技术国家重点实验室, 武汉 430074)

(2013年10月9日收到; 2014年1月16日收到修改稿)

本文制备了硅基和光刻胶两种材料的纳米光栅, 利用光谱椭偏仪对该纳米结构的光栅进行了测量, 随后利用建立的拟合模型对其测量数据进行了拟合, 结果证明了运用该仪器进行纳米光栅结构无损检测的可行性, 在入射角 60° , 方位角 75° 的测量条件下, 纳米结构关键尺寸、侧壁角等三维形貌参数的测量精度最大可达99.97%, 该技术对于无损检测有着一定的推动意义.

关键词: 纳米压印, 光栅, 无损检测, 拟合

PACS: 91.07.-b, 85.40.Hp, 06.20.Dk, 07.05.Kf

DOI: 10.7498/aps.63.039101

1 引言

随着半导体技术的发展, 器件的特征尺寸越来越小, 而量产化的要求却越来越高. 纳米压印随之孕育而生. 纳米压印^[1,2]是将模具上的图形直接转移到衬底上, 从而达到量产化的目的. 同时, 纳米压印光刻技术还具有加工简单, 分辨率高, 生产效率高, 成本低等优点. 因此, 纳米压印技术已成为半导体加工工艺中最重要的方法之一.

在纳米压印过程^[3,4]中, 模板和器件的关键尺寸、垂直角度和特征高度对于纳米压印技术都是至关重要的. 其最小特征尺寸有时达到10 nm以下. 为了表征其纳米结构参数, 通常采用扫描电子显微镜(SEM)和原子力显微镜(AFM)进行测量. 但是SEM和AFM在测量过程中都将对样品造成不可逆的损坏.

本文在制备纳米结构光栅过程中, 采用光谱椭偏仪和自主建立的拟合模型测量纳米结构光栅尺寸, 测量过程中实现了对测试样品的无损检测, 并

与SEM表征相互验证, 在入射角 60° , 方位角 75° 测量条件下, 对纳米结构的关键尺寸、侧壁角等三维形貌参数的测量精度最高可达99.97%, 该结果表明采用光谱椭偏仪测量纳米结构光栅精确度高, 拟合匹配度高, 积极推进了无损检测技术的发展.

2 实验设备与原理

椭偏光谱仪是利用偏振光波通过介质时与介质发生相互作用, 该相互作用改变光波的偏振态, 通过测量偏振态的变化, 然后分析拟合, 得到所需信息. 数据拟合中, 模型的建立和选用是至关重要的. 如图1所示, 椭偏仪测量的基本工作原理是通过将特殊的椭圆偏振光投射到待测纳米结构表面, 通过测量待测结构的零级衍射光以获得偏振光在反射前后的偏振状态变化, 进而从中提取出待测结构的关键尺寸等信息. 光学散射测量法^[5-13]由于具有测量速度快、成本低、非破坏和易于在线集成等优点.

* 国家自然科学基金(批准号: 61076042, 60607006)、国家重大科学仪器设备开发专项(批准号: 2011YQ16000205) 和国家高技术研究发展计划(批准号: 2011AA03A106)资助的课题.

† 通讯作者. E-mail: xuzhimou@mail.hust.edu.cn

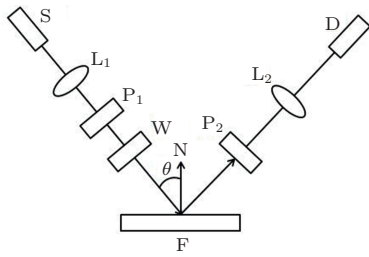


图1 椭圆偏振仪光路简图

在椭圆偏振的测量中,用椭圆函数 ρ 表示反射线形成椭圆偏振光的特性,公式中 $\tan \psi$ 表示反射光的两个偏振分量的振幅系数之比, ψ 称为偏振参数, r_P 表示反射光在 P 平面的偏振分量, r_S 表示反射光在 S 平面的偏振分量.

$$\rho = \tan(\psi) e^{i\Delta} = \frac{r_P}{r_S}, \quad (1)$$

基于光学散射的纳米结构测量是一种基于模型的测量方法,具有测量速度快、成本低、非破坏和易于在线集成等优点.光谱椭圆偏振仪测量出纳米结构样件的测量光谱,同时基于电磁波理论求解出待测纳米结构的理论光谱,最后通过优化求解算法提取出纳米结构的几何参数.我们通过均方根误差 MSE (Mean Squared Error) 量化测量光谱与光学模型计算光谱之间的拟合程度:

$$\text{MSE} = \left\{ \frac{1}{3n - k} \sum_{i=1}^n [(N_m - N_c)^2 + (C_m - C_c)^2 + (S_m - S_c)^2] \right\}^{1/2} \times 1000, \quad (2)$$

