

Лекция 10. Контроль структурного совершенства полупроводниковых материалов

Применение электронной микроскопии для изучения структурного совершенства полупроводников

Формирование изображения в трансмиссионном электронном микроскопе

В современных электронных микроскопах формирование изображения происходит с помощью сложной многоступенчатой системы прецизионных электронных линз. На рис. 1 изображена электронно-оптическая система электронного микроскопа. Источник электронов и конденсорная линза (иногда две конденсорные линзы) образуют осветительную систему, формирующую почти параллельный пучок электронов, освещающий образец, который находится вблизи наконечника объективной линзы.

Увеличенное объективной линзой изображение I_1 называется первым промежуточным изображением; оно является объектом для промежуточной линзы, которая образует второе промежуточное изображение I_2 , и, наконец, I_2 увеличивается проекционной линзой для формирования изображения на флуоресцирующем экране микроскопа или на фотографической пластинке (Э).

В случае если исследуемый образец не является кристаллическим, то контраст электронного изображения определяется степенью поглощения электронов разными участками образца, который в свою очередь зависит от распределения толщин образца и расположения материала с различной поглощающей способностью (разной плотностью).

Типичным представителем этого класса объектов являются пластиковые или углеродные реплики с поверхности образцов, морфологию которых необходимо исследовать в электронном микроскопе. Если, однако, исследуемый образец кристаллический, дифракция электронов дает дополнительный вклад в контраст изображения, что резко увеличивает информативность электронно-микроскопических исследований.

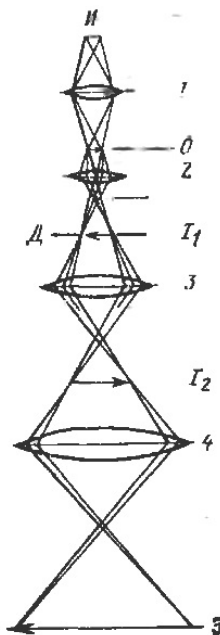


Рис. 1: Ход лучей в электронном трансмиссионном микроскопе: И-источник электронов, О-образец, Э-экран; линзы: 1-конденсорная, 2-объективная, 3-промежуточная, 4-проекционная

Длина волны электрона:

$$\lambda = h[2m_0qU(1 + qU/2m_0c^2)]^{-1/2},$$

где m_0 - масса покоя электрона; c - скорость света; h -постоянная Планка; U - ускоряющая разность потенциалов. Выражение в круглых скобках в знаменателе представляет собой релятивистскую поправку (существенную при $U > 105$ В). При $U = 105$ В $\lambda = 3.7 \cdot 10^3$ нм, т. е. длина волны электрона существенно меньше постоянной решетки а изучаемых кристаллов. Отсюда следует, что в условии дифракционного отражения в выражении Вульфа-Брегга

$$\lambda = 2a \sin \theta$$

угол θ оказывается малым. Таким образом, дифрагированный луч идет под очень малым углом к проходящему лучу.

На электронном микроскопе можно реализовать три основных режима. Апертурная диафрагма, располагающаяся ниже объективной линзы, отсекает дифрагированный пучок, изображение формируется прошедшим пучком и называется светлопольным изображением (рис. 2). Апертурная диафрагма пропускает дифрагированный пучок, но отсекает прошедший пучок; изображение формируется дифрагированным пучком и называется темнопольным изображением (рис. 2). Кроме того, можно реализовать режим микродифракции. В этом случае уменьшается оптическая сила промежуточной линзы таким образом, чтобы задняя фокальная плоскость объективной линзы была сфокусирована на экране микроскопа. Тогда на экране будет видна дифракционная картина от просвечиваемого участка образца. Селекторная диафрагма (рис. 3) ограничивает просматриваемую область образца до $l = D_c/H_0$, где D_c -диаметр селекторной диафрагмы ($D_c = 20 \dots 50$ мкм); H_0 -увеличение объективной линзы ($H_0 = 25 \dots 30$). Таким образом, l оказывается близкой к 1 мкм. Следовательно, в режиме микродифракции можно получить дифракционную картину для выбранного участка образца площадью < 1 мкм².

