

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ОРГАНИЧЕСКИХ ЗАГРЯЗНЕНИЙ НА ПОВЕРХНОСТИ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ МЕТОДАМИ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Н.А. Ивлиев<sup>1,2</sup>, В.А. Колпаков<sup>2</sup>, С.В. Кричевский<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт систем обработки изображений РАН – филиал ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Самара, Россия,

<sup>2</sup> Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара, Россия

### Аннотация

Представлен метод определения концентрации органических загрязнений на поверхности диоксида кремния по картам латеральных сил и топологии поверхности, полученным методами атомно-силовой микроскопии. Проведена оптимизация значения скорости сканирования, позволяющая повысить контрастность получаемых изображений и облегчить интерпретацию получаемых данных. Экспериментально показано, что чувствительность разработанной методики достигает значения  $10^{-11}$  г/см<sup>2</sup>.

**Ключевые слова:** концентрация органических загрязнений, латеральные силы.

**Цитирование:** 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.

### Введение

Контроль степени чистоты поверхности твердых тел широко используется в микро-, нанoeлектронике [1–3], дифракционной оптике [4, 5] и нанofотонике [6], т.к. адсорбция загрязнений приводит к изменению электрофизических параметров поверхности [7, 8], снижению адгезии наносимых технологических слоев [9, 10], увеличению толщины поверхностного оксида при термоокислении [11] и, как следствие, ухудшению рабочих характеристик или выходу из строя производимых элементов.

Процессы миниатюризации элементов приводят к возрастанию требований, предъявляемых к чистоте поверхности. В настоящее время допустимая величина концентрации атомов углерода при производстве полупроводниковых приборов равна  $10^{12}$  ат/см<sup>2</sup> [12]. Столь малое значение концентрации обусловлено сильным влиянием атомов углерода на локальную проводимость поверхности. Согласно работам [11, 13], наиболее трудноудаляемыми углеродистыми загрязнениями являются молекулы органических соединений, источниками которых даже в чистых комнатах являются пластификаторы в составе пластиковых изделий, например, полиэтиленовой упаковки подложек, чашек Петри и т.д. Следовательно, контроль указанного типа загрязнений является приоритетной задачей.

Современные способы оценки концентрации органических загрязнений, основанные на методах спектроскопии [1, 14–16], обладают требуемой чувствительностью. Однако данные методы дороги, трудоемки и не позволяют определять характеристики распределения молекул по поверхности, такие как средняя площадь и объем пятен загрязнений, плотность их распределения по поверхности. Указанные параметры чрезвычайно важны в случае островковой или полимолекулярной адсорбции загрязнений.

В работах [17, 18] представлены методы атомно-силовой микроскопии (АСМ) поверхности, основанные на регистрации латеральных сил (ЛС), действующих на зонд атомно-силового микроскопа, находя-

щегося в постоянном контакте с поверхностью. Сканирование зондом по одной траектории в двух направлениях исключает силы, возникающие вследствие шероховатости поверхности. Получаемые при этом карты ЛС являются результатом действия адгезионных связей между зондом и поверхностью, величина энергии которых характеризует химический состав межфазной границы. Однако при отсутствии информации о рельефе поверхности определение объема загрязнений невозможно.

Таким образом, целью данной работы является разработка метода определения концентрации органических загрязнений на поверхности твердых тел, основанного на совместном анализе карт латеральных сил и рельефа поверхности.

### 1. Методика проведения эксперимента

Экспериментальные исследования распределения ЛС проводились на сканирующем зондовом микроскопе Solver PRO-M компании NT-MDT при контактном сканировании кремниевым зондом CSG12. Схема, изображающая особенности взаимодействия зонда с чистой и загрязненной областями поверхности, а также соответствующий график сигнала фотодетектора представлены на рис. 1.

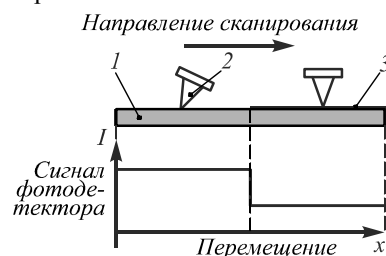


Рис. 1. Схема, изображающая особенности взаимодействия зонда с чистой и загрязненной областями поверхности, а также соответствующий график сигнала фотодетектора: 1 – исследуемое твердое тело; 2 – АСМ-зонд; 3 – адсорбированные загрязнения

Молекулы органических загрязнений 3, как видно из рис. 1, выступают в роли смазывающего вещества [19] и уменьшают латеральный наклон зонда 2,

а следовательно, и торсионный изгиб его балки, в результате чего загрязненной области поверхности соответствует низкий уровень сигнала фотодетектора. Указанная особенность в случае однородного материала позволяет определять загрязненные области поверхности.

