

ЭФФЕКТЫ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ЭЛЕКТРОННОГО ЛУЧА С ПОВЕРХНОСТЬЮ ДИЭЛЕКТРИКОВ ПРИ ИХ АНАЛИЗЕ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННОЙ ОЖЕ-СПЕКТРОСКОПИИ

В.А. Емельянов, В.Н. Пономарь, В.А. Ухов, Г.Г. Чигирь

НПО «Интеграл», Минск, 220064, площадь Казимирца, тел. 277-18-14, e-mail: offis@bms.by

Одним из наиболее распространенных методов вторично-эмиссионной спектроскопии является электронная оже-спектроскопия (ЭОС). ЭОС основана на исследовании энергетического распределения оже электронов, эмитированных из атомов, расположенных в поверхностной области, в результате ионизации их внутренних оболочек.

Методом оже-спектроскопии проводят анализ элементного состава поверхности с высокой чувствительностью, определяют распределение элементов по глубине и поверхности, изучают физические процессы происходящие на поверхности. Однако в ЭОС существует ряд нерешенных проблем. К числу наиболее важных относятся проблемы искажающего влияния первичного электронного пучка. Это влияние особенно заметно для непроводящих (диэлектрических) материалов. В некоторых случаях исследование поверхности диэлектриков методом ЭОС становится вообще невозможным. Целью работы является отработка методов уменьшающих или исключаящих искажения оже-спектров при анализе непроводящих материалов.

Описаны механизмы и условия возникновения эффекта 'зарядки' под воздействием первичного пучка электронов, его влияние на регистрируемые оже-спектры. Разработаны и описаны приемы и методы оже-анализа диэлектрических материалов.

Введение

Метод электронной оже-спектроскопии является одним из наиболее приемлемых методов для изучения структур и твердотельных материалов. Высокая чувствительность метода, разрешение по глубине не более 3 нм, позволяют проводить изучение, анализ и контроль операций очистки, травления, нанесения слоёв, определять объёмный состав материалов. Возможность реализации в методе ЭОС режимов растрового электронного микроскопа и послойного анализа позволяет проводить анализ в областях размерами до 1 мкм², изучать мелкие дефекты на поверхности, определять толщины и последовательность нанесения слоёв.

Однако при анализе непроводящих материалов (изоляторов) методом ЭОС возникают существенные затруднения. Это связано с зарядкой поверхности, которая может привести к полному искажению спектра и анализ таких спектров невозможен.

Механизм эффекта «зарядки»

Ни один из методов диагностики поверхности принципиально не может быть абсолютно невозмущающим, поскольку для возбуждения твердого тела ему необходимо передать некоторое количество энергии. Часть этой энергии неизбежно тратится на возмущение или искажение физико-химических свойств поверхности. Степень возмущения определяется природой поверхности твердого тела, интенсивностью и дозой воздействия, окружающей средой.

Воздействие электронного пучка на поверхность может вызвать ряд процессов:

- разрыв связей атомных частиц друг с другом;
- десорбцию частиц в виде ионов;
- разложение соединений и синтез новых;
- образование дефектов;
- миграцию ионов;
- накопление электрического заряда на поверхности плохо проводящих объектов.

Механизм зарядки образца связан с двумя

основными процессами. Накопление электронов первичного пучка из-за малой проводимости изолятора и образование заряда из-за разрыва связей соединений и выбивания вторичных электронов. В последнем случае электроны под действием первичного пучка и образовавшегося заряда могут мигрировать на некоторое расстояние от точки анализа оставляя не скомпенсированный заряд.

Вопрос, связанный с зарядкой поверхности, касается как достижения необходимых условий, при которых возможна регистрация воспроизводимых оже-спектров, так и эффектов, приводящих к изменению физико-химических свойств приповерхностной области изучаемых объектов.

Если разность потенциалов катод электронной пушки – объектодержатель составляет V_0 , то энергия первичных электронов, падающих на поверхность объекта, определяется разностью потенциалов катод-поверхность V_p при условии ухода всех эмитированных вторичных электронов от поверхности [1]:

$$V_p = V_0 - j_p R [1 - \delta(V_p)] \quad (1)$$

где j_p – плотность первичного тока; R – поперечное сопротивление объекта, площадь сечения которого 1 см²; $\delta(V_p)$ – коэффициент вторичной эмиссии, зависящий от энергии первичного пучка.

