

УДК 621.385.833.28

© С. Г. Конников

## КОЛИЧЕСТВЕННАЯ РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ МАТЕРИАЛОВ И СТРУКТУР ТВЕРДОТЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРОНИКИ

Растровая электронная микроскопия — современный метод диагностики материалов и структур твердотельной электроники. Приводится краткая историческая справка о создании и совершенствовании РЭМ. Рассматривается природа сигналов, генерируемых и регистрируемых в РЭМ, и их информативность. Иллюстрируются некоторые примеры применения РЭМ.

### КРАТКАЯ ИСТОРИЧЕСКАЯ СПРАВКА

Растровая электронная микроскопия — метод формирования изображения путем сканирования поверхности исследуемого объекта тонко сфокусированным электронным пучком и регистрации сигналов различной природы, возникающих в результате взаимодействия электронов с веществом. Стандартный метод формирования изображения в РЭМ состоит в синхронном сканировании электронных пучков в колонне РЭМ и на экране электронно-лучевой трубки, в которой интенсивность пучка модулируется усиленными сигналами соответствующих детекторов. Увеличение РЭМ определяется отношением пространственных амплитуд разверток и может достигать  $300.000^x$ – $800.000^x$ . Впервые принципы растровой электронной микроскопии были сформулированы и экспериментально реализованы М. фон Арденом в 1938 г. Первый растровый электронный микроскоп для исследования массивных образцов был разработан и создан в США нашим соотечественником В. Зворыкиным в 1942 г. В лабораторном варианте РЭМа, разработка которого были начаты в Кембриджском университете К. Оутли и МакМаллэном в 1948 г., только к 1952 г. было достигнуто разрешение 500 Å. Последующие годы шло совершенствование различных узлов РЭМ, и лишь в 1964 г. появился первый промышленный РЭМ фирмы Cambridge Scientific Instrument Co с разрешением 200 Å. Начиная с 1965 г., около десятка фирм (в Англии, Японии, США, Голландии, Франции) начали разработку РЭМ, вводя много конструктивных новшеств, в первую очередь в электронно-оптическую систему. Параллельно целый ряд исследователей начал изучение механизмов контраста сигналов различной природы и поиск новых методических возможностей РЭМ.

Современный РЭМ — это сложный прибор высокого технического уровня, включающий несколько основных систем: электронно-оптическую

систему, позволяющую получить разрешение вплоть до 10 Å при токах электронного пучка  $10^{-11}$ – $10^{-12}$  А; вакуумную систему, обеспечивающую вакуум  $2 \times 10^{-6}$  торр; систему детектирования различных сигналов с малошумящим многоканальным усилительным трактом; прецизионную механическую систему перемещения объекта; систему сбора и обработки информации с визуализацией и фотографированием изображения. В современных приборах широко используется микропроцессорное управление всеми системами РЭМ. Как правило, конструкция РЭМ оснащается спектрометрами с дисперсией по длинам волн и по энергиям для реализации метода рентгеноспектрального микроанализа, устанавливается устройство сбора и вывода катодoluminesцентного излучения. Ряд коммерческих приборов по специальному заказу оборудован устройствами для нагрева и охлаждения исследуемого образца, модуляторами электронного пучка и устройствами для исследования параметров реальной кристаллической структуры с помощью кикучи-линий, картин каналирования электронов, или дифракции расходящегося пучка рентгеновских лучей (метод Косселя). Многообразие методов растровой электронной микроскопии привело к специализации отдельных РЭМ, например, созданы электронно-лучевые тестеры — приборы, использующие метод диагностического потенциального контраста (ПК) для диагностики БИС и СБИС.

В настоящее время аппаратура и методы растровой электронной микроскопии продолжают интенсивно развиваться, находя применение практически во всех естественнонаучных исследованиях и для контроля в условиях производства. Наиболее полно возможности растровой электронной микроскопии раскрылись при исследовании с ее помощью материалов и приборных структур твердотельной электроники. Именно развитие полупроводниковой микро-, нано-, оптоэлектроники стимулировало появление и развитие новых мето-

дов растровой микроскопии, основанных, например, на таких явлениях, как генерация, диффузия, рекомбинация электронно-дырочных пар, полевая зависимость вторичных электронов и др.

Помимо традиционного применения растровой электронной микроскопии как метода наблюдения и получения изображения исследуемого объекта с большим увеличением и высоким разрешением он все в большей степени становится методом, позволяющим получить количественную информацию об электрофизических, геометрических параметрах, параметрах реальной кристаллической структуры, фазовом и химическом составе, структуре энергетических уровней и т.д. Теперь кратко рассмотрим генерируемые сигналы, обсудим их информативность и приведем некоторые, на наш взгляд, интересные результаты, полученные с помощью РЭМ при исследовании материалов и приборных структур твердотельной электроники [1–5].

## ГЕНЕРИРУЕМЫЕ СИГНАЛЫ И ИХ ИНФОРМАТИВНОСТЬ

Графическая схема регистрируемых в РЭМ сигналов приведена на рис. 1.

### Вторичные электроны (ВЭ)

Взаимодействие электронов пучка с твердым телом приводит к высвобождению слабо связанных электронов зоны проводимости в процессе неупругого рассеяния. Такие электроны называются вторичными, их начальная кинетическая энергия находится в диапазоне 0–50 эВ, а средняя длина свободного пробега для полупроводников  $\lambda = 1\text{--}10$  нм. Использование ВЭ позволяет получить наиболее высокое пространственное разрешение РЭМ, т.к. глубина выхода ВЭ ( $\sim 3\lambda$ ) минимальна по сравнению с другими сигналами. Для регистрации ВЭ в современных РЭМ используют

