

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова

Физический факультет

Кафедра физической электроники

На правах рукописи

Купреенко Степан Юрьевич

Электронная спектроскопия материалов и микроструктур в сканирующем
электронном микроскопе

01.04.04 – физическая электроника

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

д. ф.-м. н., проф. Рау Э.И.

Москва – 2017

Оглавление

Введение	5
Глава 1 Основные закономерности эмиссии обратнорассеянных и вторичных электронов (Обзор)	10
§ 1.1 Угловые зависимости коэффициентов отражения и вторичной эмиссии электронов для массивных мишеней	10
1.1.1 Основные зависимости коэффициента отражения электронов	10
1.1.2 Параметрические зависимости коэффициента вторичной эмиссии электронов	15
§ 1.2 Угловые зависимости энергетических спектров отражённых и вторичных электронов	21
1.2.1 Угловые зависимости спектров отражённых электронов	22
1.2.2 Угловые зависимости спектров вторичных электронов	24
§ 1.3 Зависимости коэффициента отражения для свободных плёнок и структур типа “плёнка на подложке”	29
§ 1.4 Анализ существующих методов восстановления профиля поверхности	31
Глава 2 Некоторые прикладные вопросы спектроскопии отражённых и вторичных электронов от проводящих мишеней в СЭМ	35
§ 2.1 Уточнение характеристических параметров отражённых электронов для массивных и плёночных образцов	35
2.1.1 Расчёт коэффициента отражения для плёночных структур	35
2.1.2 Эмпирическое выражение для энергетических спектров отражённых электронов.....	38
2.1.3 Эмпирические выражения для наиболее вероятной и средней энергии отражённых электронов	41
§ 2.2 Оптимизация кольцевых детекторов обратнорассеянных электронов в СЭМ.....	44
2.2.1 Задача исследования	44
2.2.2 Расчёт оптимальных параметров кольцевых детекторов	45
2.2.3 К вопросу о разделении топографического от композиционного контрастов	52

§ 2.3 Определение толщин плёночных покрытий по интегральному сигналу отражённых электронов	55
§ 2.4 Определение толщин ультратонких поверхностных плёнок по энергетическим спектрам ОЭ	57
2.4.1 Экспериментальные результаты.....	58
2.4.2 Выбор метода определения толщин плёночных покрытий по энергетическим спектрам отражённых электронов	66
§ 2.5 Трёхмерная реконструкция профиля поверхности в отфильтрованных по энергии отражённых и вторичных электронах	69
2.5.1 Предпосылки создания метода трёхмерной реконструкции рельефа поверхности в отфильтрованных по энергии вторичных и отражённых электронах.....	69
2.5.2 Эксперимент	71
Глава 3 Электронная спектроскопия диэлектрических мишеней при электронном облучении	80
§ 3.1 Критический анализ основных противоречий традиционных моделей зарядки диэлектрических мишеней. Постановка задачи	81
§ 3.2 Методики экспериментов.....	84
3.2.1 Выбор методов определения поверхностных потенциалов диэлектрических мишеней в СЭМ	84
3.2.2 Оценка зарядовых потенциалов по сигналам катодолюминесценции и обратноотражённых электронов	93
§ 3.3 Экспериментальные результаты и расчётные оценки	101
3.3.1 Экспериментальные характеристики зарядки различных типов диэлектриков.....	101
3.3.2 Расчёт электростатического потенциала в модели двухслойного распределения заряда	104
§ 3.4 Новый сценарий кинетики зарядки диэлектрических мишеней при электронном облучении	107
§ 3.5 Особенности зарядки диэлектрических мишеней, предварительно облучённых ионами и электронами	113
3.5.1 Постановка задачи, решаемые проблемы.....	113
3.5.2 Образцы и методика экспериментов.....	116
3.5.3 Результаты измерений.....	117

3.5.4 Обсуждение результатов исследований предварительно облучённых мишеней	122
Основные результаты и выводы:.....	128
Список публикаций по теме диссертации.....	129
Список цитируемой литературы	131

Актуальность темы

Развитие современной микро- и нанoeлектроники невозможно без адекватного сопровождения новых контрольно-измерительных методов и аппаратуры для локальной диагностики микроструктур и исследования их электрофизических свойств. Среди методов характеристики новых материалов и приборных устройств в области нанотехнологий уже многие годы приоритетную роль играет сканирующая электронная микроскопия. Но пока что не все известные возможности стандартного сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) с его остросфокусированным электронным зондом полностью удовлетворяли всё растущим запросам и потребностям исследователей в области микроэлектроники и других смежных микро- и нанотехнологиях.

В частности, в СЭМ почти не использовалась аналитическая электронная спектроскопия, которая требует, как правило, наличия высокого вакуума (10^{-9} Торр) и энергоанализаторов с хорошим разрешением (доли эВ). Оба эти требования отсутствовали долгое время в СЭМ, где вакуум порядка 10^{-6} Торр, но некоторые эксперименты могут обходиться без этих условий и в тоже время давать новую богатую информацию о свойствах, структуре и физических явлениях в изучаемых микрообъектах.

Осуществление электронной спектроскопии в СЭМ, проведённое в диссертационной работе, значительно расширяет возможности количественной сканирующей электронной микроскопии и позволяет получать новую информацию при диагностике микро- и наноструктур.

Дополнительные возможности электронная спектроскопия предоставляет также при изучении диэлектрических материалов в СЭМ. При таких исследованиях возможны контролируемые эксперименты по изучению механизмов зарядки диэлектрических мишеней под воздействием электронного облучения. Указанная проблема весьма актуальна во многих областях науки и техники: в радиационной физике, аналитических методах с помощью пучков заряженных частиц, в электронной литографии, в области обеспечения надёжности космических аппаратов, в ядерных и плазменных устройствах. Многие нюансы электронно-зондовой зарядки диэлектрических мишеней оставались до настоящего времени непрояснёнными. Новые результаты исследований в этой области, представленные в настоящей работе, снимают ряд

важных дискуссионных вопросов и способствуют исчерпывающему пониманию многогранного явления электронной зарядки диэлектрических мишеней.

Цели и задачи исследования

- физическое обоснование методов спектроскопии вторичных и отражённых электронов в СЭМ на основе анализа и уточнения выражений для параметров эмиссионных характеристик электронов и выводе новой полуэмпирической формулы для электронных энергетических спектров.

- усовершенствование методов измерений толщин ультратонких локальных плёнок с помощью дифференциальных и интегральных коэффициентов отражения электронов.

- разработка нового конструктивного решения для повышения эффективности детектирования отражённых электронов.

- обоснование новой физико-технической модели трёхмерной реконструкции микротопологии поверхности образцов по данным сигналов энергетически отфильтрованных вторичных и отражённых электронов.

- анализ механизмов и кинетики зарядки диэлектрических мишеней пучками электронов средних энергий, устранение противоречий в предыдущих известных моделях.

- изучение закономерностей электронной зарядки диэлектриков после их предварительного ионного и электронного облучения с различными дозами.

Научная новизна результатов

1. На основе анализа и необходимой модификации выражений для параметра затухания электронов в твёрдом теле и наиболее вероятной глубины отражения обратнорассеянных электронов получена полуэмпирическая формула для энергетических спектров, пригодная для практических применений.

2. Предложена и рассчитана новая конструктивная конфигурация кольцевого детектора отражённых электронов с переменными углами наклона и ширинами составляющих колец, позволяющая в разы повысить эффективность детектора.

3. Обоснованы и реализованы методы определения толщин ультратонких локальных плёнок, нанесённых на массивные подложки, по измерениям интегральных или дифференциальных коэффициентов отражения электронов. Показаны преимущества метода, основанного на зависимости относительной амплитуды энергетических спектров ОЭ от толщины плёнки, по

сравнению с традиционным методом, основанном на знании интегральных коэффициентов.

4. Указаны возможности и перспективы нового подхода к проблеме трёхмерной реконструкции топологии поверхности микроструктур, основанного на детектировании энергетически отфильтрованных вторичных или отражённых электронов.

5. Предложено два новых метода определения потенциалов зарядки поверхности диэлектрических мишеней на основе сигналов катодоллюминесценции и средней энергии ОЭ.

6. Теоретически и экспериментально изучен новый сценарий кинетики зарядки диэлектрических мишеней, впервые учитывающий эффект повышения эмиссии вторичных электронов за счёт термализованных свободных первичных электронов, ускоренных в поле дипольного слоя зарядов облучаемой диэлектрической мишени.

7. Выявлена специфика в кинетике зарядки диэлектрических образцов Al_2O_3 (сапфир), Al_2O_3 (керамика) и монокристалла SiO_2 , подвергнутых предварительной ионной и электронной бомбардировке.

Научная и практическая значимость работы

заключается в том, что полученные модифицированные выражения для ряда параметров обратного рассеяния электронов позволили применять сравнительно простые аналитические выражения для прикладных исследований и экспресс-оценок энергетических спектров отражённых электронов, толщин тонких плёночных покрытий, коэффициентов отражения и средней энергии отражённых электронов.

После полной реализации нового подхода по трёхмерной реконструкции топологии поверхности микроструктур сканирующая электронная микроскопия получит новый количественный метод трёхмерной визуализации микро-рельефа, т.е. практически новый режим работы СЭМ с интересными и важными информативными возможностями.

Раскрытие новых нюансов процесса электронной зарядки диэлектрических мишеней позволяет предсказывать такие практически важные характеристики, как критические потенциалы зарядки поверхности, пробойные напряжения, количество аккумулируемых зарядов, дозовые зависимости зарядки, что важно в космической технике, радиационно-чувствительной микроэлектронике, электронно- и ионнопучковых технологиях.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Получение полуэмпирических аналитических выражений для ряда характеристических параметров отражённых электронов, а также их энергетических спектров
2. Оптимизация конфигурации кольцевых полупроводниковых детекторов отражённых электронов в сканирующем электронном микроскопе с целью повышения их эффективности

3. Усовершенствование методов измерения толщин ультратонких локальных плёночных покрытий по измерениям интегральных и дифференциальных коэффициентов отражённых электронов
4. Разработка новой методики трёхмерной реконструкции топографического рельефа поверхности микроструктур на основе регистрации сигналов энергетически отфильтрованных вторичных и отражённых электронов
5. Объяснение сценария зарядки диэлектрических мишеней при электронном облучении с учётом одновременного измерения всех кинетических характеристик: вторичной электронной эмиссии, поверхностного потенциала, аккумулируемого заряда
6. Предложение и объяснение новой модели усиления эмиссии вторичных электронов в диэлектрических мишенях за счёт первичных термализованных свободных электронов (псевдо-Малтер эффекта)
7. Изучение влияния предварительного облучения диэлектрика ионными и электронными пучками на специфику кинетики электронно-зондовой зарядки

Достоверность результатов

подтверждается согласием с широким спектром как экспериментальных работ, так теоретических исследований из обширного списка цитируемой литературы.

Апробация работы

Основные научные результаты работы докладывались на российских и международных конференциях и симпозиумах, в том числе:

- 18th International Microscopy Congress (IMC 2014), Prague, Чехия, 7-12 сентября 2014
- XXV Российская конференция по электронной микроскопии., г. Черноголовка, 2014
- International conference «Micro- and Nanoelectronics - 2014» (ICMNE-2014), Moscow-Zvenigirod, Russia, Россия, 2014
- XIX Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел (РЭМ - 2015) и 3-я Школа молодых ученых "Современные методы электронной и зондовой микроскопии в исследованиях наноструктур и наноматериалов", г. Черноголовка Московской обл., Россия, 1-5 июня 2015
- XXVI Российская конференция по электронной микроскопии и в рамках Конференции 4-я Школа молодых учёных «Современные методы электронной и зондовой микроскопии в исследованиях наноструктур и наноматериалов», г. Москва, Зеленоград, Россия, 30 мая - 3 июня 2016
- The 16th European Microscopy Congress, Лион, Франция, 28 августа - 2 сентября 2016
- International Conference "Micro- and nanoelectronics - 2016", October 3 - 7, 2016, Moscow-Zvenigorod, Russia, Москва- Звенигород, Россия, 3-7 октября 2016

По теме диссертации опубликовано 13 работ (5 статей из рекомендуемого перечня ВАК и 8 тезисов докладов на конференциях), список которых приведён в конце диссертации и автореферата.

Личный вклад автора

Приведённые в работе теоретические расчёты, а также результаты экспериментальных исследований получены лично автором или при его непосредственном определяющем участии. Часть экспериментов выполнена автором совместно с сотрудниками лаборатории сканирующей электронной микроскопии кафедры физической электроники Московского Государственного Университета имени М.В. Ломоносова.

Структура диссертационной работы

Диссертация состоит из введения, трёх глав и заключения. Полный объём диссертации составляет 145 страниц с 71 рисунком и 2 таблицами. Список литературы содержит 188 наименований.

Глава 1 Основные закономерности эмиссии обратнорассеянных и вторичных электронов (Обзор)

§ 1.1 Угловые зависимости коэффициентов отражения и вторичной эмиссии электронов для массивных мишеней

Одними из важнейших параметров при описании взаимодействия электронного пучка с веществом в сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) являются коэффициенты отражения η и вторичной эмиссии δ . Они определяются как отношение числа обратнорассеянных электронов к числу электронов пучка, падающих на образец, и отношение числа выбитых из вещества вторичных электронов к числу электронов первичного пучка соответственно (по соглашению принято делить эмитированные с поверхности электроны на вторичные с энергией менее 50 эВ и обратнорассеянные или отражённые с энергией от 50 эВ до энергии электронов первичного пучка E_0). Краткие сведения о зависимостях коэффициентов отражения и вторичной эмиссии будут приведены в настоящем обзоре, более подробно с ними можно ознакомиться в следующих работах: [1] – для отражённых электронов, [2] – для вторичных.

Отметим также, что всюду далее по тексту параграфов 1.1 и 1.2 мы будем иметь дело с массивными мишенями. Массивными образцами принято считать те образцы, толщина которых больше половины максимальной глубины проникновения электронов при данной энергии первичного пучка E_0 .

1.1.1 Основные зависимости коэффициента отражения электронов

Коэффициент отражения η монотонно возрастает с ростом порядкового номера материала мишени Z , при этом по мере увеличения Z скорость изменения η уменьшается. Оценить его можно по следующей формуле [3]:

$$\eta_0(Z) = 2^{-9/\sqrt{Z}}. \quad (1.1)$$

Формулу (1.1) можно уверенно использовать для высоких энергий ($E_0 \geq 30$ кэВ), где коэффициент отражения практически не зависит от E_0 вплоть до значительных величин [4, с. 75]. Попытка применить формулу (1.1), к примеру, для $E_0 = 20$ кэВ, приведёт к достаточно точным значениям η_0 для тяжёлых элементов ($Z > 30$), но завышенным для лёгких ($Z < 30$). К примеру, для алюминия ($Z = 13$) ошибка в определении η_0 порядка 16 %. Тем не менее, при $E_0 = 10$ кэВ точность формулы (1.1) не хуже 4 % для любого элемента.

В [5] отмечено, что коэффициент отражения в интервале энергий первичного пучка E_0 от 5 до 50 кэВ, активно используемом в СЭМ, изменяется не более чем на 10 %. Для более низких энергий всё усложняется аномальным поведением коэффициента отражения — по мере уменьшения E_0 коэффициент отражения лёгких элементов растёт, а тяжёлых уменьшается [4, 6, 7] (рис. 1.1), при этом начиная с 1 кэВ нарушается монотонная зависимость $\eta(Z)$ при фиксированном значении E_0 . Поэтому остро встаёт вопрос поиска зависимости $\eta(Z, E_0)$.

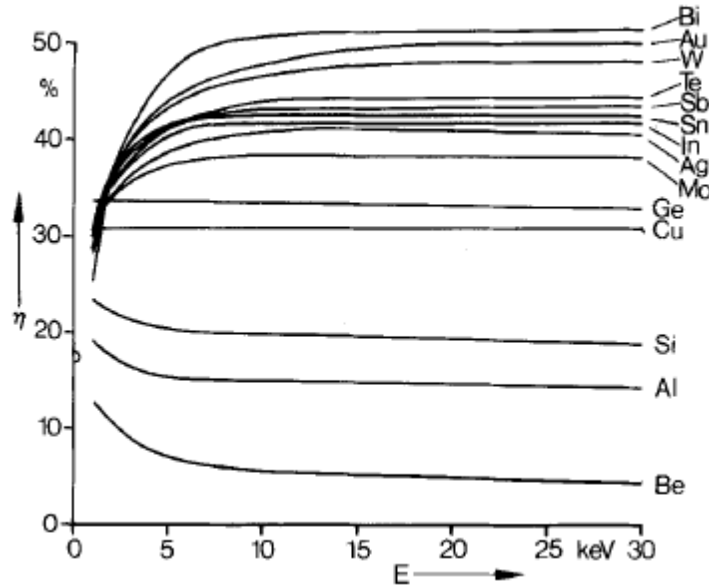


Рис. 1.1 Зависимость коэффициента η от энергии первичных электронов E_0 в области от 1 до 30 кэВ для мишеней с различными Z [7].

В работе [8] предложено следующее выражение:

$$\eta_0(Z, E_0) = C E_0^m, \quad (1.2)$$

где $m(Z) = 0.1382 - 0.9211/\sqrt{Z}$, $C(Z) = 0.1904 - 0.2235 \ln Z + 0.1292(\ln Z)^2 - 0.01491(\ln Z)^3$. Данная формула справедлива для $E_0=4-40$ кэВ.

В случае наклонного падения пучка электронов с энергией E_0 под углом α к поверхности можно пользоваться следующей формулой [9]:

$$\eta_\alpha = 0.891(\eta_0/0.891)^{\cos \alpha}, \quad (1.3)$$

где η_0 — коэффициент отражения в случае нормального падения, который удобней вычислять по формуле (1.2).

Из формулы (1.3) следует, что коэффициент отражения η_α монотонно возрастает с увеличением угла падения, и это возрастание тем быстрее, чем меньше величина η_0 . Отсюда следовало бы ожидать, что для случая $E_0 \geq 5$ кэВ рост слабо зависит от E_0 , а в области более низких энергий увеличивается для тяжёлых элементов ($Z > 30$) и уменьшается для лёгких ($Z < 30$), что подтверждают данные из [10, 11] (см. рис. 1.2).

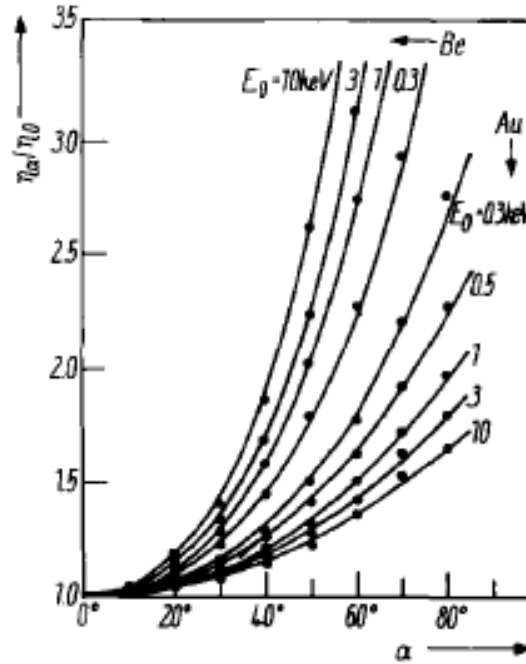


Рис. 1.2 Увеличение коэффициента отражения в зависимости от угла падения α и энергии электронов E_0 для мишеней из Be и Au [10].

В первом приближении можно искать зависимость коэффициента отражения от угла падения в виде:

$$\eta_\alpha = \eta_0 \exp[A(1 - \cos \alpha)], \quad (1.4)$$

где $A = \ln(\eta_0^{-1})$ [10].

Более точное выражение, учитывающее зависимость коэффициента отражения от энергии падающих электронов, получено в [12] подстановкой следующих формул в соотношение (1.4):

$$A = k(E_0) \ln(\eta_0^{-1}), \text{ где}$$

$$k(E_0) = 1 - \exp(-1.83 E_0^{1/4}), \quad (1.5)$$

$$\eta_0 = \beta [1 - \exp(-6.6 * 10^{-3} \beta^{-5/2} Z)], \beta = 0.40 + 0.065 \ln(E_0).$$

Стоит отметить, что выражение для η_0 в (1.5) достаточно хорошо аппроксимирует экспериментальные данные в диапазоне энергий $0.5 \leq E_0 \leq 30$ кэВ.

Возвращаясь к нашей подстановке, в итоге получим:

$$\eta_\alpha = \eta_0^{[1-k(1-\cos\alpha)]} \quad (1.6)$$

Данная формула справедлива для $Z \geq 4$, $0 \leq \alpha \leq 60^\circ$, $0.5 \leq E_0 \leq 100$ кэВ.

В случае нормального падения распределение отражённых электронов по углам выхода θ (угол выхода – угол между нормалью к поверхности и направлением движения электронов) можно аппроксимировать формулой Ламберта [13, 14]:

$$d\eta(\theta) = \frac{\eta_0}{\pi} \cos \theta d\Omega, \quad (1.7)$$

где $d\Omega = 2\pi \sin\theta d\theta$ – телесный угол сбора электронов. При этом, если для $E_0 \geq 5$ кэВ экспериментальные распределения [13; 15, с. 147; 16] слабо отличаются от «закона косинуса», то для низких энергий наблюдается более сильная зависимость для мишеней из тяжёлых элементов [17].

В случае наклонного падения пучка электронов теряется симметрия по азимутальному углу φ , и по мере увеличения угла падения шарообразное косинусное распределение трансформируется в некое подобие эллипсоида, вытянутого приблизительно в направлении угла отражения. В работе [18] можно ознакомиться с трёхмерной реконструкцией экспериментальных данных [13], демонстрирующей такое распределение. Для аппроксимации они пользовались зависимостью

$$\frac{d\eta}{d\theta} = a \sin(\theta) (\cos(\theta))^b \exp(-c \cos(\theta)), \quad (1.8)$$

где a , b и c – сложные функции, зависящие от Z , E_0 и α . Она хороша лишь как качественное представление реального распределения, так как при интегрировании по θ она не воспроизводит результаты последующей за [13] работы [9] и формулу (1.3) в частности, при этом являясь интерполяцией экспериментальных данных всего для двух элементов: алюминия и золота.

В работе [19] продемонстрирована трёхмерная реконструкция углового распределения отражённых электронов от наклонённых образцов, с той лишь поправкой, что его измерение проводилось кремниевым лавинным диодом,

имеющим порог регистрации в 2 кэВ, из-за чего измеренные значения коэффициента отражения оказались на 3-10 % меньше.

Также стоит отметить, что при наклонном падении, в отличие от случая нормального падения, характер зависимости углового распределения электронов существенно зависит от материала мишени. С детальным исследованием этой и других зависимостей угловых распределений отражённых электронов можно ознакомиться в работе [16]. В статье [19] разобран случай многокомпонентных мишеней.

Удобной формой представления угловых распределений являются полярные диаграммы (см. рис. 1.3). Они показывают количество отражённых электронов под углом выхода θ к нормали облучаемой поверхности в плоскости падения. Полярная диаграмма при нормальном падении представляет из себя окружность (рис. 1.3а), при наклонном – фигуру похожую на эллипс (рис. 1.3б, 1.3в).

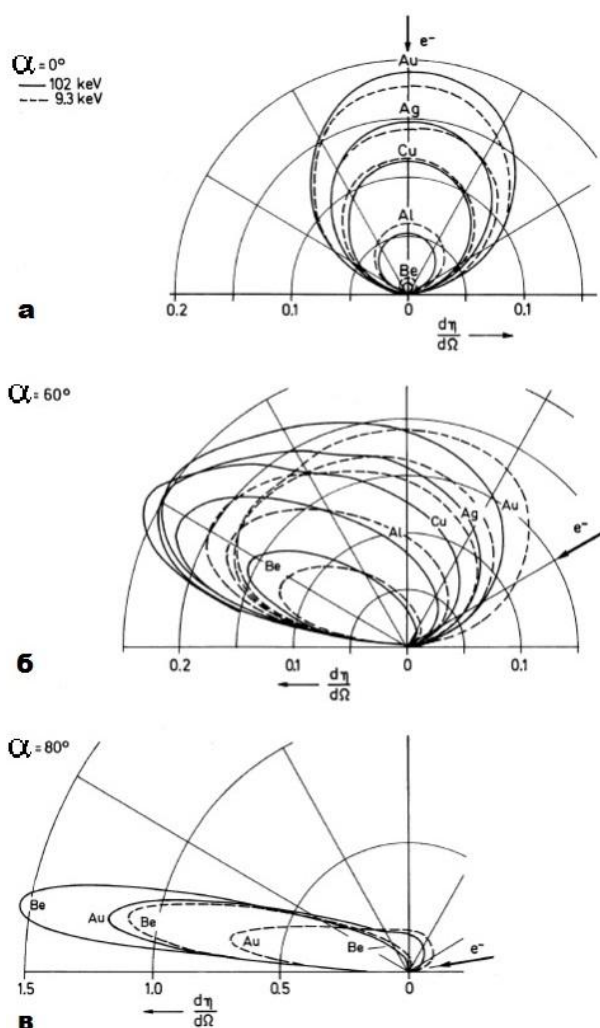


Рис. 1.3 Полярные диаграммы $d\eta/d\Omega$ для различных углов падения: а) $\alpha = 0^\circ$ (нормальное падение), б) $\alpha = 60^\circ$, в) $\alpha = 80^\circ$ (— $E_0 = 100 \text{ кэВ}$, - - - $E_0 = 9.3 \text{ кэВ}$) [15, с. 147].

1.1.2 Параметрические зависимости коэффициента вторичной эмиссии электронов

Для коэффициента вторичной эмиссии δ_0 , в отличие от коэффициента отражения η_0 , ни при какой фиксированной энергии первичного пучка E_0 нет монотонной зависимости от порядкового номера материала мишени Z . Однако форма зависимости $\delta(Z)$ (расположение экстремумов, см. рис. 1.4) аналогична зависимостям $\rho(Z)$ или $\rho/A_0=f(Z)$ (ρ – плотность, A_0 – атомный вес), а закономерности, касающиеся расположения элементов в периодической таблице отмечены в работе [20].

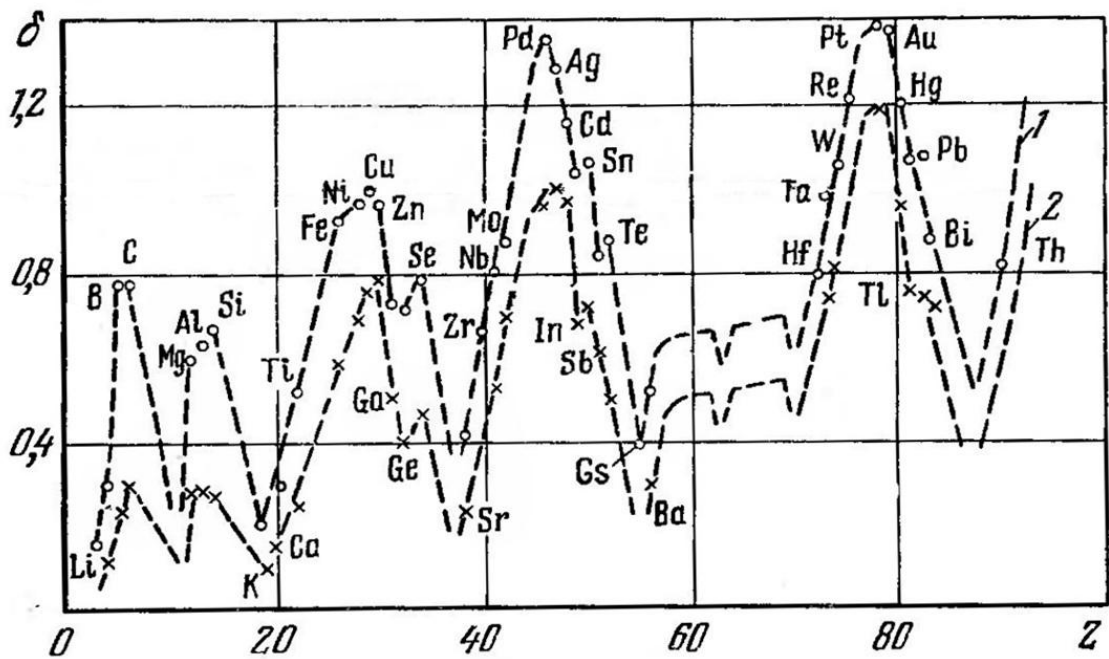


Рис. 1.4 Зависимости $\delta(Z)$: 1 – $E_0 = 0.5$ кэВ, 2 – $E_0 = 2$ кэВ [4, с. 150-155].