Исследуемые образцы представляют собой пластины диоксида кремния (SiO<sub>2</sub>) компании NanoInk площадью 1 см<sup>2</sup>, качество которых соответствует 14 классу шероховатости ГОСТ 2789-73. Выбор SiO<sub>2</sub> в качестве исследуемого материала обусловлен его широким использованием в технологических процессах микро-, наноэлектроники, дифракционной оптики и нанопластики.

В качестве загрязняющего вещества использовался дибутилфталат (C<sub>16</sub>H<sub>22</sub>O<sub>4</sub>), являющийся одним из наиболее применяемых в промышленности пластификаторов. Наличие групп С=О и –ОН в молекулярной структуре дибутилфталата обуславливает его сильную полярность, которая приводит к образованию связи между загрязнением и поверхностью. Энергия этой связи в данном случае определяется водородными мостиками, образованными с –ОН группами естественного оксида, а также ориентационным взаимодействием диполя с поверхностью, величину которого можно найти по выражению [20]:

$$E_{op} = -(2p_1p_2/r^3), \quad (1)$$

где  $p_1, p_2$  – дипольные моменты молекулы загрязнения и –ОН группы;  $r$  – длина водородной связи О·НО.

Энергия водородной связи О·НО равна 21,5 кДж/моль [21], поэтому суммарная энергия связи для дибутилфталата с учетом ориентационного взаимодействия, рассчитанного по зависимости (1), достигает 40 кДж/моль, что по значению приближается к устойчивой, трудно разрушаемой химической связи. Следовательно, сила, действующая на поверхность со стороны АСМ-зонда в процессе измерения и равная десяткам наноньютонов, не может привести к десорбции молекул дибутилфталата.

Исследования характера распределения ЛС, действующих между поверхностью и АСМ-зондом, в зависимости от концентрации органических загрязнений требуют процедуры формирования поверхностей с различной степенью загрязнения, которая представляет собой трехэтапный процесс.

На первом этапе происходит очистка поверхности подложек до степени технологической чистоты, что достигается с помощью стадий грубой и финишной очистки. Грубая очистка, устраняющая основные загрязнения на поверхности, осуществлялась химическим способом, который заключается в поочередном кипячении в щелочных и спиртовых растворах, таких как NaOH и C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>O, с интервалом 10 мин. Финишная очистка проводилась с помощью системы плазменной очистки Solarus 950, Gatan в плазме Ar/O<sub>2</sub>, при соотношении газов 75/25 % соответственно. Время облучения составляло 4 мин. при максимальной мощности генератора, равной 50 Вт.

На втором этапе происходит загрязнение поверхности очищенных подложек молекулами дибутилфталата с помощью специального устройства до концентрации, соответствующей мономолекулярному слою по методике, описанной в работе [5].

На третьем этапе повторяется финишная плазменная очистка для регулирования степени чистоты поверхности путем изменения длительности облучения, которая варьировалась от 0 до 4 мин. с шагом 0,5 мин.

Доминирующим механизмом плазменной очистки поверхности твердых тел от молекул циклических углеводородов является их плазмохимическое окисление с последующей диссоциацией на легколетучие компоненты [22]. Указанный механизм позволяет достичь технологической чистоты поверхности при продолжительности плазменной обработки 4 мин, однако при меньших длительностях облучения, необходимых для регулирования степени чистоты, происходит неполная диссоциация части молекул. Продукты данной реакции могут загрязнять поверхность зонда микроскопа в процессе сканирования (рис. 2а, загрязнения указаны стрелками), поэтому перед каждым измерением проводилась операция плазменной очистки зонда в среде Ar/O<sub>2</sub> в тех же режимах, что и исследуемых подложек. Результат очистки представлен на рис. 2б, на котором не наблюдаются крупные фракции загрязнений, т.е. свойства поверхности восстановлены до исходного состояния.

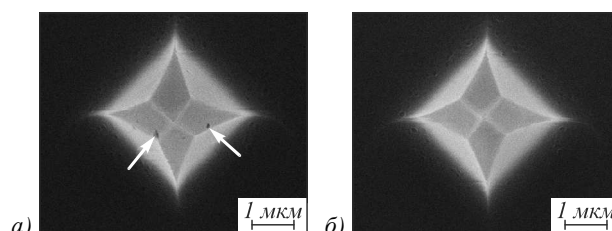


Рис. 2. РЭМ-изображение АСМ зонда: а) до очистки; б) после очистки

## 2. Результаты экспериментов и их обсуждение

На рис. 3а представлено АСМ-изображение карты ЛС, полученной сканированием со скоростью 0,5 мкм/с участка размером 1 × 1 мкм поверхности подложки, прошедшей полный технологический цикл очистки. Структура изображения однородна и не содержит резко выделяющихся фрагментов. Однако при увеличении скорости сканирования до 1 мкм/с на карте ЛС проявляются ярко выраженные зерна (рис. 3в), соответствующие выступам шероховатости (рис. 3г). Причем значения шероховатости не изменились по сравнению с картой, полученной при скорости 0,5 мкм/с (рис. 3б), что исключает различие структуры поверхности в разных областях подложки.

