

РЕАЛИЗАЦИЯ СКАНИРУЮЩЕГО БЛИЖНЕПОЛЕВОГО ОПТИЧЕСКОГО МИКРОСКОПА ДЛЯ КАТОДОЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО МИКРОАНАЛИЗА СО СВЕРХВЫСОКИМ РАЗРЕШЕНИЕМ

О. В. Сергеев¹, В. Е. Борисенко¹, Р. Хайдерхоф², Л. Дж. Бальк²

¹ Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, ул. П. Бровки 6, 220021 г. Минск, Беларусь.

² Университет Вуперталь, Фулротштрассе 10, 42097 г. Вуперталь, Германия.

В настоящее время катодолюминесцентный анализ становится все более распространенным средством исследования полупроводниковых приборов и различных материалов. Так, при исследованиях широкозонных материалов, когда проведение традиционного фотолюминесцентного анализа существенно затрудняется высокой энергией их возбуждения, достоинства катодолюминесцентного метода проявляются особенно ярко. Однако при всех значительных преимуществах серьезным недостатком традиционного катодолюминесцентного метода является невысокое пространственное разрешение, которое ограничивается как диаметром электронного луча и энергией рассеяния, так и длиной диффузии неосновных носителей. Наивысшее достигаемое разрешение составляет в лучшем случае несколько микрон, что на сегодняшний день является явно недостаточным.

Одно из решений этой проблемы базировалось на использовании просвечивающей электронной микроскопии и соответствующей технологии подготовки образцов [1], позволяющей уменьшить энергию рассеяния. При этом диффузионные характеристики носителей определяются только скоростью их поверхностной рекомбинации. Это позволило при исследованиях квантовой структуры GaAs/AlGaAs достичь разрешения 50 нм в плоскости образца [2]. Тем не менее, не стоит пренебрегать тем фактом, что во время подготовки образцов существует большая вероятность образования дефектов решетки. Вследствие этого побочного явления результаты исследований не могут быть признаны абсолютно корректными.

Применение сканирующего туннельного микроскопа предоставляет другую возможность [3–7], основанную на локальной генерации электронно-дырочных пар при низкой энергии внедрения, позволяющей значительно сократить глубину проникновения первичных электронов. В данном случае диффузия носителей также обусловлена только скоростью поверхностной рекомбинации, но вследствие малой интенсивности катодолюминесценции и невозможности определения энергии рассеяния из-за недостаточной изученности траектории движения первичных электронов, этот метод пока еще не может найти широкого применения.

Весьма интересным оказывается применение сканирующей зондовой микроскопии. Как известно, при измерениях топографии поверхностей этим методом в режиме ближнего поля может быть достигнуто горизонтальное разрешение менее 100 нм, которое ограничивается только размером острия зонда.

Сочетание возможностей сканирующей зондовой микроскопии и растровой электронной микроскопии открывает новые возможности в исследованиях материалов и приборных структур. Такая гибридная система позволяет одновременно отображать поверхность образца традиционными средствами РЭМ, возбуждать катодолюминесценцию воздействием электронного луча, исследовать топографию поверхности и получать соответствующее изображение распределения интенсивности катодолюминесценции по поверхности со сверхвысокой разрешающей способностью.

Для разработки такой максимально гибкой гибридной системы сканирующий ближнеполевой оптический микроскоп был модернизирован и адаптирован к установке в исследовательские камеры электронных микроскопов CamScan-S2 и Philips ESEM XL30. Компактность зондовой головки (рис. 1) позволяет установить ее на образцедержателе практически любого электронного микроскопа, сохранив при этом требуемые рабочие расстояния между элементами электронного микроскопа и исследуемым образцом. Унифицированный набор зондов обеспечивает возможность проведения внутри камеры РЭМ исследований методами сканирующей туннельной, атомно-силовой, термосканирующей и ближнеполевой оптической микроскопии. Для удовлетворения требованиям равномер-