其中 n 是测量波长的数量, k 是拟合参数的数量,测量光谱(下标为 m)与模型生成光谱(下标为 c)的求差项参数 N , C 和 S 是由椭圆偏振参数 ψ 和 Δ 导出的: $N = \cos(2\psi)$; $C = \sin(2\psi) \cos(\Delta)$; $S = \sin(2\psi) \sin(\Delta)$. 通过采用非线性回归算法

(Levenberg-Marquardt) 自动调整模型参数值以获得最小的 MSE 值. MSE 值越小,表示测量光谱数据与模型计算数据之间的拟合程度越好.当模型计算的光谱曲线实现与测量光谱曲线之间的最佳拟合时,即可得到待测纳米结构的信息.

3 实验和分析

光谱椭圆偏振仪是一种基于模型分析的设备,数据的拟合程度很大程度上依赖适当的模型.在分析测试过程中,常用的三类物质:半导体、金属和电介质.关于它们的光学参数,比如折射率 n 和消光系数 k 在软件中通常没有,所以需要在模型拟合时根据实测结果严格设定,以提高拟合的精度.对于一些单晶物质(比如单晶硅片)的光学参数较为稳定,所以在软件中已有设定.而对于金属和电介质的光学参数随制备工艺的相关性较大,所以差异较大,需要在实测过程中进行校对.

本文利用匀胶方法在硅片表面旋涂一层光刻胶.所用的压印胶为 Obducat AB 公司的 STU220 胶,两步匀胶参数设定为:第一步转速 500 r/min,时间为 10 s;第二步转速 3000 r/min,时间 50 s,匀胶后 95 °C 烘 3 min 待用.然后室温紫外曝光 1 min.得到硅表面一层固化光刻胶.利用场发射扫描电子显微镜 (FESEM, 荷兰 FEI 公司 Sirion200) 进行硅基膜厚的表征.

课题组已建立系统的一维和二维光栅模型,对一维和二维结构有着精确的测量精度和拟合精度.根据图 2(a) 模型建立单层膜模型,设定基底材料为硅,薄膜材料为电介质,光谱椭圆偏振仪测试 [14-17] 结果如图 2(b) 所示,该结果表明 φ 和 δ 角度测试结果皆与模型拟合值一致,匹配程度高.椭圆偏振仪测试

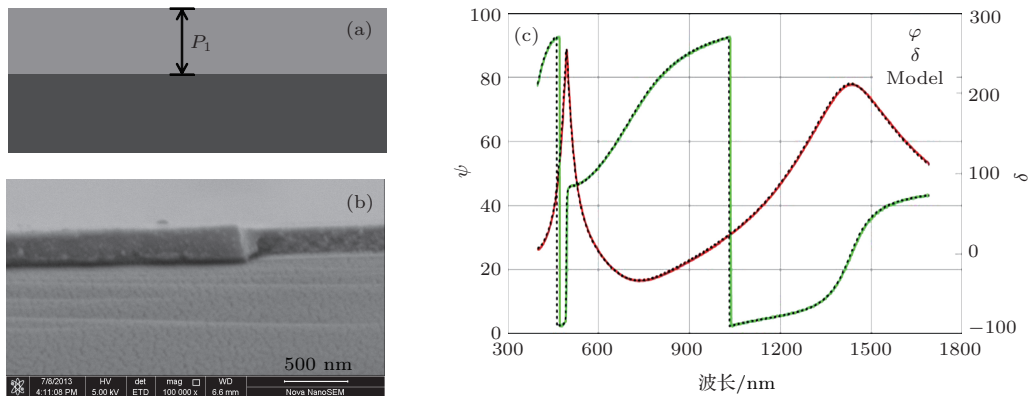


图2 (a) 拟合所建两层膜模型; (b) 硅基光刻胶 SEM; (c) 光谱椭圆偏振仪拟合曲线

光刻胶厚度为 276.02 ± 0.099 nm. 而根据样品的 SEM 测试结果可以观察到膜厚为 273 nm, 由此可以证明光谱椭偏仪对于光刻胶单层膜的测试值的准确性, 并且测试过程中波长为 632.8 nm 时, 测得光刻胶的消光系数 k 为 $0.00074187 \pm 6.0014 \times 10^{-5}$, 折射率 $n = 1.60208$, 这对后继模型的建立有参考价值.