Что касается зависимости $\delta(E_0)$, то её график представляет из себя кривую с максимумом $\delta_m = 0.35 - 1.6$ для металлов и $1 - 10$ для диэлектриков при энергиях $E_m = 100 - 800$ эВ и $300 - 2000$ эВ, соответственно (рис. 1.5). Она носит универсальный характер и представима в виде $\delta/\delta_m = f(E_0/E_m)$ [21]. При этом отношение $\delta_m/E_m \approx 2$ кэВ⁻¹ – согласно [22], практически константа для любого Z из-за следующих зависимостей:

$$\delta_m = 0.12Z^{1/15}I^{4/5}(1 + 1.26\eta_0), \quad (1.9)$$

$$E_m = 57.9Z^{1/15}I^{4/5}(1 + 5\eta_0^2)^{4/5} \text{ эВ},$$

где I – первый ионизационный потенциал в эВ.

Однако, используя данные из таблиц экспериментальных значений [2] и результатов моделирования Монте-Карло [23], можно показать, что вели-

чина δ_m/E_m может несколько отличаться от значения в 2 кэВ^{-1} . Данное несоответствие могло возникнуть по причине различия условий проведения экспериментов разными авторами. Как отмечается в работе [23], опираясь на базу данных [24], измеренные величины δ_m имеют очень большой разброс значений.

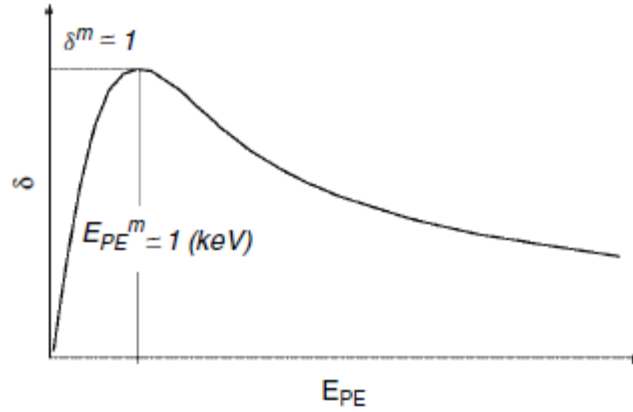


Рис. 1.5 Схематическая зависимость коэффициента ВЭ δ от энергии первичного пучка E_0 [23].

Чтобы устранить указанные противоречия и получить удобное выражение для зависимости коэффициента ВЭ δ от энергии первичного пучка E_0 , в работе [23] предлагается использовать следующую известную полуэмпирическую модель с набором параметров, рассчитанных методом Монте-Карло. Предположим, что выход ВЭ δ определяется формулой

$$\delta = \int_0^R n(z, E_0) p(z) dz, \quad (1.10)$$

где $n(z, E_0)$ — число ВЭ создаваемых на глубине z первичными электронами с энергией E_0 , $p(z)$ — вероятность того, что генерированные на глубине z ВЭ покинут поверхность, R — максимальная глубина проникновения первичных электронов.

Вероятность выхода ВЭ с глубины z в вакуум определяется соотношением:

$$p(z) = K \exp\left(-\frac{z}{\lambda}\right), \quad (1.11)$$

где λ — средняя глубина выхода ВЭ. Как правило, полагается $K = 0.5$. Значения λ , рассчитанные в [23] методом Монте-Карло, можно сопоставить с формулой из [22]:

$$\lambda = \frac{0.267 A_0 I}{\rho Z^{2/3}} \text{ нм} , \quad (1.12)$$

где A_0 и Z – атомный вес и порядковый номер элемента, ρ – плотность вещества, выраженная в г/см³, I – первый ионизационный потенциал в эВ.

Функция $n(z, E_0)$ предполагается пропорциональной средним потерям энергии E первичным электроном на единицу длины пути dz :

$$n(z, E_0) = -\frac{1}{E_i} \frac{dE}{dz} , \quad (1.13)$$

где E_i – энергия генерации ВЭ.

Простейшим выражением является приближение постоянной скорости потерь энергии (отсутствует зависимость от глубины z) [25]:

$$-\frac{dE}{dz} = \frac{E_0}{R} . \quad (1.14)$$

Это допущение справедливо, так как с ростом глубины не только увеличиваются средние потери энергии на единицу длины пути для отдельного электрона, попавшего на эту глубину, но и уменьшается число таких электронов.

После интегрирования выражения (1.10) с учётом (1.11), (1.13), (1.14) имеем:

$$\delta = 0.5 \frac{E_0}{E_i} \frac{\lambda}{R} (1 - e^{-R/\lambda}) . \quad (1.15)$$

Глубину пробега первичных электронов R предлагается вычислять по формуле:

$$R = \frac{B}{\rho} E_0^n , \quad (1.16)$$

где $n=1.67$, $B=76$ нм для E_0 выраженной в кэВ и плотности материала мишени ρ в г/см³ [26].

В работе [27] также показано, что пробег первичных электронов зависит степенным образом от энергии E_0 , однако степень и материальная константа зависят от интервала энергий. Так для $E_0 < 800$ эВ $n=1$, для $E_0 = 800$ эВ – 2 кэВ $n=1.33$, для $E_0 = 2$ кэВ – 10 кэВ $n=1.5$, для $E_0 = 10$ кэВ – 1 МэВ $n=1.67$. Т.е. формулу (1.16) можно смело использовать для $E_0 \geq 10$ кэВ.

В [28] была получена величина δ_m , соответствующая значению E_m , посредством дифференцирования уравнения аналогичного (1.15), при этом показано, что в максимуме:

$$\frac{R}{\lambda} = \left(1 - \frac{1}{n}\right) (e^{R/\lambda} - 1). \quad (1.17)$$

Так для $n=1.67$ получим $R=1.614\lambda$. Подставив данное соотношение в (1.16) имеем:

$$E_m \approx \frac{0.33}{E_i} \left(\frac{\rho\lambda}{B}\right)^{0.60}. \quad (1.18)$$

Подстановкой (1.18) в (1.15) получим:

$$\delta_m \approx \frac{0.33}{E_i} \left(\frac{\rho\lambda}{B}\right)^{0.60}. \quad (1.19)$$

Поделив (1.19) на (1.18), имеем:

$$\frac{\delta_m}{E_m} = \frac{0.248}{E_i}. \quad (1.20)$$

Чтобы избавиться от, как правило, неизвестных величин λ и E_i , предлагается скомбинировать уравнения (1.15), (1.16), (1.18), (1.19) в более универсальную зависимость:

$$\frac{\delta}{\delta_m} = 1.28 \left(\frac{E_0}{E_m}\right)^{-0.67} \left(1 - \exp\left(-1.614 \left(\frac{E_0}{E_m}\right)^{1.67}\right)\right). \quad (1.21)$$

Зависимость от угла падения можно получить простой заменой в уравнениях R на $R\cos\alpha$ [29, 30], что связано с уменьшением эффективной глубины проникновения первичных электронов при наклонном падении. В сканирующей электронной микроскопии, как правило, $E_0 \gg E_m$. Тогда в этом приближении имеем $\delta \sim 1/\cos\alpha$ и $\delta \sim E_0^{-0.67}$.

На самом деле, коэффициент вторичной эмиссии δ монотонно увеличивается с ростом угла падения вплоть до величин порядка 80° по закону

$$\delta(\alpha) = \frac{\delta_0}{(\cos\alpha)^n}; \quad \delta_0 = \delta(\alpha = 0^\circ). \quad (1.22)$$

Величина $n=1$ является справедливым приближением для материалов с Z порядка 30. В более ранних работах [31-32] было показано, что n изменяет-

ся от $n \approx 1.3$ для лёгких элементов до $n \approx 0.8$ для тяжёлых элементов. Последующие исследования [33-34] привели к следующему результату: в диапазоне энергий от 10-100 кэВ n не зависит от энергии первичного пучка E_0 и монотонно убывает с ростом Z от $n = 1.3$ для бериллия до $n = 0.65$ для золота (см. Табл. 1.1). Отличия в значениях величины n для тяжёлых элементов могут быть связаны с использованием в ранних работах более низких энергий, к примеру, в [34] для свинца $n = 0.8$ при $E_0 = 3$ кэВ.

Элемент	Be	Al	Cu	Ag	Au
Z	4	13	29	47	79
n	1.3	1.1	0.89	0.72	0.65

Табл. 1.1 Зависимость показателя n от атомного номера Z .

Что касается коэффициента δ_0 , то в области от 10-100 кэВ он уменьшается по мере увеличения E_0 пропорционально $E_0^{-0.8}$ [35, 33].

По мере уменьшения E_0 в область ещё более низких энергий зависимость коэффициента вторичной эмиссии от угла наклона (падения) $\delta(\alpha)$ становится более слабой [11] (рис. 1.6). При этом, как показывают результаты моделирования методом Монте-Карло [11, 36], при энергиях ниже 1 кэВ нарушается монотонная зависимость от угла падения.

Угловое распределение вторичных электронов от поликристаллических или от аморфных структур подчиняется закону Ламберта, и его форма не зависит от угла падения первичных электронов [37, 27]. Для углов падения $\alpha > 80^\circ$ наблюдаются некоторые отклонения от привычного косинусного распределения.

Все вышеперечисленные факты позволяют записать следующее соотношение для углового распределения вторичных электронов:

$$\frac{d\delta}{d\Omega} = \frac{\delta_0}{\pi} \frac{\cos \theta}{(\cos \alpha)^n}. \quad (1.23)$$

Полярная диаграмма для вторичных электронов представляет из себя окружность вне зависимости от угла падения. При этом, чем больше угол падения, тем больше радиус этой окружности.

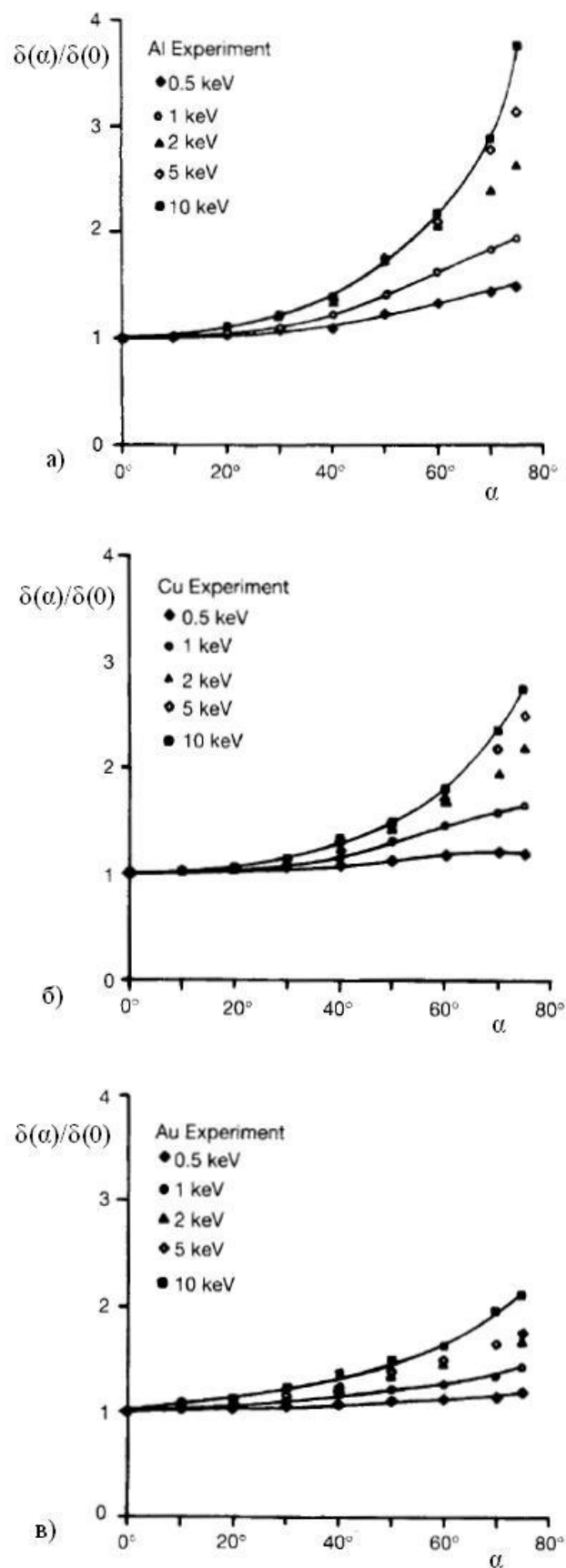


Рис. 1.6 Зависимость нормированного коэффициента вторичной эмиссии от угла наклона $\delta(\alpha)/\delta(0)$ при разных энергиях первичного пучка E_0 для мишеней из а) алюминия, б) меди, в) золота [11].

§ 1.2 Угловые зависимости энергетических спектров отражённых и вторичных электронов

Как уже отмечалось ранее, при взаимодействии электронного пучка с энергией E_0 с материалом мишени из образца происходит эмиссия электронов. Качественно энергетический спектр испущенных электронов представлен на рис. 1.7. Пики Оже-электронов в области от 50 эВ до 2 кэВ невозможно зарегистрировать в условиях стандартных СЭМ, поэтому ограничим свой обзор вторичными электронами (ВЭ) с энергией менее 50 эВ и отражёнными (ОЭ) с энергией от 50 эВ вплоть до энергии падающего пучка E_0 .

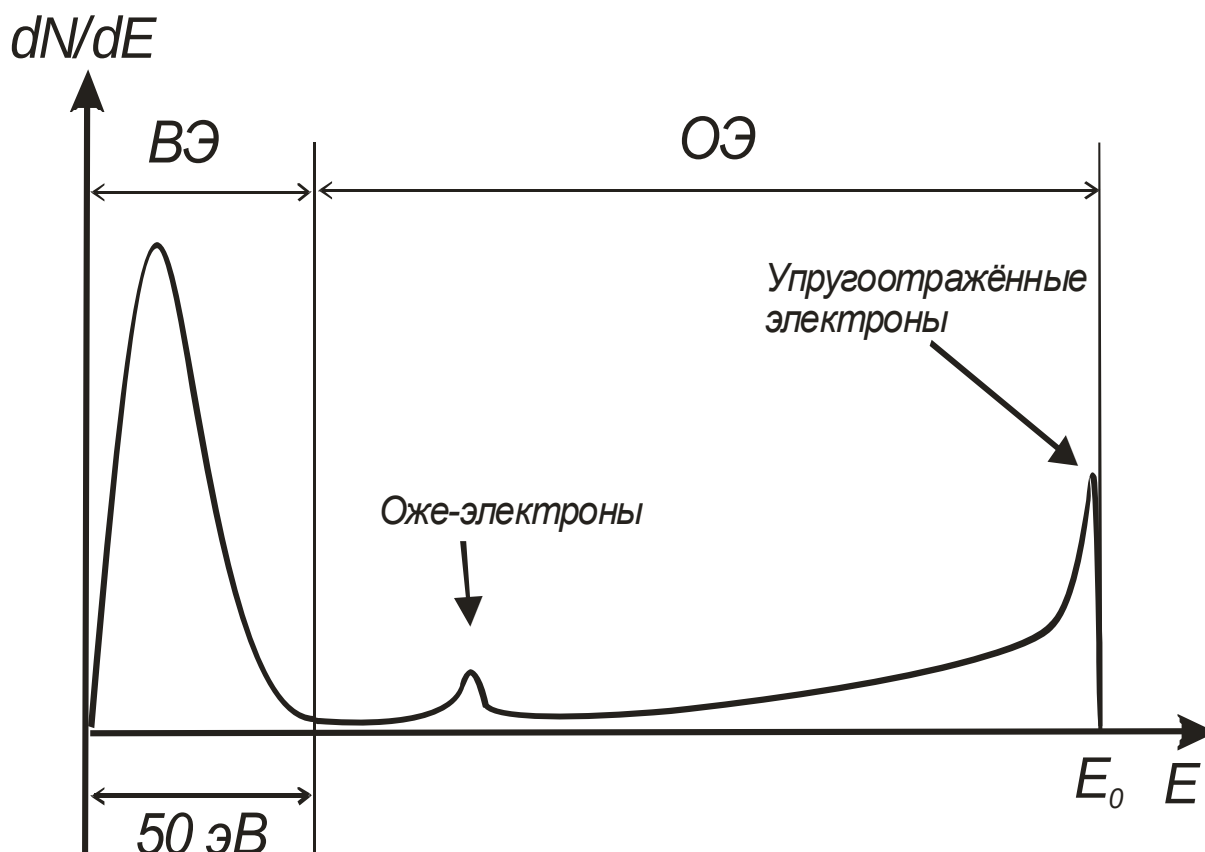


Рис. 1.7 Качественное представление распределения по энергии электронов, испущенных образцом под воздействием облучения монокинетическим пучком электронов с энергией E_0 .

Введём вероятность $d^2\eta(E_0, \alpha, \theta, \varphi, E)/dEd\Omega$ нахождения электрона внутри интервала энергий от E до $E+dE$ с $50 \text{ эВ} < E \leq E_0$ и внутри телесного угла $d\Omega$ с углом выхода относительно нормали поверхности θ и азимутальным углом φ . Если проинтегрировать данную величину по телесному углу, можно получить спектр отражённых электронов $d\eta/dE$. Последующее интегрирование спектра по всему интервалу энергий даст величину интегрального коэффициента отражения η_a . Аналогичные рассуждения можно провести и для вторичных электронов.

1.2.1 Угловые зависимости спектров отражённых электронов

В работе [38] приведён детальный обзор экспериментальных работ и компьютерных программ для моделирования методом Монте-Карло, посвящённых определению энергетических спектров и угловых распределений отражённых электронов. Мы остановимся лишь на основных закономерностях.

В работах [38-50], как правило, приводятся не только полные спектры $d\eta/dE$ (рис. 1.8а), но и спектры электронов, вышедших под углом θ к нормали поверхности, $d^2\eta/dEd\Omega$ (рис. 1.8б). Все они представляют из себя распределение с максимумом, причём, чем больше порядковый номер материала мишени Z , тем положение максимума ближе к энергии первичного пучка, и тем больше доля электронов, испытавших малые потери энергии.

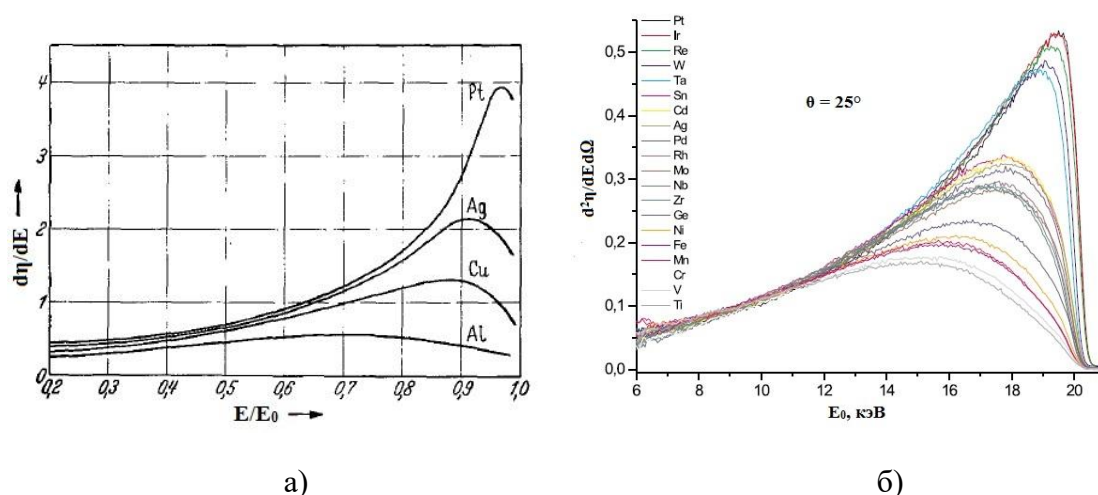


Рис. 1.8 Энергетические спектры ОЭ для различных материалов мишени: а) полные спектры для Al, Cu, Ag, Pt ($E_0=20-40$ кэВ, $\alpha=0^\circ$) [39], б) спектры при $\theta=25^\circ$ для мишеней от Ti до Pt ($E_0=20$ кэВ, $\alpha=0^\circ$) [49].

Вблизи энергии, равной энергии падающего пучка E_0 , на спектрах может наблюдаться упругий пик. Он очень чувствителен к поверхностным загрязнениям, так как упругое отражение электронов происходит в тонком приповерхностном слое. Поэтому регистрировать его желательно в условиях высокого вакуума, с хорошим разрешением [48] и, по возможности, с предварительной очисткой образцов, так как велико влияние контаминации [44, 46, 48]. Наблюдать упругий пик проще при низких энергиях первичного пучка E_0 , так как при уменьшении энергии увеличиваются относительное энергетическое разрешение и интенсивность пика. В отдельных случаях необходим учёт аппаратной функции спектрометра [напр., 50].

Редкие работы посвящены спектрам ОЭ при низких E_0 [41, 6]. В [41] представлены полные спектры в области от 0.2 до 4 кэВ. В [6] представлены

спектры для $\alpha = \theta = 45^\circ$ в области от 0.5 до 10 кэВ, за тем лишь недостатком, что спектры не нормированы на величину интегрального коэффициента η . В [48] есть спектры для $\theta = 45^\circ$ $E_0 = 4$ кэВ, которые были получены в хорошем вакууме спектрометром с хорошим разрешением и последующим учётом аппаратной функции. Все остальные работы представляют спектры с $E_0 \geq 10$ кэВ, форма которых практически идентична.

Зависимость спектров от угла выхода θ при нормальном падении была изучена в [40, 13, 9] и более подробно в [46, 47]. Экспериментально [46, 47] и теоретически ([49] – методом Монте-Карло, [51] – решением транспортного уравнения) показано, что по мере увеличения θ максимум энергетического распределения уменьшается по амплитуде и смещается в сторону больших энергий.

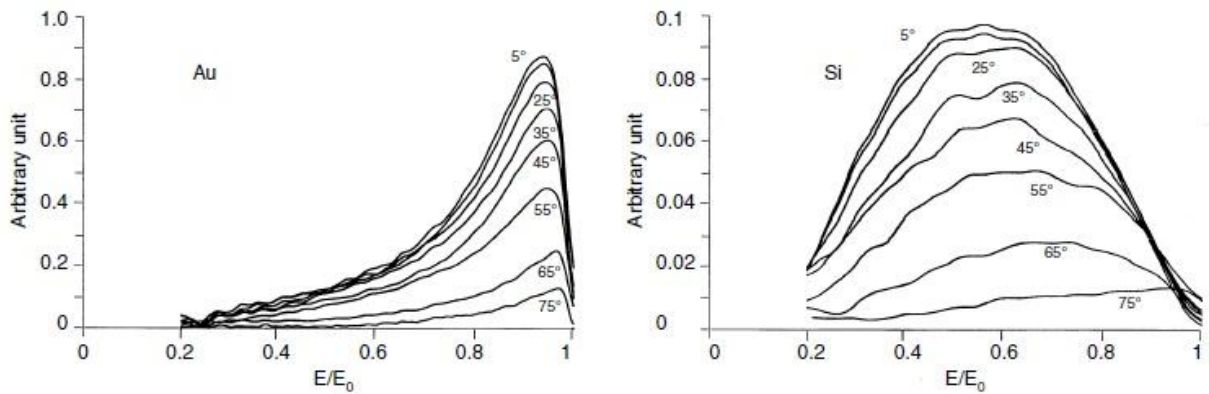


Рис. 1.9 Спектры ОЭ в зависимости от угла выхода θ для золота и кремния при $E_0 = 30$ кэВ [46].

Как было показано в работах [39, 13, 43], по мере увеличения угла падения α максимумы спектров ОЭ смещаются в сторону энергий близких к E_0 и распределения становятся более узкими, что связано с ростом доли упруго отражённых электронов при наклонном падении. Максимумы увеличиваются по амплитуде в соответствии с ростом интегральных коэффициентов η_α . Данные зависимости отображены на рис. 1.10.

Комбинированная зависимость от α и θ изучена в [13, 43, 45]. Также как и в случае интегральных коэффициентов, амплитуда спектров максимальна в направлении угла отражения. Другой формой представления распределения электронов по энергии в зависимости углов падения и выхода может быть трёхмерная реконструкция углового распределения $d\eta/d\Omega$ в определённых интервалах энергии $E - \Delta E \leq E \leq E + \Delta E$. Но она присутствует только в единичной статье [52], и результаты не представлены в форме попе-

речных срезов поверхности для сопоставления с результатами других работ. Основной результат этой статьи состоит в том, что распределение ОЭ в случае наклонного падения отклоняется от шарообразного косинусоидального и становится более вытянутым вблизи энергии первичного пучка.

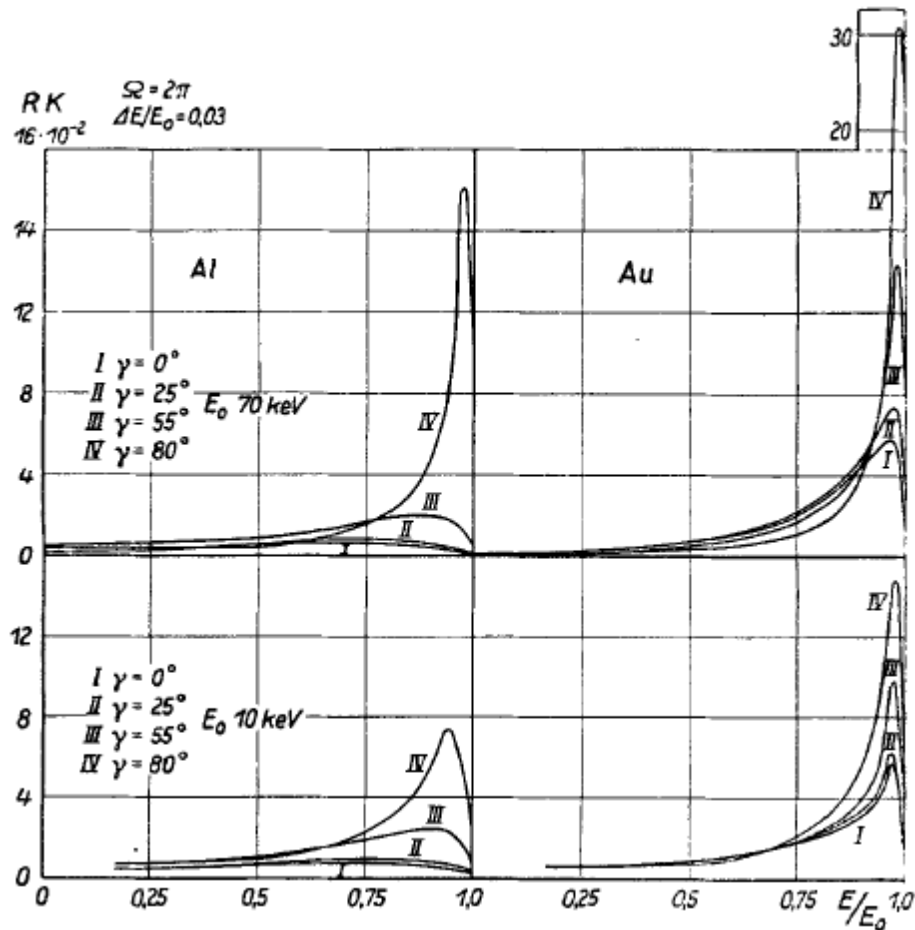


Рис. 1.10 Зависимость спектров ОЭ для алюминия и золота от угла падения α для двух энергий первичного пучка E_0 [13].

