

Elektronmikroszkópia és diffrakció

ZSOLDOS LEHEL

MTA Műszaki Fizikai Kutatóintézet



ÖSSZEFOGLALÁS

A félvezető eszközök kémiai és szerkezeti inhomogenitásai és az ezekkel összefüggő lokális tulajdonságok vizsgálata számára az elektronmikroszkópia sokoldalú, mással nem pótolható vizsgálati lehetőséget jelent, de ennek kihasználásához a mikroszkópi képen túlmenően messzemenően támaszkodni kell a korszerű elektronmikroszkópia segítségével egyidejűleg elérhető egyéb információkra (diffrakciós kép, lokális kémiai összetétel stb.). A dolgozatban néhány példa közvetítésével mutatjuk be, hogy milyen jellegű információkat kaphatunk a transzmissziós és pásztázó elektronmikroszkópia segítségével és mi a fejlődés iránya.

Bevezetés

A mintát érő elektronbesugárzás sokféle „válaszjelet” kelt, amelyek mind adhatnak információt a minta lokális tulajdonságairól. A legfontosabbak ezek közül a rugalmasan és rugalmatlanul szórt elektronsugárzás, a szekunder elektronok, a karakterisztikus röntgensugárzás, töltéshordozó keltés stb.

A klasszikus transzmissziós elektronmikroszkópia (TEM) ezek közül a *szórt sugárzást* használja fel leképezésre úgy, hogy kiterjedt tárgyreszt világít meg és — többnyire mágneses lencsékkel — az egy pontból különböző irányokban haladó hullámokat nagyjából fázishelyesen újból *egyestíti*, a képsíkban. Az összes szórt hullám azonban nem vesz részt a leképezésben (többek közt a lencsék leképezési hibái miatt sem), és a kép természetesen függ attól, hogy a szórt hullámok közül melyeket használtuk fel a kép előállításához. Ezért (a lenyomat vizsgálatoktól eltekintve) a képek értelmezéséhez ismernünk kell a vizsgált területről származó *diffrakciós képet* is, és nem egy esetben ennek alapján tudatosan úgy választjuk ki a leképezésben részt vevő sugarakat, hogy azzal a számunkra fontos információkat kiemeljük [1, 2].

Merőben más a pásztázó (scanning) leképezési rendszer, amelynél jól fókuszált elektronnyaláb ($\varnothing \leq 5$ nm), tapogatja le *pontról pontra* a mintát és a válaszjelek valamelyikével (többnyire a szekunder elektron hozammal) modulálja, pl. egy képcsőben, a letapogató nyalábbal együtt futó elektronnyaláb intenzitását. A nagyítást itt egyszerűen a mintát, ill. a képernyőt végigpásztázó elektronnyalábok elterítésének aránya adja meg. Hallatlan előnye a rendszernek az elektronikus jelfeldolgozásból adódó manipulálhatóság és a sokféle felhasználható válaszjel [2, 3].

Megjegyezzük, hogy a pásztázó elektronmikroszkóp (SEM) ötlete már a 30-as években megjelent, de a

ZSOLDOS LEHEL

egyetemi tanulmányait az ELTE fizikus szakán fejezte be 1955-ben. 1954-től 1976-ig az ELTE szilárdtestfizikai tanszékének oktatója. Itt röntgen-diffrakciós szerkezetkutatással és kristályhibák vizsgálatával foglalkozott. 1965-ben „a fizikai tuda-

mány kandidátusa” fokozatot szerzett. A diszlakációkról dr. Kovács Istvánnal együtt írt, 1965-ben megjelent könyvét 1973-ban a Pergamon Press is kiadta. 1976 óta az MTA Műszaki Fizikai Kutatóintézetében a Szerkezetkutatási Főosztály vezetője.

használható berendezések elterjedéséhez fejlettebb elektronikai technológia kellett. Ennek kialakulása után azonban rohamosan terjedt el, amiben természetesen szerepe volt annak is, hogy gyakorlatilag bármilyen, akár viszonylag nagy méretű minta is vizsgálható vele, de talán még fontosabb, hogy a nagy mélységélességű, többnyire „plasztikus” kép közepebb áll a mindennapi életben megszokott tárgyak képéhez.

A pásztázó elektronmikroszkóp sikerét követően a pásztázó leképezés elve tovább terjedt. Hamarosan megjelent a transzmissziós elektronmikroszkópiában (STEM), új lehetőségeket kínál az optikai mikroszkópiában, a pásztázó akusztikus mikroszkópia pedig ma már széles körben terjedő vizsgálati módszernek tekinthető. (Bár felbontóképessége csupán néhány μm , a mikroelektronikai technológia számára fontosnak tűnik, hiszen vele az egyéb mikroszkópos módszerek számára át nem látszó tárgyak mélységi szerkezete is vizsgálható. Mélységi és laterális felbontása összemérhető.)