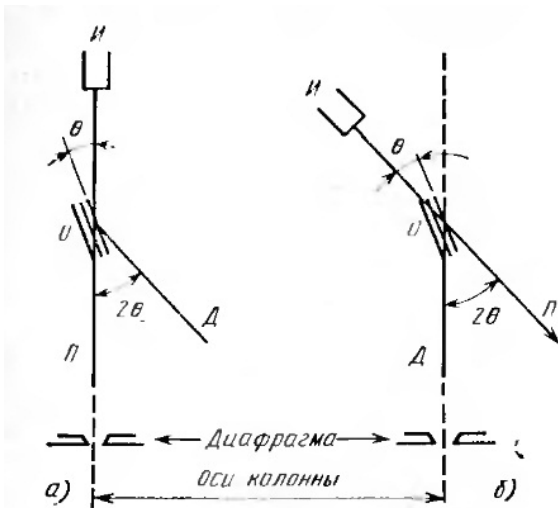


Рис. 2: Реализация светлопольного (а) и темнопольного изображений: И-источник электронов, О-образец, П-проходящий луч, Д-дифрагированный луч

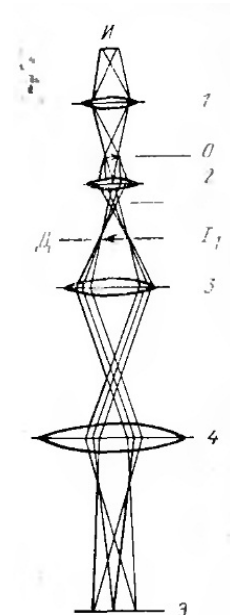


Рис. 3: Ход лучей в электронном микроскопе в режиме микродифракции: Д-селекторная диафрагма, И-источник электронов, О-образец, Э-экран, линзы: 1-конденсорная, 2-объективная, 3-промежуточная, 4-проекционная

Формирование дифракционного контраста рассматривается в кинематической и динамической теории. В кинематическом приближении предполагается, что энергией дифрагированного луча мож-

но пренебречь, и в связи с этим волновое поле проходящих электронов постоянно по всей толщине кристалла. Кинематическое приближение отличается относительной простотой, наглядностью и качественно объясняет ряд дифракционных эффектов. Однако для относительно толстых кристаллов и в условиях отражения, близких к брегговским (когда энергией дифрагированных электронов пренебречь невозможно), кинематическая теория неприемлема.

В динамической теории кристалл рассматривается как единая система, в которой присутствуют и взаимодействуют волновые поля прошедших и дифрагированных электронов.

Согласно этой теории электроны, дифрагированные кристаллом, в результате новых отражений могут быть возвращены в центральный пучок. Взаимодействие волновых полей центрального и дифрагированного пучков приводит к интерференции, в результате которой наблюдается осцилляция интенсивности по толщине кристалла. Период этой осцилляции называется экстинкционной длиной (ϵ_d). Экстинкционная длина определяет толщину кристалла, на которой при данном отражении дифрагируют практически все падающие электроны.

В совершенном монокристалле может возникнуть дифракционный контраст в виде системы темных полос (экстинкционных контуров), которые связаны с изменением толщины образца, его неплоскостностью, а также с угловой расходимостью падающего электронного пучка.

В несовершенном кристалле атомы смещаются со своих «правильных» мест. Если обозначить вектор смещения через R , то, амплитуда рассеянной волны изменяется на $\exp(2\pi gR)$, где g -вектор обратной решетки, перпендикулярной отражающей плоскости решетки (вектор действующего отражения). Отсюда следует, что если вектор R лежит в отражающей плоскости, то $gR=0$, и при рассматриваемом отражении данный дефект не виден.

Для дефекта упаковки R является ступенчатой функцией: при пересечении дефекта упаковки вектор смещения изменяется от нуля до некоторой постоянной величины, определяемой типом дефекта; направление вектора смещения перпендикулярно плоскости, в которой лежит дефект упаковки. Наклоненный к поверхности дефект упаковки виден на изображении в виде системы светлых и темных полос, определяемых осцилляцией рассеянной волны. Период осцилляций по глубине равен $\epsilon_d/2$. По чередованию полос в принципе можно определить, является ли дефект упаковки дефектом внедрения или вычитания. На рис. 4,а, а представлены электронно-микроскопические фотографии дефектов упаковки типа внедрения в кремнии, лежащих в наклонных плоскостях.

На рис. 4,б показана сетка дислокаций несоответствия в кремнии, легированном фосфором. Видно, что отдельные дислокации выходят за пределы диффузионной области.

Небольшие выделения, представляющие собой частицы в объеме матрицы, часто вызывают сферическое поле смещений R . Выполнение условия $gR=0$ вызывает появление линии отсутствия контраста, которая проходит через центр дефекта. При изменении g эта линия будет поворачиваться, что может быть использовано для проверки симметрии поля деформации. Изменение положения линии нулевого контраста для мелких сферических выделений фосфора в кремнии при разных векторах действующего отражения показано на рис. 5, а, б. На том же рисунке представлены изображения пластинчатых выделений фосфора в кремнии (в).

Расшифровка микродифракции с пластинчатого выделения (g) показывает, что выделение представляет собой фосфид кремния SiP . Таким образом, трансмиссионная электронная микроскопия не только позволяет наблюдать наличие того или иного дефекта, но дает также ценную информацию о его свойствах.