Максимальное значение ЛС при скорости сканирования 1 мкм/с (рис. 3в) соответствует максимальному значению тока фотодетектора на градиентной шкале, равному 73,8 пА. Как видно, отмеченное значение увеличилось на 7,7 пА по сравнению с аналогичным значением, представленным на

рис. 3а, что составляет порядка 11 % от исходной величины.

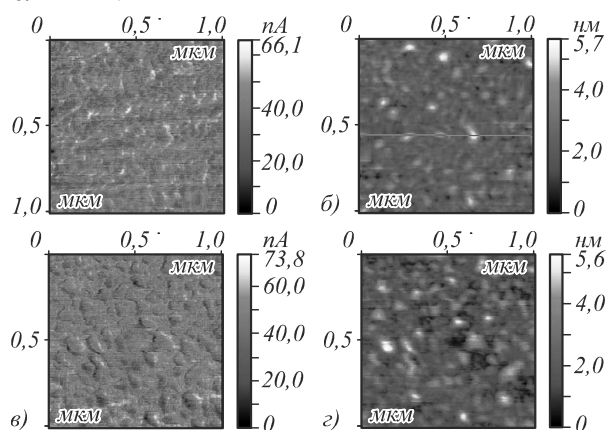


Рис. 3. АСМ-изображения поверхности очищенной подложки, полученные при скоростях сканирования 0,5 мкм/с: а) карта ЛС; б) рельеф поверхности; и 1 мкм/с: в) карта ЛС; г) рельеф поверхности

Причиной как образования зерен, так и увеличения торсионного изгиба балки при увеличении скорости сканирования может являться действие сил трения, обусловленных вязкостью адсорбированного слоя молекул воды. В этом случае равномерность наблюдаемой структуры косвенно подтверждает технологическую степень чистоты поверхности.

На рис. 4а, б представлены АСМ-изображения поверхности подложки, которая проходила процедуру очистки в Ag/O<sub>2</sub> – плазме в течение времени  $t = 2,5$  мин.

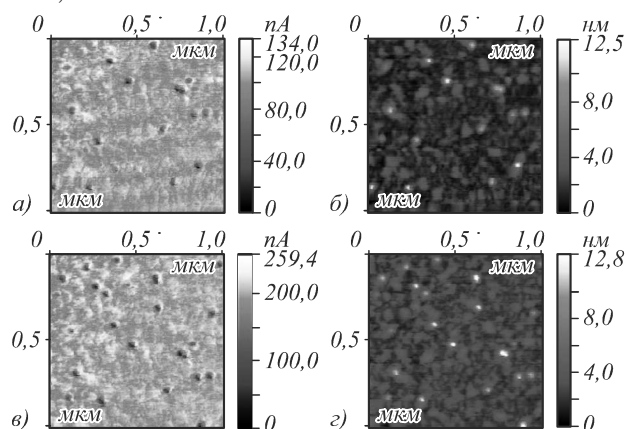


Рис. 4. АСМ-изображения загрязненных поверхностей, полученные при скоростях сканирования 0,5 мкм/с: а) карта ЛС; б) рельеф поверхности; и 1 мкм/с: в) карта ЛС; г) рельеф поверхности

Темные пятна на карте ЛС (рис. 4а) соответствуют наименьшему торсионному изгибу балки зонда для данного участка поверхности. Стоит отметить, что на градиентной шкале изображены относительные значения токов, т.е. минимальному изгибу балки зонда соответствует ток 0 пА. При этом величина максимального тока фотодетектора, соответствующая наибольшему изгибу балки, равна 134 пА, что в 2 раза превышает ток, соответ-

ствующий чистой поверхности (рис. 3а). Очевидно, что увеличение максимального изгиба балки на загрязненной поверхности, в сравнении с изгибом на чистой поверхности, невозможно. Следовательно, в 2 раза снизился минимальный изгиб балки. Также можно заметить, что положение темных пятен на карте латеральных сил соответствует областям наибольших значений высот на изображении рельефа поверхности (рис. 4б). Таким образом, можно сделать вывод, что темные участки соответствуют молекулярным загрязнениям, выступающим в качестве смазывающего вещества между зондом и поверхностью подложки.