1.2.2 Угловые зависимости спектров вторичных электронов

Форма распределения ВЭ по энергии практически не зависит от E_0 для $E_0 > 100$ эВ [53]. Энергией первичного пучка определяется только площадь под спектрами, численно равная коэффициенту ВЭ δ . Форму распределения можно описать двумя параметрами: наивероятнейшей энергией E_{SE}^m (положение максимума) и шириной на полувысоте Δ . На рис. 1.11 схематически изображены спектры ВЭ для диэлектриков и металлов [54]. Типичные значения наивероятнейшей энергии и ширины на полувысоте для металлов лежат в диапазоне $1 \text{ эВ} \leq E_{SE}^m \leq 5 \text{ эВ}$, $3 \text{ эВ} \leq \Delta \leq 15 \text{ эВ}$ [55]. Максимум распределения для диэлектриков смещён в область более низких энергий относительно металлов, а само распределение более узкое [56].

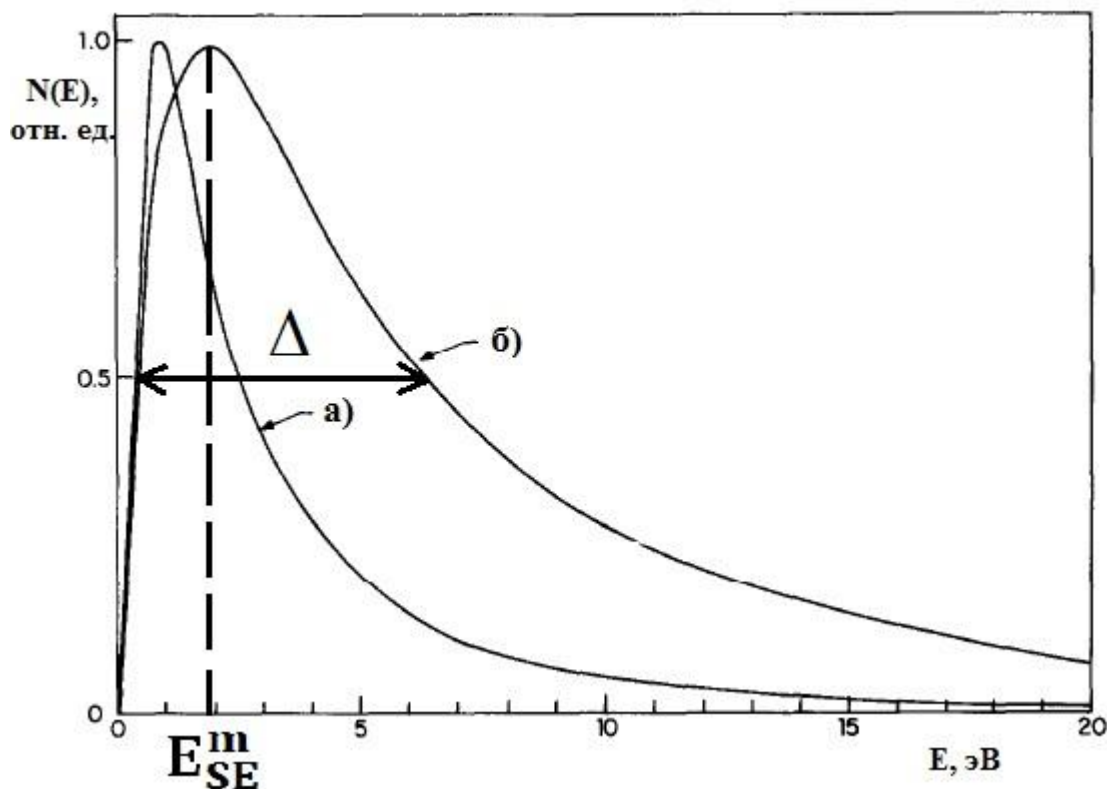


Рис. 1.11 Типичные спектры ВЭ, нормированные на единицу в максимуме, для а) диэлектриков, б) металлов [54].

В работе [53] выведено аналитическое выражение для спектров ВЭ от металлов:

$$\frac{\partial \delta}{\partial E} = \frac{C'E}{(E + \phi)^4}, \quad (1.24)$$

где ϕ – работа выхода, C' – нормировочная константа. Спектры могут быть нормированы не только на величину интегрального коэффициента δ , но и так, чтобы в максимуме дифференциальный коэффициент был равен единице.

При попытке проинтегрировать уравнение (1.24) по энергии от 0 до 50 эВ получается произведение нормировочной константы C' на убывающую функцию работы выхода ϕ . Однако, если обратиться к табличным данным, можно заметить, что у некоторых элементов с большей работой выхода коэффициент вторичной эмиссии выше. К примеру, у золота работа выхода больше, чем у алюминия, тем не менее, δ тоже больше (см. Табл. 1.2, δ и ϕ из [23]). Данное поведение интегрального коэффициента связано с тем, что константа C' зависит от таких параметров мишени, как энергия Ферми E_F и радиус элемента объёма в расчёте на один электрон, выраженный в радиусах первой Боровской орбиты, r_s (Табл. 1, E_F из [57] и r_s из [58]) [53]. Отсюда сле-

дует, что нельзя на базе уравнения (1.24) построить зависимость коэффициента ВЭ δ от одной только работы выхода ϕ . И в самом деле, вторичная эмиссия зависит от трёх механизмов: генерации ВЭ, рассеяния и диффузии ВЭ и проникновения через поверхностный барьер. Лишь только третий этап определяется работой выхода ϕ .

Элемент	ϕ , эВ	δ при $E_0=20$ кэВ	δ при $E_0=2$ кэВ	E_F , эВ	r_s
Al	4.28	0.19	0.84	2.12	2.1
Au	5.1	0.37	0.94	4.72	3.2

Табл. 1.2 Данные из таблиц для алюминия и золота [23, 57, 58].

Элементарным дифференцированием формулы (1.24), можно получить теоретическое значение наивероятнейшей энергии для металлов:

$$E_{SE}^m = \frac{\phi}{3} . \quad (1.25)$$

Для спектров ВЭ от диэлектриков можно пользоваться следующим выражением [57], изначально предложенным для вторичной эмиссии при облучении мягким рентгеновским излучением [59]:

$$\frac{\partial \delta}{\partial E} = \frac{C'' E}{(E + \chi)^3} , \quad (1.26)$$

где χ – электронное сродство, C'' - нормировочная константа.

Для наиболее вероятной энергии и ширины на полувывсоте можно получить:

$$E_{SE}^m = \frac{\chi}{2} , \quad \Delta = 1.90\chi \quad (1.27)$$

Для полупроводников применимы следующие соотношения [57, 59]:

$$\frac{\partial \delta}{\partial E} = \frac{C''' E}{(E + \chi - E_G)^2 (E + \chi)^{5/2}} , \quad (1.28)$$

$$E_{SE}^m \approx \chi \left[0.280 - 0.077 \frac{E_G}{\chi} - 0.156 \left(\frac{E_G}{\chi} \right)^2 \right] , \quad (1.29)$$

$$\Delta \approx \chi \left[0.90 - 0.26 \frac{E_G}{\chi} - 0.45 \left(\frac{E_G}{\chi} \right)^2 \right] . \quad (1.30)$$

где C''' - нормировочная константа, χ – электронное сродство, E_G - ширина запрещённой зоны.

Выход вторичной эмиссии электронов очень сильно зависит от состояния поверхности, так как ВЭ выходят из тонкого приповерхностного слоя (5-10 нм) [2]. Углеродородная контаминация, оксидные плёнки и молекулы воды покрывают поверхность образцов в камерах большинства СЭМ по причине плохого вакуума и остаточных паров углеводородных масел. Поэтому возникает интерес к вопросу, насколько сильно отличаются спектры ВЭ, полученные в условиях СЭМ, от измеренных в условиях высокого вакуума и с предварительной очисткой поверхности ионным распылением. Такие исследования были проделаны в работе [60]. Спектры демонстрируют приблизительно такую же форму, за тем лишь исключением, что максимумы смещены в область чуть более высоких энергий, а сами распределения шире. Чистка поверхности образцов от контаминационных слоёв увеличивает полный выход ВЭ δ .

По мере увеличения угла падения α увеличивается коэффициент ВЭ δ , а вместе с ним и амплитуда, и ширина спектров (рис. 1.12) [61-62]. Если опираться на данные из работы [61], то нет никаких оснований, чтобы полагать, что максимумы распределений смещаются с изменением α . Однако в [62] показано: чем меньше порядковый номер материала мишени Z , тем больше смещение пиков вправо по энергетической оси при наклонном падении. Так для свинца сдвига максимума не было обнаружено. Для алюминия смещение было незначительным: от 2.6 до 3 эВ при изменении угла падения α от 0° до 87° . Но для бериллия положение максимума энергетического распределения существенно перемещалось в сторону больших энергий. Так при $\alpha = 0^\circ$ $E_{SE}^m = 1.8$ эВ, при $\alpha = 70^\circ$ $E_{SE}^m = 3$ эВ, а при $\alpha = 87^\circ$ $E_{SE}^m = 3.4$ эВ.

Зависимость спектров ВЭ от угла выхода θ была изучена в работе [63]. Практически для всех поверхностей интенсивность спектров изменялась приближённо по закону косинуса с некоторыми отклонениями при больших углах (рис. 1.13). Для некоторых поверхностей (с более высоким вакуумным уровнем) был необходим учёт поля между образцом и анализатором, искажающим изотропное распределение ВЭ. Предполагая, что поле направлено перпендикулярно поверхности образца, дополнительный поверхностный потенциал V изменяет закон $\cos(\theta)$ для электронов с кинетической энергией E на

$$f(\theta) = \cos \left[\sin^{-1} \left(\sqrt{1 + \frac{V}{E}} \sin(\theta) \right) \right]. \quad (1.31)$$

В этой же статье приведены спектры для $\alpha = 30^\circ$, $\theta = 0^\circ$ при смещении в -20 В, приложенном к образцу.

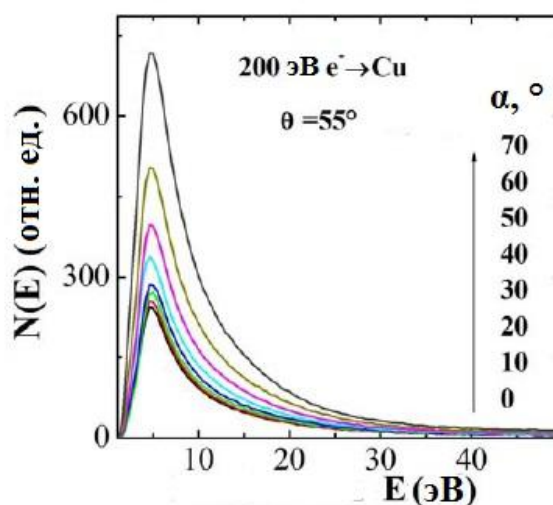


Рис. 1.12 Спектры ВЭ при различных углах падения пучка α электронов с энергией $E_0 = 200$ эВ на мишень из меди (угол детектирования $\theta = 55^\circ$) [61].

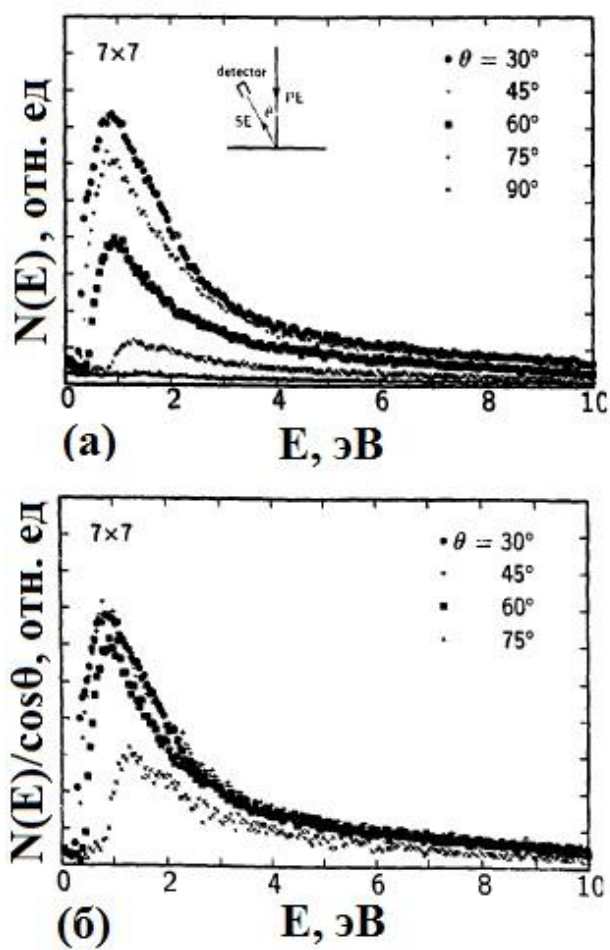


Рис. 1.13 а) Зависимость спектров от угла выхода для поверхности Si(111)-7x7. Первичный пучок с энергией $E_0 = 15$ кэВ падает нормально к поверхности. б) Спектры, делённые на $\cos(\theta)$, после вычитания фона [63].

§ 1.3 Зависимости коэффициента отражения для свободных плёнок и структур типа “плёнка на подложке”

Как показывают эксперименты [64-70], коэффициент отражения свободной плёнки $\eta(x)$ увеличивается с ростом её толщины x вплоть до величины порядка половины от максимальной глубины пробега первичных электронов $R/2$, где достигает насыщения η_∞ . При малых толщинах коэффициент отражения прямо пропорционален толщине плёнки [68]:

$$\eta(x) = c(E_0) \frac{\rho Z^2}{A} x, \quad (1.32)$$

где $c(E_0) \sim 1/E_0^2$. При достижении значений порядка $\eta_\infty/2$ начинает проявляться нелинейная зависимость от x . Зависимость предельных толщин $x_{\max}$, при которых ещё наблюдается линейная зависимость от величины энергии первичных электронов для нескольких материалов плёнки, изображена на рис. 1.14. В работе [67] предлагается рассчитывать их по формуле

$$\rho x_{0.5} = (0.00682Z + 0.821)E_0^{(1.801-0.00318Z)}, \quad (1.33)$$

где ρx измеряется в мкг/см^2 и E_0 в кэВ.

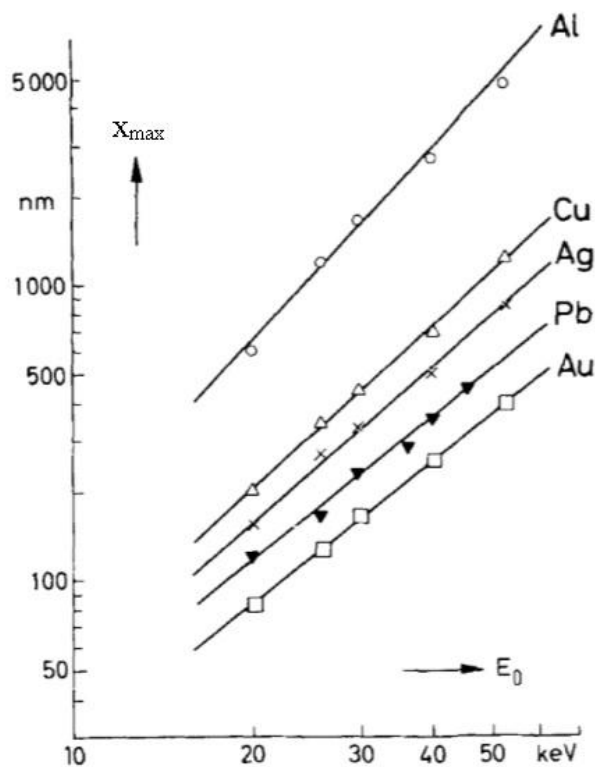


Рис. 1.14 Предельные толщины плёнок $x_{\max}$, при которых ещё наблюдается линейная зависимость между коэффициентом отражения η и толщиной плёнки x [68].

В этой же статье приводится выражение для нелинейной зависимости коэффициента отражения от толщины плёнки:

$$\eta_f = \eta_f^\infty \tanh(a_1 s + a_2 s^2), \quad (1.34)$$

где $s = \rho x / \rho_{x0.5}$, $a_1 = (2.153Z - 14.789) / (3.706Z + 17.822)$, $a_2 = (0.3618Z - 27.803) / (1.235Z - 82.055)$, Z – атомный номер материала плёнки.

Чаще встречается другое представление этой зависимости:

$$\eta_f = \eta_f^\infty [1 - \exp(-a_1 (x/R)^{a_2} / (1 - x/R)^{a_3})], \quad (1.35)$$

где значения коэффициентов a_1 , a_2 , a_3 сильно разнятся от работы к работе [66, 70]. Подробнее об их выборе в параграфе 2.1. Здесь же отметим, что в работе [66] приведены таблицы значений коэффициентов для плёнок золота и алюминия не только для случая нормального падения пучка, но и для произвольного угла падения α .

Коэффициент отражения для плёнки на подложке η_{sf} может принимать значения от коэффициента отражения массивной подложки η_s^∞ до коэффициента отражения массивной плёнки η_f^∞ . В зависимости от того $Z_f > Z_s$ или $Z_f < Z_s$ коэффициент отражения соответственно увеличивается или уменьшается с ростом толщины плёнки (рис. 1.15). Определить его можно по следующей простой формуле [71]:

$$\eta_{sf} = \eta_s^\infty + \left(1 - \frac{\eta_s^\infty}{\eta_f^\infty}\right) \eta_f(x) \quad (1.36)$$

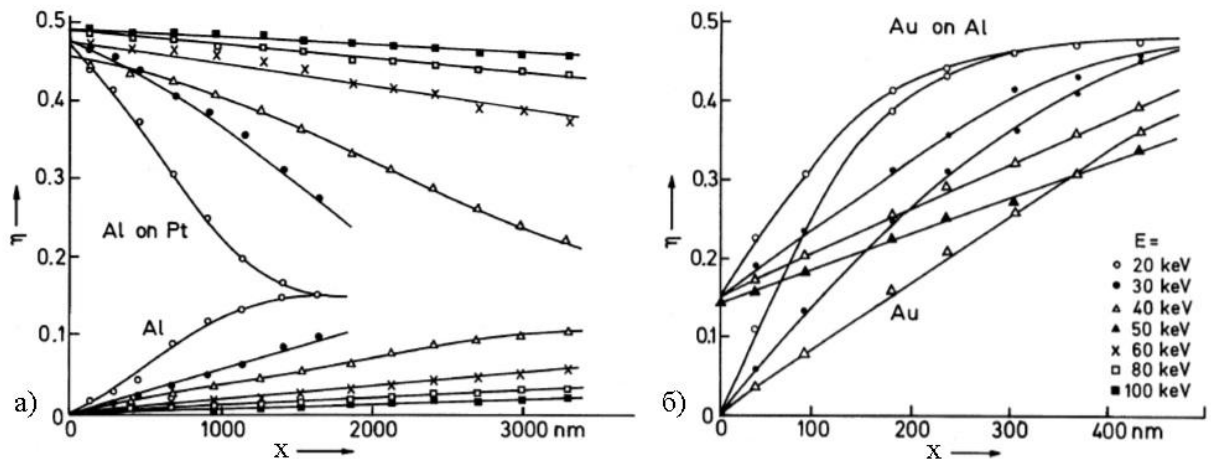


Рис. 1.15 Зависимость коэффициента отражения η от толщины плёнки x для свободных плёнок а) Al и б) Au и плёнок на подложке а) Al на Pt б) Au на Al при различных энергиях первичного пучка E_0 [69].

§ 1.4 Анализ существующих методов восстановления профиля поверхности

Одним из первых методов восстановления рельефа поверхности является метод многолучевой интерферометрии [72]. Он прост в использовании и даёт высокое разрешение по Z-координате вплоть до 0.5 нм. Однако разрешение в плоскости XY ограничено длиной волны видимого света, что ограничивает применение для малорельефных поверхностей.

Другим простым способом трёхмерной реконструкции является стилус-профилометрия [73]. В отличие от предыдущего метода он является контактным, поэтому стилус (игла) теоретически может деформировать поверхность изучаемого образца. Однако данный недостаток превращается в достоинство, если учесть, что в контактном режиме нивелируется влияние поверхностных загрязнений. Радиус стилуса может быть уменьшен до 20 нм, что значительно лучше оптического профилирования в белом свете. Разрешение по Z-координате может быть улучшено до субнанометрового масштаба, а метод крайне прост, что делает его лидирующей техникой в области профилометрии.

Дальнейшее уменьшение размера зонда привело к появлению новых направлений: сканирующей туннельной микроскопии [74] и атомно-силовой микроскопии [75]. Отличие двух методик заключается в том, что в сканирующей туннельной микроскопии можно работать только с проводящими образцами, так как профиль поверхности определяется величиной туннельного тока между зондом и образцом. В атомно-силовой микроскопии положение иглы определяется по отражённому от кантилевера лучу лазера.

Атомно-силовой микроскоп (АСМ) зарекомендовал себя как мощный инструмент с разрешением от десятков ангстрем до размера атома, но и он не лишён недостатков. Так у АСМ относительно малая область сканирования, что сказывается на быстродействии. Также при неправильном выборе зонда или его деформации, когда размер зонда становится крупнее характерных деталей поверхности, на изображении могут возникать артефакты. АСМ неприменим для структур с высоким аспектным соотношением (высокие ступеньки и глубокие впадины) и высокой плотностью характерных деталей.

Сканирующий электронный микроскоп обладает большой глубиной резкости, большей по сравнению с АСМ площадью сканирования и высокой скоростью работы (с подробной сравнительной характеристикой работы двух приборов можно ознакомиться в [76]). Он несёт достаточно точную информацию о линейных размерах в плоскости сканирования, но при этом утрачивается информация о третьем пространственном измерении. С целью восста-

новления трёхмерного профиля поверхности в сканирующей электронной микроскопии было построено две группы методов: стереоскопические и фотометрические (подробный обзор методов представлен в [77]).

Стереоскопические методы основаны на определении перепада высот из относительных сдвигов характерных деталей образца на нескольких изображениях, полученных либо при изменении наклона образца, либо при изменении наклона пучка [78]. При первом подходе затрачивается много времени на получение изображений и их последующую обработку. Во втором методе обработка изображений происходит быстрее, однако он нереализуем в стандартных СЭМ. Оба подхода требуют наличия особых точек на поверхности. Это ограничение может быть обойдено различными алгоритмами получения граничных точек. Один из них заключается в поиске нулей лапласиана от конволюции изображения с гауссианом [79] (это эквивалентно поиску максимума градиента градации серого на изображении). В [80] отмечается, что кроме нулей нужно использовать пики. При этом всё равно возникает «проблема ложных целей». Это, как правило, происходит на изображениях с большой вариацией глубин и на сравнительно больших масштабах поиска. Несмотря на кажущуюся проработанность вопроса по-прежнему не утихает интерес ко всё более совершенным алгоритмам поиска особых точек и корректного восстановления профиля поверхности [81].

Фотометрические методы основаны на знании угловых распределений отражённых [82-83] и вторичных электронов [33, 84-86] и геометрии расположения детекторов. Как правило, они основаны на том, что есть пара детекторов расположенных симметрично относительно изучаемого образца. Комбинируя сигналы с этих детекторов можно оценить локальные наклоны поверхности вдоль линии сканирования от детектора к детектору. Так как электронный пучок сканирует образец как растр в телевизионной развёртке – от строки к строке, то, в результате, будет представлена серия линейных профилей, несущих информацию о топографии. Более подробная информация о поверхности может быть получена добавлением ещё пары детекторов в перпендикулярной плоскости [напр., 87]. Но следует учесть ряд требований: 1) должна быть чёткая симметрия в расположении детекторов, 2) у детекторов должна быть одинаковая чувствительность, 3) должно устанавливаться одинаковое усиление. Поэтому, как правило, ограничиваются лишь парой детекторов.

В [82] для пары детекторов ОЭ, расположенных на расстоянии в 17 мм друг от друга и от предметного столика, наклонённых под углом 45° , эмпи-

рически была подобрана зависимость между локальным наклоном поверхности и величинами сигналов с двух детекторов:

$$\sin \alpha = \frac{I_A - I_B}{I_A + I_B} \quad (2.31)$$

Формула (2.31) справедлива для углов $\alpha < 65^\circ$, так как при больших наклонах существенно сказывается затенение противоположного детектора. В [33], используя метод изолиний для тестовой структуры в форме сферы, получили аналогичный результат для углов $\alpha < 60^\circ$.

В [83] экспериментальную зависимость $\tan \alpha$ от комбинации сигналов с двух детекторов ОЭ из формулы (2.31) аппроксимировали полиномом 8-ой степени и полученную калибровочную кривую использовали для восстановления профиля поверхности. Метод справедлив для углов вплоть до 60° . Процедура линеаризации характеристики ОЭ позволила получить кроме рельефа ещё и карту распределения химических элементов по поверхности с высоким композиционным контрастом.

При использовании сигнала ВЭ, как правило, пользуются формулой (1.23). В [33] в предположении, что оба детектора собирают все электроны и $n=1$, было получено, что разностный сигнал пропорционален тангенсу угла наклона, т.е. градиенту $\partial z / \partial x$. Следовательно, если проинтегрировать разностный сигнал, можно получить распределение высот $z(x)$. Отношение разности сигналов с двух детекторов к сумме не зависимо от величины показателя n оказалось пропорциональным синусу угла наклона.

В [86] более строгий расчёт, напротив, показал пропорциональность тангенсу угла наклона. В [84] эмпирически была подобрана другая зависимость $\tan \alpha$: отношение разности квадратов сигналов от изучаемого образца к квадрату суммы сигналов от плоской поверхности. Различные подходы [33, 84] сравнены в [85] и предложена новая более сложная формула для расчётов.

В недавней работе [88] предлагается использовать стандартный четырёхквadrантный детектор ОЭ, набор калибровочных структур и соответствующее программное обеспечение. Набор состоит из платиновых полусферы и трёх ступенчатых пирамид с нанесёнными на их поверхность круглыми маркерами с известными координатами. Полусфера используется для калибровки чувствительности и усиления сигналов с каждого квадранта, чтобы изображения были получены при одинаковых значениях яркости и контраста.

Пирамиды позволяют рассчитать факторы масштабирования и сдвига по осям x , y , z . Разработанный метод не является чисто стереоскопическим, так в алгоритме также учтены геометрия расположения детектора и изучаемого образца, энергия электронов первичного пучка E_0 , рабочее расстояние и увеличение. При малых увеличениях электронный пучок не перпендикулярен горизонтальной поверхности образца и распределение ОЭ по углам выхода не является изотропным. Также учтено, что расстояния от каждой точки изображения до детектора различны. Это позволяет избавиться от сферического искажения восстанавливаемой поверхности.