Важной особенностью трансмиссионной электронной микроскопии является высокое разрешение. В современных микроскопах достигнуты разрешения 0,14 нм, что позволяет наблюдать решетку кристалла и обнаруживать точечные дефекты.

В настоящее время появляется тенденция к повышению ускоряющего напряжения электронного микроскопа до 10^6 и $3 \cdot 10^6$ В. При этом существенно увеличивается проникающая способность электронов и соответственно могут быть использованы большие толщины образцов (до 10 мкм для Si), кроме того, резко уменьшается сферическая абберрация линз. Применение высоковольтной микроскопии особенно полезно для микроэлектроники, поскольку при этом появляется возможность

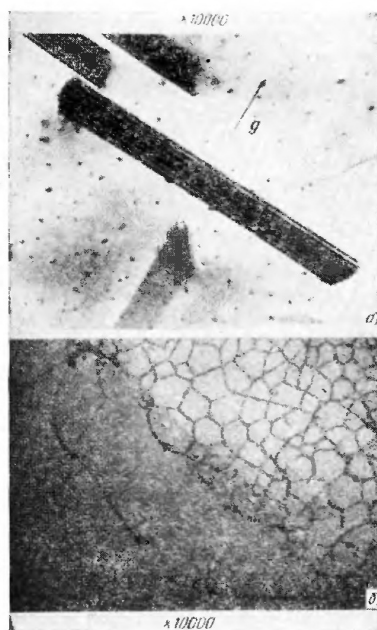


Рис. 4: Наблюдение структурных дефектов монокристаллов в электронном микроскопе: а-дефекты упаковки, б-сетка дислокаций несоответствия в кремнии, легированном фосфором

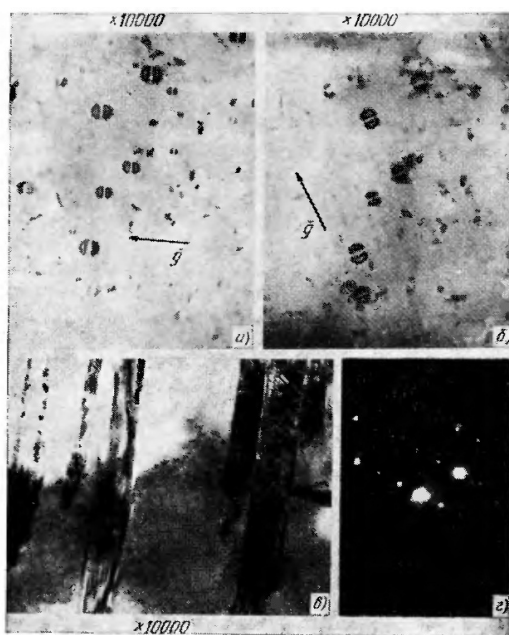


Рис. 5: Наблюдение включений фосфора в кремнии: а,б-изменение положения линии нулевого контраста для мелких выделений в кремнии, в,г-пластинчатые выделения фосфора в кремнии

непосредственного наблюдения всей структуры фрагмента интегральной схемы с р-п-переходами и диэлектрическими слоями.

Применение рентгеновских топографических методов для изучения дефектов в полупроводниках

Рентгеновские дифракционные методы являются традиционным средством изучения структуры и структурных дефектов кристаллических веществ. Имея существенно меньшую по сравнению с электронной микроскопией разрешающую способность (1...5 мкм), рентгеновские методы дают

возможность получать информацию о наличии и распределении дефектов на больших площадях, в том числе и на целых полупроводниковых пластинах. Интенсивно развивающиеся в настоящее время количественные методы, связанные с анализом распределения интенсивности в дифрагированный пучках, позволяют получать важную информацию о деформациях решетки на межфазовых границах, в диффузионных и имплантированных слоях.

Теоретические методы, применяемые для описания дифракции рентгеновских лучей в кристаллах и формирования контраста рентгеновского изображения аналогичны тем, которые используются при анализе электронной дифракции. Основные количественные отличия связаны с тем, что длины волн рентгеновского излучения (0,02... 0,3 нм) примерно на два порядка больше, чем длина волны электрона с энергией, обычно используемой в электронном микроскопе. При этом увеличивается угол θ , соответствующий выполнению условия Вульфа-Брегга, и увеличивается также экстинкционная длина (ϵ_d) до десятков мкм.

В отличие от электронного рентгеновское изображение невозможно увеличить или оптически преобразовать. В связи с этим построение рентгеновской аппаратуры для получения рентгеновского изображения основывается на иных по сравнению с электронной микроскопией принципах.