При увеличении скорости сканирования до 1 мкм/с (рис. 4в) наблюдается сильное расширение диапазона фиксируемого торсионного изгиба, что объясняется отсутствием адсорбированных молекул воды на поверхности островков молекулярных загрязнений. Данная особенность приводит к усилению цветового контраста изображений, что упрощает процедуру их анализа. Концентрация органических загрязнений при этом характеризуется объемом выступов на изображении рельефа (рис. 4г), соответствующих темным участкам карты ЛС (рис. 4в). Выделение участков загрязнений возможно осуществить по пороговому принципу, т.е. чем выше контраст изображения, тем четче выделяется порог.

Дальнейшее увеличение скорости сканирования не приводит к существенному улучшению контраста изображений и к тому же повышает износ зонда микроскопа, следовательно, является нецелесообразным.

Для определения величины концентрации загрязнений по картам ЛС было разработано программное обеспечение, которое позволяет выделить светлые пятна, представленные на изображении рельефа поверхности (рис. 4г), таким образом, чтобы они геометрически соответствовали темным пятнам на карте ЛС (рис. 4в), а затем определить объем выделенных областей. Концентрация загрязнений при этом вычислялась по формуле:

$$C_{\text{мол}} = \rho V_a / S, \quad (2)$$

где  $\rho$  – плотность адсорбата, которая для дибутилфталата равна 1,05 г/см<sup>3</sup>;  $S$  – площадь измеряемой поверхности;  $V_a$  – объем выделенных областей.

В реальных технологических условиях плотность адсорбата ( $\rho$ ) на поверхности будет различаться, т.к. в состав загрязнений, помимо дибутилфталата, входят другие циклические углеводороды, например, диоктилфталат, бутилгидрокситолуол и т.д. [11, 13]. Значения плотностей указанных веществ варьируются относительно среднего значения ( $\rho_{\text{ср}} = 1,02$  г/см<sup>3</sup>) в пределах  $\pm 5\%$ . Очевидно, что величина  $V_a$ , входящая в выражение (2), не зависит от типа загрязнения, поэтому полученное отклонение является методической погрешностью измерения концентрации органических загрязнений  $C_{\text{мол}}$ .

Статистическая обработка геометрических размеров выделяемых пятен позволяет определить характеристики распределения молекул, такие как средняя площадь ( $S_n$ ) и объем пятен загрязнений ( $V_n$ ), плотность их распределения по поверхности ( $\rho_n$ ). Указанные величины, определенные по рис. 4в, з, равны  $S_n = 9 \cdot 10^{-4}$  мкм<sup>2</sup>,  $V_n = 5,4 \cdot 10^{-6}$  мкм<sup>3</sup>,  $\rho_n = 21$  шт/мкм<sup>2</sup>.

На рис. 5 представлена зависимость концентрации органических загрязнений  $C_{мол}$  от длительности облучения  $t$ , полученная с помощью описанной методики. Для каждого уровня загрязнения концентрация измерялась в 10 точках поверхности, а их среднее значение отмечалось на графике. Как следует из зависимости, представленной на рис. 5, концентрация загрязнений изменяется в пределах  $10^{-11}$ - $10^{-8}$  г/см<sup>2</sup>. Причем нижнюю границу указанного диапазона ограничивает не чувствительность АСМ-метода, а сильная разреженность загрязнений при такой концентрации, требующая увеличения как площади сканирования, так и количества точек измерения поверхности.

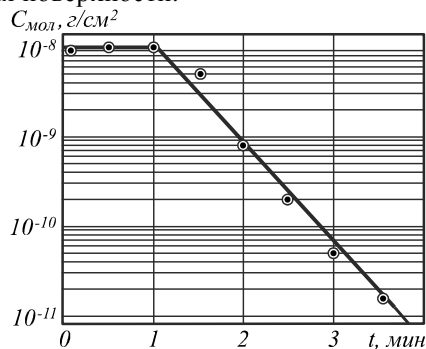


Рис. 5. График зависимости концентрации органического загрязнения от длительности облучения в установке плазменной очистки Solarus 950, полученный с помощью разработанной методики: ° – экспериментальные значения; сплошная линия – аппроксимация экспериментальных данных

Выражение (2) позволяет вычислять исключительно массовую концентрацию загрязнений (г/см<sup>2</sup>), устанавливаемую стандартом ГОСТ Р ИСО 14644-10-2014. Сопоставить данную размерность с размерностью атомной концентрацией углерода в ат/см<sup>2</sup> позволяет выражение [23]:

$$C_{ат} = (C_{мол} \cdot N_A \cdot N_c) / M, \tag{3}$$

где  $C_{мол}$  – массовая концентрация органических загрязнений;  $C_{ат}$  – концентрация атомов углерода;  $N_A$  – число Авогадро;  $N_c$  – количество атомов углерода в молекуле загрязнения.