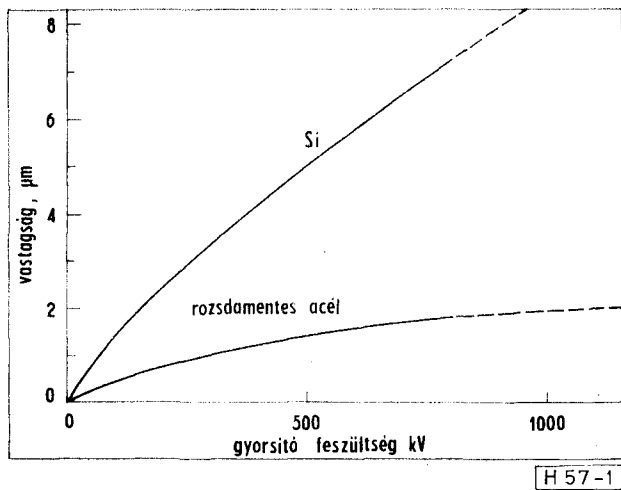
Az alábbiakban, elsősorban saját vizsgálatainkból vett példák segítségével, próbáljuk érzékeltetni, hogy

- milyen jellegű információkat kaphatunk,
- mik ennek korlátai és milyen veszélyek jelentkezhetnek a mikroszkópos képek interpretálásánál,
- mik a fejlődés várható irányai?

Transzmissziós elektronmikroszkópia

Felbontóképessége (néhány tized nm) a technológiai célú vizsgálatokat ma bizonyosan kielégíti, komoly hátrányt jelent viszont, hogy a szokásos 100 kV gyorsító feszültség mellett így csak nagyon vékony, többnyire $0,5 \mu\text{m}$ -nél vékonyabb minták vizsgálhatók (1. ábra). Ennek megfelelően a vizsgálatnak kritikus lépése a megfelelő minta előkészítése (egyenle-

Beérkezett: 1985. V. 2. (A)



H 57-1

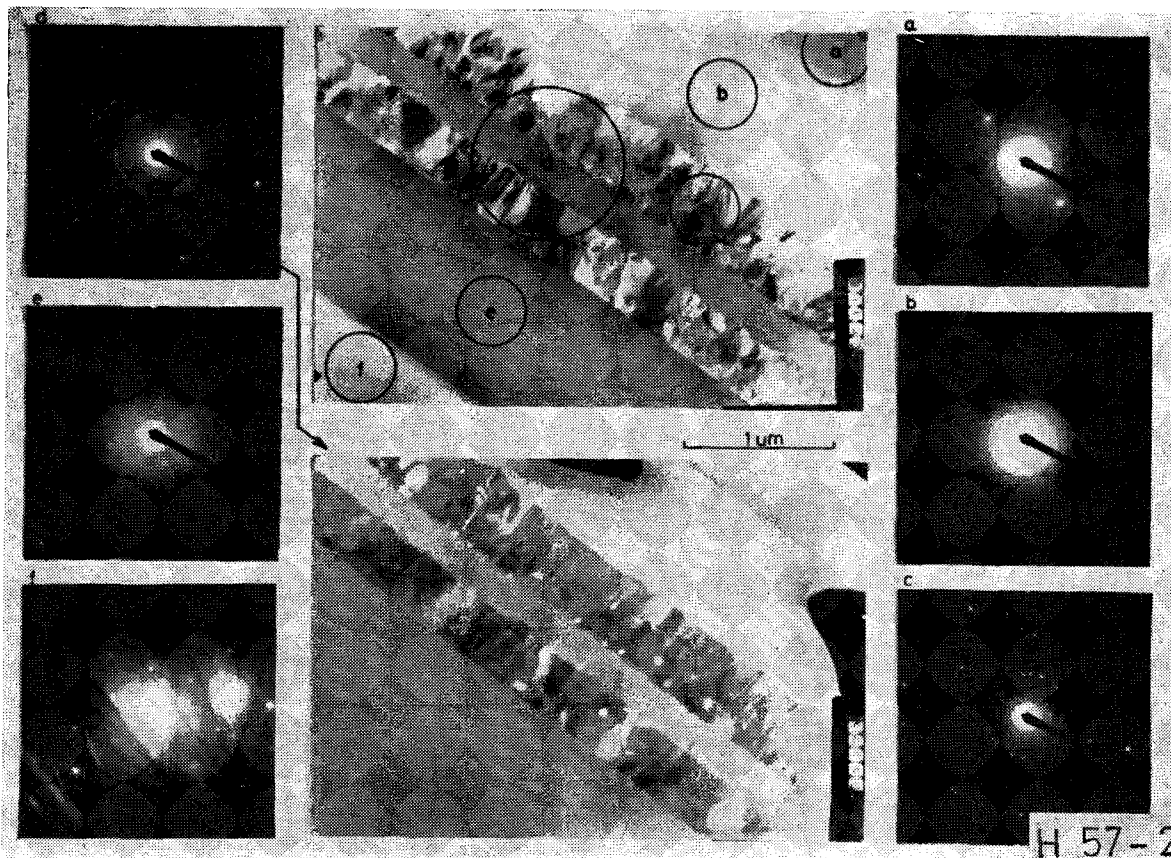
1. ábra. Az elektronmikroszkóppal átvilágítható legnagyobb mintavastagság a gyorsító feszültség függvényében

tes, kis vastagság, lehetőleg nagy területen, műtermékektől mentesen, a minta kívánt részén). Ma már mód van arra, hogy a kémiailag inhomogén szerkezetű félvezető áramkörökből, a szelet felületére merőleges metszetről készítsünk 100 μm átmérőjű területen is jól átvilágítható mintákat. A 2. ábra egy MOS szerkezet keresztmetszeti képét mutatja be.