В настоящее время широко распространены так называемые рентгеновские топографические методы, цель которых заключается в получении рентгеновской топограммы, представляющей собой в конечном итоге фотографию, контраст которой определяется рентгеновским дифракционным контрастом, полученным с определенной площади образца. Существует ряд топографических методов. Все они имеют следующие общие черты: изучаемый кристалл помещается в отражающее положение; как правило, дифракционная картина воспроизводится на фотопластинке в масштабе, близком к 1:1, возможность наблюдения малых объектов связана с последующим увеличением изображения при печати негатива. И, наконец, важно отметить, что все рассматриваемые топографические методы являются неразрушающими.

Метод Берга-Баррета

Используется отраженный дифрагированный луч. Кристалл располагается в отражающем положении (рис. 6, а) отраженный луч попадает на фотопластинку. Сканирование образца и фотопластинки позволяет получить топограмму со значительной площади. При использовании традиционирования обычно составляет 1 мм/ч. Такая скорость экспонирования применяется и для остальных методов при использовании сканирования. Разрешение метода 1... 5 мкм.

Толщина кристалла d должна удовлетворять соотношению $\mu d > 1$, где μ - коэффициент поглощения рентгеновских лучей (для Si $\mu = 15,3 \text{ см}^{-1}$, излучение $\text{MoK}\alpha$ и $\mu = 140,5 \text{ см}^{-1}$, излучение $\text{CuK}\alpha$). Метод позволяет наблюдать индивидуальные дислокации, мозаичность блоков, дефекты упаковки, удовлетворяющие дифракционным соотношениям. Максимальная плотность дислокаций, разрешаемая данным методом, 10^6 см^{-2} . Экспонирование при рентгеновской съемке происходит на мелкозернистую фотопластинку, которая после проявления увеличивается в 10...30 раз, что позволяет получить указанное разрешение. Метод Берга-Баррета удобен при съемке образца с нарушенной тыльной поверхностью.

Метод Ланга

В методе Ланга используется дифрагированный пучок рентгеновских лучей, прошедших через тонкий ($\mu d < 1$) кристалл. Схема метода изображена на рис. 6, б. Используется рентгеновский источник с точечным фокусом. Пройдя через щелевую диафрагму D_1 , луч попадает на кристалл, находящийся в отражающем положении. Проходящий луч отсекается щелевой диафрагмой D_2 , дифрагированный луч попадает на фотопластинку. Осуществляя одновременное движение фотопластинки и образца в направлении, указанном стрелкой, можно получить топограмму с площади, определяемой длиной щелевой диафрагмы D_1 , расстоянием, на которое перемещается образец. Разрешение метода 1... 3 мкм.

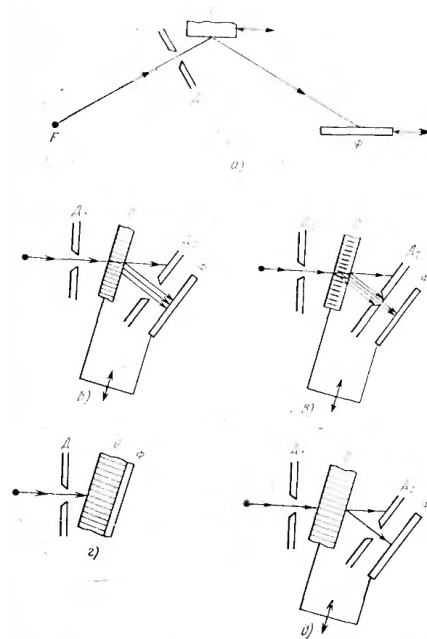


Рис. 6: Схематическое изображение рентгеновских топографических методов: а-Берга-Баррета, б-Ланга, в-секционной топографии, г, д-Бормана; (F-источник рентгеновских лучей, Д-щелевая диафрагма, О-образец, Ф-фотопластинка)

Метод Ланга применяется для наблюдения индивидуальных дислокаций, определения направления вектора Бюргера дислокаций, обнаружения дефектов упаковки, качественного определения напряжений, реализующихся на границе полупроводник-диэлектрик.

На рис. 7, а, б изображены рентгеновские топограммы, полученные методом Ланга. Контраст на топограмме с элементами интегральных схем (а) определяется механическими напряжениями, возникающими на границе полупроводник-диэлектрическое покрытие SiO_2 . На фоне этого контраста видны изображения царапин, образовавшихся при обработке обратной стороны кремниевой пластины.

Следует, однако, отметить, что метод Ланга требует весьма прецизионного гониометра для настройки изображения, время съемки одной топограммы при использовании традиционных рентгеновских источников составляет 6...8 ч. И, наконец, для получения качественных топограмм необходима тщательная обработка обеих поверхностей кремния.