Как видим, существует довольно много методов для восстановления профиля поверхности с использованием знания угловых зависимостей интегральных коэффициентов эмиссии, но абсолютно отсутствуют подходы, основанные на знании дифференциальных коэффициентов (в узком интервале энергий). Разработка такого “спектроскопического” метода и демонстрация его преимуществ является частью данной работы. Предпосылки к повышению эффективности трёхмерного профилирования топологии поверхности рассмотрены далее в настоящей работе.

Глава 2 Некоторые прикладные вопросы спектроскопии отражённых и вторичных электронов от проводящих мишеней в СЭМ

§ 2.1 Уточнение характеристических параметров отражённых электронов для массивных и плёночных образцов

Развитие технологий современной микроэлектроники невозможно без развития новых высоколокальных методов контроля и диагностики структурных и электрофизических характеристик новых приборов и устройств. В последнее время наибольшую популярность в качестве эффективного средства контроля и анализа приобрела сканирующая электронная микроскопия (СЭМ). Однако она зачастую применима лишь в качественных исследованиях, хотя более востребованы количественные измерения. Поэтому возникает повышенный интерес к развитию и разработке новых электронно-зондовых методов диагностики микро- и наноструктур.

В настоящем разделе работы отражены решения ряда задач, обеспечивающих существенное расширение области применения СЭМ. В частности, предложены новые или уточнены известные полуэмпирические соотношения для некоторых фундаментальных характеристик ОЭ, а также их сравнение с экспериментальными результатами. Объектами исследований являлись как массивные (толщиной более мкм), так и плёночные образцы.

2.1.1 Расчёт коэффициента отражения для плёночных структур

До сих пор остаётся неоднозначной ситуация с определением интегрального и дифференциального коэффициентов отражения электронов от плёночных структур, в частности систем “плёнка на подложке”.

В ранее опубликованных работах наблюдается большой разброс в результатах вычисления этих коэффициентов [66, 14], поэтому рассмотрим здесь только те, которые наиболее близко соответствуют экспериментальным данным [64]. В работе [89] получено следующее выражение для коэффициента η_f :

$$\eta_f = \eta_0 \left[1 - \exp \left(\frac{-\gamma(x/R_0)}{1-(x/R_0)} \right) \right] \quad (2.1)$$

где коэффициент поглощения электронов $\gamma = 0.187Z^{2/3}$, x – толщина свободной пленки, а глубина пробега R_0 первичных электронов определялась по формуле:

$$R_0 [\text{нм}] = \frac{27.6AE_0^{5/3}}{\rho Z^{8/9}} [\text{кэВ}], \quad (2.2)$$

(здесь A_0 , Z , ρ - атомный вес, номер и плотность материала мишени соответственно).

Однако результаты расчета по формуле (2.1) плохо согласуются с экспериментом, так как не учитывают истинного значения средней глубины выхода ОЭ. На основе анализа большого числа вычислений и экспериментов [66, 14, 64] здесь предложена обобщенная полуэмпирическая формула для расчета коэффициента ОЭ от пленки толщиной $d = x$:

$$\eta_f = \eta_0 [1 - \exp(\frac{-(A(x/R))^p}{(1-x/R)^a})], \quad (2.3)$$

где параметры A , a , p зависят от Z и E_0 .

В многочисленных опубликованных работах наблюдается очень большой разброс значений этих параметров. На основе анализа наших экспериментальных и уже опубликованных данных других работ можно заключить, что параметр a близок к значению $a = 1$, а параметр p (коэффициент затухания) изменяется от 1 до 2. При крайнем значении $p = 1$ формула (2.3) отражает экспоненциальный закон, а при $p = 2$ представляет Гауссовское распределение. Извлечённые из экспериментальных данных [90] значения p приведены на рис. 2.1 для усреднённых энергий первичного пучка электронов E_0 . Известное выражения для p :

$$p = 3.7 \left(\frac{Z}{A}\right)^{0.5} / \log Z \quad [91; 4, \text{с. 91}] \quad (2.4)$$

даёт слишком завышенные значения p , не согласующиеся с экспериментом [90]. Нами предлагается следующее эмпирическое соотношение:

$$p = 1.05[\eta(Z, E_0)]^{-0.333} \quad (2.5)$$

хорошо коррелирующее с данными [90], где $\eta(Z, E_0)$ вычисляются по соотношению (1.2). Расчётный график представлен на рис. 2.1, вычисленный при $E_0=10$ кэВ. Как видно из приводимых графиков, совпадение расчётов и эксперимента довольно хорошее, в частности, $p(\text{Au})=1.33$, $p(\text{Cu})=1.55$, $p(\text{Al})=1.87$.

Что касается коэффициента A в формуле (2.3), то во многих опубликованных работах также наблюдаются кратные различия в его значении. Фактически этот параметр является характеристической константой материала облучаемой электронами мишени и определяется по относительному значению наиболее вероятной глубины выхода ОЭ x_η/R_0 , где R_0 выражено форму-

лой (2.2). Нами предлагается следующая эмпирическая формула для определения x_η :

$$\frac{x_\eta}{R_0} = 0.45 \exp[-0.022(Z + 1)] = \frac{1}{A}, \quad (2.6)$$

что даёт, например, для Au значение 0.077, для Cu 0.23 и для Al 0.331.

При такой аппроксимации имеем $A(\text{Au}) = 12.9$, $A(\text{Cu}) = 4.3$, $A(\text{Al}) = 3.02$, и тогда, с учётом показателя p (формула 2.5 здесь, график рис. 2.1а) в экспоненте формулы (2.3) следует брать $A^p(\text{Au}) = 30$, $A^p(\text{Cu}) = 9.6$, $A^p(\text{Al}) = 5.5$.

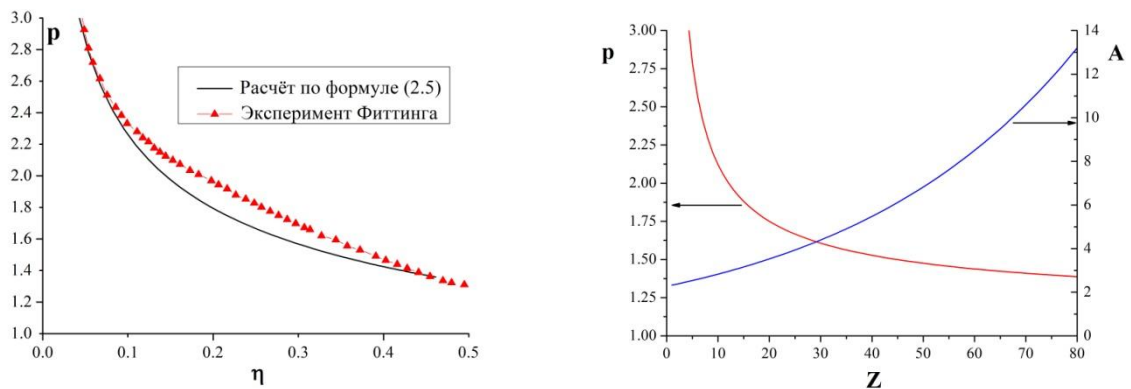


Рис. 2.1 Экспериментальная и расчётная зависимости параметра диссипации электронов p от коэффициента отражения массивной мишени η (а) и (б) расчётная зависимость коэффициента A от Z при $E_0 = 10$ кэВ.

Итак, итоговая формула для интегрального коэффициента отражения от плёнки толщиной $x = d$:

$$\eta_f = \eta_0 \left[1 - \exp \left(- \frac{A^p (x/R_0)^p}{1 - x/R_0} \right) \right] \quad (2.7)$$

Эти зависимости для трёх элементов приводятся на рис. 2.2а. Экспериментальные данные на этом рисунке, обозначенные метками, взяты в усреднении из работ [66, 14, 64, 71]. Совпадение экспериментальных и расчётных характеристик вполне удовлетворительное.

Для образцов, являющихся композицией «пленка на подложке», для коэффициента ОЭ η_{sf} применима формула (1.36), где η_s и η_{f0} есть коэффициенты ОЭ от материалов массивных подложки и пленки соответственно (определяются по формулам (1.1) и (1.2)), а η_f вычисляется по выражению (2.7). Сравнительные характеристики ряда подобных образцов с композицией «пленка-подложка» представлены на рис. 2.2б. Экспериментальные значения,

обозначенные на графиках точками, взяты из обзорной работы [14]. На рис. 2.2б видна ожидаемая закономерность роста η_{sf} с возрастанием толщины пленки $x = d$ для случаев, когда $Z_f > Z_s$ (Z_f - атомный номер вещества пленки, Z_s - подложки) и уменьшения $\eta_{sf} = f(x)$ для обратной ситуации, когда $Z_f < Z_s$.

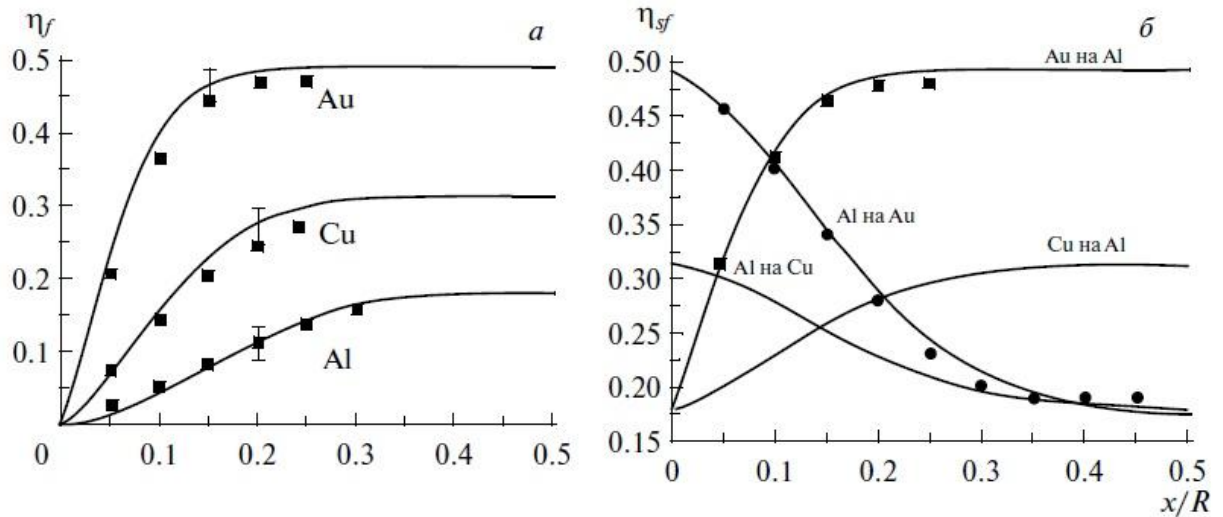


Рис. 2.2 Зависимость коэффициента отражения электронов η_f от относительной толщины x/R свободной плёнки (а) и коэффициента η_{sf} для плёнки с относительной толщиной x/R на массивной подложке (б).

2.1.2 Эмпирическое выражение для энергетических спектров отражённых электронов

Аналитически распределение ОЭ по энергиям, т.е. выражения для энергетических спектров, представлены только в единичных работах. Например, в [92, 93, 48] приводятся выводы соотношений для спектров, но они, как правило, довольно громоздки и требуют подгонки некоторых важных параметров.

Довольно простое соотношение приведено в работе [93], но оно недостаточно точно отражает реальные спектры. Ниже, опираясь на модель расчета, предложенную в [94, 91], выведем соотношение для энергетического распределения ОЭ $N(E)=f(W)$, с учетом рассчитанных нами выше параметров распределения A и p . Здесь и далее приведенное значение энергии ОЭ обозначим $W = E/E_0$.

За основу вывода аналитического выражения для спектров массивных образцов возьмем соотношение (2.7). Средняя глубина пробега ОЭ связана с их средней энергией $\bar{E}$ законом потерь энергии электронов в твердотельной среде [14, 92]:

$$E_0^n - \bar{E}^n = Cx; \quad n = 2.45(Z / A_0)^{0.5}, \quad (2.8)$$

где C – константа вещества, E_0 – начальная энергия электронов.

При нормировке соотношения (2.8) на начальную энергию электронов E_0 , при которой максимальная глубина пробега $x=R_0$ (формула (2.2)) имеем

$$\frac{x}{R_0} = 1 - W^n, \quad (2.9)$$

где $W=E/E_0$. Если принять, что длина пути ОЭ при прямом и обратном движении $s=x+x/\cos\theta=2.414x$ (при среднем угле выхода $\bar{\theta} = 45^\circ$), то выражение (2.9) приобретает вид:

$$2.414x / R_0 = 1 - W^n. \quad (2.10)$$

После подстановки $x / R_0 = 0.414(1 - W^n)$ в (2.7) имеем:

$$\eta(W) = \eta_0 \left\{ 1 - \exp \left[- \frac{(0.414A(1 - W^n))^P}{(1 - 0.414(1 - W^n))} \right] \right\}, \quad (2.11)$$

Отсюда, производная $\eta(W)$ по W дает следующее выражение энергетического спектра ОЭ (при нормальном падении первичных электронов и интегрально по всем углам вылета)

$$N(E) = \frac{d\eta}{dW} = 0.414\eta_0 n W^{n-1} \left\{ \frac{[0.414A(1 - W^n)]^P}{(1 - 0.414(1 - W^n))^2} + \frac{pA^P [0.414(1 - W^n)]^{p-1}}{(1 - 0.414(1 - W^n))} \right\} \cdot \exp \left[- \frac{(0.414A(1 - W^n))^P}{(1 - 0.414(1 - W^n))} \right]. \quad (2.12)$$

Рассчитанные по (2.12) спектры для трех элементов показаны на рис. 2.3, где для сравнения приводятся также энергетические спектры, полученные нами экспериментально с помощью тороидального спектрометра в РЭМ [95]. Видно, что совпадение результатов вполне удовлетворительное. В принципе, схожие результаты для энергетических спектров можно получить из следующего альтернативного решения. Если продифференцировать (2.7) по x , то есть найти $d\eta/dx$ и, аналогично, из (2.8) определить dE/dx , то разделив распределение $d\eta/dx$ на dE/dx , получим выражение для спектров $d\eta/dE = f(E)$. На спектрах для кремния (рис. 2.3а) приводится для сравнения график (4),

полученный в работе [91]. Из него следует, что расчеты энергетического распределения по формуле (2.10) (график 2) существенно лучше совпадают с экспериментальными результатами (график 1), чем из цитируемой работы [91]. На том же рисунке дается расчетный спектр 3, который качественно отражает деформацию спектра при детектировании ОЭ под углом $\theta = 75^\circ$ по отношению к другим спектрам, полученным при $\theta = 45^\circ$.

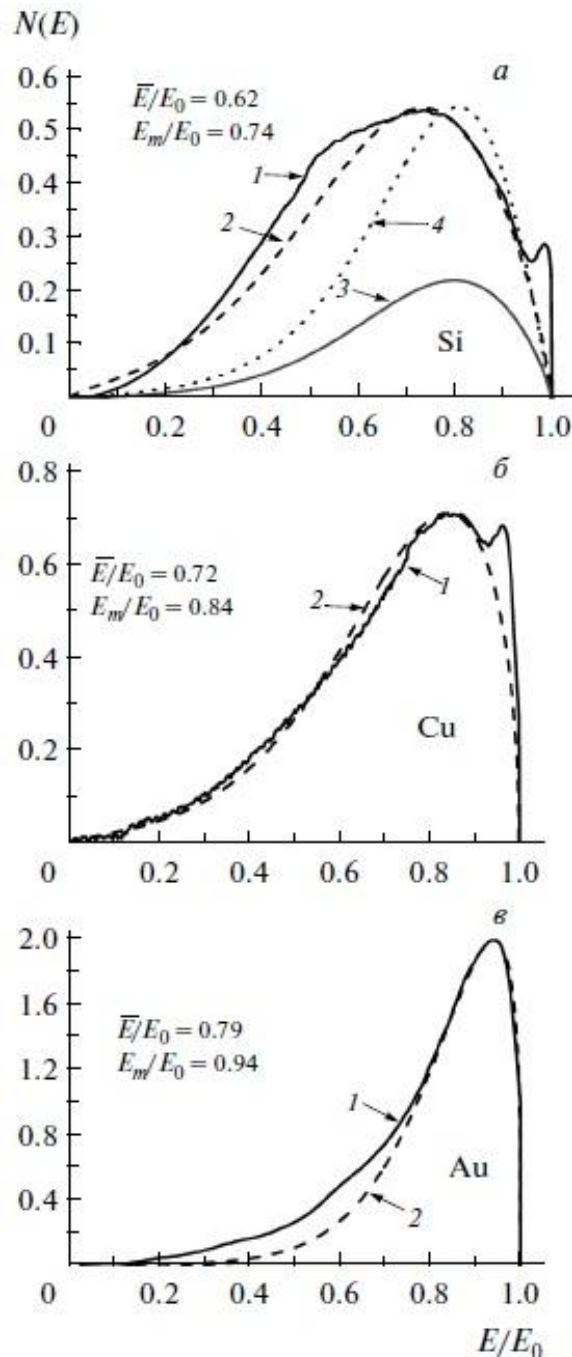


Рис. 2.3 Экспериментальные (сплошные кривые) и расчётные (штриховые кривые) спектры ОЭ для Si (а), Cu (б) и Au (в), снятые при $\theta = 45^\circ$, $E_0 = 20$ кэВ.

2.1.3 Эмпирические выражения для наиболее вероятной и средней энергии отражённых электронов

Воспользуемся экспериментальными энергетическими спектрами ОЭ, детально отражающими их трансформацию при детектировании под разными углами θ . Представляет интерес характер определенных нами по опубликованным в [46] спектрам наиболее вероятной E_m (максимумы на спектрах) и средней $\bar{E}$ энергии ОЭ от угла детектирования θ . Из результатов, представленных на рис. 2.4 следует, что с ростом θ (до угла $\theta = 75^\circ$) исследуемые характеристики нарастают. Замечен также опережающий рост E_m/E_0 для более легких элементов, по сравнению с тяжёлыми (Si относительно Au).

На приведенных рисунках кроме наиболее вероятной энергии ОЭ E_m/E_0 даются также значения их средней энергии $\bar{E}/E_0$, рассчитанной как первый момент энергетического распределения:

$$\bar{E} = \int_0^{E_0} \int_0^{\pi/2} \left(\frac{\partial^2 \eta}{\partial E \partial \Theta} \right) E dE d\theta / \int_0^{E_0} \int_0^{\pi/2} \left(\frac{\partial^2 \eta}{\partial E \partial \Theta} \right) dE d\theta = (1/\eta_0) \int_0^{E_0} \int_0^{\pi/2} \left(\frac{\partial^2 \eta}{\partial E \partial \Theta} \right) E dE d\theta. \quad (2.13)$$

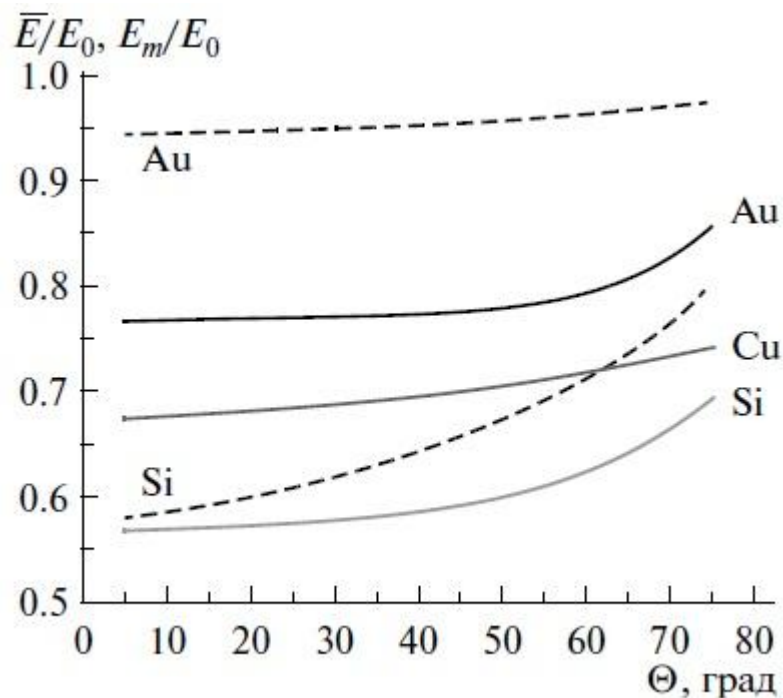


Рис. 2.4 Зависимости средней $\bar{E}/E_0$ (сплошные кривые) и наиболее вероятной E_m/E_0 (штриховые кривые) энергий ОЭ от угла выхода θ для ряда элементов, рассчитанные по спектрам ОЭ, приведённым в работах [46, 96].

В [89] предложена наиболее популярная модель обратного рассеяния электронов, согласно которой средняя энергия ОЭ равна $\bar{E}/E_0 = (1 - x_d/R_0)^{0.6}$,

где x_d – глубина полной диффузии электронов, но это выражение дает слишком завышенные значения $\bar{E}$. Оно требует корректировки с учетом зависимости средней глубины отражения электронов x_η от глубины полной диффузии x_d , от атомного номера Z , и от энергии первичных электронов E_0 .

Учитывая, что полный пробег ОЭ S увеличивается с ростом E_0 , и что коэффициент поглощения электронов также требует корректировки для ОЭ [14, 89], здесь предлагается ввести в значение средней длины пробега $\bar{S}_0$ уточняющий подгоночный сомножитель $(ZE)^{0.04}$. В итоге для значений средней энергии ОЭ получим выражение:

$$\frac{\bar{E}}{E_0} = (1 - S_0)^{1/n} = \left(1 - \frac{(ZE_0)^{0.04} x_d}{R_0} \right)^{1/n} \quad (2.14)$$

где характеристический показатель $\left(\frac{1}{n} \right) = f(Z) = 0.41 \left(\frac{Z}{A_0} \right)^{-0.5}$ (из формулы 2.8).

Расчет по (2.14) дает, например при $E_0 = 15 \text{ кэВ}$ для Au $\bar{E}/E_0 = 0.8$, для Cu 0.69, а для Si $\bar{E}/E_0 = 0.6$, что хорошо согласуется с экспериментальными данными (рис. 2.4).

Для практических экспресс-расчетов приведем простое эмпирическое соотношение:

$$\frac{\bar{E}}{E_0} = 1.09 \left(1 - Z^{-0.3} \right), \quad (2.15)$$

которое, в отличие от приведенного в [93], дает более точные значения средней энергии ОЭ, например для Au 0.796, для Si 0.596 и 0.693 для Cu. Представим такое же эмпирическое соотношение для наиболее вероятной энергии ОЭ:

$$\frac{E_m}{E_0} = 1.45 \left(1 - Z^{-0.25} \right), \quad (2.16)$$

что дает, например, для Au $E_m/E_0 = 0.96$, для Si $E_m/E_0 = 0.7$, что совпадает с экспериментальными результатами с точностью до 2% (рис. 2.5). Из (2.15) и (2.16) устанавливается следующая связь между рассматриваемыми характеристиками:

$$\frac{\bar{E}}{E_m} = 0.752 \left(\frac{1 - Z^{-0.3}}{1 - Z^{-0.25}} \right), \quad (2.17)$$

из которой можно определить среднюю энергию $\bar{E}/E_0$ по положению максимумов энергетических спектров E_m/E_0 . Характер взаимозависимости $\bar{E}$ и E_m также отражен графиком на рис. 2.5., из которого следует, что различие между величинами E_m и $\bar{E}$ слегка возрастает для более тяжелых элементов, то есть с ростом Z . Это связано с тем фактом, что доля высокоэнергетической составляющей спектра ОЭ для тяжелых элементов больше, чем для легких, или, иначе, вероятность отражения с меньшими потерями энергии больше у элементов с более высоким Z (см. характерный вид спектров на рис. 2.3).

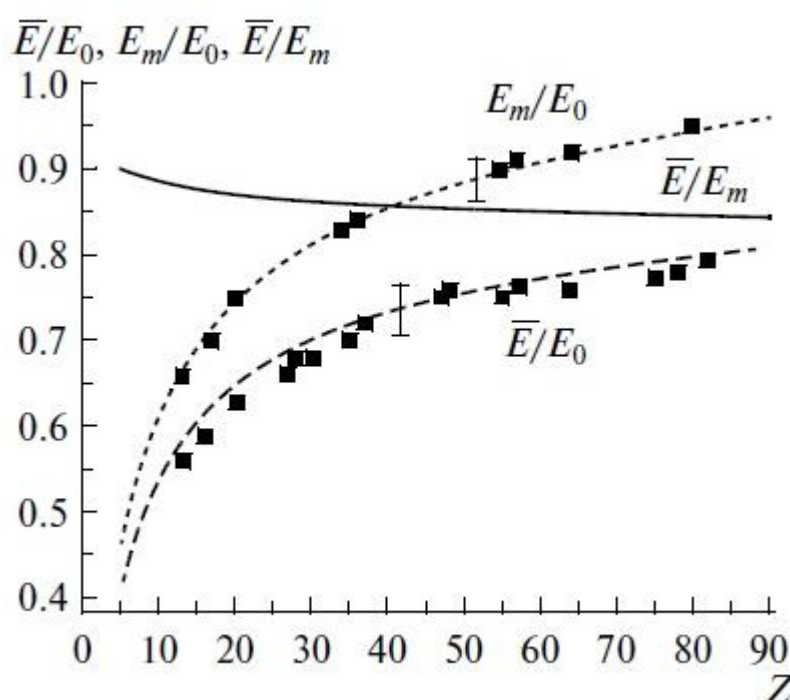


Рис. 2.5 Зависимость средней $\bar{E}/E_0$ и наиболее вероятной энергий E_m/E_0 ОЭ от атомного номера Z материала мишени, а также их взаимозависимость $\bar{E}/E_m$.

Формулы для коэффициентов ОЭ и их средней энергии применительно к пленочным мишеням и системам «пленка на подложке» получены на основе расчета универсальных констант, в отличие от принятых в предыдущих работах подгоночных параметров для каждого образца, отличающегося атомным номером Z . Хорошее совпадение расчетных формул с экспериментальными результатами показывает применимость полученных полуэмпирических выражений для практических оценок при проведении аналитических электронно-зондовых исследований твердотельных образцов, поэтому ниже эти результаты будут использованы.

Полученные выражения для спектров ОЭ также вполне удовлетворительно коррелируют с экспериментами, поэтому могут также применяться для экспресс-оценок в текущих исследованиях.

§ 2.2 Оптимизация кольцевых детекторов обратнорассеянных электронов в СЭМ

2.2.1 Задача исследования

Полупроводниковые детекторы ОЭ являются неотъемлемым атрибутом всех современных сканирующих электронных микроскопов (СЭМ). Как правило, они состоят из четырёх секторных или кольцевых мелкозалегающих р-п переходов на кремниевой шайбе [15, с. 177-181; 97-100]. Операции суммирования или вычитания сигналов с отдельных составляющих р-п переходов детектора позволяют разделять топографический контраст (рельеф поверхности) от композиционного (различие в атомных номерах Z материалов, составляющих фрагменты образца) [15].

Сравнительно недавно кольцевые полупроводниковые детекторы были предложены для квазитомографических исследований при вариации энергии первичных электронов E_0 и для более чёткого выделения поверхностного рельефа при вариации углов детектирования [101, 102].

Однако предложенная схема имела ряд недостатков. Во-первых, по мере удаления колец от оптической оси на их поверхность электроны падают под всё большим углом, что увеличивает их путь в «мёртвом» приповерхностном слое детектора (более подробно зависимость качества полупроводниковых детекторов ОЭ от толщины «мёртвого» приповерхностного лицевого слоя рассмотрена в работах [97-100]), значительно уменьшая детектируемый сигнал. На крайних кольцах регистрируются преимущественно высокоэнергетичные электроны, вышедшие из приповерхностного слоя образца, в то время как низкоэнергетичные ОЭ, вышедшие из глубины образца, детектируются ближними относительно падающего пучка электронов кольцами.