A sötét és világos részletek itt nem azt jelentik, hogy a minta jobban, vagy kevésbé átlátszó (pl. azért, mert ott vékonyabb v. vastagabb), hanem, hogy az érintett térfogat elem szerkezetétől és kristálytani irányításától függően, mennyire szórja a megvilágító sugárzást. Jól látható ez a világos (felső) és sötét (alsó) képet összehasonlítva; a poli-Si szemcsék kontrasztja a két képen sok helyen komplementer, mert amelyek szemcse jelentős intenzitással járul hozzá a diffrakciós maximumhoz, annak részesedése az 0. rend intenzitásában kisebb. Csupán az amorf vagy hibátlan egykristály részek adnak szerkezet nélküli képet, jelezve azt is, hogy a minta vastagsága valóban meglehetősen egyenletes. A diffrakciós kép azonban még további információkat is hordoz. Segítségével meghatározható az érintett tárgy részlet szerkezete is. Lényegében ez teszi lehetővé az egyes rétegek azonosítását.

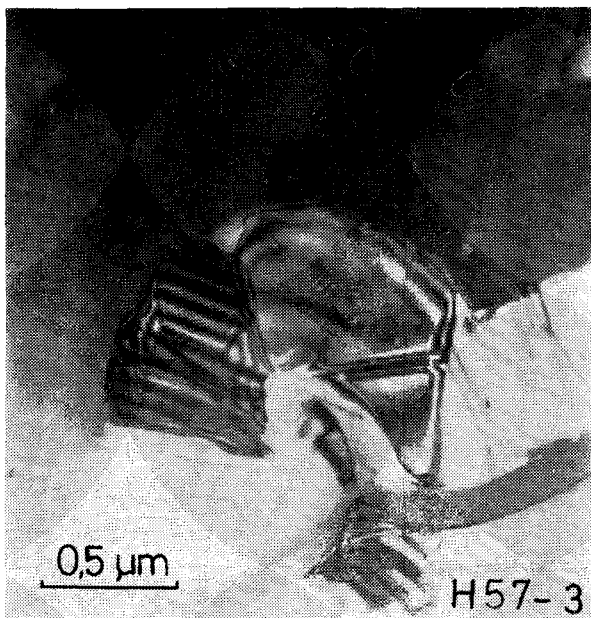
Az ilyen keresztmetszeti vizsgálatok sokféle technológiai eredetű hibát deríthetnek fel. A 3. ábra egy hasonló kép kinagyított részlete, amely a poli-Si rétegből messze kinőtt tűkristályt mutat. (Ez a növekedési forma más anyagoknál is előfordul.) Ez szélsőséges eset, kisebb kiemelkedések is már károsak lehetnek: Ha azonban viszonylag ritkán fordulnak elő, sok minta részletet kell átvizsgálni kimutatásukhoz, hiszen az átvilágított vastagság — azaz a megvizsgált térfogat — kicsiny.

Keresztmetszeti vizsgálatból származik következő



H 57-2

2. ábra. MOS etszt szerkezet keresztmetszetének transzmissziós elektronmikroszkópos képe, világos (felül) és sötét látóteres megvilágításban (alul), a megjelölt részek diffrakciós képével együtt. A rétegek sorrendje a jobb felső sarokból kezdve: Al, SiO₂, poli-Si, SiO₂, poli-Si, SiO₂, Si. A sötét látóterű kép a bal felső diffrakciós képen kis körrel körülhatárolt sugarak felhasználásával készült (Barna Á. felvétele)