Таким образом, при бомбардировке поверхности электронами с плотностью тока j_p в соответствии с уравнением (1) должно установиться стационарное значение потенциала поверхности V_p . Так для металлов $R \rightarrow 0$ и из (1) следует что:

$$V_p = V_0 \quad (2)$$

Для диэлектриков $R \rightarrow \infty$. В этом случае необходимо, чтобы

$$\delta(V_p) = 1 \quad (3)$$

т.е. равновесный потенциал поверхности диэлектрика должен установиться таким, чтобы коэффициент $\delta(V_p)$ был бы равен 1. При этом $j_p = j_2$, а $j = 0$, где j_p и j_2 – плотность первичного и вторичного тока соответственно, j – плотность тока сквозь

объект.

Если на поверхность падают электроны с энергией eV_2 , которым соответствует $\delta > 1$, то поскольку $j_2 > j_p$, поверхность будет заряжаться положительно, пока не достигнет такого потенциала, при котором $\delta = 1$, т.е. eV_p станет равным eV_3 . В этом случае, очевидно, возможны возбуждение и регистрация хорошо воспроизводимых оже-спектров, правда, сдвинутых по энергетической шкале в низкоэнергетическую сторону на $eV_3 - eV_2$.

Для работы без зарядки поверхности необходимо правильно выбирать рабочую точку, либо использовать вспомогательную электронную пушку медленных электронов (обычно < 100 эВ) для нейтрализации положительного заряда.

Если значение $\delta(V_p)$ для данного объекта при нормальном падении электронного пучка не равно 1, то возбуждение оже-спектров из-за отрицательной зарядки поверхности невозможно при любом значении V_p . В этом случае необходимо применять другие способы исключения отрицательного заряда.

Таким образом, разработка методов анализа непроводящих материалов с использованием ЭОС является актуальной задачей.

Способы устранения эффекта зарядки

Изучение эффекта зарядки проводилось на электронном оже-спектрометре PHI-660 фирмы Perkin Elmer.

Влияние эффекта зарядки для диэлектрических пленок на кремнии не сказывается до толщины 0,1-0,15 мкм. Изменить $\delta(V_p)$ возможно изменяя ускоряющее напряжение первичного пучка, причем изменять нужно как в большую так и в меньшую сторону, добиваясь минимальных искажений спектра. Изменяя угол падения первичного электронного пучка также можно приблизить $\delta(V_p)$ к 1. Если ни при каких значениях V_p и ϕ не удается получить $\delta(V_p) \approx 1$, т.е. зарядка не исчезает, то следует уменьшить плотность тока j_p , чтобы второй член выражения (1) стал достаточно малым. На спектрометре PHI-660 ток первичного пучка электронов снижали с 1 мкА до 10 нА, при этом зарядка уменьшается, а оже-спектры регистрируются уверенно.

Для идентификации оже-пиков при сильном энергетическом сдвиге используют характерные по форме и обычно всегда присутствующие оже-линии, например, линию углерода, которая обычно редко перекрывается другими линиями. Используя опцию «shift» сдвигает весь спектр на необходимую величину, после чего определяют состав.

В некоторых случаях исключить зарядку можно выбирая область анализа и ее размеры, используя возможности сканирующей оже-спектроскопии. Например, если непроводящая область лежит внутри проводящей области, то увеличив растр, первичный луч попадет на проводящий материал и зарядка уменьшится. В этом случае следует исключить посторонние пики проводящего материала.

Нанесение тонких ~5-10 нм проводящих пленок

(металлов, углерода) широко используют для исключения эффекта зарядки в растровой электронной микроскопии и локальном рентгеноспектральном анализе. Однако при анализе методом оже-спектроскопии эти пленки полностью маскируют поверхность исследуемого образца и практически мы получим состав именно этой пленки, а не самого образца. Это связано с тем, что глубина выхода оже-электронов не превышает 3 нм. Поэтому для использования напыления металлов были отработаны методы позволяющие проводить анализ на электронном оже-спектрометре. Прежде всего можно уменьшить толщину пленки напыляемого металла до величины, когда эта пленка не будет полностью маскировать поверхность исследуемого образца, т.е. она должна быть тоньше 3 нм. В тоже время толщина пленки металла должна быть достаточной для того чтобы исключить зарядку образца.

Другой способ использования пленок металла для исключения эффекта зарядки непроводящего образца заключается в следующем. Пленка металла напыляется толщиной 10-20 нм, что полностью снимает зарядку. После этого ионным пучком аргона локально удаляют металл, так чтобы открылся основной материал. Анализ проводят в открытой области. Если все же зарядка образца во вскрытой области не устраняется, можно пленку металла удалять не полностью, оставляя ~1 нм и затем проводить анализ по методике описанной выше.

Как было установлено для непроводящих пленок толщиной до 0,1-0,15 мкм эффект зарядки практически не сказывается. Используя это обстоятельство был отработан метод анализа состава непроводящих пленок путем их утонения. Утонение диэлектрических пленок можно провести химическим травлением и распылением ионным пучком. Распыление предпочтительнее, так как не вносит загрязнений в исследуемый материал и его возможно провести непосредственно в камере спектрометра.