表 1 硅基光栅结构参数实测和提取值对比

数据组	P_1/nm	P_3/nm	$P_2/(\circ)$	MSE
实测值	353.77	462.94	87.7	—
拟合值	350.51	469.26	87.25	32.84

本文采用光刻的方法制备硅基纳米光栅, 建立测试模型, 利用光谱椭偏仪原理样机进行测量、拟合, 并用 SEM 观测其形貌, 以此论证光谱椭偏仪的模型和测量的准确性. 由图 3(a) 图可见硅基光栅周期性非常好, 且占空比为 50%. 图 3(b) 中可见光栅截面呈现梯形, 这是由于在刻蚀过程中, 气相和固相界面处发生化学反应, 最后形成一定的倾角. 光谱椭偏仪测量拟合时采用如图 3(c) 所示模型. 最终测试拟合结果如图 4 所示, 光栅的宽、高及倾角的测试拟合相似度高. 如表 1 所示, 光栅宽 353.77 nm, 高度 462.94 nm, 倾斜角度 87.7° . 光谱椭偏仪测试拟合结果为光栅拟合宽度 350.51 nm, 高度 469.26 nm, 倾斜角度 87.25° , 均方误差 MSE 为 32.84. 由此可见, 光谱椭偏仪测量结果和 SEM 表征形貌保持一致.

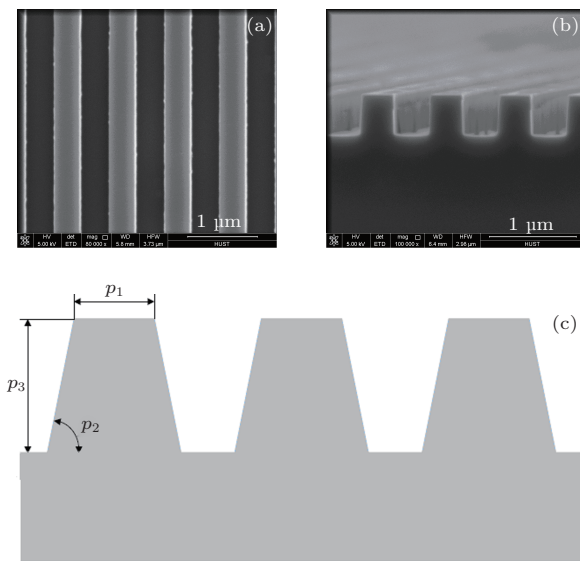


图 3 (a) 硅基光栅正面 SEM; (b) 硅基光栅侧面 SEM; (c) 光谱椭偏仪硅光栅拟合模型

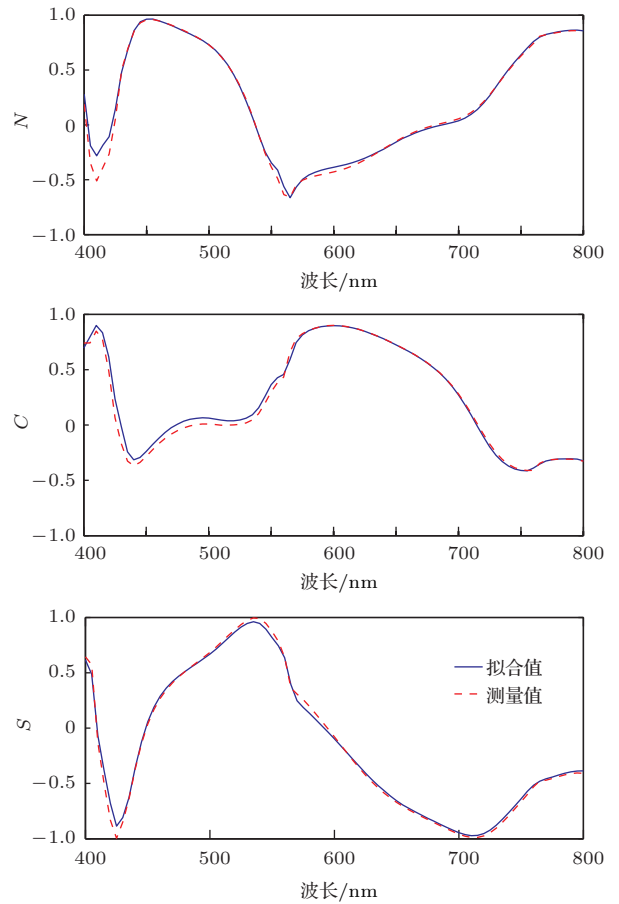


图 4 硅基光栅参数测量值与拟合值对比图

表 2 光刻胶光栅结构参数实测和提取值对比

数据组	P_1/nm	$P_2/(\circ)$	P_3/nm	P_3/nm	MSE
实测值	347.8	87.1	464.9	67.1	—
拟合值	351.73	87.12	463.91	62.76	40.127