ного облучения образца электронным потоком во время сканирования была разработана специальная пространственная геометрия зондовой головки. Образец неподвижно фиксируется на пьезоэлектрическом треногом сканере с максимальной площадью сканирования $74 \times 74 \text{ мкм}^2$. Сканирование поверхности образца осуществляется его перемещением относительно неподвижного зонда и электронного луча. Минимальное поле сканирования в этом случае $1 \times 1 \text{ мкм}^2$. При необходимости анализа отдельных более мелких участков образца и достижения сверхвысокого пространственного разрешения может быть использован сканер с меньшей площадью сканирования, например трубчатый пьезосканер с максимальным полем $900 \times 900 \text{ нм}^2$. В свою очередь, сканер устанавливается на плоском пьезоэлектрическом манипуляторе, при помощи которого осуществляется точное позиционирование образца по осям X и Y в пределах 7 мм в обоих направлениях. Грубое позиционирование зондовой головки производится внутрикамерными механизмами электронного микроскопа. Зонд и образец расположены под углом 60° относительно электронного луча. Такая пространственная геометрия обеспечивает оптимальное облучение зоны контакта, не создавая препятствия потокам первичных и вторичных электронов. При необходимости этот угол легко корректируется наклоном внутрикамерной платформы. Величина наклона зонда относительно образца регулируется двумя микрометровыми винтами. Расстояние Z между зондом и поверхностью образца корректируется шаговым двигателем, управляемым компьютером. Общая настройка положения зонда над образцом производится при открытой камере электронного микроскопа и затем уже в вакууме корректируется с необходимой точностью по изображению на экране монитора РЭМ.

Возбуждение катодоллюминесценции происходит благодаря направленному воздействию острого фокусированного электронного луча на исследуемый образец.

Вследствие неизбежных потерь света в апертуре зонда и низкой интенсивности катодоллюминесцентного излучения метод его регистрации должен быть высокочувствительным, а зонд должен располагаться непосредственно над участком рекомбинации. Блок-схема совмещенной системы показана на рис. 2. В нашем случае для возможности усиления сигнала электронный луч прерывался с частотой 10–25 кГц. Эмитированные фотоны улавливались светочувствительной вершиной зонда и по волоконному световоду передавались через герметичный ввод за пределы вакуумной камеры, где детектировались и преобразовывались в электрический сигнал посредством фотоумножителя Hamamatsu-S636. Затем электрический сигнал через усилитель ITNACO Dynatrac-3 с отношением сигнал/шум порядка 50 поступал на аналоговый вход №2 электронного блока управления зондовым микроскопом. В качестве опорного использовался сигнал от функционального генератора прерывателя луча.

Сверхвысокая разрешающая способность ближнеполевой оптической микроскопии достигается только при использовании зондов с диаметром светочувствительного острия порядка требуемого разрешения. Однако, большинство современных технологий формирования стекловолоконных зондов обладают серьезными недостатками, ограничивающих их применение в ближнеполевой микроскопии. Кроме того, для использования в катодоллюминесцентном анализе к зондам предъявляется ряд дополнительных требований. В ходе многочисленных опытов при облучении таких зондов пер-

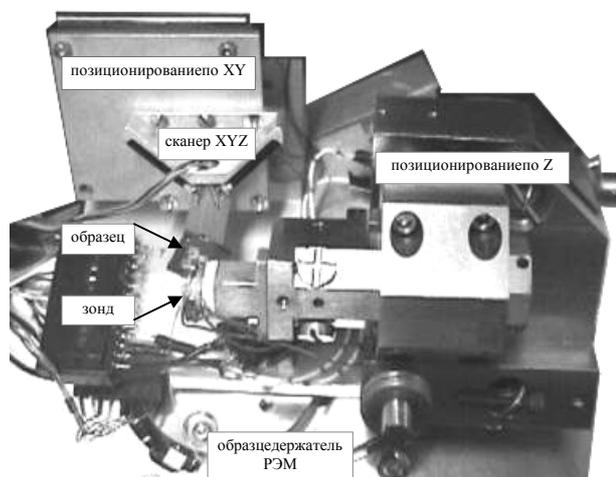


Рис.1. Зондовый блок сканирующего оптического ближнеполевого микроскопа



Рис.2. Блок-схема системы ближнеполевого катодоллюминесцентного микроанализа

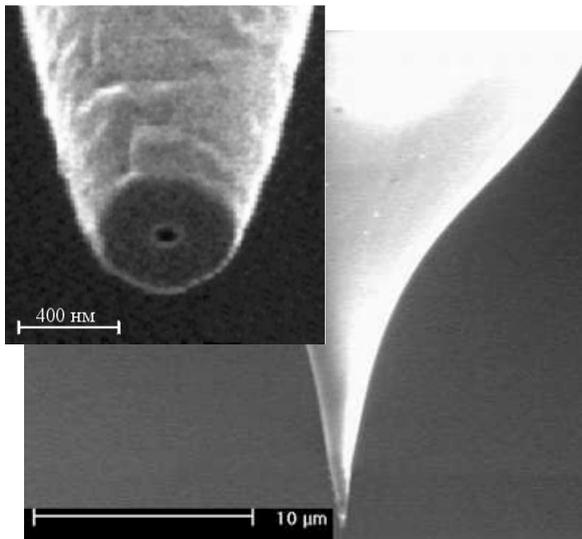


Рис.3. Микрофотографии острия оптоволоконного зонда, покрытого пленкой алюминия и срезанного сфокусированным ионным лучом