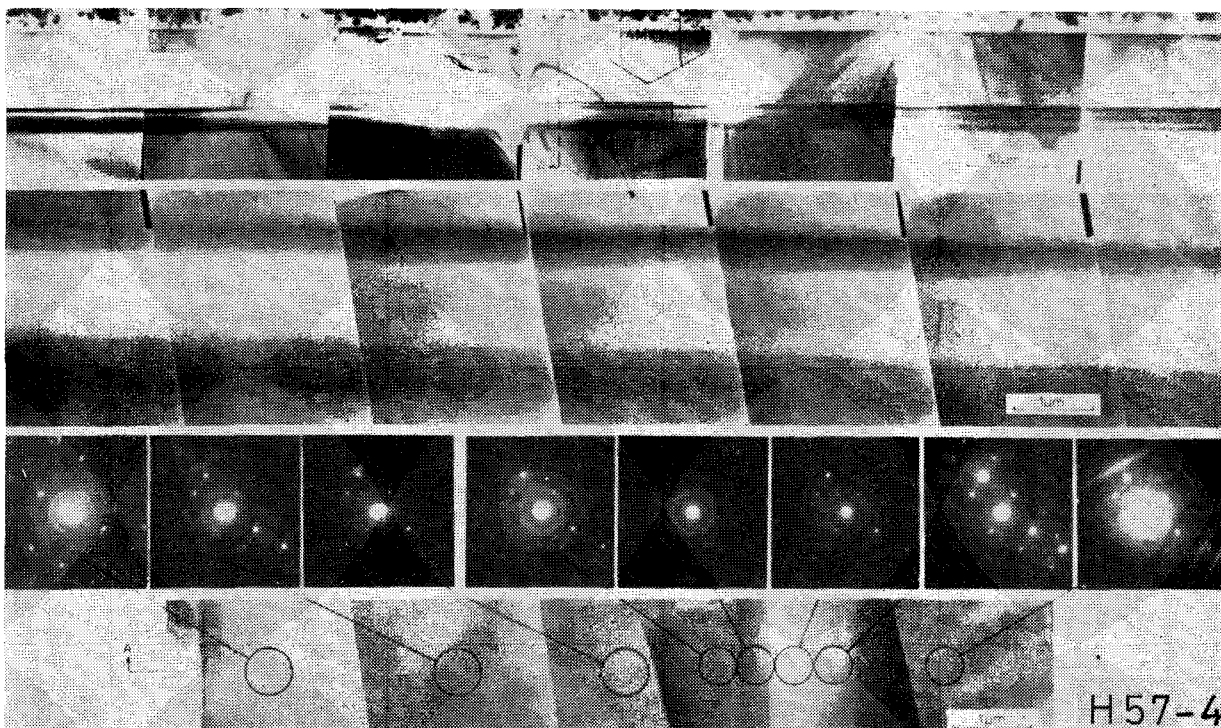
3. ábra. Túkristályszerű kinövés MOS szerkezetben a poli-Si rétegből (Barna Á. felvétele)

példánk is, a sugárzási károsodás mélységi eloszlása Si-ban, 4 MeV-os He^+ ionokkal való bombázás hatására (4. ábra). Látjuk, hogy a mélység növekedésével más-más károsodott szerkezet jön létre, de ezek jellegét ismét csak a diffrakciós kép tárja fel. Kívülről befelé haladva először fokozatosan romló egykristályt találunk, és egyre nagyobb súllyal megjelenő polikristályos fázist, míg végül a szerkezet (a felső sötét sávban) amorffá válik. Az ezt követő világos sávban

a sugárzási károsodás már kisebb (újból előjönnek az egykristály reflexiók), de apró buborékok jelennek meg. (Itt fékeződtek le teljesen az implantált He^+ -ionok.) Végül az alsó sötét csík után a hibátlan kristályra jellemző diffrakciós képet kapjuk. Ez a rész már nem sérült.

Érdeemes még néhány szót szólni a 4. ábrán megjelenő egyéb kontraszt hatásokról is. Főként a felső sorban számos görbe vonalat látunk, de hasonló vonalas szerkezete van a 3. ábrán is a poli-Si néhány szemcséjének. Ez tisztán diffrakciós effektus és nem jelenti azt, hogy az anyagban itt bármilyen kémiai vagy szerkezeti inhomogenitás lenne. A szórt sugárzás intenzitása ui. oszcillál mind az anyagban megtett út, mind az ideális reflexiók helyzetétől való eltérés függvényében. Ennek megfelelően kétféle görbesereg is megjelenhet a képeken („egyenlő vastagság” és „egyenlő orientáció”), de ezek eredete egyértelműen tisztázható. A 3. ábrán túlnyomó részt vastagság kontrasztot látunk, a 4. ábra változó görbe vonalai pedig orientációs eredetűek.

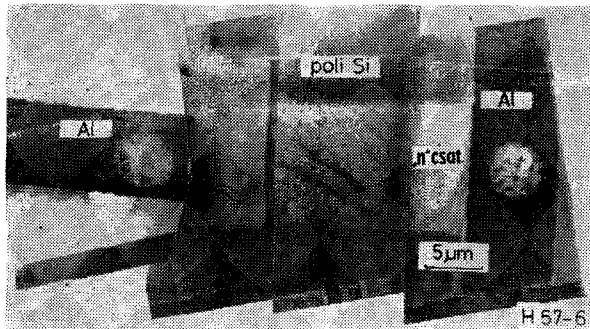
Előfordulhat természetesen, hogy a mintakészítés során alakul ki olyan szerkezet, amely a vizsgálandó anyagra egyébként nem jellemző. Erre figyelni kell! Gyakori pl. az egyenetlen vékonyítás (esetleg oszcilláló vastagságot eredményezve), amely a fentiek értelmében határozott kontrasztot adhat, vagy idegen fázis(ok) megjelenése a minta felületén. Az 5. ábra az utóbbira mutat példát. Az ionsugarasan vékonyított mintán viszonylag nagy lyuk keletkezett, és ezen keresztül a minta környezetéből idegen anyag porlódott vissza a minta hátoldalára. A diffrakciós kép vizsgálata ilyen jelenségek okának felderítésében is segítséget jelent.