Во-вторых, необходимо разделить кольца на две половины с целью дальнейшего суммирования/вычитания сигналов с каждого полукольца. Это связано с тем, что сигналы в стандартной конструкции формируются каждым кольцом интегрально по всем азимутальным углам, что нивелирует вклад в контраст от локальных наклонов поверхности микроструктуры, а операции суммирования/вычитания сигналов существенно повышают чувствительность получения топографического и композиционного контраста [15].

И в третьих, для того, чтобы добиться большего эффекта от этих операций, токи с каждого кольца должны быть одинаковыми, для чего необходимо варьировать их ширину в зависимости от угла детектирования θ , т.е. расстояния от оси симметрии. Но для более полной и правильной интерпретации получаемых в СЭМ изображений и экспериментальных измерений необходимо знание как аппаратных (приборных) характеристик применяемого детектора ОЭ, так и основных закономерностей процесса отражения электронов от сложных твёрдотельных сред [15, 97-100]. Для практического экспресс-анализа результатов исследований необходимы достаточно простые оценочные соотношения между параметрами образца и детектируемыми сигналами.

В настоящей параграфе рассмотрен ряд новых аспектов по применению полупроводниковых детекторов ОЭ в СЭМ, в частности, предложена оптимальная конфигурация кольцевых детекторов, рассмотрена возможность глубинного метрологического профилирования системы “плёнка на подложке”, проведён анализ метода разделения контрастов строения многослойной структуры по глубине от поверхностного рельефа образца. Эти исследования необходимы для того, чтобы в следующем параграфе предложить алгоритм измерения толщин ультратонких поверхностных плёнок, нанесенных на массивную подложку.

2.2.2 Расчёт оптимальных параметров кольцевых детекторов

Проведём оценочный расчёт эффективности для двух конфигураций кольцевых детекторов: стандартной, при которой происходит наклонное падение электронов на детектор, т. е. когда угол падения ОЭ на плоскость детектора равен углу выхода электронов из вещества $\alpha = \theta$ (рис. 1а, слева) и предлагаемая схема с наклонёнными кольцами (нормальное падение ОЭ на детектор, т. е. $\alpha = 0$ (рис. 1а справа)).

Все обозначения расчётных параметров приведены на рис. 2.6б. Электронный пучок I_0 падает по нормали к поверхности образца или под углом γ , если поверхность наклонена. Согласно модифицированной диффузионной модели Каная-Окаяма [89], объём, из которого ОЭ выходят из поверхности, представлен усечёнными сферами, максимальные глубины которых $t_2 = R$, а центры равны глубинам полной диффузии первичных электронов $t_1 = x_d$, определяемые соотношением:

$$\frac{x_d}{R} = \frac{1}{1 + 0.187Z^{2/3}}, \quad (2.18)$$

где R , нм – глубина пробега первичных электронов в материале мишени с атомным номером Z (рассчитывается по формуле (2.2)). На самом деле, ОЭ выходят с меньшей глубины, равной глубине максимальных потерь энергии x_E [89] или ещё точнее, наивероятнейшей глубине отражения x_η (см. формулу (2.6)).

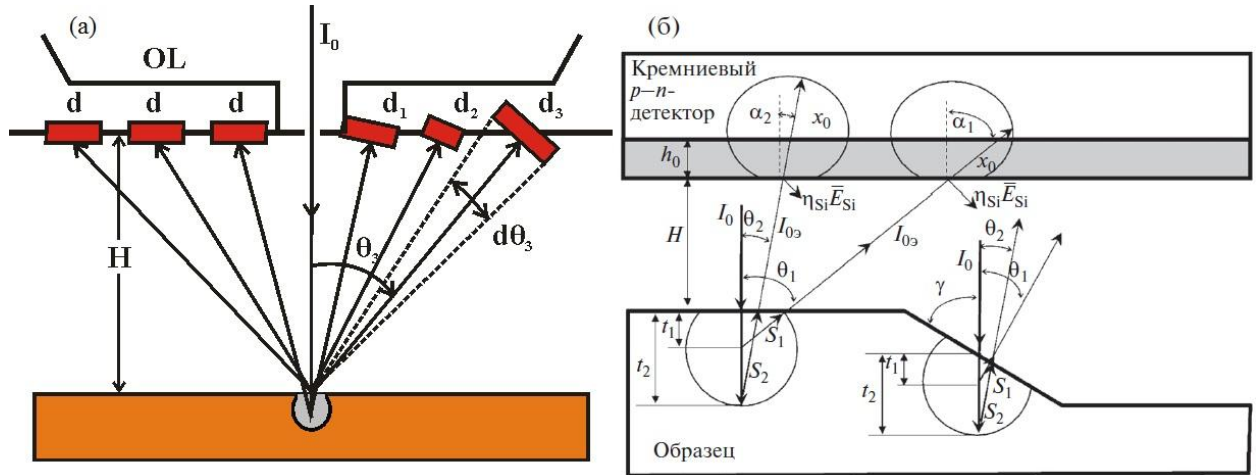


Рис. 2.6 а) – условная схема кольцевого детектора стандартной конфигурации (левая от оси симметрии часть чертежа) и предлагаемой конструкции (правая от оси чертежа): OL – объективная линза СЭМ; H – расстояние от образца до плоскости детектора; d_3, θ_3 – ширина и угол выхода электронов для третьего кольца; б) – представление области взаимодействия первичного пучка электронов I_0 с образцом и потока отражённых электронов $I_{0э}$ с кремниевым p-n-детектором.

Отражённые в обратном направлении под углами выхода θ электроны могут достичь поверхности только с определённой глубины t : чем больше глубина обратного рассеяния t , тем меньше угол выхода θ , и тем больше длина обратного пути $S = t/\cos\theta$. Для наклонных участков поверхности объекта обратный путь ОЭ сокращается: $S = t \cdot \cos(90^\circ - \gamma) / \sin(90^\circ - \gamma - \theta)$. Отражённый от образца поток электронов со средней энергией $\bar{E}$, определяемой зависимостью (2.15), падает на поверхность детектора под углами α проникая в Si-кристалл на расстояние $x_0(\bar{E})$.

Все полупроводниковые детекторы имеют “мёртвую” зону толщиной h_0 на лицевой стороне, где не происходит разделения электронно-дырочных пар. Этот слой уменьшает эффективность детекторов [15, 97-100], что обусловлено рядом причин. Во-первых, из полезного потока ОЭ отсекается доля, отражаемая самим полупроводниковым детектором ($\eta_{Si} \bar{E}_{Si}$), и этот вклад зависит угла падения $\alpha = \theta$. Во-вторых, часть потока поглощается в мёртвом слое, причём эта часть тем больше, чем толще слой h_0 и чем под большим уг-

лом α падает поток ОЭ, т. к. в этом случае увеличивается “эффективная” толщина $h_{эфф} = h_0 / \cos \alpha$ (рис. 2.6б).

Учитывая указанные потери в полупроводниковом детекторе, в [15, с. 179] была предложена следующая формула для полезного сигнала I_s :

$$I_s = I_0 \eta(\theta) \Omega (1 - \eta_{Si} \frac{\bar{E}_{Si}}{\bar{E}}) (\frac{\bar{E} - E_{th}}{E_i}) C \quad (2.19)$$

Здесь I_0 — ток электронного зонда СЭМ; $\eta(\theta)$ — коэффициент отражения электронов от образца; Ω — телесный угол сбора ОЭ, вырезаемый плоскостями колец; θ — угол вылета электронов из образца; η_{Si} — коэффициент отражения электронов от кремниевого детектора при средней энергии попадающих на него от образца электронов $\bar{E}$; $\bar{E}_{Si}$ — средняя энергия отраженных от детектора электронов; $E_i = 3.65$ эВ — энергия рождения электронно-дырочных пар в кремниевом кристалле; E_{th} — пороговая энергия отсечки (пропадание полезного сигнала) при регистрации низкоэнергетических ОЭ в мертвом слое h_0 детектора; C — поправочный коэффициент эффективности детектора ($C \leq 1$).

Формула (2.19) нуждается в коррекции: нужно учитывать то, что на детектор попадает не монокинетический пучок ОЭ от образца-мишени, а пучок со сложным спектром. Это значительно трансформирует функцию отклика детектора [100]. Также для кольцевой конфигурации детектора существенные изменения в значения полезного сигнала I_s вносят как размеры, так и положения колец.

При расчете сигнала I_s необходимо дополнительно принимать во внимание зависимости η_{Si} и $\bar{E}_{Si}$ от угла α падения отраженных электронов на детектор. Энергетические спектры ОЭ зависят как от энергии первичных электронов E_0 , так и от углов детектирования θ и углов падения α на мишень или на детектор. Несомненно, это сказывается на величине сигнала с детектора, регистрирующего значения средней энергии ОЭ, равной первому моменту их энергетического распределения.

Прошедшие через мертвый слой t ОЭ теряют в нем некоторое число электронов (помимо отражения) и долю энергии $\bar{E}$ за счет поглощения. В результате указанных потерь после прохождения ОЭ слоя t полезный сигнал уменьшается от потерь тока ОЭ на величину $\exp[-(A_{Si} t_{эфф} / R_{Si})^p]$ и потерь энергии на величину $\exp[-(t_{эфф} / R_{Si})]$, где средняя глубина пробега ОЭ в Si — детекторе равна $R_{Si} [\text{нм}] = 26.35(E - E_{th})^{1.67} [\text{кэВ}]$, согласно работе [89].

Пороговая энергия E_{th} отсечки ОЭ в мертвом слое рассчитывается из равенства (при $t_{эфф} = R_{Si}(\overline{E}_{th})$):

$$E_{th}(\alpha) = \left[\frac{t_{эфф}}{26.35} \right]^{0.6} = \left[\frac{t_0 / \cos \alpha}{26.35} \right]^{0.6}, \quad (2.20)$$

Учитывая все вышесказанное, уточненное выражение (2.19) принимает вид:

$$I_s = \frac{I_0 \eta(\theta) \Omega \overline{E}(\theta)}{E_i} \left[1 - \eta_{Si}(\alpha) \frac{\overline{E}_{Si}(\alpha)}{\overline{E}(\theta)} \right] \left[1 - \frac{E_{th}(\alpha)}{\overline{E}(\theta)} \right] \exp \left[- \left(\frac{A_{Si} t_{эфф}}{R_{Si}} \right)^p \right] \exp \left(\frac{-t_{эфф}}{R_{Si}} \right), \quad (2.21)$$

где эффективная толщина мертвого слоя Si детектора $t_{эфф} = t_0 / \cos \alpha$. В наших расчетах и экспериментах использовался детектор с параметрами: $t_0 = 20$ нм, $E_{th}(0) = 0.85$ кэВ. В первом приближении $\eta(\theta)$ рассчитывается по формулам (1.2, 1.8), $\overline{E}(\theta) \approx const$ (в диапазоне углов $0^\circ < \theta < 75^\circ$), $\eta_{Si}(\alpha)$ можно оценить по формуле (1.5), а $\overline{E}_{Si}(\alpha)$ согласно [90]:

$$\overline{E}_{Si}(\alpha) = \overline{E} [0.5 + 0.5 \eta_{Si}(\alpha)]. \quad (2.22)$$

По формуле $\Omega = \int \frac{(\vec{r}/r) \vec{n}}{r^2} dS$, где $\vec{n}$ – вектор нормали к поверхности детектора dS , можно получить точное выражение для телесных углов кольцевых детекторов. Учитывая, что $r = H \tan \theta$ (см. рис. 2.6а), имеем для случая нормального к поверхности детектора падения потока ОЭ:

$$\Omega = 2\pi \left[\frac{H + 0.5d \sin \theta}{\left[(H \tan \theta - 0.5d \cos \theta)^2 + (H + 0.5d \sin \theta)^2 \right]^{0.5}} - \frac{H - 0.5d \sin \theta}{\left[(H \tan \theta + 0.5d \cos \theta)^2 + (H - 0.5d \sin \theta)^2 \right]^{0.5}} \right], \quad (2.23)$$

а для случая косого (наклонного) падения под углом $\alpha = \theta$:

$$\Omega = \pi \left[\frac{H^2}{H^2 + (H \tan \theta - 0.5d)^2} - \frac{H^2}{H^2 + (H \tan \theta + 0.5d)^2} \right]. \quad (2.24)$$

По формуле (2.21), с учётом всех приведённых выше формул, была рассчитана зависимость сигнала $I_s(\theta)$ с кольцевого детектора от угла детектирования для случаев наклонного ($\alpha = \theta$) и нормального ($\alpha = 0$) падения электронов. Расчёты были проведены для мишени из Cu ($Z = 29$, $\eta_0 = 0.32$)

при энергии $E_0 = 10$ кэВ и токе первичного пучка $I_0 = 2$ нА. Ширина кольца $d = 2$ мм, рабочий отрезок $H = 10$ мм.

Согласно зависимости $I_s(\theta)$ (рис. 2.7), по мере удаления от оси симметрии, т.е. с ростом θ , эффективность предлагаемых в настоящей работе кольцевых детекторов, наклонённых так, что $\alpha = 0$ (рис. 2.6а справа от оси симметрии), по сравнению со стандартным решением [101, 102] (рис. 2.6а слева от оси симметрии) существенно возрастает, например, в 4 раза при угле $\theta = 60^\circ$ и в 8.5 раз при угле $\theta = 70^\circ$.

Вариацией ширины d колец детектора можно добиться, чтобы сигналы I_s были постоянными с каждого кольца. Этот прием позволил бы получать информативный сигнал, отражающий только свойства образца, например рельеф поверхности или элементный состав. Из формулы (2.21) и условия $I_s = \text{const}$ можно получить зависимость $d(\theta)$. Так как в выражении для сигнала с детектора от ширины кольца зависит только телесный угол то, с учётом выражений (2.23)-(2.24), можно получить для случая нормального падения аналитическое выражение зависимости $d(\theta)$, а для случая косого падения уравнение четвёртой степени относительно d при каждом фиксированном θ . Результат такого расчёта представлен на рис. 2.8.

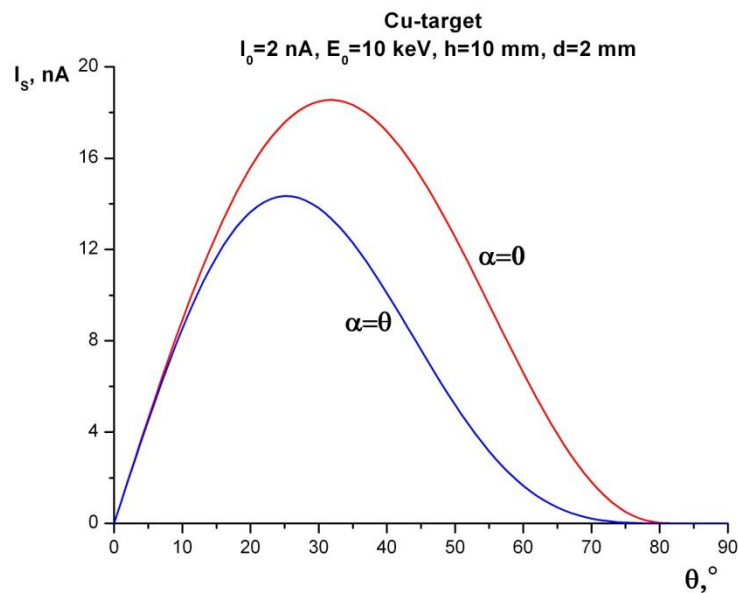


Рис. 2.7 Сигнал с кольцевого полупроводникового детектора в зависимости от углов выхода и падения ОЭ на детектор при облучении Cu-мишени электронами с энергией $E_0 = 10$ кэВ, $I_0 = 2$ нА, $H = 10$ мм для случаев наклонного ($\alpha = \theta$) и нормального ($\alpha = 0$) падения электронов при постоянной ширине колец $d = 2$ мм.

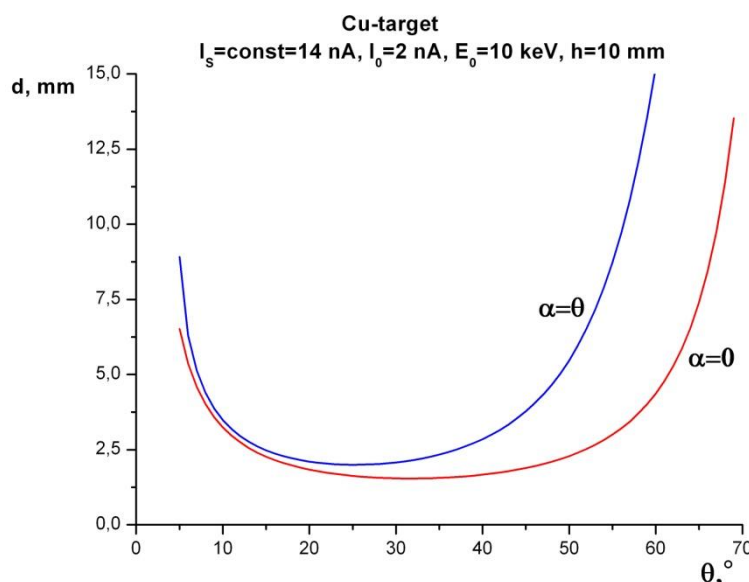


Рис. 2.8 Зависимость ширины кольцевого детектора от угла θ , рассчитанная для Cu-мишени при $E_0 = 10 \text{ кэВ}$, $I_0 = 2 \text{ нА}$, $H = 10 \text{ мм}$, $I_s = \text{const} = 14 \text{ нА}$ для случаев наклонного ($\alpha = \theta$) и нормального ($\alpha = 0$) падения электронов.

Другой более наглядной формой представления вышеописанных зависимостей может послужить изображение трёхмерной поверхности $I_s(d, \theta)$ (рис. 2.9). Линии уровня данной поверхности являются семейством кривых $d(\theta)$ при различных фиксированных сигналах с детектора.

Теоретически постоянства сигнала можно было бы добиться поднятием и опусканием предметного столика СЭМ. Но для работы во всём диапазоне углов необходимо значительно варьировать рабочее расстояние, что требует перманентной перефокусировки и затруднит получение изображений в СЭМ с приемлемым разрешением. Другим способом поддержания постоянного тока с детектора может быть варьирование тока первичного пучка в зависимости от угла детектирования. Но этот приём также не оперативен и не очень удобен в экспериментах.

В связи с этим оптимальной следует признать такую конфигурацию кольцевого детектора, которая отвечает следующим требованиям: во-первых, кольца в зависимости от своего положения необходимо наклонять так, чтобы их плоскости были перпендикулярны потоку падающих ОЭ; во-вторых, необходимо варьировать ширину колец в зависимости от их расстояния от оптической оси микроскопа, т. е. от угла падения на них ОЭ.

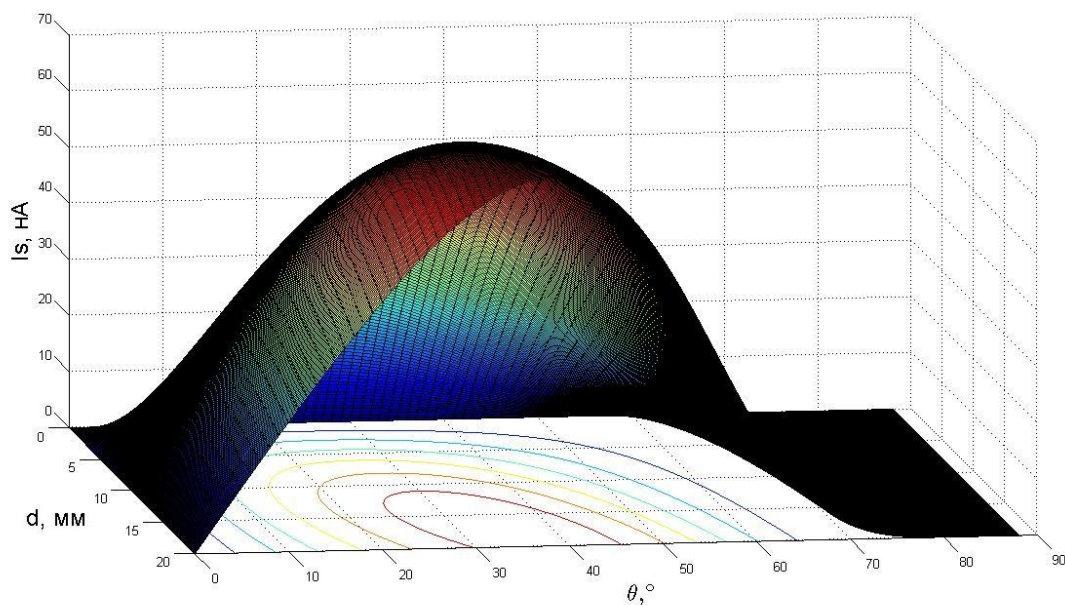
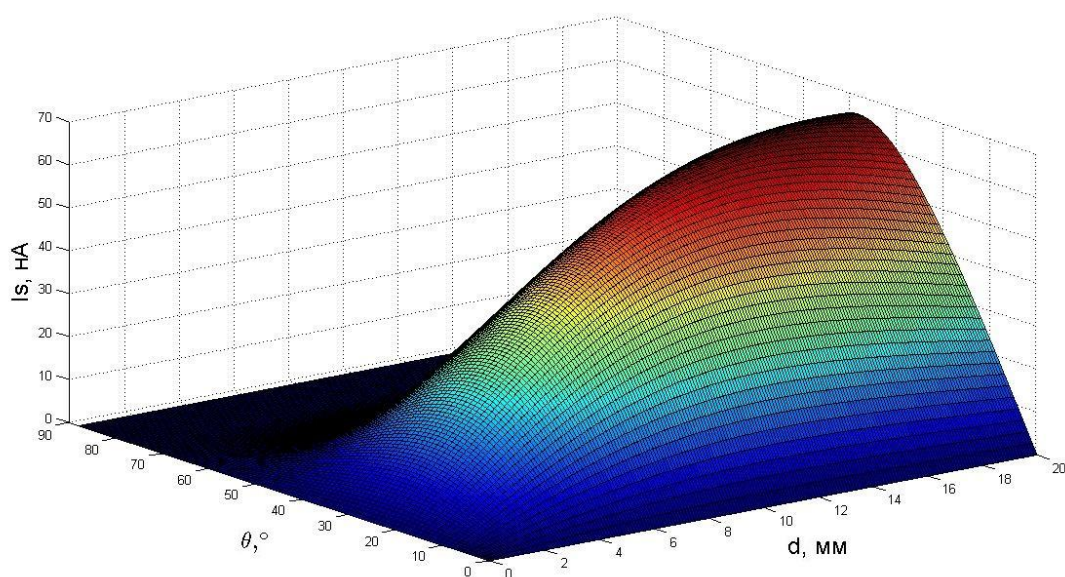


Рис. 2.9 Зависимость сигнала I_S от ширины колец d и угла детектирования θ .

Эксперименты с дисковым детектором (диаметр $d = 2$ мм) в общих чертах подтвердили приведенные расчетные зависимости. Детектор-диск (установленный непосредственно под объективной линзой РЭМ) ориентировали под разными углами к оптической оси. Если поддерживать постоянным ток первичного пучка $I_0 = \text{const}$, то детектируемый сигнал ОРЭ зависит от угла детектирования и ориентации детектора.

Для угла детектирования $\theta = 20^\circ$ сигналы с детектора были равны: при горизонтальном расположении детектора (когда плоскость детектора пер-

пендикулярна оптической оси РЭМ) $I_S = 0.45$ нА, а при "косом" положении диска-детектора, когда пучок ОРЭ падал перпендикулярно на поверхность детектора, ток $I_S = 0.48$ нА. Различие сигналов весьма незначительно.

Однако, для угла детектирования $\theta = 45^\circ$ при горизонтальном расположении диска $I_S = 0.42$ нА, а при косом положении $I_S = 0.62$ нА. Еще больше различие при угле $\theta = 60^\circ$: для горизонтального $I_S = 0.05$ нА, а для косого $I_S = 0.12$ нА, т.е. более чем в два раза. Таким образом, эффективность наклонного расположения детектора ОРЭ резко растет при углах детектирования более 40° . Для кольцевых детекторов этот эффект еще больше.

2.2.3 К вопросу о разделении топографического от композиционного контрастов

Кольцевые полупроводниковые детекторы ОЭ в СЭМ имеют определенные преимущества перед круговыми секторными детекторами при получении раздельных изображений микроструктур по глубине и поверхностного рельефа. Возможность получения изображений заглубленных под поверхность деталей структуры при вариации энергии первичных электронов E_0 была продемонстрирована во многих работах, например в [103-106]. Дополнительный учет углового распределения ОЭ несколько усиливает эффект разделения материального и топографического контраста [107, 108]. В настоящей работе оба эти принципа объединены при использовании кольцевых полупроводниковых детекторов, описанных в предыдущем разделе.

Эксперименты проводились на СЭМ LEO 1455(Zeiss). Тестовый образец состоит из трех пленочных квадратов Au, нанесенных на Si подложку. Размер каждого квадрата 200×200 мкм², толщины пленок Au равны 5, 10, 15 нм соответственно. Центральная часть структуры покрыта слоем алюминия толщиной 150 нм. Этот квадрат также имеет размеры 200×200 мкм². Снимки этой структуры представлены на рис. 2.10. Они получены при энергиях электронного зонда 5, 10 и 15 кэВ и двух детектирующих кольцах, разделенных на две симметричные половины. Ширина первого, ближнего к оси микроскопа, кольца $d = 2$ мм, раствор угла детектирования равен $26^\circ \div 33^\circ$, т.е. в этом случае детектируются ОЭ, вышедшие близко к нормали к образцу и соответственно из больших глубин. Второе (дальнее от оси симметрии) кольцо имеет ширину $d = 4$ мм и охватывает телесный угол в пределах $\theta = 50^\circ \div 63^\circ$. В этом случае детектируются ОЭ из малых глубин и контраст отвечает преимущественно геометрическому рельефу поверхности. Этот эффект значительно заметнее при операции вычитания сигналов с каждого полукольца. Из снимков видно, что при повышении энергии облучающих электронов E_0 приводящей

к увеличению глубины выхода ОЭ, подповерхностная структура лучше визуализируется при больших E_0 при суммировании сигналов с первого (внутреннего) кольца. И наоборот, поверхностная геометрия более четко обозначается при детектировании ОЭ внешним кольцом при вычитании сигналов с его полуколец.

Интересно сравнить снимки на рис. 2.10 с аналогичными изображениями того же структурного образца, приведенными ранее в работе [109], где использовался тороидальный электронный спектрометр – микротомограф. Разделение изображений послойной структуры в последнем варианте происходит более эффективно, но экспериментально для «кваситомографических» исследований более доступен описываемый здесь метод одновременного сочетания вариаций энергии E_0 и угла детектирования θ . Рис. 2.11 также демонстрирует эффективность разделения контрастов структуры по топографии (рельеф поверхности) и состава структуры «по глубине» при вычитании и суммировании сигналов с полуколец детектора в зависимости от энергии электронов E_0 и углов детектирования θ . При вариации E_0 лучше различаются отдельные слои структуры, а при детектировании разностного сигнала с периферийных полуколец отчетливо проявляется поверхностная топографическая картина образца.