同时, 本文以硅基光栅模板为纳米压印初始模板, 选择 P(100) 晶向的单晶硅 (2 英寸) 作为实验样品. 利用热压印完成光刻胶光栅的制备, 其中软模板为 Obducat AB 公司的一款热塑性的聚合物 IPS; 接着利用 IPS 软模板对硅基 STU220 光刻胶层进行紫外压印. 紫外压印过程压印参数设定为压印温度 70°C , 压强 20 bar (1 bar = 10^5 Pa), 紫外曝光时间 1min, 压印时间 20 min, 压印完成后冷却至室温脱模. 在光谱椭偏仪拟合时, 依据硅基光刻胶单层薄膜测试时测定的光刻胶消光系数和折射率, 建立如图 6(c) 所示模型. 如表 2 所示, 光栅宽 353.77 nm, 高度 464.9 nm, 倾斜角度 87.1° . 光谱椭偏仪测试拟合 [18-21] 结果为光栅拟合宽度 351.73 nm, 高度 463.91 nm, 倾斜角度 87.12, 均方误差 MSE 仅为 40.127. 在与其他的仪器测量、拟合结果相比, 最大

精度高达99.97%，该结果表明，测量值非常接近真实值，光谱椭偏仪测量结果和SEM表征形貌保持一致。

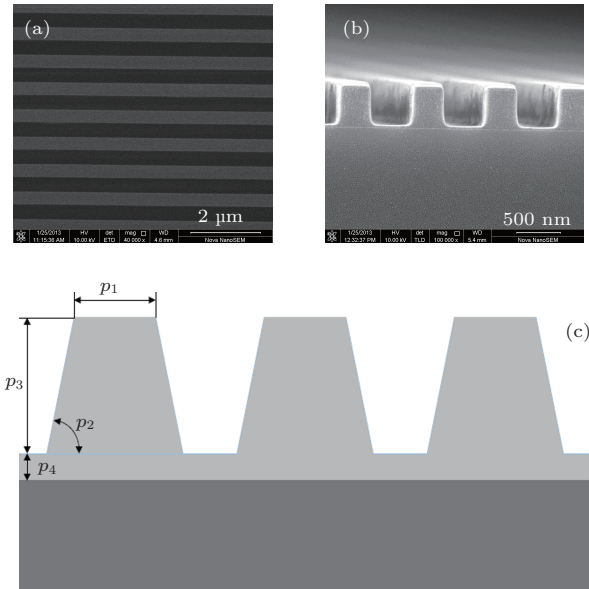


图5 (a) 纳米压印光刻胶光栅正面SEM; (b) 纳米压印光刻胶光栅侧面SEM; (c) 光谱椭偏仪光刻胶光栅模型

4 结 论

本文首先依据硅基单层光刻胶膜的测量得到光刻胶的具体光学参数，然后利用光刻和纳米压印的方法制备硅基光栅和光刻胶纳米光栅，并运用光谱椭偏仪进行建模、测量和拟合，并运用SEM进行形貌表征，论证光谱椭偏仪测量和拟合数据的正确性，从而避免了采用SEM和AFM等有损测量方式对样品造成损伤，同时证明光谱椭偏仪在纳米结构光栅的无损检测方面的运用前景广阔，可行性高，对无损检测技术的发展有着巨大的推进作用。

参考文献

[1] Chou S Y, Krauss P R, Renstrom P J 1996 *Science* **272** 85

[2] Colburn M, Suez I, Choi B J, Meissl M, Bailey T, Sreenivasan S V, Ekerdt J G, Grant Willson C 2001 *J. Vac. Sci. Technol. B* **19** 2685

[3] Ding Y, Hyun Wook Ro, Alvine K J, Okerberg B C, Zhou J, Douglas J F, Karim A, Soles C L 2008 *Adv. Funct. Mater.* **18** 1854

[4] Ding Y, Hyun Wook Ro, Douglas J F, Jones R L, Hine D R, Karim A, Soles C L 2007 *Adv. Mater.* **19** 1377

[5] Tan C L, Yi Y X, Wang G P 2002 *Acta Phys. Sin.* **51** 1063 (in Chinese)[谈春雷, 易永祥, 汪国平 2002 物理学报 **51** 1063]