Рассчитанная по выражению (3) концентрация углерода, соответствующая величине концентрации дибутылфталата  $10^{-11}$  г/см<sup>2</sup>, равна  $4 \cdot 10^{11}$  ат/см<sup>2</sup>. Следовательно, чувствительность реализуемой методики достигает требуемого уровня  $10^{12}$  ат/см<sup>2</sup>.

При длительности очистки в диапазоне 0 – 1 мин. значение измеренной концентрации загрязнений остается постоянным и равно  $10^{-8}$  г/см<sup>2</sup> (рис. 5), т.е. разработанная методика характеризуется низкой

чувствительностью при степени загрязнения, соответствующей мономолекулярной пленке адсорбата. Однако поверхности с указанной степенью загрязнения не представляют интереса для современных технологий микро- и наноструктурирования.

### Заключение

В настоящей работе представлен метод определения концентрации органических загрязнений на поверхности диоксида кремния, позволяющий получать характеристики распределения молекул по поверхности, такие как средняя площадь и объем пятен загрязнений, плотность их распределения по поверхности.

Разработанный метод представляет собой двух-этапный процесс. Первый этап заключается в построении карт латеральных сил, действующих между зондом сканирующего зондового микроскопа и исследуемой поверхностью, а также регистрации топологии того же участка поверхности. На втором этапе осуществляется их совместный анализ с целью определения массовой концентрации загрязняющих веществ и параметров их распределения по поверхности.

Найдено оптимальное значение скорости сканирования поверхностей, равное 1 мкм/с. Сканирование при такой скорости позволяет повысить контрастность получаемых изображений и облегчить интерпретацию получаемых данных. При этом чувствительность разработанной методики достигает значения  $10^{-11}$  г/см<sup>2</sup>, что соответствует уровню разрешения методов спектроскопии [14 – 16].

### Благодарности

Работа выполнена при поддержке гранта Президента РФ для поддержки молодых российских ученых – докторов наук (№ МД-5205.2016.9), а также гранта РФФИ (№ 16-07-00494 А)

### Литература

1. **Rochat, N.** Multiple internal reflection infrared spectroscopy using two-prism coupling geometry: A convenient way for quantitative study of organic contamination on silicon wafers / N. Rochat, M. Olivier, A. Chabli, F. Conne, G. Lefeuvre, C. Boll-Burdet // Applied Physics Letters. – 2000. – Vol. 77(14). – P. 2249-2251. – DOI: 10.1063/1.1314885.
2. New ISO draft standard classifies surface particle cleanliness // Journal of the IEST. – 2005. – Vol. 50(2). – P. 1-4. – DOI: 10.17764/jiet.50.2.d622j1548x2485.
3. **Zhang, X.** A Wireless and passive wafer cleanliness monitoring unit via electromagnetic coupling for semiconductor/MEMS manufacturing facilities / X. Zhang, J. Chae // Sensors and Actuators A: Physical. – 2011. – Vol. 171(2). – P. 414-420. – DOI: 10.1016/j.sna.2011.08.005.
4. **Kazanskiy, N.L.** Interaction of dielectric substrates in the course of tribometric assessment of the surface cleanliness / N.L. Kazanskiy, S.V. Karpeev, V.A. Kolpakov, S.V. Kriчевский, N.A. Ivliev // Optical Memory and Neural Networks. – 2008. – Vol. 17(1). – P. 37-42. – DOI: 10.1007/s12005-008-1006-6.
5. **Kazanskiy, N.L.** Parameter optimization of a tribometric device for rapid assessment of substrate surface cleanliness / N.L. Kazanskiy, V.A. Kolpakov, A.I. Kolpakov, S.V. Kriчевский, N.A. Ivliev, M.V. Desjatov // Optical Memory and