Дальнейшее улучшение томографических снимков в плане более резкой сепарации контраста от отдельных глубинных слоев трехмерной структуры можно добиться при компьютерной обработке послойных изображений [101, 102, 110]. Математически операция реконструкции таких изображений сводится к следующему. Пусть, например, при трех выбранных энергиях E_0 регистрируются три массива изображения трехмерной структуры, причем каждая энергия подбирается таким образом, чтобы наиболее вероятная глубина выхода ОЭ была близка к глубине раздела каждого слоя образца. Далее выбирается кольцо детектирования, расположенное таким образом, чтобы регистрировать только электроны, вышедшие под наиболее вероятным углом выхода θ , а тем самым с наиболее вероятной глубины t .

Сигналы с детекторных колец $S(x, y, t, E_0, \theta)$ связаны с истинными изображениями трех отдельных слоев, описываемых через распределения $J_1(x, y, t_1, E_{01}, \theta_1)$, $J_2(x, y, t_2, E_{02}, \theta_2)$, $J_3(x, y, t_3, E_{03}, \theta_3)$, следующей системой уравнений:

$$S_1 = k_1 J_1 + k_2 J_2 + k_3 J_3; S_2 = k_4 J_1 + k_5 J_2 + k_6 J_3; S_3 = k_7 J_1 + k_8 J_2 + k_9 J_3, \quad (2.25)$$

где параметры k_i обозначают константы, отражающие весовой фоновый вклад от близлежащих слоев в изображение искомого слоя структуры. В рамках данной модели необходимо решить обратную задачу в определении характеристик J_i из уравнений (2.25). Такая реконструкция может быть предметом будущей работы.

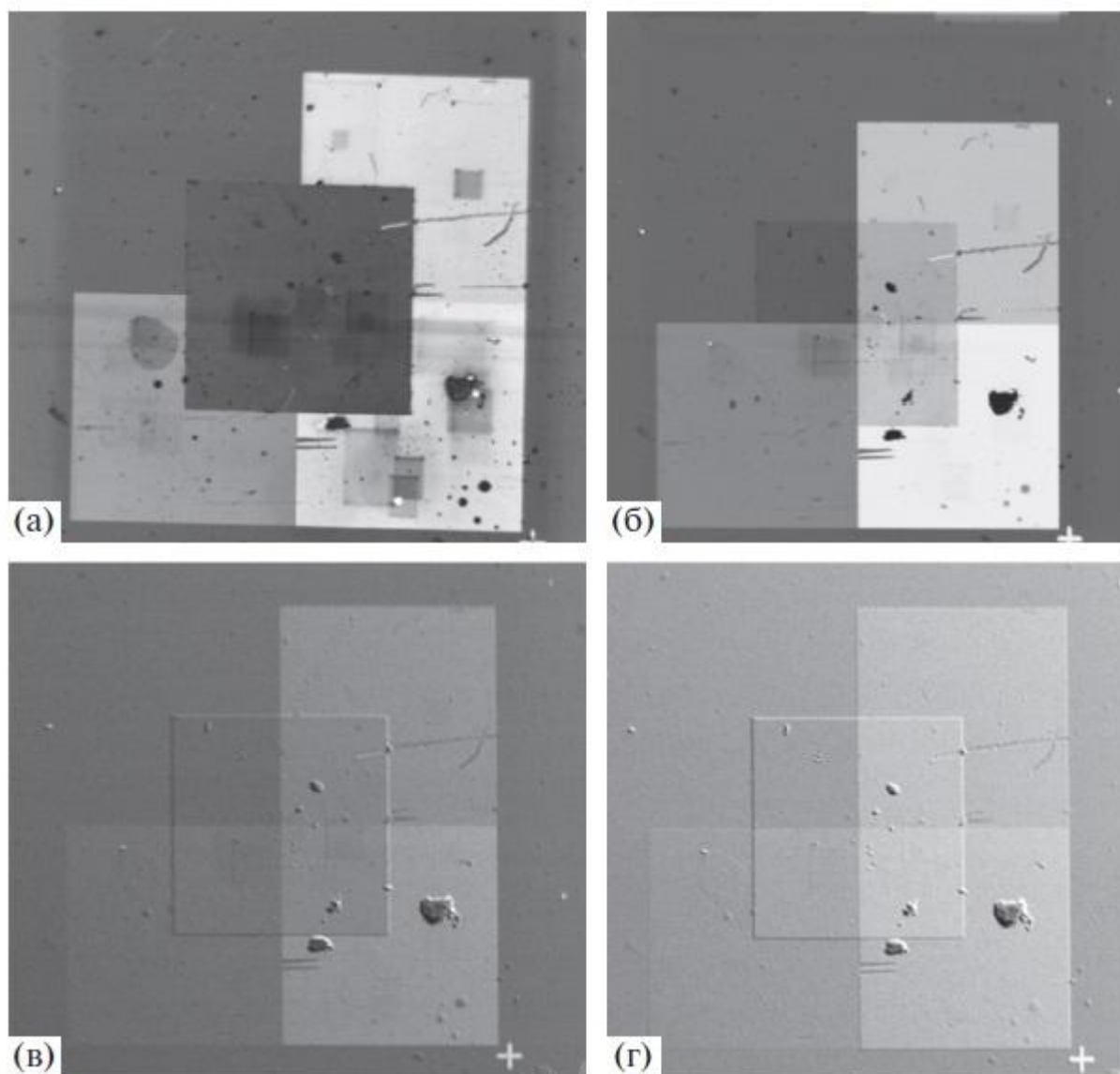


Рис. 2.10 Изображения многослойной микроструктуры Al-Au-Si, снятые при условиях: а), б) – суммарный сигнал с двух полуколец детектора при $\theta = 26^\circ$ - 33° , $E_0 = 5$ и 10 кэВ соответственно; в, г – разностный сигнал с двух полуколец детектора при $\theta = 50^\circ$ - 63° , $E_0 = 10$ и 15 кэВ соответственно.

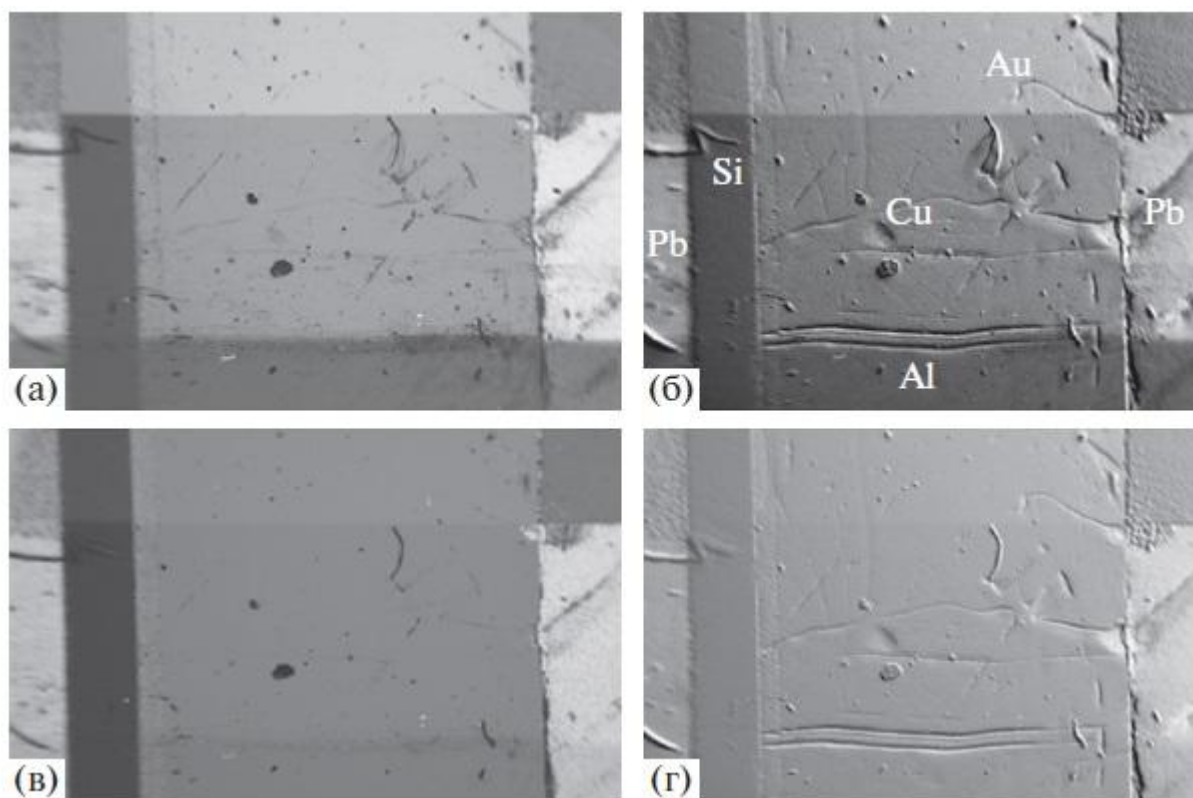


Рис. 2.11 Изображения сложного композиционного образца, представляющего собой подложку из элементов Si, Cu, Pb, покрытую полоской Al-плёнки (нижняя часть изображения) и Au-плёнкой (верхняя часть изображения), полученные при $E_0 = 10$ кэВ (а, б) и 25 кэВ (в, г), $\theta = 50^\circ$ - 63° и суммировании (а, в), и вычитании (б, г) сигналов с двух полуколец детектора.

§ 2.3 Определение толщин плёночных покрытий по интегральному сигналу отражённых электронов

С развитием нанотехнологий в настоящее время возникает проблема адекватной трехмерной метрологии сэндвич-структур, особенно по глубине. Существующие методы определения толщин пленок не универсальны и имеют существенные ограничения. Так, оптические интерференционные и эллипсометрические методы требуют оптической прозрачности пленок, что не всегда достижимо. К тому же они, как и рентгенодифракционные методы, не обладают высоким латеральным разрешением, что существенно ограничивает область их применимости в современных нанотехнологиях. Поэтому большее распространение получил метод, основанный на измерениях коэффициента отражения η от слоистых структур [111, 112]. Он базируется на сравнении коэффициентов ОЭ от исследуемых и тестовых структур, получаемых в экспериментах. Но проблемой является набор тестовых калибровочных образцов, которых требуется большое многообразие (с вариациями толщин пленок и их состава). Указанные недостатки устраняются в предла-

гаемом ниже методе определения толщин нанопокровтий с субмикронным разрешением по все трем координатам.

Здесь предлагается экспресс-метод определения толщин пленок в любом коммерческом СЭМ при наличии стандартного полупроводникового детектора ОЭ. Суть его в следующем. При облучении слоистой микроструктуры сфокусированным электронным пучком с энергией E_0 и током зонда I_0 детектируемый сигнал будет зависеть как от эффективного коэффициента $\eta_{эфф}$ ОЭ, так и от аппаратной функции отклика применяемого детектора F . Используя формулу 2.21 можно оценить толщину плёночного покрытия. От толщины плёнки в выражении для сигнала с полупроводникового детектора зависят только коэффициент отражения электронов η_{sf} системы «пленка на подложке», определяемый формулами 1.38 и 2.7, и средняя энергия ОЭ от системы «пленка-подложка». $\bar{E}_{sf}$ можно определить по соотношению [113]:

$$\bar{E}_{sf} = \bar{E}_{fo} + (\bar{E}_{so} - \bar{E}_{fo}) \frac{\bar{E}_f}{E_{fo}} = \bar{E}_{fo} + (\bar{E}_{so} - \bar{E}_{fo}) \left[1 - B \frac{t}{R_f} \right]^{1/n}, \quad (2.26)$$

где $B=R_f/\chi_d$ (см. (2.18)), t - толщина пленки; $\bar{E}_{fo}$ и $\bar{E}_{so}$ соответственно средние энергии ОЭ от материалов массивных элементов пленки и подложки выраженные соотношением (2.15), R_f - глубина пробега первичных электронов в массивной мишени с атомным номером материала пленки (определяется по соотношению (2.2)), χ_d - глубина полной диффузии. Решив нелинейное уравнение, можно получить толщину плёнки t по измеренному сигналу с полупроводникового детектора I_s при известных параметрах Ω , $h_{эфф}$, h_0 . В наших контрольных экспериментах $h_0=20$ нм, $h_{эфф} = h_0/\cos 45^\circ = 1.414 h_0$, $I_0 = 1$ нА, $E_0=15$ кэВ, $\Omega=0.0476$ ср. Тестовым, откалиброванным на атомно-силовом микроскопе образцом являлась пластинка кремния, на которую последовательно термическим напылением наносились полосы (шириной 10 мкм) из золота толщиной $t = 5.7; 10.7; 17.6; 23; 27.8$ нм. Эксперименты проводились на СЭМ JSM-35CF(JEOL) и LEO 1455(Zeiss), снабженными стандартными полупроводниковым детекторами ОЭ. Профилограмма сигнала I_{sf} в ОЭ поперек этой полосковой структуры приведена на рис. 2.12а. На рис. 2.12б представлены экспериментальные и расчетные зависимости $I_{sf} = f(t)$ для указанного образца, а также для структуры, состоящей из массивной Cu – подложки с напыленными пленками из Al толщиной 200, 400, 600 и 800 нм соответственно. Как и следовало ожидать, в первом случае ($Z_f > Z_s$) I_{sf} растет с увеличением толщины пленки Au, во втором случае ($Z_f < Z_s$) I_{sf} уменьшается с ростом толщины пленки Al. Расхождение между расчетными и эксперименталь-

ными результатами не превышает $5\div 10\%$, что характеризует достаточно большую точность определения локальных толщин пленок. По абсолютной величине ошибка измерений толщин тонких пленок составляет доли нм, а для толстых – единицы нм.

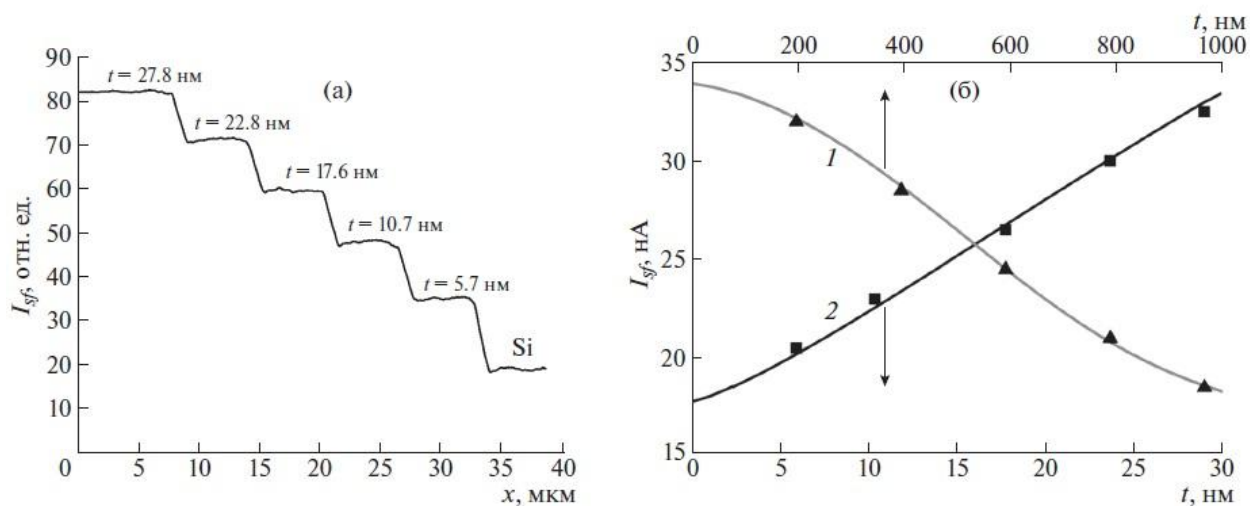


Рис. 2.12 а – профилограмма суммарного с детектора от тестовой структуры, состоящей из Si-подложки с полосками Au толщиной t , $E_0 = 15 \text{ кэВ}$; б - зависимости сигнала от толщины t Al-плёнки на Cu-подложке (1) и Au-плёнки на Si-подложке.

§ 2.4 Определение толщин ультратонких поверхностных плёнок по энергетическим спектрам ОЭ

В настоящее время в связи с бурным развитием нанотехнологий фабрикуется всё большее количество разнообразных трёхмерных структур микро- и нанoeлектроники, имеющих многослойное тонкоплёночное строение с размерами составляющих фрагментов в единицы и десятки нанометров как в латеральном, так и в глубинном измерении. Соответственно возникает проблема адекватной неразрушающей диагностики таких трёхмерных сэндвич-структур, их метрологии по всем трём координатам. Если для метрологического обеспечения линейных латеральных размеров уже разработан аппарат нанометрологии, то проблема измерения «глубинных» размеров нанообъектов, т. е. количественное неразрушающее зондирование трёхмерных наноструктур по глубине, находится на стадии поиска оптимального решения.

Существующие, наиболее распространенные оптические методы измерений толщин тонкоплёночных покрытий (эллипсометрические, интерференционные) не обладают необходимым для наноструктур латеральным разрешением и требуют оптической прозрачности плёнок, что существенно ограничивает область их применимости. Рентгеновский дифракционный метод определения толщин плёнок, как и метод, основанный на Резерфордском

обратном рассеянии ионов, также не обладают достаточным латеральным разрешением. При этом метод Резерфордского обратного рассеяния чувствителен только в определении толщин плёнок из более тяжёлых элементов, чем элементов подложки. Наиболее приемлемым способом для указанной цели является сканирующий зондовый профилометр [73], но он требует наличия ступеньки на границе плёнка-подложка.

СЭМ есть практически в любой современной лаборатории, поэтому не утихает интерес к методам, основанным на работе с этим прибором. Большое распространение получил способ измерения толщин свободных плёнок и плёнок на подложках, основанный на зависимости коэффициента отражения η от толщины плёнки и энергии облучающих электронов (см. предыдущий параграф). В спектроскопии практикуется измерение толщин плёночных покрытий по амплитуде энергетических спектров ОЭ [114], по положению точек перегиба и экстремумов спектров плёночных образцов по сравнению с массивными [115], по значению средней энергии [116], по величине так называемых характеристических потерь энергии ΔE_c [117], по площадям под упругими пиками [118] и элементарным фиттингом расчётных спектров теоретическими зависимостями [51].

Существующие электронно-зондовые методы имеют свои достоинства и недостатки. Цель данной работы – выявить наиболее удобные методы определения толщин плёночных покрытий и определить границы их применимости.

2.4.1 Экспериментальные результаты

На рис. 2.13 схематически представлены две условные структуры, которые демонстрируют уникальность предлагаемого метода. Если фрагмент наноструктуры, состоящей из материала с атомным номером Z_2 и толщиной d скрыт под плоской поверхностью в материале с атомным номером Z_1 на глубине t или прямо под поверхностью, то в случае нанометровых латеральных размеров x и нанометровых же размеров t и d , только СЭМ с его нанометровым электронным зондом способен визуализировать указанную структуру (рис. 2.13а), находящуюся на массивной (толстой) подложке.

Определение величины заглубления t наноструктуры и есть цель настоящей работы. В настоящее время такое измерение доступно только методом поперечного среза структуры (например, ионным скальпелем) и последующим его наблюдением со стороны среза в современном высокоразрешающем СЭМ. Но указанный метод является разрушающим, что во многих случаях недопустимо или нежелательно. Аналогичные трудности возникают

и со структурой на рис. 2.13б, где плёнка Z_2 толщиной t находится в глубине узкого (нанометровых размеров) углубления в матрице с атомным номером Z_1 . В данной ситуации ограничением является только угол выхода θ отражённого потока электронов $I_{\text{ОЭ}}$. На рис. 2.13 через I_0 обозначен падающий поток электронов в СЭМ, D – положение детектора ОЭ, в данном случае – входная диафрагма тороидального электронного спектрометра, установленного в СЭМ [119].

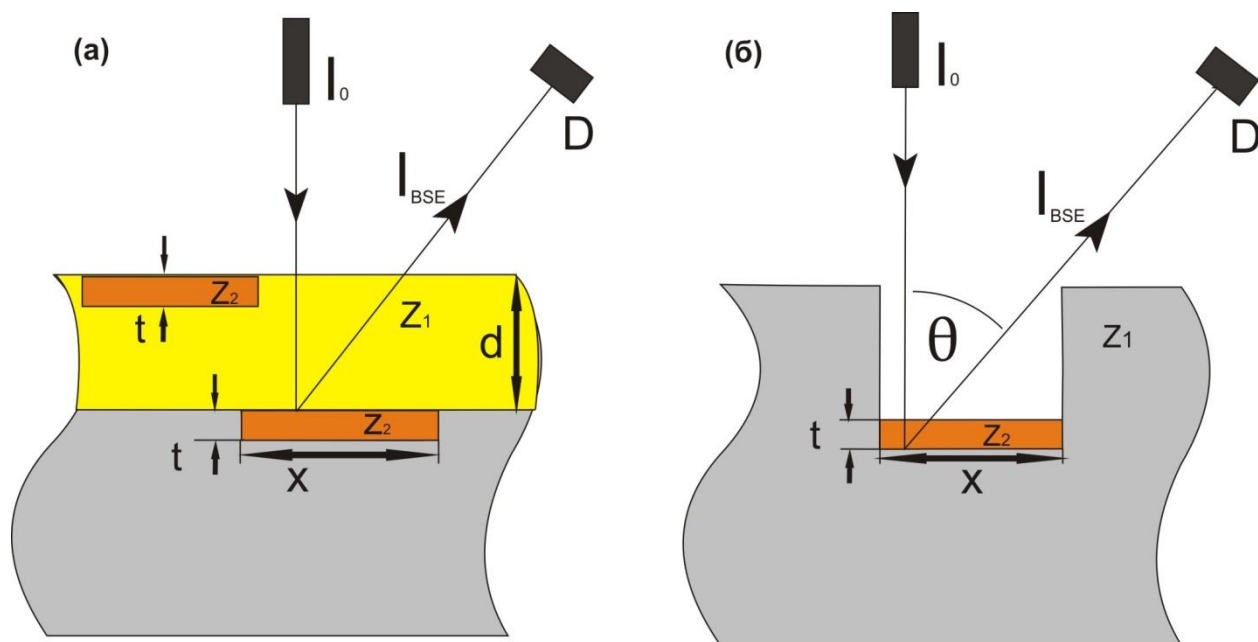


Рис. 2.13 Условное представление наноструктур “плёнка на подложке”, неразрушающее определение толщин которых возможно в СЭМ.

Для контрольных экспериментов было изготовлено несколько тестовых структур “плёнка на подложке” с заданными и точно измеренными толщинами тонкоплёночных слоёв, которые различались по толщине и химическому составу материалов. Образцы получали термическим напылением слоёв металла на подложку в вакуумной камере с вольфрамовым испарителем и устройством контроля толщин напыляемых плёнок на основе кварцевого резонансного датчика, обеспечивающего погрешность определения толщины не хуже 10 %. После каждого этапа нанесения очередного слоя проводилось контрольное, более прецизионное измерение толщины по высоте ступеньки на границе плёнки с подложкой с помощью зондового контактного профилометра “Talystep”, или атомно-силового микроскопа (для ультратонких плёнок). Оба метода обладают погрешностью в определении толщин плёнок до 5 %. Экспериментальная спектроскопия образцов в отражённых электронах проводилась на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) LEO 1455 VP

(Zeiss), снабжённом лабораторной моделью тороидального секторного электростатического спектрометра [119].

Рассмотрим основные особенности энергетических спектров ОЭ для структур типа «плёнка на подложке» на примере экспериментальных данных. Обратимся сначала к спектрам для массивных образцов в зависимости от величины энергии первичного пучка электронов E_0 при фиксированном значении тока I_0 . На рис. 2.14 представлены экспериментальные результаты для Ni и Si, снятые тороидальным электронным спектрометром с углом детектирования $\theta = 25^\circ$. Площади под спектрами изменяются пропорционально величинам коэффициента отражения η при фиксированных значениях E_0 , θ (см. Главу 1).

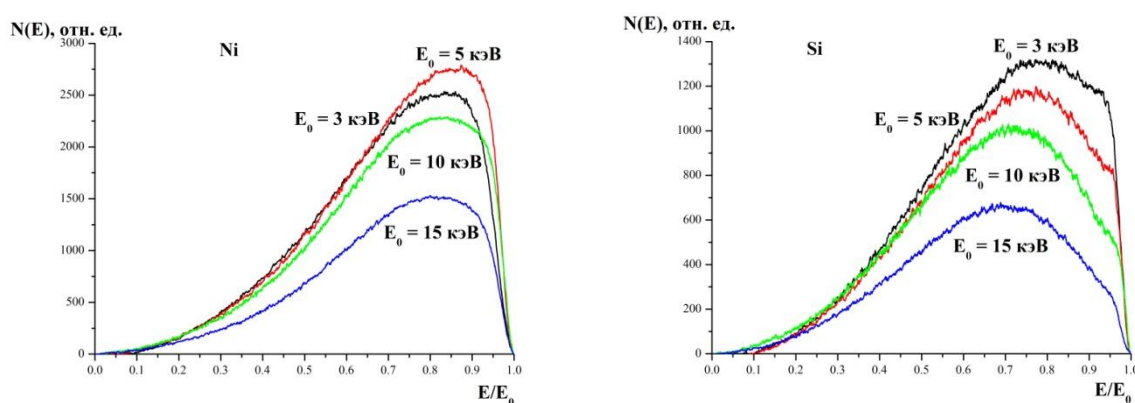


Рис. 2.14 Спектры ОЭ от массивных образцов Ni и Si при различных энергиях первичного пучка электронов E_0 , фиксированном значении тока I_0 и угле детектирования $\theta=25^\circ$.

Спектры для плёнки Ni толщиной 5 нм на массивной Si подложке изображены на рис. 2.15. Видно, что с ростом E_0 уменьшается коэффициент отражения η тестовой структуры, и по мере увеличения глубины проникновения первичных электронов R_0 растёт доля ОЭ, пришедших из подложки. В пределе больших E_0 спектр тонкой плёнки (толщина $t \ll R_0$) практически воспроизводит спектр массивной подложки, в нашем случае спектр Si (рис. 2.15б).

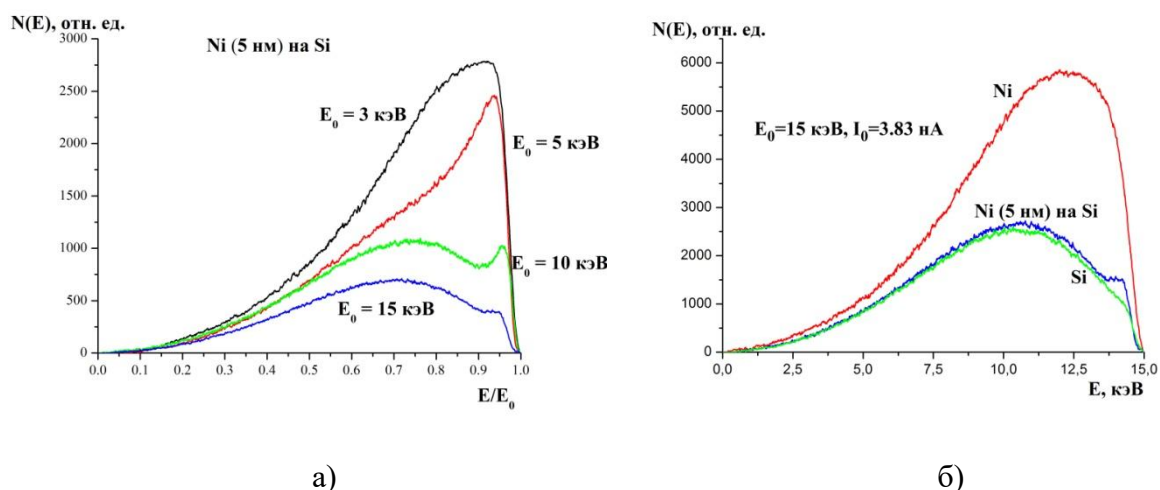


Рис. 2.15 Спектры ОЭ от плёнки Ni толщиной 5 нм на массивной кремниевой подложке при $\theta = 25^\circ$: а) в зависимости от энергии первичного пучка E_0 , б) при $E_0 = 15 \text{ кэВ}$ в сравнении со спектрами от массивных материалов плёнки и подложки.