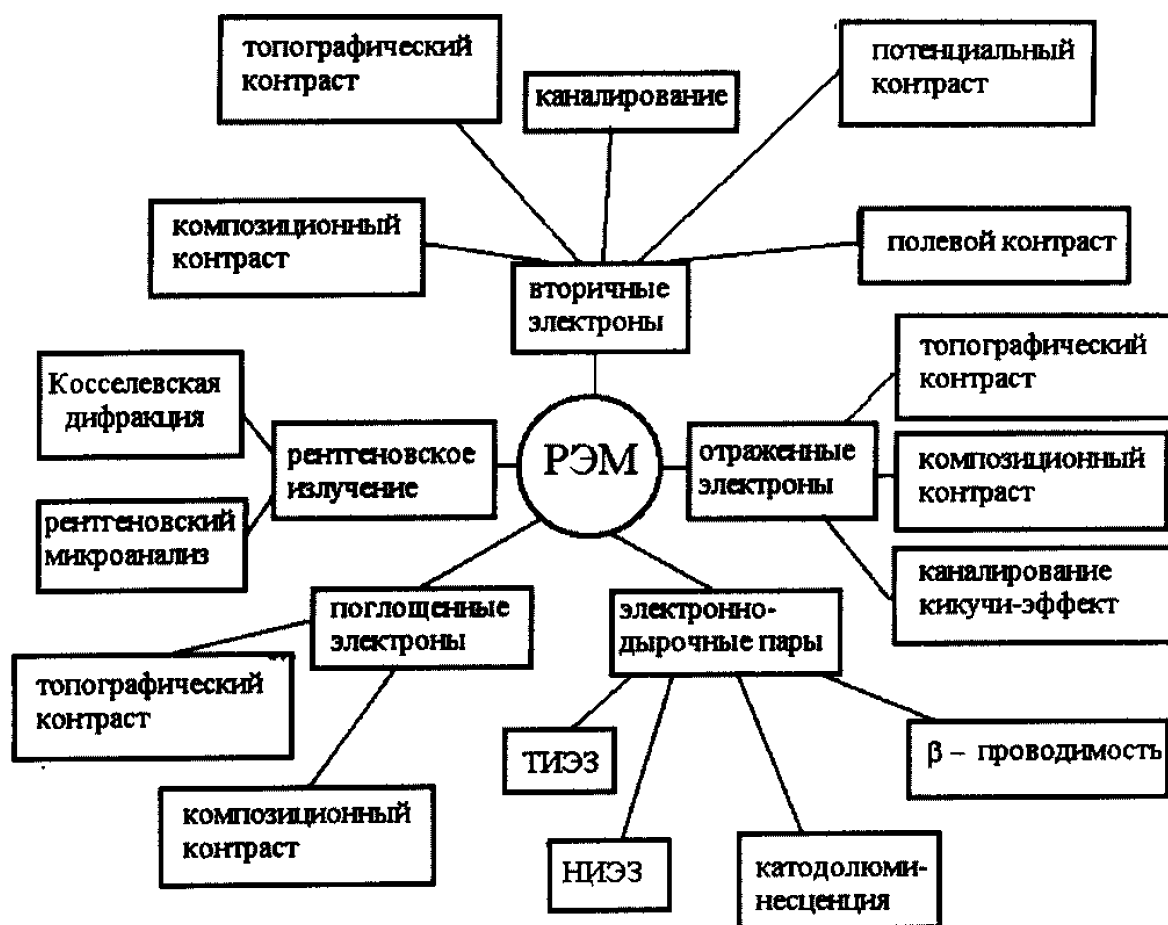


Рис. 1. Схема сигналов, регистрируемых в РЭМ

детектор Эверхарда—Торнли, который включает электростатическую систему отклонения и ускорения ВЭ до энергий 2–3 кэВ, сцинтиллятор, фотоэлектронный умножитель (ФЭУ). Коэффициент вторичной эмиссии  $\beta$  (отношение числа ВЭ к числу первичных электронов) слабо и немонотонно зависит от среднего атомного номера мишени. ВЭ — один из наиболее информативных сигналов РЭМ, позволяющий получить следующие виды контраста:

1. Композиционный контраст (КК), т.е. контраст по химическому составу материалов с различными коэффициентами эмиссии электронов  $\delta$ . Используется для измерения геометрических параметров: толщин слоев в гетероструктурах, толщин слоев окислов или металлических покрытий. Для близких по химическому составу материалов композиционный контраст достаточно мал. Вообще говоря, зависимость  $\delta = f(Z)$  ( $Z$  — атомный номер элемента) не столь резкая, как для ОЭ.

2. Топографический контраст (ТК) определяется, во-первых, зависимостью от угла падения первичного пучка и, во-вторых, эффективностью сбора ВЭ детектором при различных углах их выхода из мишени. Используется для исследования объектов с ярко выраженным рельефом, для измерения толщин пленок после селективного химического травления. Большая глубина фокуса в РЭМ позволяет получить квазитрехмерное изображение поверхности сложных дискретных приборов и интегральных схем на всех этапах технологического процесса их изготовления.

3. Потенциальный контраст (ПК) основан на зависимости энергетического распределения ВЭ от потенциала поверхности. Для регистрации используется детектор ВЭ с анализатором энергии, что позволяет измерить потенциал поверхности с разрешением вплоть до ~1 мВ по сдвигу энергетического распределения ВЭ. ПК широко используется в полупроводниках для исследования приборных структур с внутренними потенциальными барьерами ( $p$ — $n$ -переходы, барьеры Шоттки) для определения геометрических параметров, изучения причин отказов, контроля прохождения сигнала в БИС и СБИС. Наиболее эффективно применение ПК в стробоскопическом режиме, когда электронный пучок модулирован с частотой сигнала, поданного на исследуемый объект. Изменяя сдвиг фаз, наблюдают прохождение сигнала при исследовании дискретных приборов и интегральных схем (динамический ПК).

4. Полевой контраст обусловлен отклонением ВЭ электрическим полем вблизи поверхности, возникающим между областями полупроводника с различным потенциалом. Этот механизм приводит к искажениям данных при измерении потенциального контраста. Для уменьшения влияния электрического поля вблизи поверхности применяют специальные детекторы, например с иммер-

сионными линзами, создающими сильное вытягивающее поле в направлении, перпендикулярном исследуемой поверхности.