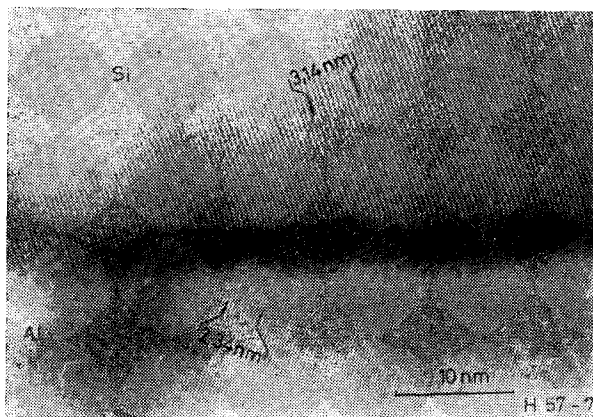
4. ábra. 4 MEV energiájú He^+ ionokkal implantált ^28Si keresztmetszeti képe. Az implantálás a felső szél felől történt, A nagyobb területet átfogó áttekintő kép alatt a középen bekeretezett részlet nagyítása látható, legalul pedig az A—A függőleges vonal menti nagyítás, a jelölt területek diffrakciós képeivel együtt



5. ábra. Ionsugaras vékonyítás közben a hátoldalra visszaporló anyag kiválásokhoz hasonló kontrasztot ad (Barna Á. felvétele)



6. ábra. Tranzisztor képe, nagyfeszültségű transzmissziós elektronmikroszkóppal (Barna Á. felv., az NDK TA Halle-i Szilárdtestfizikai és Elektronmikroszkópiai Intézetében)



7. ábra. Si-Al határfelület rácselfbontásos képe (Sáfrán Gy. felvétele)

Az eddig bemutatott példákban a „klasszikus” transzmissziós elektronmikroszkópiát használtuk fel. A vizsgálati módszer továbbfejlődése ma három irányban halad [4]:

- analitikai elektronmikroszkópia,
- nagyfeszültségű elektronmikroszkópia,
- nagy- (rács-) feloldású elektronmikroszkópia.

Az analitikai elektronmikroszkópia — a pásztázó mikroszkóphoz hasonlóan, de a vékony minta miatt nagyobb felbontással — a kibocsátott röntgen-

sugárzást stb. felhasználva ad egyidejűleg, elsősorban lokális kémiai összetételt, vagy esetleg elektronindukált áram (EBIC = electron beam induced current) eloszlást stb.

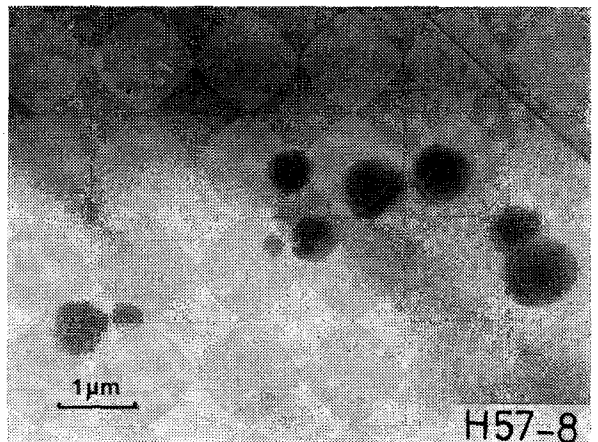
A nagyfeszültségű elektronmikroszkópia — 500 kV — 3 MV gyorsító feszültséggel — a viszonylag vastag minták vizsgálatát teszi lehetővé, amelyek viselkedése már a tömör anyagra jellemző. 1 MV gyorsító feszültséggel már akár teljes tranzisztor szerkezet is átvilágítható (6. ábra, természetesen a hordozót el kell vékonyítani). Nem egyszerű feladat, de ma már megoldható előre kiválasztott tranzisztor vizsgálata is.

A nagyfeloldású elektronmikroszkópia ma képes atomi méretű részletességgel leképezni a vizsgált szerkezetet. Természetesen ez a minta előkészítésénél is fokozott követelményekkel jár. Elsősorban hibák és határfelületek atomos szerkezetének tanulmányozására alkalmas (7. ábra). Ilyen módon eredményesen vizsgálták pl. szennyező atomok csoportosulása körül kialakuló hibaszerkezetet, a diszlokációk magjának szerkezetét és kimutatták, hogy lehet sokszáz atomátmérő kiterjedésében atomosan sík, hibátlan epitaxiás határfelületeket is létrehozni.