- Neural Networks. – 2008. – Vol. 17(2). – P. 167-172. – DOI: 10.3103/S1060992X08020112.
6. **Goddard, J.** Optically resonant nanophotonic devices for label-free biomolecular detection / J. Goddard, S. Mandal, D. Erickson. – In: Advanced photonic structures for biological and chemical detection integrated analytical systems / ed. by X. Fan. – New York: Springer, 2009. – P. 445-470.
  7. **Lin, M.C.** Metal hard mask employed Cu/Low k film post ash and wet clean process optimization and integration into 65 nm manufacturing flow / M.C. Lin, M.Q. Wang, J. Lai, R. Huang, C.M. Weng, J.H. Liao, J.S. Tang, C.H. Weng, W. Lu, H.W. Chen, J.T.C. Lee // Solid State Phenomena. – 2007. – Vol. 134. – P. 359-362. – DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.134.359.
  8. **Liu, Y.J.** Impact of organic contamination on the electrical properties of hydrogen-terminated silicon under ambient conditions / Y.J. Liu, D.M. Waugh, H.Z. Yu // Applied Physics Letters. – 2002. – Vol. 81(26). – P. 4967-4969. – DOI: 10.1063/1.1532758.
  9. **Alberici, S.** Organic contamination study for adhesion enhancement between final passivation surface and packaging molding compound / S. Alberici, A. Dellafiore, G. Manzo, G. Santospirito, C.M. Villa, L. Zanotti // Microelectronic Engineering. – 2004. – Vol. 76(1-4). – P. 227-234. – DOI: 10.1016/j.mee.2004.07.040.
  10. **Khanna, V.K.** Adhesion–Delamination phenomena at the surfaces and interfaces in microelectronics and MEMS structures and packaged devices / V.K. Khanna // Journal of Physics D: Applied Physics. – 2011. – Vol. 44(3). – P. 1-19. – DOI: 10.1088/0022-3727/44/3/034004.
  11. **Kim, K.S.** Effects of organic contaminants during metal oxide semiconductor processes / K.S. Kim, J.Y. Kim, H.B. Kang, B.Y. Lee, S.M. Park // Journal of the Electrochemical Society. – 2008. – Vol. 155(6). – P. H426-H431.
  12. **Guan, J.J.** Effects of wet chemistry pre-gate clean strategies on the organic contamination of gate oxides for metal-oxide-semiconductor field effect transistor / J.J. Guan, G.W. Gale, J. Bennett // Japanese Journal of Applied Physics. – 2000. – Vol. 39(7A). – P. 3947-3954. – DOI: 10.1143/JJAP.39.3947.
  13. **Saga, K.** Identification and removal of trace organic contamination on silicon wafers stored in plastic boxes / K. Saga, T. Hattori // Journal of the Electrochemical Society. – 1996. – Vol. 143(10). – P. 3279-3284.
  14. **Reinhardt, K.A.** Handbook of silicon wafer cleaning technology / K.A. Reinhardt, W. Kern. – 2<sup>nd</sup> ed. – Norwich: William Andrew, 2008. – 718 p. – ISBN: 978-0-8155-1554-8.
  15. **Chia, V.K.F.** Process tool cleanliness for clean manufacturing / V.K.F. Chia // Advanced Semiconductor Manufacturing Conference. – 2010. – P. 79-83.
  16. **Endo, M.** Infrared monitoring system for the detection of organic contamination on a 300 mm Si wafer / M. Endo, H. Yoshida, Y. Maeda, N. Miyamoto, M. Niwano // Applied Physics Letters. – 1999. – Vol. 75(4). – P. 519-521. – DOI: 10.1063/1.124434.
  17. **Liu, Y.** Lateral force microscopy study on the shear properties of self-assembled monolayers of dialkylammonium surfactant on mica / Y. Liu, T. Wu, D.F. Evans // Langmuir. – 1994. – Vol. 10(7). – P. 2241-2245.
  18. **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(7-8). – P. 906-917. – DOI: 10.1016/j.triboint.2011.03.007.
  19. **Колпаков, В.А.** Измерение чистоты поверхности подложек методом трибометрии / В.А. Колпаков, Н.А. Ивлиев // Приборы и техника эксперимента. – 2014. – № 5. – С. 129-134.
  20. **Волькенштейн, М.В.** Молекулярная биофизика / М.В. Волькенштейн. – М.: Наука, 1975. – 616 с.
  21. **Глинка, Н.Л.** Общая химия: учебное пособие / Н.Л. Глинка. – М.: КноРус, 2016. – 752 с. – ISBN: 978-5-406-02934-3.
  22. **Kim, D.K.** Removal efficiency of organic contaminants on Si wafer surfaces by the N<sub>2</sub>O ECR plasma technique / D.K. Kim, Y.K. Park, S. Biswas, C. Lee // Materials Chemistry and Physics. – 2005. – Vol. 91(2-3). – P. 490-493.
  23. **Habuka, H.** Molecular interaction radii and rate constants for clarifying organic compound physisorption on silicon surface / H. Habuka, T. Naito, N. Kawahara // Journal of the Electrochemical Society. – 2010. – Vol. 157(11). – P. H1014-H1018. – DOI: 10.1149/1.3489364.