Для задачи определения толщин плёночных покрытий представляет интерес зависимость энергетических спектров от толщины t . Очевидно, что спектры плёночных образцов с разной толщиной лучше различаются при условии сильного различия в атомных номерах материалов плёнки Z_f и подложки Z_s . Начнём со структур типа плёнка из более тяжёлого элемента на массивной подложке из более лёгкого ($Z_f > Z_s$). Для тестовой структуры из плёнок золота толщинами $t = 5.7, 10.7, 17.6, 22.8, 27.8 \text{ нм}$ на массивной кремниевой подложке были измерены энергетические спектры ОЭ при энергиях первичного пучка $E_0 = 3, 5, 10, 15, 20 \text{ кэВ}$ угле детектирования $\theta = 25^\circ$ (рис. 2.16).

Как видно из рис. 2.16 при $E_0 = 3 \text{ кэВ}$ разрешение по толщинам слабое, а при более высоких E_0 более чувствительное. С ростом толщины плёнок амплитуда спектров преимущественно увеличивается за счёт ОЭ, испытавших малые потери энергии, для $E_0 = 10, 15, 20 \text{ кэВ}$ и за счёт низкоэнергетической части спектра для $E_0 = 3, 5 \text{ кэВ}$. При этом максимумы сдвигаются влево по энергетической оси в обоих случаях. Очевидно, что в области энергий E_0 между 5 и 10 кэВ существует энергия, начиная с которой максимумы начнут смещаться вправо, стремясь к максимуму спектра массивного золота.

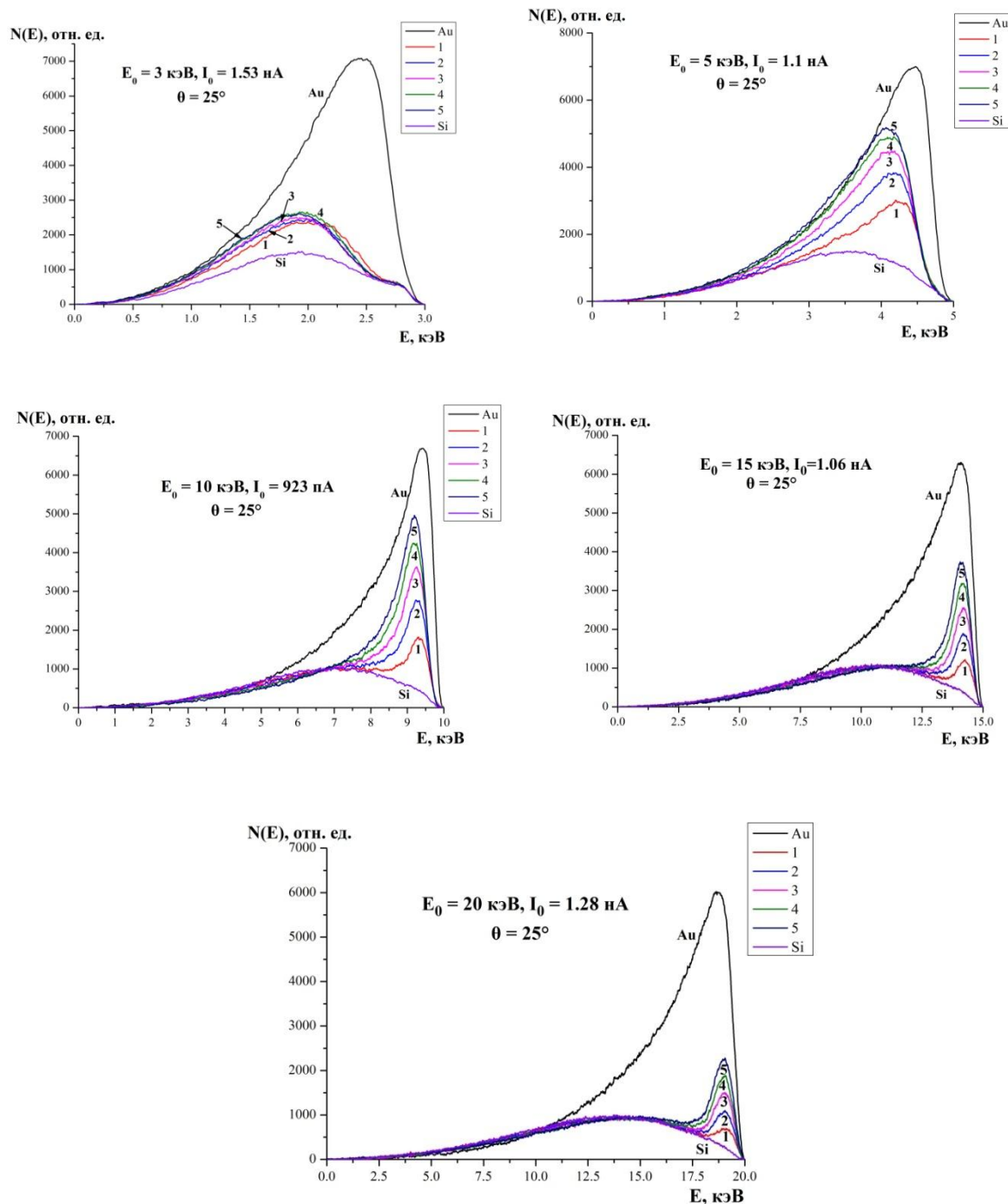


Рис. 2.16 Спектры ОЭ для плёнок Au толщами $t = 5.7, 10.7, 17.6, 22.8, 27.8$ нм на массивной Si-подложке и для массивных Au, Si при энергиях первичного пучка $E_0 = 3, 5, 10, 15, 20$ кэВ и угле детектирования $\theta = 25^\circ$.

Аналогичные измерения были проведены 45-тиградусным спектрометром и отображены на рис. 2.17. Как видно из рисунка, при детектировании под углом $\theta = 45^\circ$ при $E_0 = 3$ кэВ, в отличие от $\theta = 25^\circ$, уже можно отличить спектр самой толстой плёнки (27.8 нм) относительно остальных. По мере увеличения толщины плёнки максимумы спектров также сдвигаются влево по энергетической оси, однако при $E_0 = 5$ кэВ максимумы спектров плёнок

толщинами 22.8 и 27.8 нм начинают смещаться вправо, а при $E_0 = 10$ кэВ только 27.8 нм.

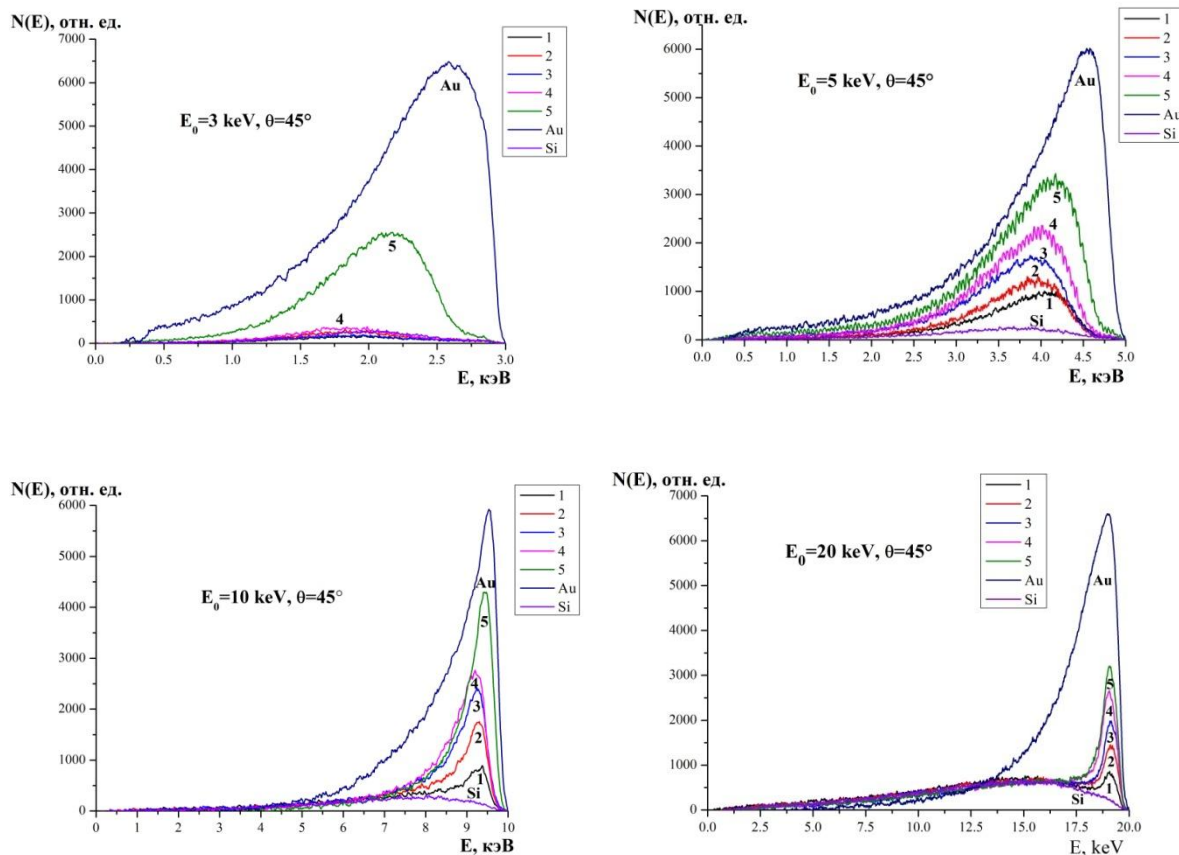


Рис. 2.17 Спектры ОЭ для плёнок Au толщинами $t = 5.7, 10.7, 17.6, 22.8, 27.8$ нм на массивной Si-подложке и для массивных Au, Si при энергиях первичного пучка $E_0 = 3, 5, 10, 20$ кэВ и угле детектирования $\theta = 45^\circ$.

Результаты измерений можно сопоставить с данными из работы [49] для широкого диапазона толщин плёнок.

За неимением своих результатов для плёнок из более лёгких элементов на массивной подложке из более тяжёлых ($Z_f < Z_s$), на рис. 2.18 приводим данные из [49] для плёнок алюминия ($t = 200, 400, 600, 800$ нм) на меди при $E_0 = 15, 20, 25, 30$ кэВ. Видно, что с ростом толщины Al плёнки максимумы спектров смещаются влево по энергетической оси и в пределе больших толщин спектры стремятся к распределению для массивного алюминия.

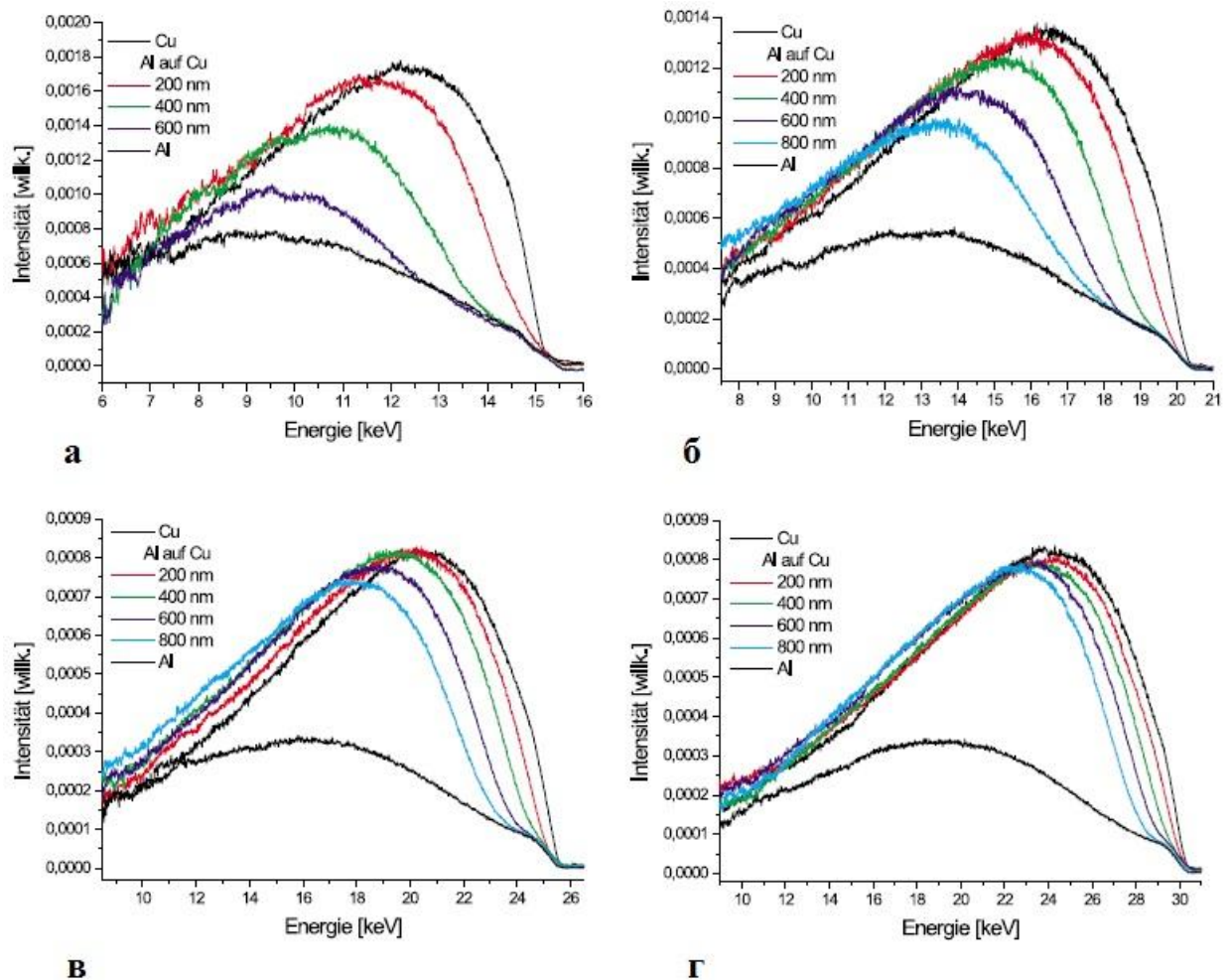
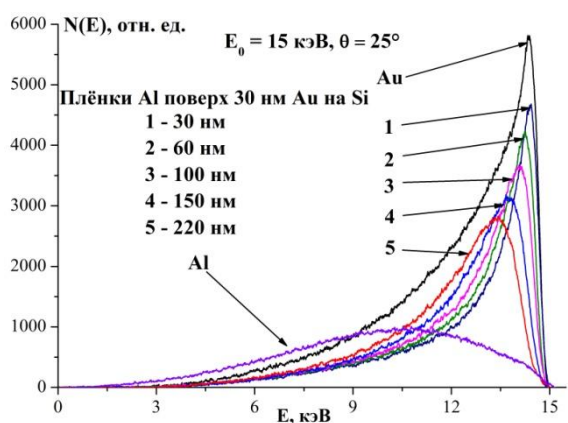


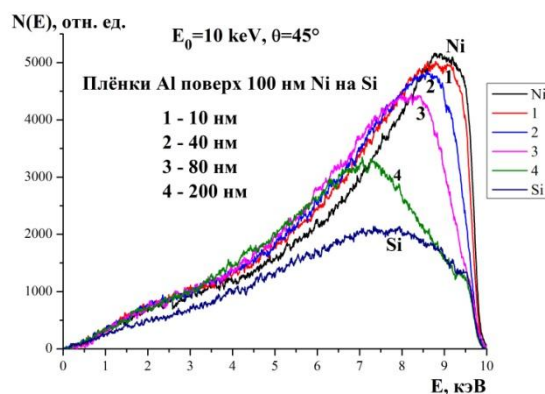
Рис. 2.18 Спектры ОЭ для плёнок Al толщами $t = 200, 400, 600, 800$ нм на массивной Cu-подложке и для массивных Al, Cu при энергиях первичного пучка $E_0 = 15, 20, 25, 30$ кэВ и угле детектирования $\theta = 45^\circ$ [49].

Для сравнения также представим результаты для поверхностных плёнок из лёгких элементов на двуслойной подложке: плёнки Al (30, 60, 100, 150, 220 нм) поверх 30 нм Au на массивной Si-подложке (рис. 2.19а) и плёнки Al (10, 40, 80, 200 нм) поверх 100 нм Ni на массивной Si-подложке (рис. 2.19б). Видно, что и в этом случае разрешить спектры с разными толщами поверхностных плёнок не составляет труда.

Рассмотрим случай с вариацией толщин заглубленных плёнок. Для этого были измерены спектры для тестовой структуры с рисунка 2.10 – спектры для 5, 10 и 15 нм на Si-подложке и их же под 150 нм Al. Как видим, даже для заглубленных плёнок при правильном выборе E_0 спектры ОЭ разрешимы по толщине.



а)



б)

Рис. 2.19 Спектры ОЭ для поверхностных плёнок в трёхслойных структурах: а) плёнки Al (30, 60, 100, 150, 220 нм) поверх 30 нм Au на массивной Si-подложке при $E_0 = 15$ кэВ и $\theta = 25^\circ$, б) плёнки Al (10, 40, 80, 200) поверх 100 нм Ni на массивной Si-подложке при $E_0 = 10$ кэВ и $\theta = 45^\circ$.

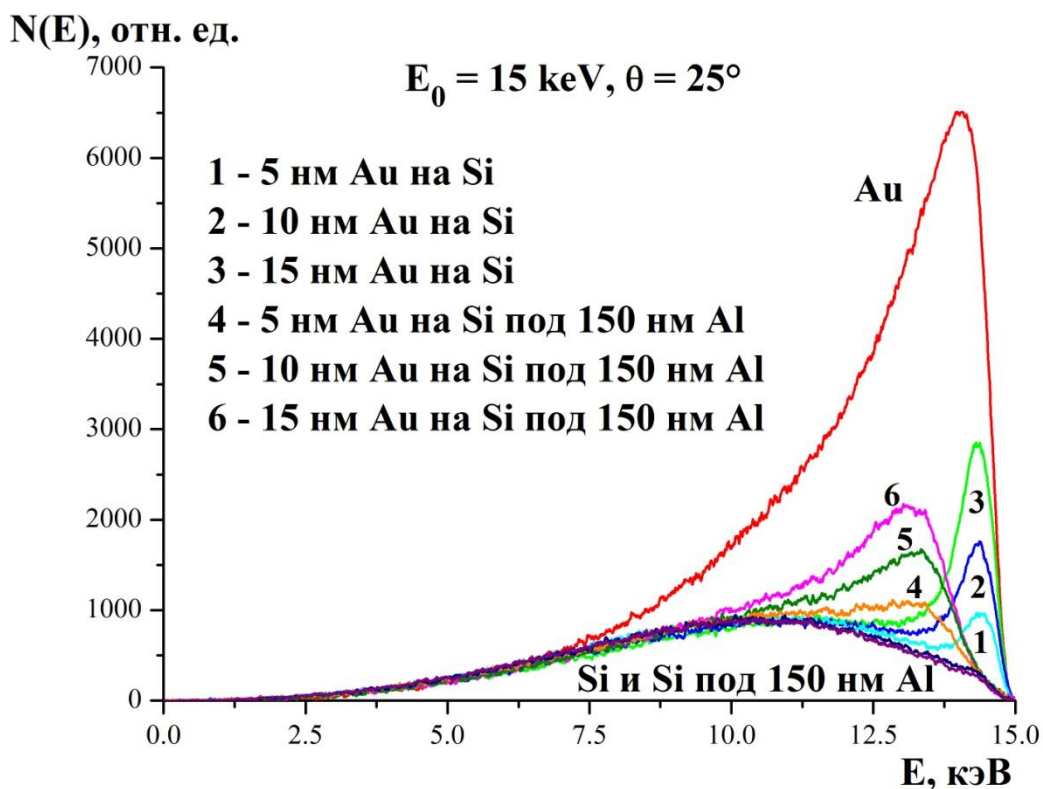


Рис. 2.20 Спектры ОЭ для плёнок Au 5, 10 и 15 нм на Si-подложке, их же под 150 нм Al и массивных Au, Si при $E_0 = 15$ кэВ.

2.4.2 Выбор метода определения толщин плёночных покрытий по энергетическим спектрам отражённых электронов

Вернёмся к выбору оптимального метода определения толщин плёночных покрытий по энергетическим спектрам ОЭ. Рассмотрим основные недостатки существующих методов.

Практически все электронно-зондовые методы требуют предварительной калибровки экспериментального устройства по набору тестовых контрольных образцов, состоящих из различных материалов и плёнок различной толщины. Обеспечение такого большого числа калибровочных образцов с различным сочетанием состава материала плёнки и подложки, с различными толщинами плёнок является практически неразрешимой задачей.

Выходом из этого положения мог бы стать поиск выражения для спектров свободной плёнки и плёнки на подложке. Если для массивных образцов существуют довольно точные выражения, определяющие энергетические спектры (см. пункт 2.1.2 настоящей диссертации), то для слоистых структур данные либо слишком громоздки для практических оценочных вычислений [51], либо требуют моделирования методом Монте-Карло[48].

Метод определения толщин по площадям под упругими пиками [118] привязан к наличию в экспериментальной установке высоких вакуума и разрешения спектрометра. При этом калибровочная кривая рассчитана только для плёнок золота на кремнии, а самостоятельный расчёт по теоретическим зависимостям, приведённым в работе, затруднителен. Также в статье не указано, как изменится эта кривая при переходе от ультратонких плёнок к более толстым.

Метод на основе поиска характеристических потерь энергии ΔE_c [117] базируется на результатах моделирования методом Монте-Карло и не подкреплён проверкой на реальных спектрах. Суть его в том, что в области низких потерь энергии зависимость долевого коэффициента отражения с потерями энергии менее ΔE ($\Delta E = 1 - E/E_0$) можно аппроксимировать двумя линейными участками, пересечение которых даст величину характеристических потерь энергии ΔE_c . Было показано, что эта характеристика линейно зависит от толщины ультратонких плёнок.

Метод, основанный на зависимости средней энергии от толщины плёнки [116], не слишком оперативен и при желании его можно было бы заменить простым измерением сигнала с полупроводникового детектора ОЭ, который пропорционален средней энергии (см. предыдущий параграф). К тому же он

базируется на том факте, что зависимость средней энергии от толщины для плёнки из тяжёлого элемента на лёгкой подложке имеет максимум. На самом деле это не всегда так и всё гораздо сложнее (см. результаты расчёта по спектрам с рис. 2.17 на рис. 2.21 – для средней энергии и для нормированного интегрального коэффициента отражения с фиксированным углом выхода).

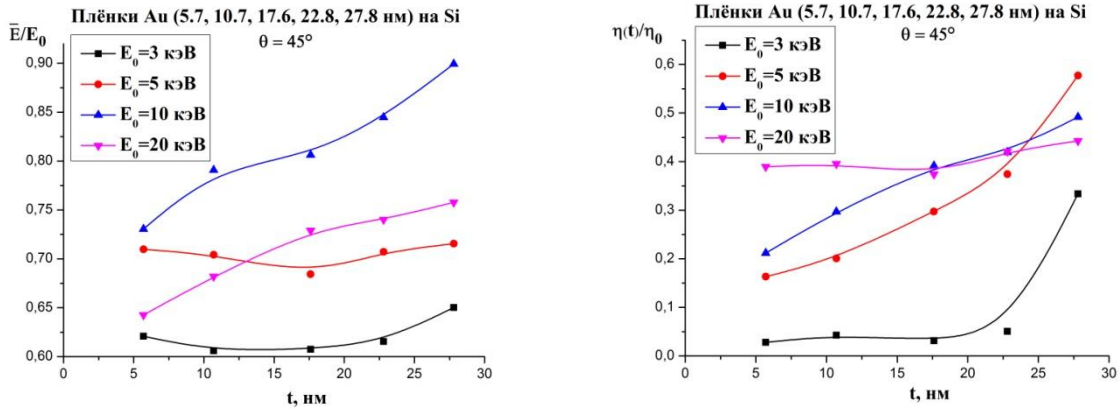


Рис. 2.21 Расчётные зависимости средней энергии отражённых электронов $\bar{E}$, нормированной на энергию первичного пучка E_0 , и коэффициента отражения $\eta(t)$, нормированного на значение для массивного образца η_0 , по спектрам, приведённым на рис. 2.17.

Метод, основанный на поиске точек перегиба и экстремумов [115], на практике является неустойчивым по входным данным, хотя и довольно прост в применении и порой даёт хорошие результаты.

Самым лучшим стоит признать метод определения толщин плёнок по амплитудам спектров ОЭ [114]. Суть его такова: из спектров плёнок на подложке и спектра массивной плёнки вычитается спектр массивной подложки, при этом относительная амплитуда плёночных спектров по отношению к спектру массивной плёнки линейно зависит от толщины плёнки и выходит в насыщение, начиная с некой предельной величины (рис. 2.22). Математически можно записать это в форме:

$$\frac{I_{sf}(E_{sf}^{max}) - I_{s0}(E_{sf}^{max})}{I_{f0}(E_{f0}^{max}) - I_{s0}(E_{f0}^{max})} = kt + b \quad (2.27)$$

Это очень похоже на результат, полученный для интегральных по энергии коэффициентов. В самом деле, воспользовавшись уравнениями (1.36) и (1.34) можно получить:

$$\frac{\eta_{sf} - \eta_s^\infty}{\eta_f^\infty - \eta_s^\infty} = \tanh(a_1 s + a_2 s^2), \quad (2.28)$$

что в пределе тонких плёнок даст

$$\frac{\eta_{sf} - \eta_s^\infty}{\eta_f^\infty - \eta_s^\infty} = \frac{a_1}{x_{0.5}} t \quad (2.29)$$

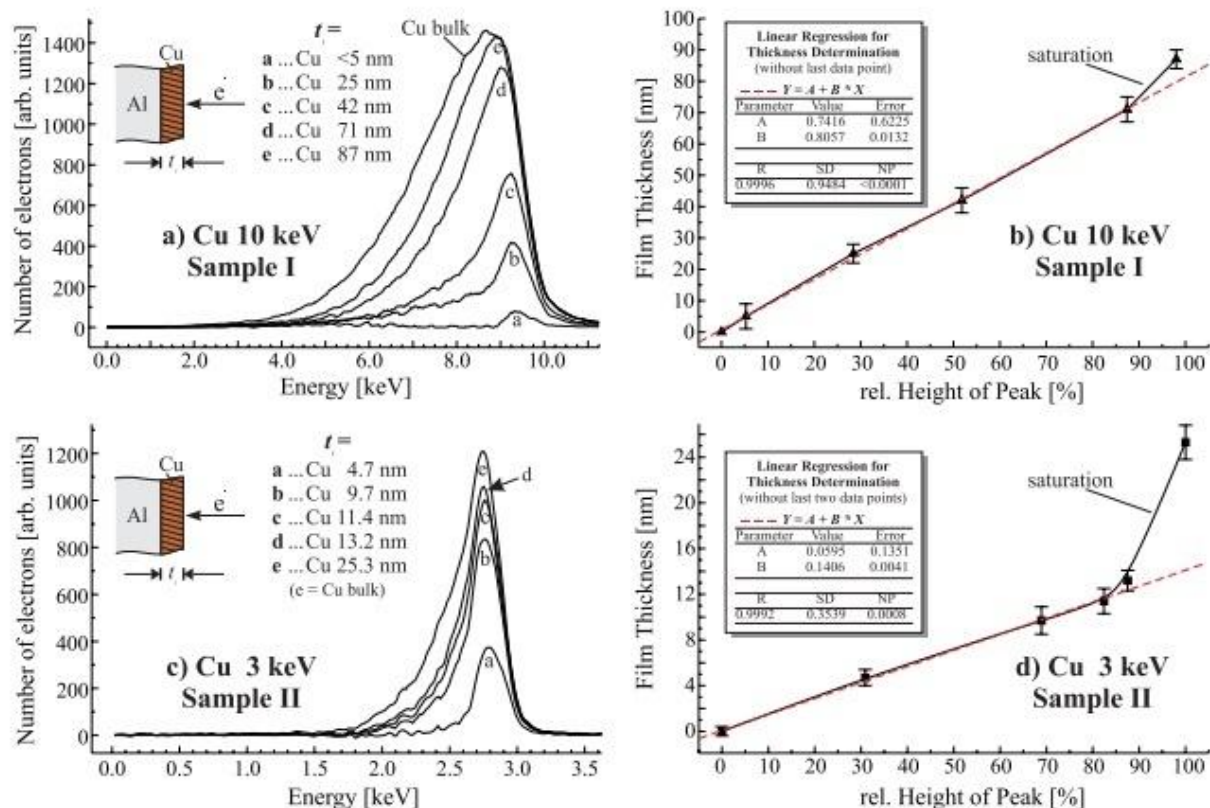


Рис. 2.22 Спектры ОЭ для плёнок Cu (вычтены спектры Al) на Al-подложке и калибровка по толщинам [114].