[6] Takuya Ohzono, Hirohmi Watanabe, Richard Vendamme, Carina kamaga, Toyoki Kunitake, Teruya Ishihara, Masatsugu Shimomura 2007 *Adv. Mater.* **19** 3229

[7] Ren L Y, Liu L R, Liu D A, Luan Z 2003 *Acta Phys. Sin.* **52** 2788 (in Chinese) [任立勇, 刘立人, 刘德安, 栾竹 2003 物理学报 **52** 2788]

[8] Jones R L, Tengjiao Hu, Soles C L, Lin E K, Reano R M, Pang S W, Casa D M 2006 *Nano Letters* **6** 1728

[9] Zhao H J, Peng Y J, Tan Y 2009 *Chin. Phys. B* **18** 5326

[10] Fuard D, Corinne, Farys V, Gourgon C, Schiavone P 2005 *J. Vac. Sci. Technol. B* **23** 3069

[11] Wang J P, Jin Y X, Ma J Y 2010 *Chin. Phys. B* **19** 054202

[12] Jones R L, Hu T J, Lin E K, Wen L W 2003 *Appl. Phys. Lett.* **83** 4059

[13] Lei Y H, Liu X, Guo J C 2011 *Chin. Phys. B* **20** 042901

[14] Mu Q Q, Liu Y J, Hu L F 2006 *Acta Phys. Sin.* **55** 1055 (in Chinese)[穆全全, 刘永军, 胡立发 2006 物理学报 **55** 1055]

[15] Zhang Z, Xu Z M, Sun T Y 2013 *Acta Phys. Sin.* **62** 168102 (in Chinese)[张铮, 徐智谋, 孙堂友 2013 物理学报 **62** 168102]

[16] Lee J H, Ro H W, Huang R, Lemailet P, Germer T A, Soles C L, Stafford C M 2012 *Nano Letters* **12** 5995

[17] Patrick H J, Germer T A, Ding Y, Ro H W, Richter L J, Soles C L 2008 *Appl. Phys. Lett.* **93** 233105

[18] Herzinger C M, Johs B, MCGahan W A, Woollam J A 1998 *J. Appl. Phys.* **83** 3323

[19] Stafford C M, Harrison C, Beers K L, Karim A, Amis E J, Vanlandingham M R, Kim H, Willivolksen, Miller R D, Simonyi E E 2004 *Nat. Mater.* **3** 345

[20] El kodadi M, Soulan S, Mbesacier, Schiavone P 2009 *Micro. Engin.* **86** 1040

[21] Al-Assaad R M, Li T, Hu W C 2008 *J. MicroNanolith. MEMS MOEMS* **7** 013008

Nondestructive detection of nano grating by Sepctroscopic ellipsometer*

Ma Zhi-Chao¹⁾ Xu Zhi-Mou^{1)†} Peng Jing²⁾ Sun Tang-You¹⁾ Chen Xiu-Guo³⁾
Zhao Wen-Ning¹⁾ Liu Si-Si¹⁾ Wu Xing-Hui¹⁾ Zou Chao¹⁾ Liu Shi-Yuan³⁾

1) (*School of Optical and Electronic Information, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, China*)

2) (*College of Sciences, Wuhan University of Science and Technology, Wuhan 430081, China*)

3) (*State Key Laboratory of Digital Manufacturing Equipment and Technology, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, China*)

(Received 9 October 2013; revised manuscript received 16 January 2014)

Abstract

The silicon nanometer structure grating and the photoresist nanometer structure grating were prepared. A fitting model was built on the new self-developed sepctroscopic ellipsometer. Then, the gratings was tested and fitted. Results proved that the machine could work well in nondestructive test of nano grating. Under the condition of the incident angle of 60° and the azimuth angle of 75° , the measurement accuracy can be up to 99.97% for the three-dimensional morphology parameters such as key dimension and sidewall angle and so on, and the maximum error is less than 1%. This method is significant for the nondestructive test.

Keywords: nanoimprint lithography, grating, nondestructive testing, fitting

PACS: 91.07.-b, 85.40.Hp, 06.20.Dk, 07.05.Kf

DOI: [10.7498/aps.63.039101](https://doi.org/10.7498/aps.63.039101)

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 61076042, 60607006), the Special Project on Development of National Key Scientific Instruments and Equipment of China (Grant No. 2011YQ16000205), and the National High Technology Research and Development Program of China (Grant No. 2011AA03A106).

† Corresponding author. E-mail: xuzhimou@mail.hust.edu.cn