#### Сведения об авторах

**Ивлиев Николай Александрович**, 1987 года рождения, в 2010 году окончил Самарский государственный аэрокосмический университет им. С.П. Королева (СГАУ, ныне – Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева) по специальности «Проектирование и технология радиоэлектронных средств». Кандидат технических наук (2015 год), работает научным сотрудником в ИСОИ РАН – филиале ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, ассистентом кафедры технической кибернетики Самарского университета. Область научных интересов: физика поверхности твердого тела. E-mail: [ivlievn@gmail.com](mailto:ivlievn@gmail.com).

Сведения об авторе **Колпаков Всеволод Анатольевич** – см. стр.835 этого номера.

**Кричевский Сергей Васильевич**, 1963 года рождения, в 1986 году окончил Куйбышевский авиационный институт им. академика С.П. Королева (КуАИ, ныне – Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева) по специальности «Радиотехника». Кандидат технических наук (2008 год), доцент, работает доцентом кафедры конструирования и технологии электронных систем и устройств Самарского университета. Область научных интересов: ионно-плазменные технологии обработки материалов. E-mail: [ksvmitrea@yandex.com](mailto:ksvmitrea@yandex.com).

ГРНТИ: 47.13.07.

Поступила в редакцию 21 ноября 2016 г. Окончательный вариант – 9 декабря 2016 г.

## DETERMINATION OF ORGANIC CONTAMINANTS CONCENTRATION ON THE SILICA SURFACE BY LATERAL FORCE MICROSCOPY

N.A. Ivliev<sup>1,2</sup>, V.A. Kolpakov<sup>2</sup>, S.V. Krichevskiy<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Image Processing Systems Institute of RAS – Branch of the FSRC “Crystallography and Photonics” RAS, Samara, Russia,

<sup>2</sup>Samara National Research University, Samara, Russia

### Abstract

We present a method for determining the concentration of organic contaminants on the silica surface by using lateral force maps and surface topology images obtained with scanning probe microscopy. In this study, we optimized the scanning frequency to increase the contrast of images and facilitate interpretation of the data obtained. We also proved experimentally that the sensitivity of the method reaches  $10^{-11}$  g/cm<sup>2</sup>.

**Keywords:** concentration of organic contaminants, lateral force.

**Citation:** Ivliev NA, Kolpakov VA, Krichevskiy SV. Determination of organic contaminants concentration on the silica surface by lateral force microscopy. *Computer Optics* 2016; 40(6): 837-843. DOI: 10.18287/2412-6179-2016-40-6-837-843.

**Acknowledgements:** The work was partially funded by Presidential grants for support of young Russian doctors of science (MD-5205.2016.9) and Russian Foundation of Basic Research grants (project 16-07-00494 A).