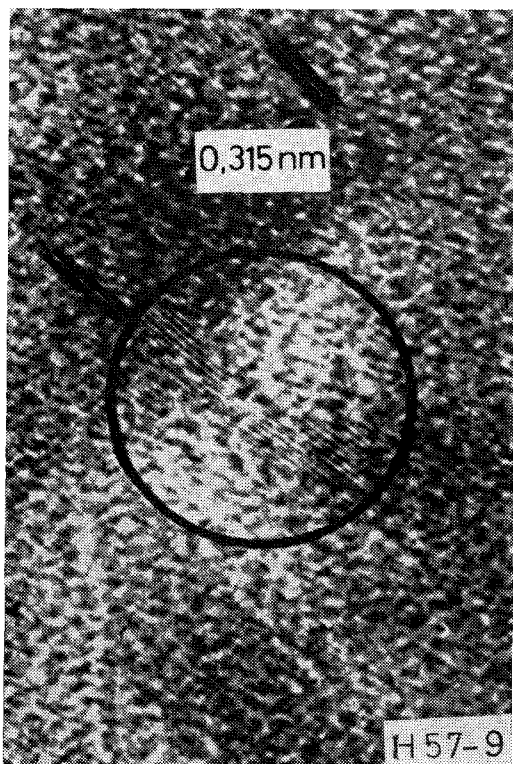
Záró példánkban [5] mindhárom technikát alkalmazni kellett.

MOS eszközök aktív zónájában talált mikroplazma letöréseket nagyfeszültségű elektronmikroszkóppal vizsgálva, azt találták, hogy ez mindig kis kiválásoknál (8. ábra) következik be, a kiválások pedig a B-ral adalékolt tartományban vannak. Az energia-diszperzív röntgen mikroanalízis idegen elemet nem mutatott ki. (Ezekre a kis rendszámú elemekre ez a Be ablak miatt nem érzékeny!) Ezzel szemben Auger-elektron spektroszkópia — nem lokalizáltan (!) — N, O és C jelenlétét mutatta. Rácselfoldású elektronmikroszkópiával pedig a „kiválásokban” polikristályos szilíciumot találtak (rácsmérete alapján azonosítva, 9. ábra).

A 0,2–0,8 μm átmérőjű kiválásokban, a transzmissziós elektronmikroszkópra szerelt hullámhossz-diszperzív spektrométerrel, 0,1–0,2 μm laterális felbontással, végül is az oxigént egyértelműen ki lehetett mutatni (0,6 μm méretű kiválásra kb. 30×10^{-16} g), a bór és nitrogén mennyisége ezekben a kb. 5×10^{-17} g-os kimutathatósági határ alatt maradt.



8. ábra. „Kiválások” MOS áramkör bórral adalékolt tartományában [5]



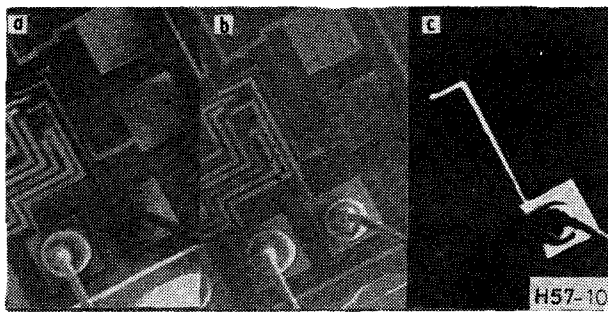
9. ábra. Egy „kiválás” részlete rácscsatlósítási képen. A Si-ra jellemző rácscsatlósítási térfogatelemek orientációja kissé különbözik egymástól [5]

Pásztázó elektronmikroszkópia

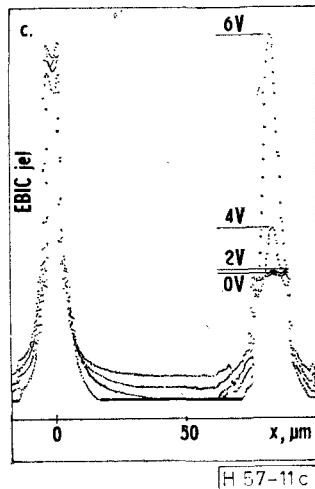
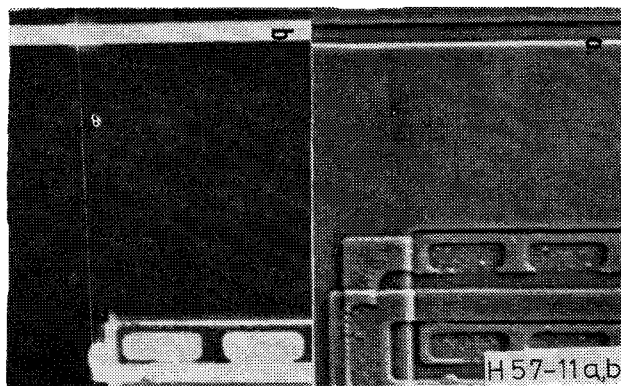
Felbontása mérsékelt (3–10 nm), viszont meglehetősen nagy mintánál is alkalmazható, különösebb előkészítés nélkül. Akár működő integrált áramkör is vizsgálható, megfelelő tokozással. A behatoló képesség — energiától és a vizsgálandó jeltől függően — 1–10 μm közötti, így mélységi információkat is szolgáltat. A kép előállításához használható jelet és az így vizsgálható tulajdonságokat az alábbi táblázat foglalja össze.