5. Кристаллический контраст проявляется как результат аномального поглощения ВЭ в монокристаллическом образце. Этот термин определяет изменение процесса поглощения в случае, когда ВЭ распространяется в направлении, близком к брэгговской дифракции. Такое поведение ВЭ получило название эффекта каналирования. Используя модель Блоховских волн, эффект каналирования можно описать суперпозицией двух Блоховских волн, одна из которых слабо взаимодействует с атомами кристалла (I), а другая — сильно (II). При взаимодействии с данной группой кристаллических плоскостей соотношение между I и II различно и зависит от ориентации пучка относительно кристалла. Для углов отражения меньше брэгговских  $\theta < \theta_b$  преимущественно проявляется волна II, и электроны взаимодействуют ближе к поверхности, в результате чего возрастает  $\delta$  и коэффициент обратного рассеяния  $\eta$  (коэффициент обратного рассеяния электронов  $\eta$  определяется как отношение числа ОЭ к числу первичных электронов). Для углов отражения больше брэгговских  $\theta > \theta_b$  преобладает волна I, и большее количество электронов каналирует внутрь кристалла, что приводит к уменьшению  $\delta$  и  $\eta$ . С помощью картин каналирования электронов можно получить информацию об ориентации кристалла, наличии дефектов, характере их распределения по площади.

### Обратнорассеянные и отраженные электроны (ОЭ)

В процессе взаимодействия электронного пучка с твердым телом значительная доля первичных электронов вылетает из мишени и формирует сигнал ОЭ, энергия которых занимает широкий диапазон от энергии ВЭ до энергии первичных электронов. В этом случае их называют отраженными электронами. Процесс рассеяния имеет достаточно сложный характер и связан как с однократным рассеянием на угол, больший  $90^\circ$ , так и с многократным упругим и неупругим рассеяниями. Коэффициент обратного рассеяния электронов  $\eta$  практически не зависит от энергии пучка и монотонно возрастает в зависимости от среднего атомного номера. Разрешающая способность РЭМ в режиме ОЭ зависит от ускоряющего напряжения и определяется как областью рассеяния первичных электронов, так и параметрами детектора ОЭ и составляет обычно 30–300 нм в диапазоне энергии пучка 5–50 кэВ. Режим ОЭ широко применяется для исследования объектов твердотельной электроники. Используются три вида контраста:

1. Контраст по среднему атомному номеру ( $Z$ ) используется в РЭМ, в первую очередь, для обна-

ружения разного рода включений, локальных неоднородностей, скачков состава и градиентов концентрации. Он также используется для измерения линейных размеров активных и пассивных элементов ИС, а также при измерении толщин слоев в многослойных приборных структурах, в частности гетероструктурах, при условии, что контактирующие материалы имеют  $\Delta Z \geq 1$ . В этом случае для измерения толщин используется плоскость скола, перпендикулярная поверхности, при этом нет необходимости проводить селективное химическое травление. Линейная зависимость  $\eta$  от  $Z$  для материалов с близкими  $Z$ , позволяет проводить количественные измерения химического состава твердых растворов полупроводников, если для регистрации сигнала ОЭ используют измерительные усилители.

2. Топографический контраст обусловлен зависимостью углового и энергетического распределения ОЭ от угла падения пучка, а также апертурой детектора ОЭ. Используется для определения геометрических размеров элементов полупроводниковых структур и ИС. Для регистрации ОЭ используют полупроводниковые или сцинтилляционные детекторы, установленные над исследуемым объектом.

3. Кристаллический контраст за счет явления каналирования ОЭ имеет то же объяснение, что и каналирование в режиме ВЭ. Возможна реализация эффекта каналирования как отдельно в режимах ВЭ и ОЭ, так и при их смешении. Получаемая информация аналогична описанной для режима ВЭ с той лишь разницей, что меняется информационный объем.

### Электронно-дырочные пары

При взаимодействии электронного пучка с полупроводниковым материалом электроны с высокой энергией проникают в материал и в процессе рассеяния сталкиваются с валентными электронами атомов. При этом в зоне проводимости возникает электрон, а в валентной зоне — дырка. Эти неравновесные носители могут диффундировать, захватываться на ловушки, рекомбинировать различным путем, дрейфовать во внешнем или внутреннем электрическом поле. Рождаемые при возбуждении электронным пучком носители ведут себя, как «горячие», при этом их термализация происходит на расстояниях порядка длины свободного пробега за время релаксации по энергии. В большинстве практически важных случаев это время существенно меньше времени жизни неравновесных носителей, так что неравновесные носители можно считать термализованными и характеризовать теми же параметрами, что и равновесные носители. Однако при исследовании со-

временных приборов микро- и оптоэлектроники со слоями, характерные размеры которых могут быть сравнимы с длиной релаксации по энергии, необходимо учитывать свойства «горячих» неравновесных носителей.

#### 1. Катодолюминесцентное излучение

Диффундируя в объем полупроводника, электронно-дырочные пары рекомбинируют излучательно и безызлучательно, причем каждый из этих процессов характеризуется временем жизни:  $\tau_{изл}$  и  $\tau_{би}$ . Общее время жизни определяет полную концентрацию возбужденных электронно-дырочных пар, в то же время внутренних квантовый выход излучательной рекомбинации определяется соотношением этих времен жизни. Нас интересует процесс излучательной рекомбинации, ибо именно он сопровождается генерацией излучения в оптическом диапазоне, что позволяет регистрировать сигнал микрокатодолюминесценции (МКЛ), спектр которого в общем случае состоит из нескольких линий, соответствующих разрешенным переходам. Интенсивность МКЛ зависит от свойств полупроводника, однако даже для материалов со 100 % внутренним квантовым выходом (например, некоторые соединения  $A^3B^5$ ) внешний выход МКЛ не превышает нескольких процентов, поэтому для ее регистрации используют эффективные коллекторы света, чувствительные детекторы и усилители. Основные области использования сигнала МКЛ:

- Визуализация неоднородностей, рекомбинационно-активных дефектов, определение их плотности, а в ряде случаев — типа.
- Исследование спектров МКЛ, определение химического состава полупроводниковых твердых растворов, идентификация и оценка концентрации примеси.
- Определение электрофизических параметров полупроводников — диффузионной длины ( $L_d$ ) неосновных носителей заряда (ННЗ), времен жизни ( $\tau$ ) (с использованием модулированного электронного пучка), скорости поверхностной рекомбинации ( $S$ ).
- Исследование структуры энергетических уровней.

Пространственное разрешение РЭМ в режиме МКЛ определяется как размерами области генерации электронно-дырочных пар, так и электрофизическими параметрами исследуемого объекта.