### References

- [1] Rochat N, Olivier M, Chabli A, Conne F, Lefevre G, Boll-Burdet C. Multiple internal reflection infrared spectroscopy using two-prism coupling geometry: A convenient way for quantitative study of organic contamination on silicon wafers. *Applied Physics Letters* 2000; 77(14): 2249-2251. DOI: 10.1063/1.1314885.
- [2] New ISO Draft Standard Classifies Surface Particle Cleanliness. *Journal of the IEST* 2007; 50(2): 1-4. DOI: 10.17764/jiet.50.2.d622juj1548x2485.
- [3] Zhang X, Chae J. wireless and passive wafer cleanliness monitoring unit via electromagnetic coupling for semiconductor/MEMS manufacturing facilities. *Sensors and Actuators A: Physical* 2011; 171(2): 414-420. DOI: 10.1016/j.sna.2011.08.005.
- [4] Kazanskiy NL, Karpeev SV, Kolpakov VA, Krichevskiy SV, Ivliev NA. Interaction of dielectric substrates in the course of tribometric assessment of the surface cleanliness. *Optical Memory and Neural Networks* 2008; 17(1): 37-42. DOI: 10.1007/s12005-008-1006-6.
- [5] Kazanskiy NL, Kolpakov VA, Kolpakov AI, Krichevskiy SV, Ivliev NA, Desjatov MV. Parameter optimization of a tribometric device for rapid assessment of substrate surface cleanliness. *Optical Memory and Neural Networks* 2008 17(2): 167-172. DOI: 10.3103/S1060992X08020112.
- [6] Goddard J, Mandal S, Erickson D. Optically resonant nanophotonic devices for label-free biomolecular detection. In: Fan X, ed. *Advanced photonic structures for biological and chemical detection integrated analytical systems*. New York: Springer; 2009. DOI: 10.1007/978-0-387-98063-8.
- [7] Lin MC, Wang MQ, Lai J, Huang R, Weng CM, Liao JH, Tang JS, Weng CH, Lu W, Chen HW, Lee JTC. Metal hard mask employed Cu/Low k film post ash and wet clean process optimization and integration into 65 nm manufacturing flow. *Solid State Phenomena* 2007; 134: 359-362. DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.134.359.
- [8] Liu YJ, Waugh DM, Yu HZ. Impact of Organic Contamination on the Electrical Properties of Hydrogen-Terminated Silicon under Ambient Conditions. *Applied Physics Letters* 2002; 81(26): 4967-4969. DOI: 10.1063/1.1532758.
- [9] Alberici S, Dellafiore A, Manzo G, Santospirito G, Villa CM, Zanotti L. Organic contamination study for adhesion enhancement between final passivation surface and packaging molding compound. *Microelectronic Engineering*. 2004; 76(1-4): 227-34. DOI: 10.1016/j.mee.2004.07.040.
- [10] Khanna VK. Adhesion–delamination phenomena at the surfaces and interfaces in microelectronics and MEMS structures and packaged devices. *Journal of Physics D: Applied Physics* 2011; 44(3): 1-19. DOI: 10.1088/0022-3727/44/3/034004.
- [11] Kim KS, Kim JY, Kang HB, Lee BY, Park SM. Effects of organic contaminants during metal oxide semiconductor processes. *Journal of the Electrochemical Society* 2008; 155(6): H426-H431. DOI: 10.1149/1.2904453.
- [12] Guan JJ, Gale GW, Bennett J. Effects of wet chemistry pre-gate clean strategies on the organic contamination of gate oxides for metal-oxide-semiconductor field effect transistor. *Japanese Journal of Applied Physics* 2000; 39(7A): 3947-3954. DOI: 10.1143/JJAP.39.3947.
- [13] Saga K, Hattori T. Identification and removal of trace organic contamination on silicon wafers stored in plastic boxes. *Journal of the Electrochemical Society* 1996; 143(10): 3279-3284. DOI: 10.1149/1.1837198.
- [14] Reinhardt KA, Kern W. *Handbook of silicon wafer cleaning technology*. 2nd ed. Norwich: William Andrew; 2008. ISBN: 978-0-8155-1554-8.
- [15] Chia VKF. Process tool cleanliness for clean manufacturing. *Advanced Semiconductor Manufacturing Conference*. 2010. DOI: 10.1109/ASMC.2010.5551422.
- [16] Endo M, Yoshida H, Maeda Y, Miyamoto N, Niwano M. Infrared monitoring system for the detection of organic contamination on a 300 mm Si wafer. *Applied Physics Letters* 1999; 75(4): 519-521. DOI: 10.1063/1.124434.
- [17] 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; 10(7): 2241-2245. DOI: 10.1021/la00019a035.
- [18] 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. DOI: 10.1016/j.triboint.2011.03.007.
- [19] 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.
- [20] Volkenstein MV. *Molecular Biophysics*. New York: Academic Press, Inc; 1977.

- [21] Glinka NL. General chemistry. 3rd ed. Moscow: "Mir" Publisher, 1981.
- [22] Kim DK, Park YK, Biswas S, Lee C. Removal efficiency of organic contaminants on Si wafer surfaces by the N<sub>2</sub>O ECR plasma technique. *Materials Chemistry and Physics* 2005; 91(2-3): 490-493. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2004.12.015.
- [23] Habuka H., Naito T., Kawahara N. Molecular interaction radii and rate constants for clarifying organic compound physisorption on silicon surface. *Journal of the Electrochemical Society* 2010; 157(11): H1014-H1018. DOI: 10.1149/1.3489364.

#### *Authors' information*

**Nikolay Alexandrovich Ivliev** (b. 1987), graduated from Samara State Aerospace University in 2010 (presently, Samara National Research University, short – Samara University), majoring in Design and Technology of Radio-electronic Equipment. Candidate of Engineering Sciences (2015). Currently he works as the researcher at the Image Processing Systems Institute of RAS – Branch of the FSRC “Crystallography and Photonics” RAS, assistant at Technical Cybernetics sub-department of Samara University. Research interests: surface physics, micro- and nanotechnology. E-mail: [ivlievn@gmail.com](mailto:ivlievn@gmail.com).

The information about author **Vsevolod Anatolevich Kolpakov** you can find on page 836 this issue.

**Sergey Vasilevich Krichevskiy** (b. 1963), graduated from Kuibyshev Aviation Institute in 1986 (presently, Samara National Research University, short – Samara University), majoring in Radiotechnics. Candidate of Engineering Sciences (2008). Currently he works as assistant professor at Design and Technology of Electronic Systems and Devices sub-department of Samara University His current research interests include ion-plasma technology of processing of materials, processes micro- and nanoelectronics. E-mail: [ksvmitrea@yandex.com](mailto:ksvmitrea@yandex.com).

---

*Received November 21, 2016. The final version – December 9, 2016.*

---