A félvezető anyagok vizsgálata szempontjából fontos, hogy a berendezés képes legyen nagy minták (teljes szeletek) befogadására, széles gyorsító feszültségtartomány alkalmazására (néhány száz volttól), továbbá jó, ha lehetőleg minden funkció számítógéppel vezérelhető, ill. bármely jel számítógéppel feldolgozható, és ha a megvilágító elektronnyaláb, az igényektől függően, MHz v. GHz körüli frekvenciával szaggatható. Az így megvalósítható stroboszkópos üzemmódban az áramkörök lokális dinamikus viselkedése vizsgálható.

Példáinknál még a legfontosabb alkalmazásokat sem tudjuk átfogni. Inkább arra kívánunk itt is rámutatni, hogy a gyakorlati esetek nagy részében a többféle lehetőség jól átgondolt kombinációjára van szükség a feladatok megoldásához. A 10. ábra egy potenciálkontraszt vizsgálatból származik. A szekunder elektronok hozama és bizonyos mértékig energiaeloszlása is függ a lokális potenciáltól, így potenciálkülönbségek láthatóvá tehetők. Az adott esetben a szokásos 1 kV-nál nagyobb gyorsítófeszültség alkalmazása már károsítja az áramkört, 1 kV-nál



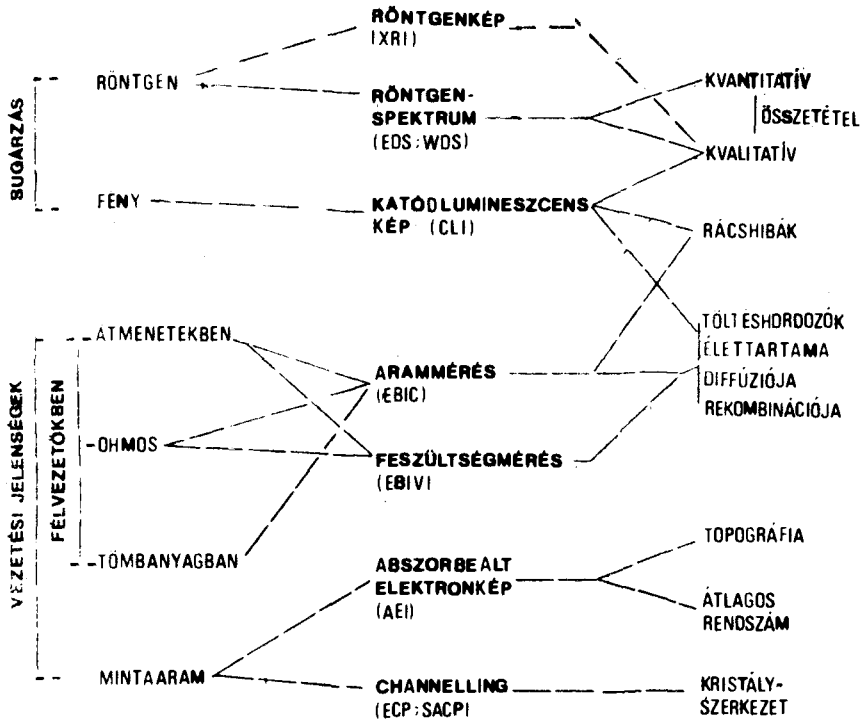
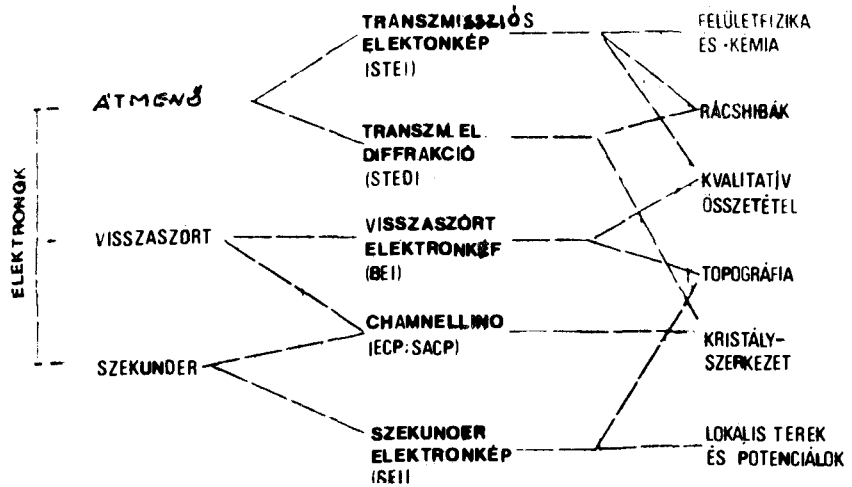
10. ábra. Lock-in detektálás hatása kis gyorsító feszültségű potenciálkontraszt vizsgálatánál. a) szekunder elektronkép 1 keV-nál, b) hasonló kép a vizsgálandó vezeték előfeszítésével, c) ugyanaz modulált előfeszítéssel és lock-in detektálással (Vladár A. felvétele)