#### 2. Электрические сигналы, регистрируемые в РЭМ

Рассмотрим большую группу сигналов, регистрируемых в РЭМ, общее название которых в литературе — режим проводимости или режим собирания зарядов. Это различные сигналы, которые

могут быть зарегистрированы в виде тока или напряжения непосредственно на исследуемом объекте при его облучении электронным пучком. Кратко рассмотрим физическую природу этих сигналов, для этого выделим две группы сигналов. Среди них сигналы, которые могут быть получены на образце без приложения внешнего смещения, и сигналы, возникающие только при приложении внешнего смещения.

Сигналы первой группы могут быть получены только в присутствии внутренних электрических полей. Можно различить два случая: а) объемный электронно-вольтаический эффект — внутреннее поле образовано неоднородным распределением примеси в объеме полупроводника; б) барьерный электронно-вольтаический эффект — когда внутреннее поле образовано  $p$ — $n$ -переходом или барьером Шоттки. Таким образом, в случаях а) и б) генерируемые электронным зондом неравновесные электронно-дырочные пары, диффундируя по объему полупроводника, достигают области объемного заряда, например,  $p$ — $n$ -перехода, барьера Шоттки или любого другого электрического барьера, который в этом случае является внутренним детектором и формирует электрический сигнал. При этом истинный сигнал тока, индуцированного электронным зондом (ТИЭЗ), можно регистрировать лишь в случае, когда сопротивление нагрузки равно нулю. При нагрузочном сопротивлении равном бесконечности идет регистрация другого сигнала — напряжения, индуцированного электронным зондом (НИЭЗ). Очевидно, при промежуточном значении сопротивления нагрузки можно регистрировать некоторый смешанный сигнал.

Сигналы второй группы могут наблюдаться в различных физических ситуациях, основные из которых следующие:

- Сигнал  $\beta$ -проводимости. По физической сути он аналогичен сигналу фотопроводимости и наблюдается в образцах, выполненных в виде фоторезисторов. Может наблюдаться усиление  $\beta$ -проводимости.
- Эффект области пространственного заряда (ОПЗ). Может наблюдаться в различных приборах и фотосопротивлениях, когда генерация неравновесных носителей приводит к изменению ширины ОПЗ. Этот эффект может наблюдаться в ОПЗ  $p$ — $n$ -перехода, барьера Шоттки и просто в поверхностной ОПЗ. Ширина ОПЗ модулирует проводимость между омическими контактами, при этом часто наблюдается усиление. Этот эффект можно использовать для исследования полевых транзисторов, но в ряде случаев он нежелателен, например при изучении  $\beta$ -проводимости.
- Эффект биполярного транзистора. Наблюдается при исследовании биполярных транзисторов

с оторванной базой (незаземленной). В этом случае напряжение, индуцированное электронным зондом, приводит к понижению барьера база—эмиттер и инжекции неосновных носителей, что и позволяет регистрировать сигнал в цепи эмиттер—коллектор, часто с усилением.

Области применения сигнала ТИЭЗ:

- Визуализация и идентификация электрических неоднородностей, рекомбинационно-активных дефектов, определение их плотности и типа, оценка однородности ОПЗ в приборах и ИС.
- Определение геометрических параметров  $p$ — $n$ -перехода (глубина залегания, ширина области объемного заряда).
- Определение электрофизических параметров полупроводников — ( $L_d$ ),  $\tau$ , коэффициента диффузии  $D$ , подвижности  $\mu$ , скорости поверхностной или интерфейсной рекомбинации ННЗ.

Области применения сигнала НИЭЗ:

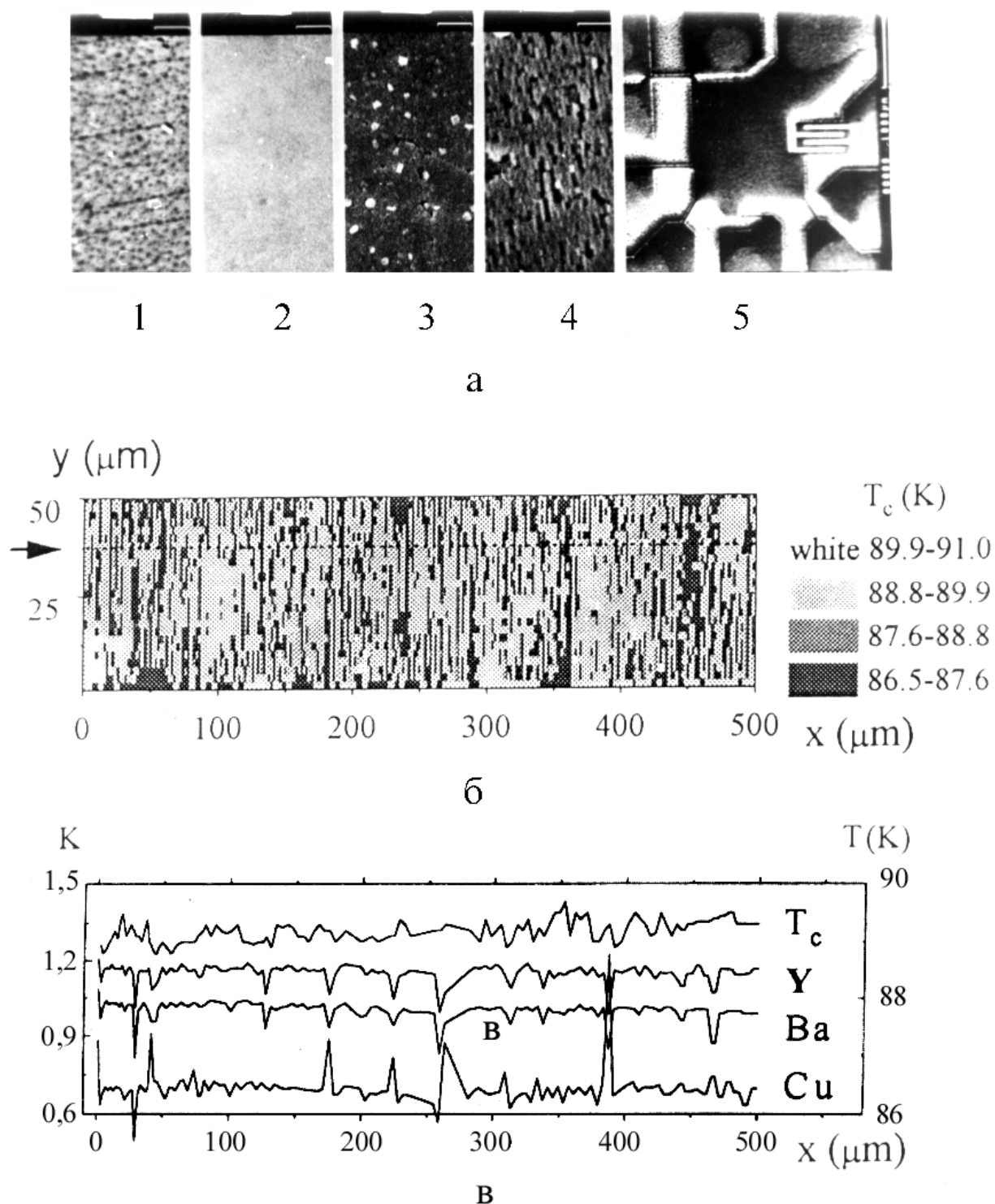
- Измерение высоты электрического барьера.
- Определение пространственного распределения сверхпроводящих параметров в высокотемпературных сверхпроводящих материалах (ВТСП) (критической температуры  $T_c$ , плотности критического тока  $j_c$ ).