Усовершенствованный метод Ланга позволяет осуществить так называемую секционную топографию. На рис. 6(в) показана основная идея этого усовершенствования: Щелевая диафрагма Д ограничивает отраженный от кристалла пучок. В связи с этим на фотопластинку попадает пучок, отраженный от определенного объема кристалла. Изменяя положение щели относительно отраженного пучка, можно проводить анализ распределения дефектов по глубине кристалла.

Метод Бормана

Метод Бормана основан на так называемом аномальном прохождении, заключающемся в том, что в отражающем положении кристалла одно из волновых рентгеновских полей, распространяющихся по кристаллу, имеет аномально малое поглощение.

В методе Бормана используется толстый кристалл ($\mu d > 1$), точечный источник через щелевую диафрагму Д₁, «освещает» образец. Фотопластинка может быть расположена сразу за образцом (рис. 6, г). В этом случае используются как прошедший, так и дифрагированный луч. Топограмму можно получить без сканирования. Ширина исследуемой области определяется диафрагмой Д₁. Иногда пластинка помещается после щелевой диафрагмы Д₂, тогда контраст определяется только дифрагированным пучком.

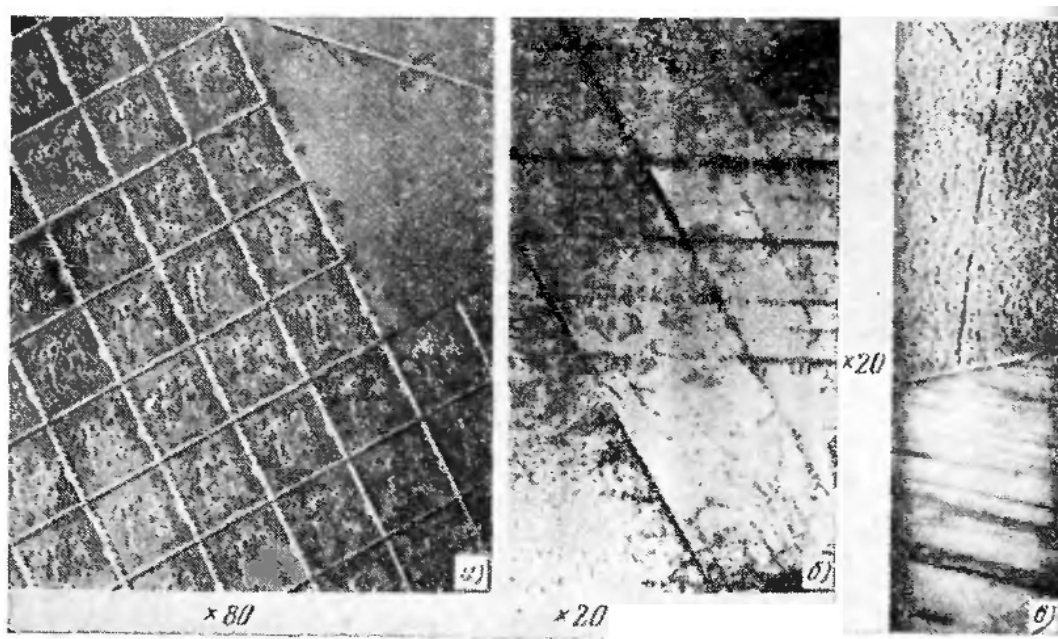


Рис. 7: Наблюдение структурных дефектов методами рентгеновской топографии: а-топограмма пластины кремния с элементами интегральных схем(метод Ланга), б-полосы скольжения и отдельной дислокации в кремнии после диффузии сурьмы(метод Ланга), в-дефекты на поверхности кремниевой пластины, видны следы обработки алмазным порошком(метод Бормана)

Топограмма получается при сканировании образца и фотопластинки (рис. 6, д). Время экспозиции без сканирования составляет 0,5... 1 ч. Разрешение метода 1... 5 мкм.

Из рассматриваемых трех методов метод Бормана более всех чувствителен к структурным несовершенствам. Он может быть использован для исследования достаточно совершенных кристаллов (максимальная плотность дислокаций $<10^3 \text{ см}^{-2}$). Однако получаемая информация суммируется по всей толщине исследуемого кристалла, что в ряде случаев затрудняет ее интерпретацию. На рис. 7, в) представлена Топограмма, полученная методом Бормана (без сканирования). В верхней части топограммы видны следы обработки поверхности алмазной пастой, в нижней части топограммы - область той же пластины, с которой стравлен слой кремния толщиной 10 мкм. Фон, связанный с поверхностной обработкой, исчез, заметны ростовые дислокации, располагающиеся в толще образца.