11. ábra. Letörési teszt. a) szekunder elektronkép, b) EBIC kép záró irányú előfeszítéssel, c) az EBIC jel a b) ábrán jelzett vonal mentén, az előfeszítés függvényében (Tóth A. felvétele)

pedig a kis hozam miatt a potenciálváltozásból eredő különbségek alig észlelhetők. Ha azonban az előfeszítést moduláljuk, az időben állandó jel leválasztásával a potenciálkontraszt tisztán előállítható.

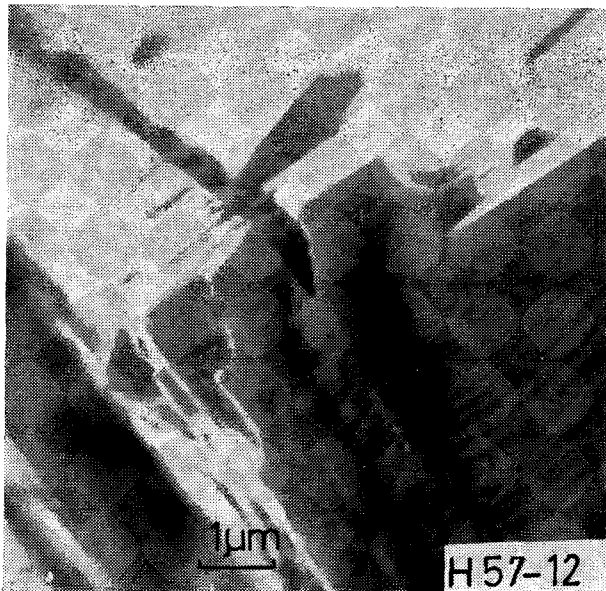
Nagyon gyakori feladat a letörések lokalizálása. Erre az EBIC jel kiválóan alkalmas, ha az eszközt záróirányban előfeszítjük és az EBIC jelet az előfeszítés függvényében nézzük. Ha a letörés helyi tér miatt jelentkező töltésszorzódás eredménye, az adott helyen az EBIC jel már a letörés előtt a



feszültség függvényében erőteljesen növekedni kezd (11. ábra), ezzel jelezve a leendő letörés helyét.

Befejezésül egy analitikai feladat szokatlan megoldását mutatjuk be. GaAl/As lézer dióda szerkezetben az Al koncentráció változást olyan felbontással kellene ismerni, amire a mikroanalízis a kiterjedt gerjesztési térfogat ($\varnothing \approx 1 \mu\text{m}$) miatt nem képes. Mak-

roszkópikus mintákon végzett mérésekkel azonban meg lehetett mutatni, hogy megfelelő marószerven a marási sebesség a növekvő Al tartalommal lineárisan csökken, tehát a koncentrációmérés távolság (marási mélység) mérésére vezethető vissza. A maratási profil pedig szekunder elektronképen (12. ábra) már jó felbontással jeleníthető meg.



12. ábra. (Ga, Al) As lézer dióda szerkezet maratás profilja. A kép jobb szélén az Al koncentráció nulla, tőle balra az árok profilja jelzi a két jelentős Al tartalmú réteg közötti Al koncentrációcsökkenés profilját (Cseresznyák V. és Tóth A. felvétele)

I R O D A L O M

- [1] Reimer, L.: Transmission Electron Microscopy Springer Verlag, Berlin—Heidelberg, 1984.
- [2] Brümmer, O., Heydenreich, J., Krebs, K. H. Schneider (Szerk.): Szilárdtestek vizsgálata elektronokkal, ionokkal és röntgensugárzással. Műszaki Könyvkiadó, Bp., 1984.
- [3] Holt, D. B., Muir, M. D., Grant, P. R. and Boswara, I. M.: Quantitative Scanning Electron Microscopy. Academic Press, New York, 1974.
- [4] Barna P. és Malicskó L.: Magyar Tudomány 57 (1980).
- [5] Pasemann, M., Barna, Á., Werner, P. and Hagel, I.: Kristall und Technik 14, 553 (1979).

Néhány konferenciaanyag, amelyekben számos érdekes vizsgálatot közöltek:

Microscopy of Semiconducting Materials. The Institute of Physics, Conference Series Number 60, London, 1981.

Properties and Structure of Dislocations in Semiconductors, J. de Physique 44 (suppl. au no 9, Colloque C4) 1983.