## Рентгеновские фотоны

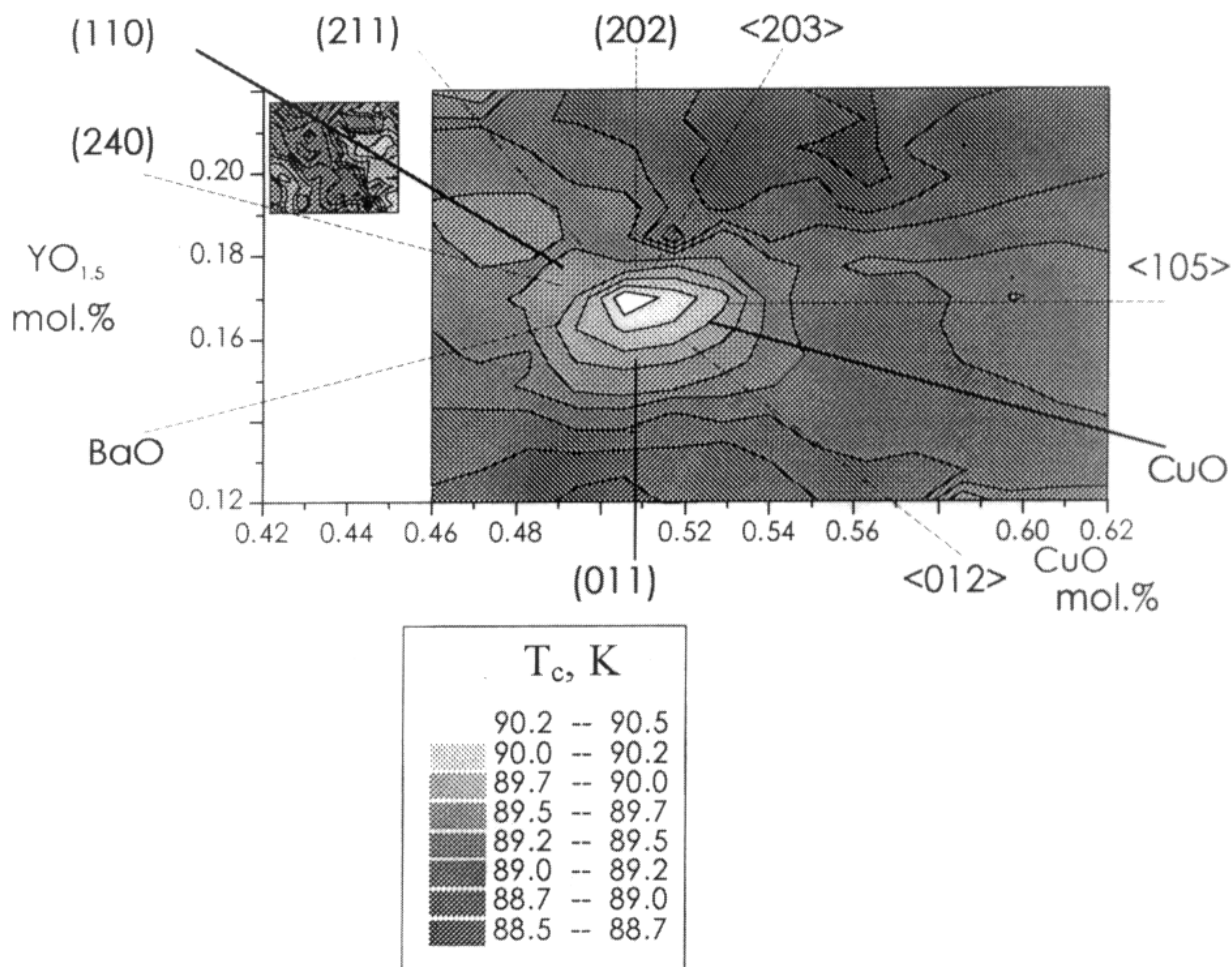
### 1. Рентгеноспектральный микроанализ

Остросфокусированный в РЭМ пучок электронов, взаимодействуя с материалом исследуемого образца, часть своей энергии в процессе неупругого рассеяния тратит на ионизацию внутренних оболочек атома, перестройка которых приводит к генерации характеристического рентгеновского излучения. При этом длина волны генерируемого рентгеновского излучения пропорциональна разности энергий атома в начальном и конечном состоянии. Так как энергия электрона в атоме квантована, характеристическое излучение представляется в виде дискретных по длине волны линий, что значительно облегчает интерпретацию рентгеновских спектров. Регистрируя выходящее из образца характеристическое рентгеновское излучение с помощью рентгеновских спектрометров с волновой или энергетической дисперсией, осуществляют качественный или количественный рентгеноспектральный микроанализ исследуемого образца.

В основе качественного рентгеноспектрального микроанализа лежит регистрация и идентификация линий рентгеновского спектра с последующим определением по ним химических элементов, входящих в образец.