Растровая электронная микроскопия

Принцип действия РЭМ, механизмы формирования контраста

Принцип действия растрового микроскопа заключается в следующем. Сфокусированный пучок электронов диаметром 2... 10 нм с помощью отклоняющей системы перемещается по поверхности образца. Синхронно с этим пучком электронный луч перемещается по экрану электроннолучевой трубки (ЭЛТ). Интенсивность электронного луча и, следовательно, яркость свечения трубки модулируются сигналом, поступающим с образца. Строчная и кадровая последовательно с образцом. Если образец имеет пространственную неоднородность, приводящую к появлению внутренних электрических полей (например, $p-n$ -переход), то используется режим наведенного тока. Потоки подвижных носителей в образце, созданные первичным пучком электронов (за счет ионизации атомов вещества), модулируются внутренним электрическим полем и вызывают изменение тока в цепи образца при сканировании первичного пучка. После усиления сигнал, пропорциональный этому току, подается на ЭЛТ. На рис. 8 изображены варианты включения образца в рассмотренных трех режимах.

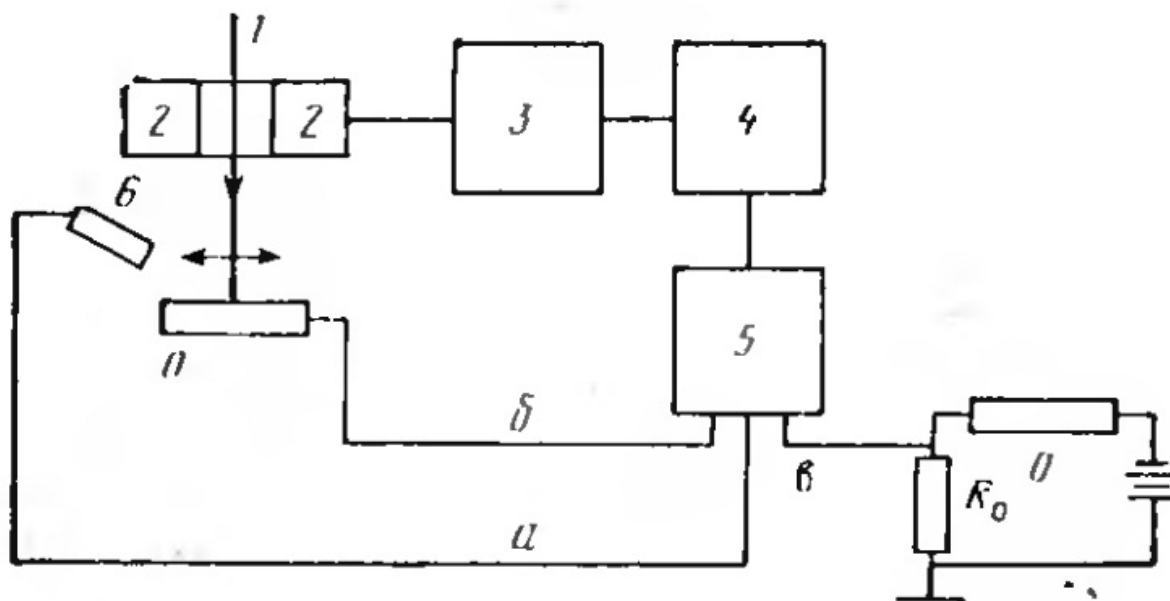


Рис. 8: Схема растрового электронного микроскопа и варианты используемого контраста: 1-сфокусированный электронный пучок; 2-отклоняющая система, обеспечивающая сканирование электронного пучка; 3-генератор развертки; 4-ЭЛТ; 5-видеоусилитель; 6-детектор вторичных и отраженных электронов; О-образец; а-контраст во вторичных и отраженных электронах; б-контраст в поглощенных электронах; в-контраст в наведенном токе. (Образец условно вынесен за пределы прибора.)

Синхронное перемещение первичного пучка электронов по образцу и электронного луча по экрану ЭЛТ приводит к тому, что каждая точка на образце имеет свое «изображение» на экране ЭЛТ в выбранном варианте контраста.

Особенности формирования контраста в РЭМ связаны с механизмом взаимодействия первичного электронного пучка с веществом. Электроны с энергией 0,5...50 кэВ, попадая в вещество, претерпевают упругие и неупругие столкновения. Неупругое взаимодействие с электронами приводит к ионизации атомов и образованию вторичных электронов. Вторичные электроны обычно имеют энергию $E < 50$ эВ. Часть этих электронов может достичь поверхности образца и выйти наружу. Длина свободного пробега электронов с энергией $E = 50$ эВ порядка 10 нм.

В связи с этим вторичные электроны, покидающие образец, генерируются в тонком поверхностном слое вещества.

В результате упругих и неупругих соударений первичный электрон может изменить направление импульса и выйти из образца - такие электроны называют отраженными. С увеличением атомного номера элемента (Z) растет упругое рассеивание и соответственно возрастает доля отраженных электронов. Энергия отраженных электронов обычно существенно больше, чем энергия вторичных электронов, но они составляют 1...2% от количества вторичных электронов.