вичными, вторичными и обратнорассеянными электронами наблюдаются несколько негативных явлений. Во-первых, эффект накопления отрицательных зарядов на поверхности диэлектрического зонда, следствием которого являются так называемые зарядовые артефакты, искажающие результаты опыта и резко снижающие пространственное разрешение измерений. Во-вторых, сцинтилляция материала сердцевинки волокна, интенсивность которой выше катодоллюминесцентного сигнала минимум на порядок. Эти явления можно предотвратить нанесением металлического покрытия на поверхность волоконного зонда и обеспечением заземляющего контакта с корпусом микроскопа. Зонд клиновидной формы может быть сформирован вытяжкой при нагреве из одномодового оптоволоконного с последующим напылением алюминия. В таком случае только очень маленький участок вершины зонда остается открытым и светочувствительным. Однако, при хороших поляризационных характеристиках потери светового сигнала на этом участке все-таки довольно велики. Это объясняется неполным внут-

ренним отражением света в сердцевине волокна в области, не покрытой пленкой алюминия. Эти потери можно уменьшить, используя полностью покрытый алюминиевой пленкой клиновидный зонд с точечным отверстием в пленке на вершине зонда.

Такое отверстие может быть получено при распылении пленки сфокусированным ионным лучом в направлении осевой линии волокна. Этот метод, предложенный впервые Мураниси (Muranishi), в настоящее время успешно опробован несколькими исследовательскими группами. Несомненным преимуществом метода является возможность изменения диаметра отверстия путем контроля размера ионного пятна. Однако точное определение расположения центра сердцевинки волокна осложняется наведенной при формировании конуса асимметрией. В данной работе качественное субмикронное отверстие получалось при поперечном срезании вершины конуса ионным лучом на расстоянии 10 нм от острия (рис. 3). Обычно этот срез соответствует толщине нанесенной пленки, препятствующей прохождению светового пучка.

Расстояние, поддерживаемое между зондом и поверхностью образца, должно быть возможно минимальным, – таким, чтобы поддерживался эффект ближнего поля, но в то же время безопасном с точки зрения поломки зонда. Для определения, контроля и регулирования этой дистанции с субнанометровой точностью был модернизирован метод Карраи–Гробера (Karrai and Grober) [8], основанный на регистрации мельчайших колебаний зонда. В таком случае зонд крепится посредством клея на один из штырей пьезоэлектрического резонатора (рис. 2). Затем этой системе с помощью пьезокерамического осциллятора, расположенного в основании её держателя, сообщается постоянное механическое колебание с резонансной частотой (около 100 кГц). Когда зонд приближается вплотную к поверхности образца, он оказывается под воздействием сдвигающих сил. Чем меньше зазор, тем больше силы взаимодействия и тем больше изменяется амплитуда и фаза собственных колебаний зонда. Ее изменение приводит к возникновению электрического сигнала в пьезорезонаторе.

Таким образом, зазор между щупом и образцом теперь может контролироваться по изменению амплитуды электрического сигнала на контактах пьезоэлектрического резонатора. Такой метод обычно применяется при большой амплитуде колебаний. В случае же относительно слабых сигналов или необходимости повышенной чувствительности для стабилизации обратной связи при бесконтактных исследованиях используется метод регистрации фазы. Для более точного измерения отслеживаются одновременно фаза и величина демодулированного сигнала. Так как добротность используемого резонатора очень высока ($Q \sim 300$), и значительно возрастает ($Q \sim 800$) в вакуумированной камере электронного микроскопа, то возбуждение и регистрация колебаний должны осуществляться с применением оборудования с высокостабильными частотными характеристиками. Выделенный сигнал через предварительный селективный усилитель поступает на вход малошумящего усилителя

ITHACO Dynatrac-3 и затем на аналоговый вход №1 блока управления зондовым микроскопом (Topometrix ECU-PLUS), где используется в качестве сигнала обратной связи. Опорный сигнал снимается с задающего генератора колебаний пьезоосциллятора.