**Рис. 2.** Изображение во вторичных электронах поверхности  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  пленок, выращенных на различных подложках (а): 1 —  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 2 —  $\text{MgO}$ , 3 —  $\text{NdGaO}_3$ , 4 —  $\text{LaAlO}_3$ , 5 — вид планарной структуры, используемой для получения  $T_c$ -карты.  $T_c$ -карта  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  пленки на  $\text{NdGaO}_3$  подложке (б); пунктиром указана траектория, вдоль которой определялся состав с шагом  $2 \mu\text{m}$ ; распределение состава и  $T_c$  в направлении, указанном стрелкой (в)



**Рис. 3.** Зависимость локальных значений  $T_c$   $YBa_2Cu_3O_7$  пленок от катионного состава. Большой прямоугольник — пленка на  $MgO$  подложке, малый — на  $LaAlO_3$ . Указаны основные направления диаграммы состояния

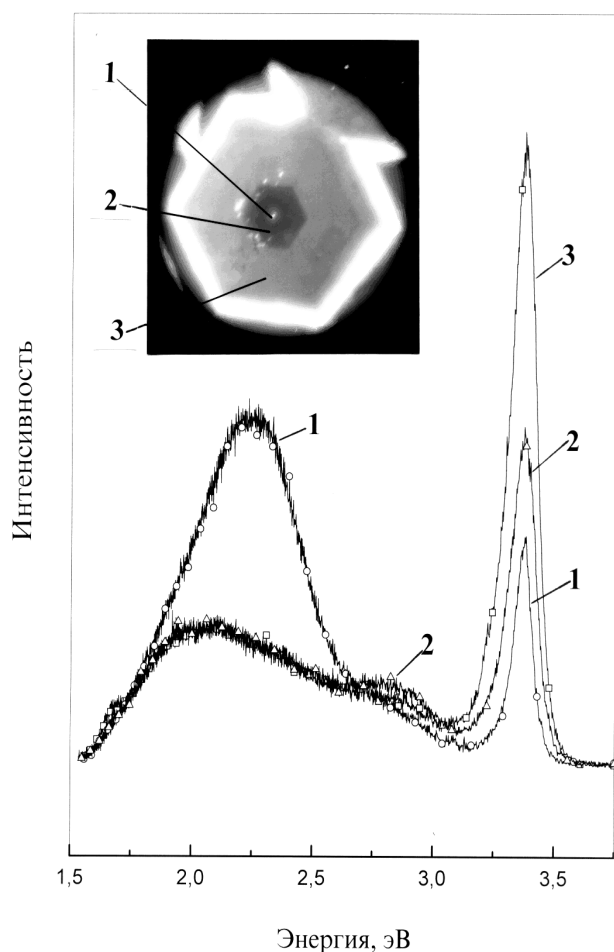
Количественный рентгеноспектральный анализ осуществляется путем измерения интенсивности характеристического рентгеновского излучения в образце и эталоне известного состава. Полученное первое приближение корректируют с учетом особенностей взаимодействия электронов и рентгеновского излучения с веществом образца, получая весовую концентрацию анализируемого элемента. Диапазон анализируемых элементов от  $Be_4$  до  $U_{92}$ , локальность анализа  $\sim 1 \text{ мкм}^3$ , чувствительность 0,1–0,001, точность 2–5 % отн. в зависимости от определяемого элемента и состава анализируемого образца.

Рентгеноспектральный микроанализ используется для определения качественного и количественного состава и характера распределения концентрации основных элементов, легирующей примеси, определения коэффициентов сегрегации,

оценки степени гомогенности материала, изучения стехиометрии и др. Растровый режим позволяет получить на экране дисплея карту распределения элементов, входящих в анализируемый образец, в характеристических рентгеновских лучах той или иной аналитической рентгеновской линии (рентгеновский контраст).

## 2. Кристаллический контраст

Остроструированный электронный пучок в РЭМ позволяет реализовать почти идеальный точечный источник рентгеновских лучей в образце, который расходится из зоны первичного возбуждения и дифрагирует при пересечении кристаллических плоскостей, расположенных примерно под брэгговскими углами, образуя дифракционные картины на плоской пленке,



**Рис. 4.** Изображение ростовой поверхности GaN в режиме растровой КЛ и спектры КЛ на различных участках: 1 — центр (○), 2 — середина (Δ), 3 — край (□)

помещенной над (для массивных образцов) или под (для тонких пленок).

Это явление позволяет реализовать в РЭМ метод Косселя. В качестве «аналитических» лучей можно использовать характеристическое излучение атомов, входящих в состав образца (истинный коссель), либо использовать излучение, генерируемое со специальной тонкой пленки, напыленной на анализируемый участок образца (псевдо-коссель). Метод позволяет:

- Установить степень совершенства исследуемого кристалла, идентифицировать дефекты.
- Исследовать параметры деформированного состояния образца.
- Определять периоды решетки с точностью до  $0,0001\text{\AA}$ .

## ПРИМЕРЫ ПРИМЕНЕНИЯ РЭМ

### Исследование эпитаксиальных ВТСП-пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [6]

В последние годы значительный практический интерес вызывает применение тонких ВТСП-пленок, особенно в области изготовления СВЧ-электроники, сверхбыстродействующих БИС, приемников ИК-излучения, СКВИД-магнетометров. Прогресс в этой области связан, в первую очередь, с возможностью достижения высоких критических токов в тонкопленочных ВТСП-структурах и интеграция этих структур с другими приборами твердотельной электроники. Большое значение для достижения высоких эксплуатационных параметров различных приборов на основе ВТСП-пленок имеет установление корреляции между степенью дефектности, однородностью по составу и локальными значениями сверхпроводящих параметров, например критической температуры  $T_c$ . Измерения различных физических и физико-химических параметров в локальных участках исследуемых ВТСП-структур проводились с помощью таких режимов РЭМ, как режим вторичных электронов, рентгеноспектрального микроанализа, напряжения, индуцированного электронным зондом. Принципиальная возможность использования этого способа обусловлена тем обстоятельством, что сигнал НИЭЗ пропорционален изменению удельного сопротивления участка сверхпроводящей пленки, подвергнутого тепловому воздействию электронного пучка. Измерения проводились на РЭМ, оснащенный рентгеновским спектрометром, приставкой для охлаждения образца, модулятором электронного пучка. В качестве объектов исследования служили специально выращенные эпитаксиальные высокотемпературные сверхпроводящие пленки  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  на различных подложках, из которых затем фотолитографическим способом изготавливались структуры с микрополосками (рис. 2, а). В одних и тех же точках, с разрешением  $\sim 2\text{ мкм}$  были определены состав и значения  $T_c$  по температурной зависимости величины напряжения, индуцированного электронным зондом. Для получения трехмерной  $T_c$ -поверхности на диаграмме состояний экспериментальные результаты, приведенные на рис. 2, б, обрабатывались методами статистического корреляционного анализа.