Глубина проникновения первичного пучка в образец R [мкм] зависит, главным образом от энергии первичного пучка E [кэВ] и плотности вещества ρ [г/см³]. Эксперименты по определению R показали, что для различных веществ ρR практически постоянны. Зависимость от энергии описывается эмпирической формулой

$$\rho R = 0.0276 E^{1.67} (A/Z)^{8/9},$$

где A - атомный вес. Зависимость R от энергии электронов для кремния приведена на рис. 9.

При использовании в РЭМ сигнала, поступающего с детектора электронов (см. рис. 8), изображение формируется как за счет вторичных, так и за счет отраженных электронов. Контраст в этом случае определяется, с одной стороны, химическим составом образца, а с другой - морфологией

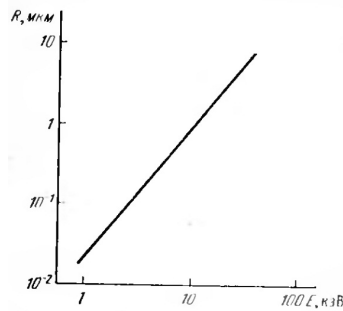


Рис. 9: Зависимость глубины проникновения электронов от их энергии

его поверхности. При увеличении атомного номера элемента увеличивается коэффициент отражения электронов, в связи с этим области с большим сигналом будут соответствовать наибольшему атомному номеру.

Большие возможности для исследования электрической активности дефектов в твердых телах и особенно в полупроводниках открывает использование контраста в режиме наведенного тока.

Схема включения образца представлена на рис. 8. Первичный луч в процессе сканирования движется по поверхности образца (рис. 10).

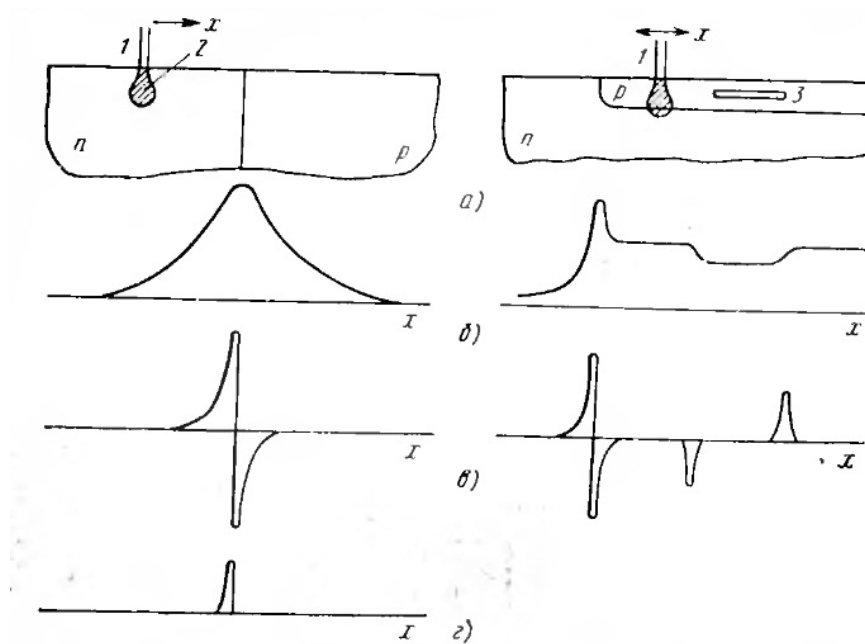


Рис. 10: Формирование контраста в режиме наведенного тока: а-конфигурация образца (1- электронный пучок, 2-область генерации электронно-дырочных пар, 3- дефект с повышенной скоростью рекомбинации электронно-дырочных пар); б-сигнал на выходе усилителя РЭМ при сканировании пучка в направлении x ; в- форма сигнала после дифференцирования; г-форма сигнала после ограничения снизу

Существенно, что пространственное разрешение прибора в этом режиме определяется длиной диффузии электронно-дырочных пар. В современных приборах электроника позволяет осуществлять дифференцирование сигнала, а также различные варианты ограничения сигнала (сверху и снизу) и применение нелинейного усиления. Это дает возможность существенно уменьшить размытие границы $p - n$ -перехода на экране ЭЛТ. Однако минимальная ширина границы не может быть меньше ширины области пространственного заряда $p - n$ -перехода. Таким образом, в режиме наведенного тока РЭМ позволяет визуализировать периметр $p - n$ -перехода.

Из приведенных рассуждений ясно, что контраст в режиме наведенного тока могут давать кроме $p - n$ -перехода любые области в образце, формирующие внутренние электрические поля, а также приводящие к изменению рекомбинации и соответственно длины диффузии.