Для анализа состава объемных диэлектрических материалов следует пользоваться методом переноса материала на проводящую основу. Сущность которого заключается в том чтобы любым способом перенести часть исследуемого непроводящего материала в виде тонкой пленки или мельчайших частиц на проводящую подложку.

Материал проводящей подложки должен иметь небольшое количество оже-пиков и они не должны перекрывать другие пики. Наиболее подходящими материалами являются кремний, серебро, медь, никель, углерод. При необходимости для получения достоверной информации нужно использовать две разных подложки.

Перенос материала можно провести непосредственно в камере оже-спектрометра. Для этого на держатель спектрометра устанавливаются исследуемый непроводящий образец и, дополнительно, под некоторым углом к нему, проводящий материал, например, часть полированной кремниевой пластины. Затем поверхность проводящего материала распыляют ионами аргона, с помощью ионной пушки, установленной в оже-

спектрометре, для удаления адсорбированных из атмосферы и других загрязняющих элементов. Распыление проводят до получения атомарно чистой поверхности, которая тут же контролируется методом ЭОС. Далее, перемещая образцы, для распыления устанавливается непроводящий, исследуемый образец и производится распыление ионами аргона, в результате которого часть распыляемого материала осаждается на кремниевую пластину. Затем анализируется осажденный материал на проводящей подложке. Последовательно повторяя операции очистки и осаждения можно провести анализ и по глубине непроводящего материала.

Заключение

При анализе элементного состава методом электронной оже-спектроскопии существенным ограничением является эффект зарядки под воздействием электронного луча действие которого искажает спектр. Широкий класс диэлектрических материалов применяемых в микроэлектронике и в других областях науки и техники трудно или невозможно анализировать методом ЭОС. Расширению возможностей оже-спектрометра для анализа непроводящих материалов предназначена данная работа — разработка методики анализа элементного состава этих материалов.

В результате работы исследован эффект зарядки для различных диэлектрических материалов. Установлены основные проявления эффекта зарядки. Показано, что максимальная толщина пленки при которой еще не наблюдается существенных искажений оже-спектра составляет 0,1-0,15 мкм. Оптимизированы режимы оже-спектрометра при анализе непроводящих материалов. Правильный выбор режима во многих случаях позволяет провести анализ.

При невозможности анализа в любых режимах предложено несколько методов уменьшающих или полностью исключаящих эффект зарядки. Это метод нанесения тонких проводящих пленок, с последующим их утонением, метод уменьшения толщины диэлектрических пленок, метод переноса исследуемого материала на проводящего основу. Исследованы возможности этих методов, даны практические рекомендации по выбору материалов подложки и напыляемых пленок.

Разработана методика анализа элементного состава непроводящих материалов на электронном оже-спектрометре, в которой отражены практические приемы реализации всех разработанных способов устранения эффекта зарядки.

Список литературы

1. Шультман А.Р. Вторично эмиссионные методы исследования твердого тела. - М., Наука, 1977 г.

ELECTRON BEAM IMPACT EFFECTS ON SURFACE OF DIELECTRICS WHEN UNDER ANALYSIS BY METHOD OF ELECTRON AUGER-SPECTROSCOPY

V.A. Emelynov, V.N. Ponomar, V.A. Ukhov, G.G. Chigir

Research and Production Corporation «Integral», Kazintsa Square, Minsk 220064, Phone: 277-18-14, e-mail: offis@bms.by

During the element composition analysis by means of the electron auger-spectroscopy method a considerable restriction is the charging effect under impact of the electron beam, which distorts the spectrum. A broad class of materials falls out, which are widely applied in microelectronics and other spheres of science and engineering. The given work is intended for expansion of the potentialities of the auger-spectrometer for analysis of the non-conductive materials – development of the procedure for the element composition analysis of these materials.

As a work result, the charging effect was studied for different dielectric materials. The basic manifestations of the charging effect have been established. It is evident, that the maximum film thickness, when no considerable distortions occur of the auger-spectrum, constitutes 100-150 nm. The auger-spectrometer modes are optimized for analysis of the non-conductive materials. The correct mode selection makes it possible to perform the analysis in many cases.

When the analysis is impossible in any modes, several methods have been suggested for reduce or entirely exclude the charging effect. These are the methods of applying the thin conductive films with their subsequent thinning, the method of the thickness reduction of the dielectric films, the method of the analyzed material transfer on the conductive basis. The potentialities of these methods have been studied, practical recommendations have been submitted on selection of the substrate materials and the sputtered films.

The element analysis procedure has been developed of the non-conductive materials on the electron auger – spectrometer, which is reflective of the practical application techniques of all developed methods for the charging effect elimination.