Тонкий электронный пучок позволяет получить массив экспериментальных локальных измерений (состав,  $T_c$ ), состоящий из 300 точек на образец. Затем определялись и проектировались на диаграмму состояний изолинии одинаковых  $T_c$ .



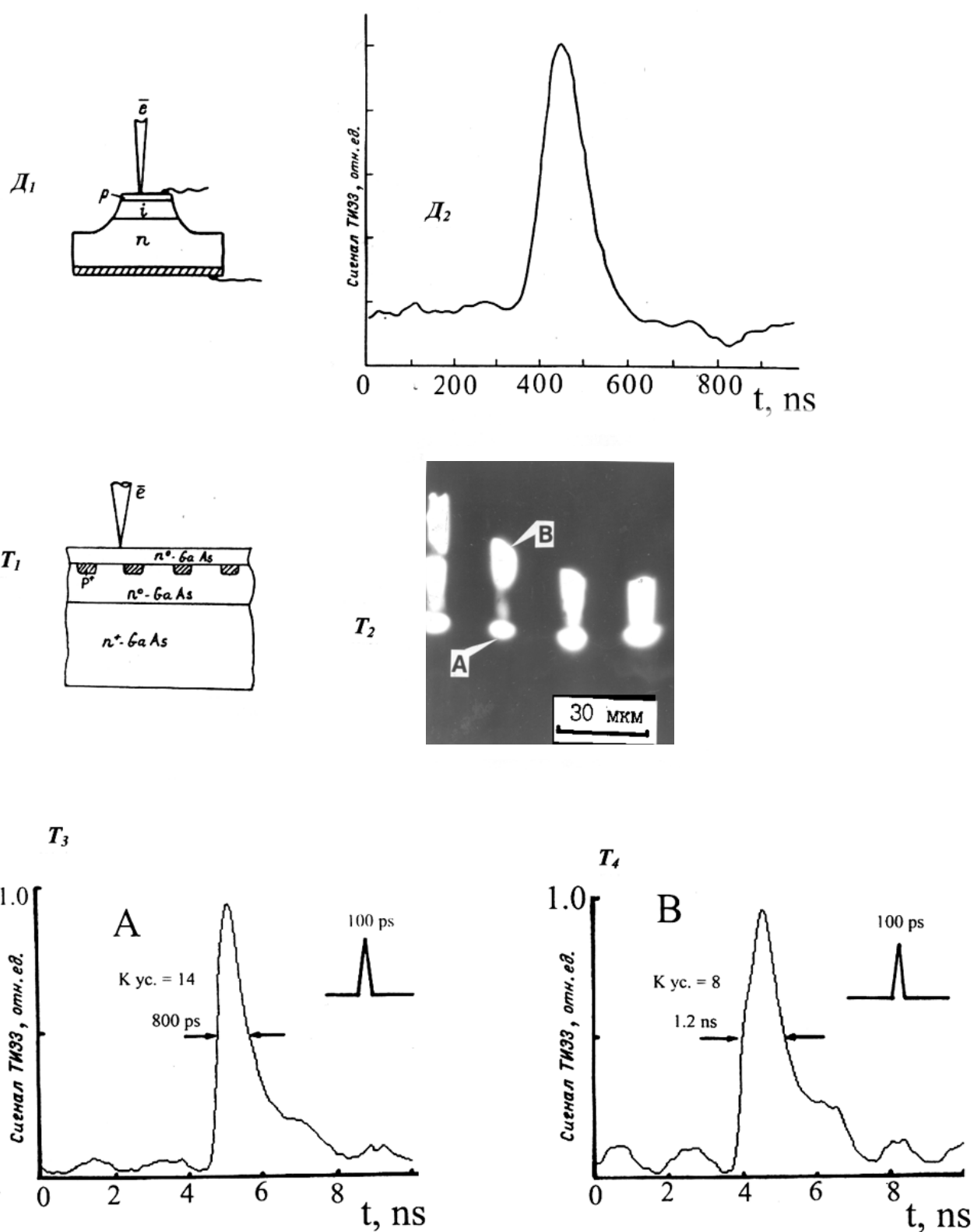


Рис. 5. Схема эксперимента и кинетика сигнала ТИЭЗ в диодной структуре ( $D_1$ ,  $D_2$ ) и в вертикальном транзисторе ( $T_1$ ,  $T_3$ ,  $T_4$ ); области пространственных зарядов в каналах транзистора ( $T_2$ ).

Из рис. 3 видно, что наибольшее значение  $T_c$  достигает при составах, близких к стехиометрическому. Имеется два направления в трехмерной карте с максимальными значениями  $T_c$  — «хребты» вдоль направлений  $(123) \rightarrow (110)$  и  $(123) \rightarrow (105)$  — и два направления с минимальными значениями  $T_c$  — «ущелья» вдоль направлений  $(123) \rightarrow (202)$  и  $(123) \rightarrow (011)$ . Различия составов пленок и величин разброса связаны с различной ориентацией осей пленки на  $\text{MgO}$  и  $\text{LaAlO}_3$  подложках (соответственно с- и а(b)-ориентации роста) и, следовательно, с различными механизмами и роста, и дефектообразования. Показанная на рис. 2 в режиме ВЭ микропористая морфология пленки на  $\text{LaAlO}_3$  указывает на близость условия роста пленки к условиям роста микрокристаллита.