Применение РЭМ для исследования полупроводниковых структур и определения электрической активности дефектов

Для изучения природы дефектов большой интерес представляет растровая микроскопия с использованием режима наведенного тока. Рассмотрим возможности РЭМ для изучения электрической активности дефектов в полупроводниковой электронике.

1. Визуализация периметра $p - n$ -перехода. Форма периметра $p - n$ -перехода оказывает большое влияние на параметры прибора, главным образом на его пробивное напряжение и токи утечки. В планарном $p - n$ -переходе его периметр можно выявить, например, с помощью дифференцирования сигнала. На рис. 11, (а) показана фотография $p - n$ -перехода с дефектным периметром, полученная с помощью РЭМ.

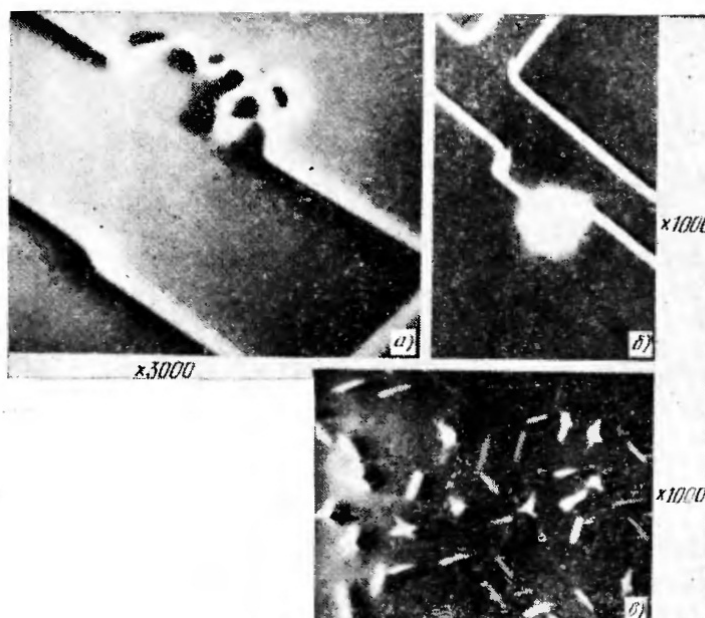


Рис. 11: Изображение на РЭМ в контрасте наведенного тока: а-искаженный периметр $p - n$ -перехода; б-появление области умножения электронно-дырочных пар при пробое $p - n$ -перехода на периметре; в-рекомбинационные дефекты в мелком $p - n$ -переходе, вызванные распадом твердого раствора меди

2. Наблюдение места локального пробоя $p - n$ -перехода. При образовании локального пробоя $p - n$ -перехода в большинстве случаев в месте пробоя реализуется лавинное умножение носителей тока. Если первичный пучок электронов попадает в эту область, то генерированные первичными электронами электронно-дырочные пары также умножаются в $p - n$ -переходе, в результате чего в данной точке будет зафиксировано увеличение сигнала и соответственно появление светлого пятна на изображении. Изменяя обратное смещение на $p - n$ -переходе, можно выявить момент образования пробоя, а проведя выявление структурных дефектов (например, с помощью селективного травления или просвечивающего электронного микроскопа), можно сопоставить область пробоя с тем или иным дефектом. На рис. 11, (б) приведена фотография изображения реального $p - n$ -перехода с явно видимой областью пробоя.
3. Наблюдение дефектов с помощью мелкого $p - n$ -перехода. Если в пространственной области $p - n$ -перехода находитесь Дефект, на котором происходит повышенная рекомбинация пар, то

при попадании первичного пучка электронов в область дефекта некоторая часть генерированных пар рекомбинирует на дефекте и соответственно до границы $p - n$ -перехода дойдет меньшее число носителей, что уменьшит ток во внешней Цепи. На изображении эта область будет выглядеть более темной, чем остальной фон. Таким образом, можно изучать рекомбинационную активность дислокаций, дефектов упаковки, выделений второй фазы и других дефектов (рис. 11, в). Изменяя соотношение между глубиной залегания $p - n$ -перехода и проникновением первичных электронов, можно зондировать электрическую активность дефектов, располагающихся на разной глубине. Наблюдение рекомбинационной активности дефектов можно проводить при обратном и прямом смещениях $p - n$ -перехода. Однако из-за малого сопротивления ртп-перехода при прямом смещении уменьшается чувствительность прибора в режиме наведенного тока.

Вместо $p - n$ -перехода для визуализации дефектов часто применяется также поверхностно-барьерный переход, образованный диодом Шотки. При этом исключается необходимость проведения ряда высокотемпературных операций, связанных с изготовлением $p - n$ -перехода, и упрощается процедура приготовления образца.