Два принципиально различных режима сканирования реализованы в настоящей системе. В первом случае, режиме сканирующего зонда, поверхность образца под зондом равномерно облучается сфокусированным потоком высокоэнергетичных электронов. Одновременно пьезоэлектрический сканер осуществляет растровое перемещение образца по отношению к положению зонда и пятну электронного луча. Оптоволоконный зонд при сканировании выполняет как функции детектирования топографии поверхности, так и сбора и передачи потока эмитированных фотонов. Результатом исследований являются изображения объемной топографии участка поверхности и распределения интенсивности катодолюминесценции на этом участке. Так как уровень возбуждения приблизительно одинаков во всех позициях на поверхности образца, то процессы диффузии носителей могут быть игнорированы в рамках сканируемого поля, и пространственное разрешение зависит только от детектируемой области и диаметра светочувствительного острия зонда.

Во втором случае, режиме сканирующего луча, положение оптоволоконного зонда остается постоянным над поверхностью образца, в то время как сфокусированный электронный луч сканирует поверхность образца растровым образом. Это приводит к генерации избыточных пар носителей заряда в материале образца в непосредственной близости от апертуры зонда, и затем к их диффузионному дрейфу вследствие градиента их концентрации. После этого могут иметь место как безызлучательный, так и излучательный рекомбинационный процессы. Полагая, что количество основных носителей заряда в любой точке образца превышает плотность неосновных носителей на несколько порядков, рекомбинация носителей будет эффективно определяться переменными состояниями неосновных носителей. Путем измерения экспоненциального затухания детектируемого катодолюминесцентного сигнала как функции расстояния между пятном электронного луча и острием зонда диффузия неосновных носителей может быть определена корректно, и при этом отпадает классическая необходимость формирования электрических контактов на образце. Исследование процесса затухания катодолюминесценции после выключения электронного луча позволяют определить время жизни неосновных носителей заряда. Определив диффузионную длину и время жизни неосновных носителей можно рассчитать коэффициент диффузии:

$$D_{n,p} = L^2_{n,p} / \tau$$

Учитывая тот факт, что полупроводники в состоянии теплового равновесия являются невырожденными, т.е. $n \ll N_C$ или $p \ll N_V$ соответственно, то дрейфовая подвижность неосновных носителей может быть определена из уравнения Эйнштейна:

$$D_{n,p} = (kT/\tau) \mu_{n,p}$$

Для проведения спектральных исследований используется набор сменных фильтров, либо истинных красный-синий-зеленый, либо полосовых фильтров, соответствующих узким спектральным диапазонам характерным каждому образцу. Блок с набором фильтров, обеспечивающий их упрощенную смену, интегрирован в оптическую систему и расположен непосредственно перед фотоумножителем.

Критическим фактором при проведении измерений является стабильность системы. Так для последовательного наложения изображений сигналов, подвергнутых цветовой фильтрации, и получения интегральной картины необходимо произвести несколько (обычно 4) завершённых процесса сканирования, и при чем одной и той же строго заданной области образца. Зарядовый эффект, возникающий при облучении электронами, значительно усложняет эту задачу. Эта проблема отсутствует при использовании растровых электронных микроскопов класса Philips ESEM (Environmental Scanning Electron Microscope) и Hitachi NSEM (Environmental Scanning Electron Microscope), оперирующих при низком давлении, а также в атмосфере газов либо жидкости.

Литература

1. Balk, L. J. and Heiderhoff, R. J. Scanning Microscopy **9** (1995), 103-111
2. Betzig, E. and Chichester, R. J. Science **262** (1993) No. 5138, 1422-1428
3. Collins, A. T. Diamond and Rel. Mat. **1** (1992), 457-469
4. Cramer, R. M., Ebinghaus, V., Heiderhoff, R., and Balk, L. J. J. Phys. D, Appl. Phys. **31** (1998), 1918-1922
5. Cramer, R. M., Heiderhoff, R., Selbeck, J., and Balk, L. J. Inst. Phys. Conf. Ser. **157** (1997), 685-688
6. Heiderhoff, R., Cramer, R. M., and Balk, L. J. 1996 IEEE Int. Reliab. Phys. Proc. (1996), 366-369
7. Hess, H. F., Betzig, E., Harris, T. D., Pfeiffer, L. N., and West, K. W. Science **264** (1994) No. 5166, 1740-1745
8. Karrai, K. and Grober, R. DAppl. Phys. Lett. **66** (1995) No. 14, 1842-1844