#### Катодоллюминесцентные исследования эпитаксиальных слоев GaN, выращенных на сапфире [7]

Для создания оптоэлектронных приборов, работающих в ультрафиолетовом диапазоне длин волн, нитрид галлия представляет значительный интерес. Однако существует целый ряд трудностей получения GaN с высоким кристаллическим совершенством. Для решения этой проблемы ведутся исследования особенностей начального роста пленок GaN, когда только еще начинает формироваться эпитаксиальный слой и возникает возможность генерации различного рода дефектов, оказывающих впоследствии влияние на излучательную рекомбинацию приборов оптоэлектроники. В этом случае для изучения механизмов дефектообразования наиболее информативным является локальная спектральная катодоллюминесценция, реализованная в РЭМ и позволяющая визуально наблюдать наличие тонкой пространственной структуры различных областей ростовой поверхности. На рис. 4 представлена картина распределения катодоллюминесцентного излучения поверхности структуры с пирамидами роста GaN и соответствующие спектры КЛ, полученные при 300 К от разных локальных участков поверхности роста. Белые участки наблюдаются между пирамидами роста, они окружены синефиолетовыми областями с явными гексагональными границами, которые переходят в области голубого свечения. В центре пирамиды преобладает желтая полоса излучения  $\lambda=2,2 \text{ eV}$ , ширина которой обусловлена наличием дефектов с глубокими уровнями. В средней области наблюдается слабая ультрафиолетовая полоса  $\lambda=2,8 \text{ eV}$ , которая связана с донорно-акцепторной рекомбинацией. Излучение с  $\lambda=3,4 \text{ eV}$  — это краевое излучение, имеющее экситонную природу. Следует

отметить, что эта полоса имеет большую интенсивность, что говорит о достаточно высоком кристаллическом совершенстве этой части ростовой поверхности.

#### Исследование быстродействующих полупроводниковых приборов

Возможности растровой электронной микроскопии значительно расширяются при использовании импульсного электронного пучка в РЭМ с временным и пространственным разрешениями. На рис. 5 в качестве примера представлены результаты исследования кинетики сигнала ТИЭЗ в диодной *pin* структуре ( $D_1, D_2$ ) и структуре вертикального транзистора ( $T_3-T_4$ ) при возбуждении тонким электронным пучком (размер области возбуждения не превышает 2 мкм). Система регистрации состояла из стробоскопического осциллографа с временным разрешением 20 пс, управляемого РС. Диод был смонтирован в разрыв полосковой линии с нагрузочным сопротивлением 50 Ом. Время спада импульса фотоответа определяется полосой пропускания самого диода, трактом регистрации и длительностью возбуждаемого импульса и составляет 80 пс. Сопоставляя экспериментальные данные с расчетными, установили, что быстродействие собственной диодной структуры при возбуждении короткими импульсами составляет  $\sim 50$  пс. Аналогичные исследования были проведены на более сложной структуре — вертикальном транзисторе. В этом случае тонкий электронный пучок инжектировал электронно-дырочные пары в каждом канале прибора. На рис. 5,  $T_2$  представлено изображение каналов транзистора в режиме ТИЭЗ при сканировании по поверхности приборной структуры, видны области разделения неосновных носителей. Как видно из рис. 5,  $T_3, T_4$ , спад импульса фотоответа в каналах А и В различен.

Таким образом, высокая локальность метода позволяет контролировать пространственную неоднородность времени фотоответа в разных каналах транзистора и устанавливать связь локальных значений с интегральными характеристиками, полученными другими методами. В диодной структуре с помощью этого метода возможно устанавливать пространственную неоднородность распределения как времени фотоответа, так и чувствительности по рабочей площади диода. Стробоскопический режим РЭМ используется также при изучении процессов прохождения сигналов в дискретных приборах и различных ИС.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Развитие РЭМ как системы и методов растровой электронной микроскопии продолжается. Раз-

рабатываются системы, совмещающие растровый электронный и туннельный микроскопы, совершенствуется техника визуализации, привлекается техника микрофотографии (компьютерной и аппаратурной), создаются новые математические модели, описывающие сигналы, генерируемые в РЭМ от различных объектов (от твердотельных до биологических).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Конников С.Г., Сидоров А.Ф. Электронно-зондовые исследования полупроводниковых материалов и приборов. М.: Энергия, 1978. 148 с.
2. Konnikov S.G. Electron Probe Analysis of Semiconductor Heterostructures // Semiconductor heterostructure: Physical Processes and application / Ed. by Zh. I. Alferov. Mir Publishers, Moscow, 1989. P. 244–270.
3. Микроанализ и растровая электронная микроскопия. М.: Мир, 1985. 406 с.
4. Конников С.Г., Соловьев В.А., Уманский В.Е., Чистяков В.М. Определение электрофизических параметров тонких гетероэпитаксиальных слоев в РЭМ // ФТП. 1989. Т. 23, № 8. С. 1411–1416 (1-я часть); 1990. Т. 24, № 9. С. 271–276 (2-я часть).
5. Соловьев В.А., Конников С.Г., Гаевский М.Э., Шанцев Д.В. Количественная низкотемпературная растровая электронная микроскопия тонких ВТСП-пленок // Изв. РАН, сер. физ. 1996. Т. 60, № 2. С. 32–37.
6. Tretyakov V., Kazakov S., Bobyl' A. and Konnikov S. Study of Thin Films of High Temperature Superconductors Based on YBaCuO by EPMA // Microchim Acta. 2000. N 1. P. 1–11.
7. Усиков А.С., Третьяков В.В., Лундин В.В., Задиранов Ю.М., Пушиной Б.В., Конников С.Г. Исследование методом микрокатодоллюминесценции ростовых особенностей эпитаксиальных GaN слоев на сапфире // Письма в ЖТФ. 1999. Т. 25, № 7. С. 9–17.

*Санкт-Петербургский государственный технический университет*

Материал поступил в редакцию 22.11.99.

## QUANTITATIVE SCANNING ELECTRON MICROSCOPY OF MATERIALS AND STRUCTURES OF SOLID STATE ELECTRONICS

**S. G. Konnikov**

*Saint Petersburg State Technical University*

Scanning electron microscopy is a modern method to characterize materials and structures of solid state electronics. A short historical reference on creation and improvement of SEM is made. The nature of the signals generated and observed in SEM is described. Some examples of characterization by SEM are considered.