Коэффициент наклона прямой в формулах (2.27) и (2.29) показывает чувствительность каждого метода определения толщин плёнок. Перепишем уравнение (2.29) с учётом подстановок a_1 , $x_{0.5}$ и того, что в конечной формуле x будет выражаться в нанометрах

$$\frac{a_1}{x_{0.5}} = \frac{(2.153Z - 14.789)}{(3.706Z + 17.822)} \frac{\rho}{(0.00682Z + 17.822) E_0^{(1.801 - 0.00318Z)} 10} \quad (2.30)$$

Проведём расчёт для плёнок меди по данным с рис. 2.22. При $E_0 = 10$ кэВ коэффициент наклона в формуле (2.29) равен $6 \cdot 10^{-3} \text{ нм}^{-1}$, а при $E_0 = 3$ кэВ 0.05 нм^{-1} . Для коэффициента k в (2.27) воспользуемся результатами МНК с рис. 2.22. Так $k = 1/B$ будет равно 1.2 нм^{-1} при $E_0 = 10$ кэВ и 7 нм^{-1} при $E_0 = 3$ кэВ. Откуда следует, что при определении толщин по амплитудам спектров чувствительность гораздо выше, чем в методе, основанном на знании зависимости коэффициента отражения от толщины плёнки. Также стоит

отметить, что в обоих методах с уменьшением E_0 чувствительность в определении толщин повышается.

Чтобы закончить сравнение двух методов, оценим предельные толщины плёнок, при которых ещё наблюдается линейная зависимость, и метод всё ещё применим. По формуле (1.33) можно рассчитать предельную толщину $x_{0.5}$. Для меди при $E_0 = 10$ кэВ имеем $x_{0.5} = 60$ нм, а при $E_0 = 3$ кэВ $x_{0.5} = 7$ нм. Из рис. 2.22 можно оценить предельные толщины для метода амплитудам спектров ОЭ. Так для меди имеем 70-90 нм при $E_0 = 10$ кэВ и 13 нм при $E_0 = 3$ кэВ. Видим, что и здесь метод спектроскопии ОЭ превосходит оппонента – диапазон исследуемых толщин при фиксированной E_0 шире.

Оценкой сверху для предельной толщины в методе спектроскопии может послужить наиболее вероятная глубина отражения x_η (см. формулу 2.6).

Данный метод был апробирован на наших экспериментах и дал хорошие результаты.

Другим подходом мог бы послужить метод, основанный на знании дифференциальных коэффициентов эмиссии (регистрируются в узком энергетическом окне). Но без знания простого аналитического выражения для спектров нельзя предсказать наверняка, в каком диапазоне энергий будет монотонная и по возможности линейная зависимость сигнала от толщины плёнки. В данном случае необходима предварительная калибровка по набору тестовых структур с известными толщинами плёнок.

§ 2.5 Трёхмерная реконструкция профиля поверхности в отфильтрованных по энергии отражённых и вторичных электронах

2.5.1 Предпосылки создания метода трёхмерной реконструкции рельефа поверхности в отфильтрованных по энергии вторичных и отражённых электронах

Для более точной реконструкции профиля поверхности необходимо знать угловые зависимости коэффициентов отражения η и вторичной эмиссии δ , которые достаточно хорошо изучены и определены (см. § 1.1 или [15, с. 135-169]). Но, как будет показано ниже, для повышения чувствительности в определении локальных наклонов поверхности необходимо детектировать ОЭ и ВЭ не интегрально по энергии, как в предыдущих работах, а дифференциально, т.е. регистрируя эмитируемые электроны в узком интервале энергий.

Обратимся к спектрам ОЭ и ВЭ в зависимости от угла наклона (падения) α из [13, 61] (рис. 1.10 и рис. 1.12). Их элементарным интегрированием были рассчитаны величины $\eta(\alpha)$ и $\delta(\alpha)$. Делением спектров при наклонном падении на спектр при нормальном падении были получены значения нормированных дифференциальных коэффициентов. При их сравнении с интегральными коэффициентами, оказалось возможным получить интервалы энергий, в которых применение отфильтрованных по энергии электронов даёт преимущество в определении наклонов поверхности по сравнению с традиционным подходом. Так для энергии фильтрации ВЭ $E_{SE} = 12.8$ эВ имеем выигрыш около 10 % (Рис. 2.23а), а для сигнала ОЭ при $E_{BSE} = 9.7$ кэВ куда более существенное преимущество (Рис. 2.23б).

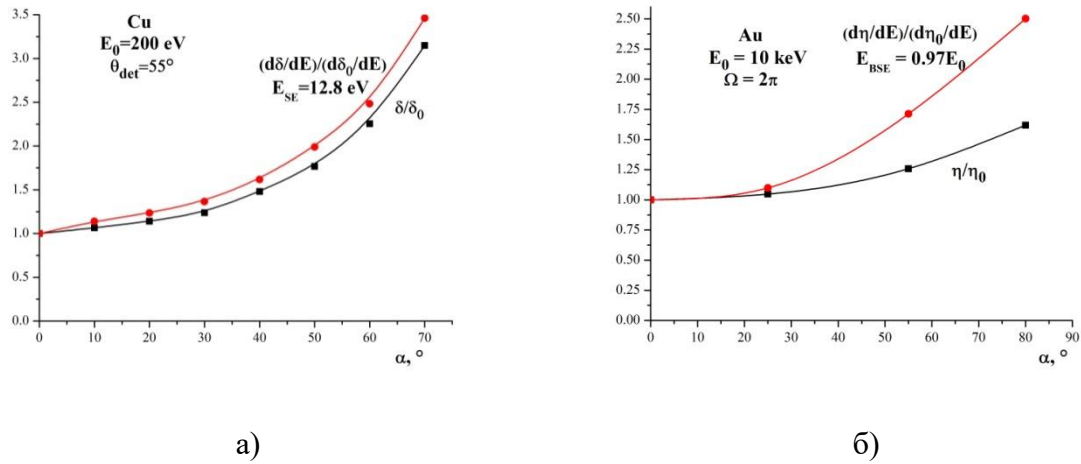


Рис. 2.23 Зависимости нормированных дифференциальных и интегральных коэффициентов эмиссии для ВЭ (а) и ОЭ (б) от угла наклона α по данным из [61, 13].

Для ОЭ это преимущество явилось следствием следующего факта. Коэффициент отражения η складывается из двух частей: электронов, испытавших многократные акты рассеяния на малые углы, η_d и электронов однократно рассеянных на большие углы η_s . Процесс диффузии доминирует в широком интервале углов наклона α , причём η_d не зависит от α (Рис. 2.24 а, б). Но коэффициент однократного рассеяния более чувствителен к наклонам поверхности (Рис. 2.24 а, б) и поэтому предпочтителен для использования в профилометрии поверхности. Однократно рассеянные ОЭ соответствуют приповерхностному проникновению и высокэнергетичной, с низкими потерями энергии частью спектра ОЭ (Рис. 2.24 в, г). Тот факт, что на рисунке изображены распределения электронов по глубине для углов выхода θ от 30° до 60° , не должен смущать читателя, так как проведённые рассуждения справедливы для всех диапазонов углов. Отсюда делаем вывод, что для задачи восстано-

ления профиля поверхности рекомендуется использовать ОЭ в узком интервале энергий справа от максимума энергетического распределения.

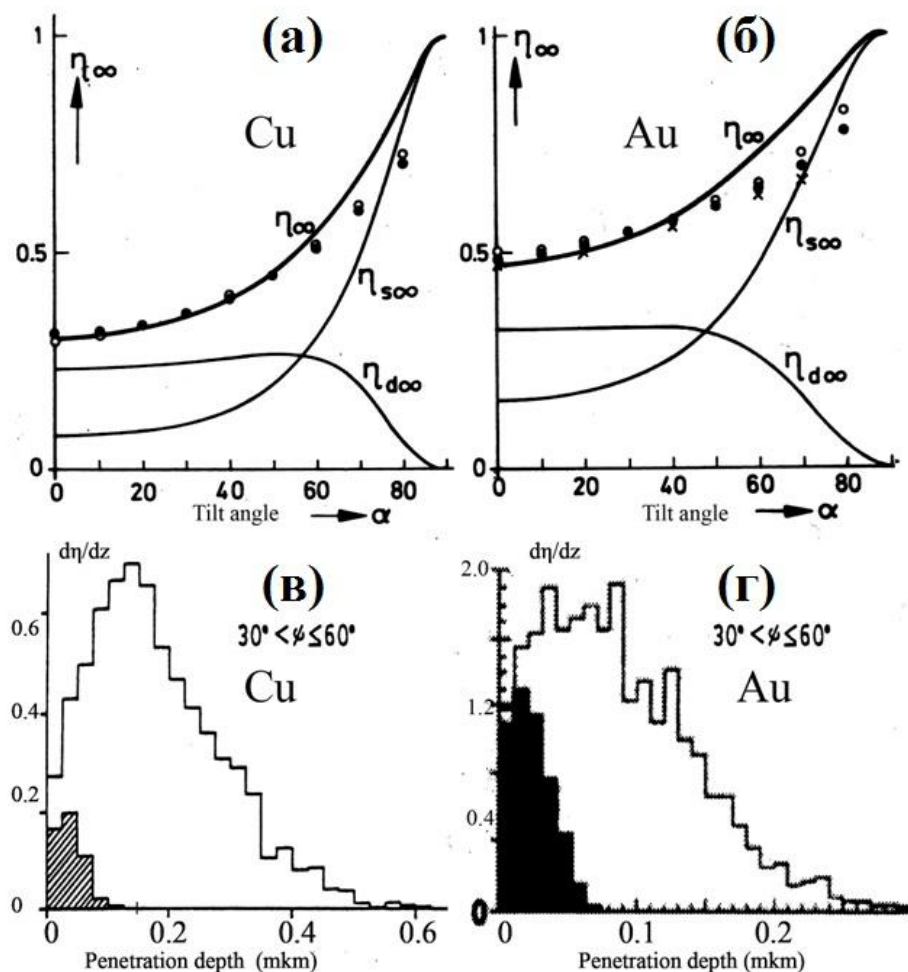


Рис. 2.24 Сравнение вклада однократно рассеянных электронов $\eta_{s\infty}$ и диффузионной части $\eta_{d\infty}$ ОЭ в полный коэффициент η_∞ для Cu (а) и Au (б) [120]. (в), (г) – Распределение ОЭ по глубине при $E_0 = 20$ кэВ для всех, а также испытавших малые потери энергии ($\Delta E \leq 1$ кэВ, заштрихованная часть) с углами выхода $30^\circ < \theta < 60^\circ$ [121].

Для ВЭ вопрос выбора энергии фильтрации для трёхмерной реконструкции профиля поверхности остаётся дискуссионным.

2.5.2 Эксперимент

Эксперименты проводились на СЭМ LEO-1455, оборудованном двухканальным тороидальным электронным спектрометром (Рис. 2.25, [119]). Он позволяет не только измерять спектры ВЭ и ОЭ, но и получать изображения в отфильтрованных по энергии электронах (в узком энергетическом окне), используя как сигнал от каждого канала по отдельности, так их сумму и разность. В работе использовались спектрометры с углами детектирования θ_{det} 25° и 45° (в случае нормального падения электронного пучка углы выхода θ и детектирования θ_{det} совпадают).

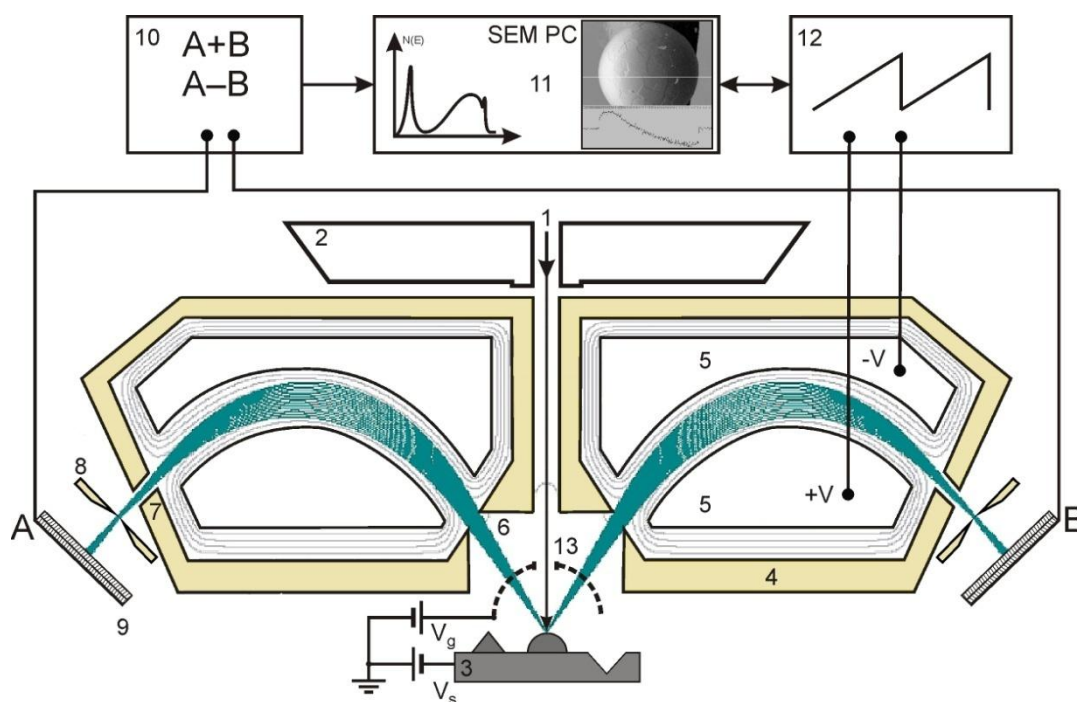


Рис. 2.25 Схема спектрометра: 1 – электронный пучок; 2 – объективная линза СЭМ; 3 - образец; 4 - корпус; 5 – торoidalные электроды; 6, 7, 8 – входная и выходная щели; 9 - МКП; 10- блок суммирования и вычитания сигналов; 11 – ПК или монитор СЭМ; 12 – источник высоковольтного пилообразного напряжения; 13 – полусферическая сетка для формирования изопотенциалов над поверхностью образца.

В качестве тестовых структур использовались титановые шарики диаметром $D = 250$ и 400 мкм и отметина индентором Виккерса (вогнутая четырёхгранная пирамида с квадратным основанием и углом при вершине между противоположающимися гранями 136°) на массивной золотой пластине. Благодаря явной зависимости координаты шарика вдоль диаметра с локальным наклоном поверхности ($x = R \sin \alpha$) стало возможным изучить зависимость спектров ВЭ и ОЭ от угла наклона α . При смещении пучка из центра шарика на величину $\Delta x = R \sin \alpha$ производилась корректировка по высоте: столик поднимали на высоту $\Delta z = R(1 - \cos \alpha)$ для того, чтобы набор спектра происходил при оптимальном расстоянии между точкой сканирования и спектрометром, одинаковым для всех изучаемых углов наклона. Спектр снимался при помощи ближайшей к точке сканирования микроканальной пластины (МКП). Также шарики использовались для балансировки усиления на двух МКП и для получения калибровочной зависимости комбинаций сигналов с двух МКП от угла наклона α . «Пирамиды» позволили проверить однозначную зависимость сигналов от угла наклона α в исследуемых интервалах энергии настройки спектрометра (можно выделить участки с фиксированным значением наклона).

Типичные спектры ВЭ и ОЭ при разных углах наклона α приведены на Рис. 2.26. Спектры ВЭ были получены при приложении отрицательного смещения $V_S = -33$ В к предметному столику, так как при отсутствии смещения их получение не представляется возможным. Это несколько искажает привычное косинусное распределение ВЭ по углам выхода θ (оно становится более вытянутым в направлении от поверхности – Рис. 2.27а), и спектры оказываются деформированными и несколько смещёнными друг относительно друга. Учёт влияния таких искажений представлен в работе [61]. В дальнейшем предлагается использовать полусферическую сетку (13 на рис. 2.25) над поверхностью образца для корректировки изопотенциалей.

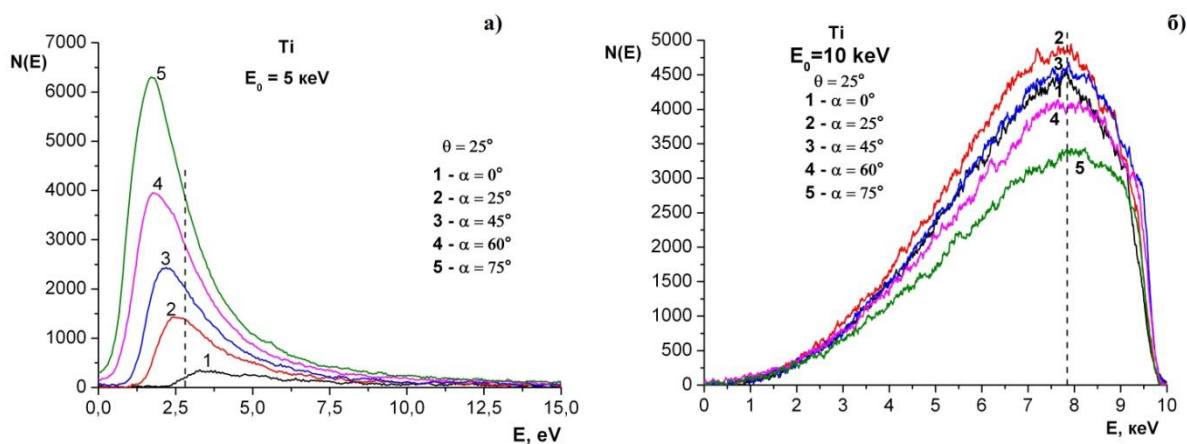


Рис. 2.26 Экспериментальные энергетические спектры ВЭ (а) и ОЭ (б) для мишени из титана, при различных углах наклона α , с углом детектирования $\theta_{det} = 25^\circ$.

На полученных спектрах были выбраны энергии E_{SE} и E_{BSE} , при которых рассчитывались значения дифференциальных коэффициентов $N(\alpha)$ (на рис. 2.26 они отмечены пересечением с штриховой линией). Элементарным интегрированием по площади под спектрами определялись значения интегральных коэффициентов $\delta(\alpha)$ и $\eta(\alpha)$ при фиксированном угле детектирования θ_{det} . Значения интегральных коэффициентов $\delta(\alpha)$ и $\eta(\alpha)$ при сборе по всем углам выхода θ были рассчитаны по формулам из (1.15) (заменой R на $R \cos \alpha$) и (1.6) соответственно. Сравнительная характеристика дифференциальных и интегральных коэффициентов ВЭ и ОЭ, нормированных на значения при нормальном падении, представлена на Рис. 2.28.

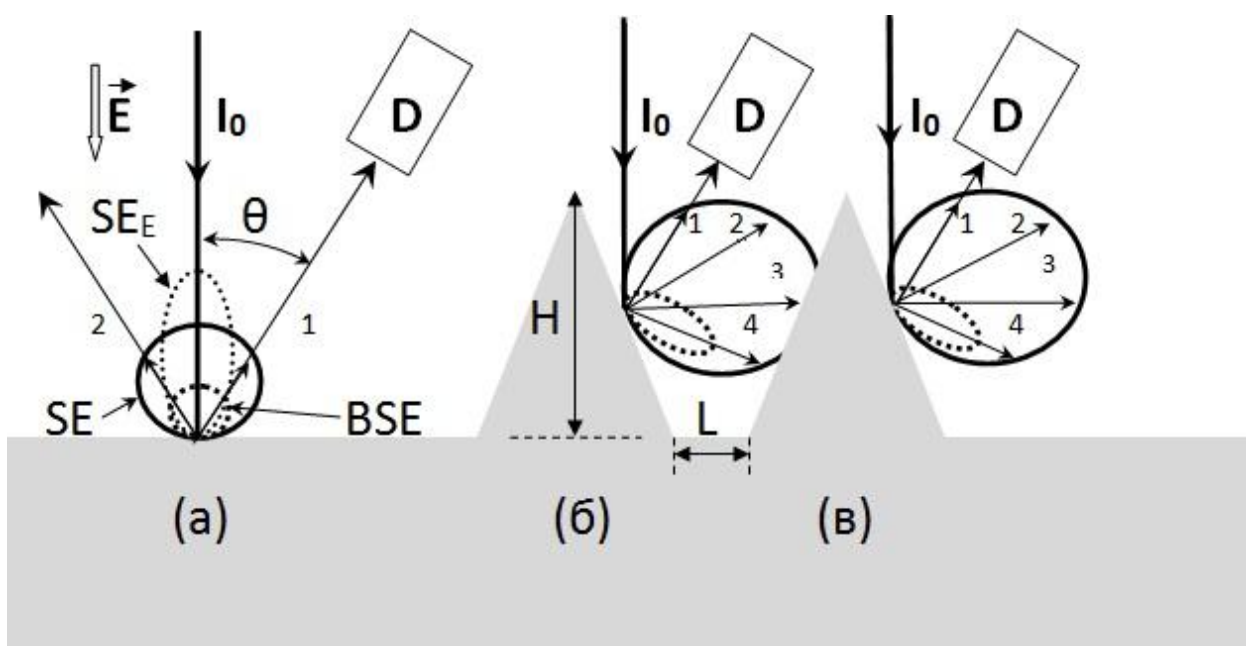


Рис. 2.27 Форма угловых распределений ВЭ и ОЭ от плоского образца (а), от наклонного образца: в случае затенения (б) и на границе (в).

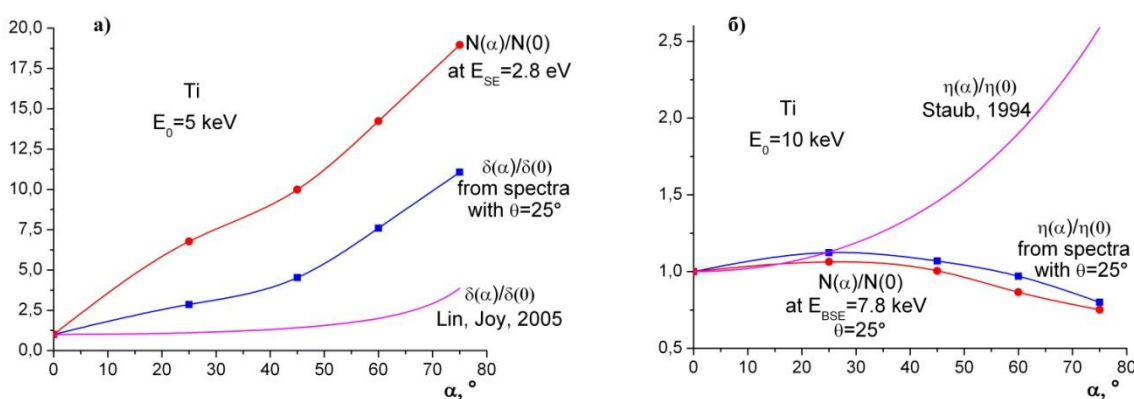


Рис. 2.28 Сравнительная характеристика дифференциальных $N(E)$ и интегральных сигналов ВЭ δ (а) и ОЭ η (б) при различных углах падения α .

Полученные предварительные результаты позволяют заключить, что при правильном выборе окна фильтрации ВЭ по энергии можно существенно повысить чувствительность в определении локальных наклонов поверхности.

Для ОЭ была получена немонотонная зависимость коэффициентов от угла наклона α , связанная с формой угловых распределений ОЭ и геометрией спектрометра (фиксированным углом детектирования θ_{det}). При больших наклонках существенная часть ОЭ проходит мимо входной щели спектрометра (Рис. 2.27б, в).

На рис. 2.29 представлены для сравнения спектры ОЭ при энергиях первичного пучка E_0 10 кэВ и 300 эВ. Из спектров видно, что при уменьшении E_0 в область низких энергий возрастает чувствительность по углам α как

с использованием интегральных, так и дифференциальных коэффициентов. Интересной представляется возможность определения углов наклона α из значений интенсивности упругих пиков. Соответствующие зависимости изучены в [122]. Однако в условиях стандартных СЭМ интенсивность упругих пиков снижается из-за поверхностных загрязнений (углеводородная контаминация и молекулы воды), а разрешение микроскопа при низких ускоряющих энергиях E_0 оставляет желать лучшего.

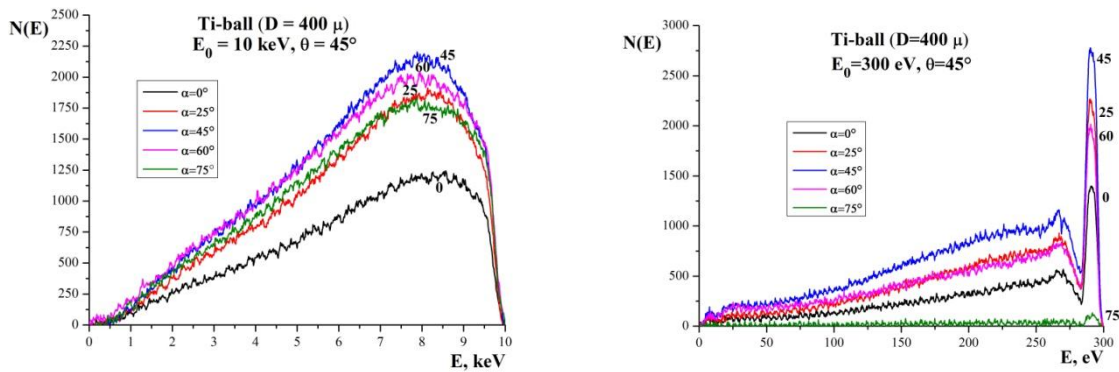


Рис. 2.29 Экспериментальные спектры ОЭ для мишени из титана в зависимости от угла наклона при двух энергиях первичного пучка E_0 10 кэВ и 300 эВ и угле детектирования $\theta_{det} = 45^\circ$.

Типичные разностные изображения в отфильтрованных по энергии ОЭ и ВЭ и линейные профили сканирования вдоль диаметра Тi-шариков $D=400$ мкм представлены на Рис. 2.30.

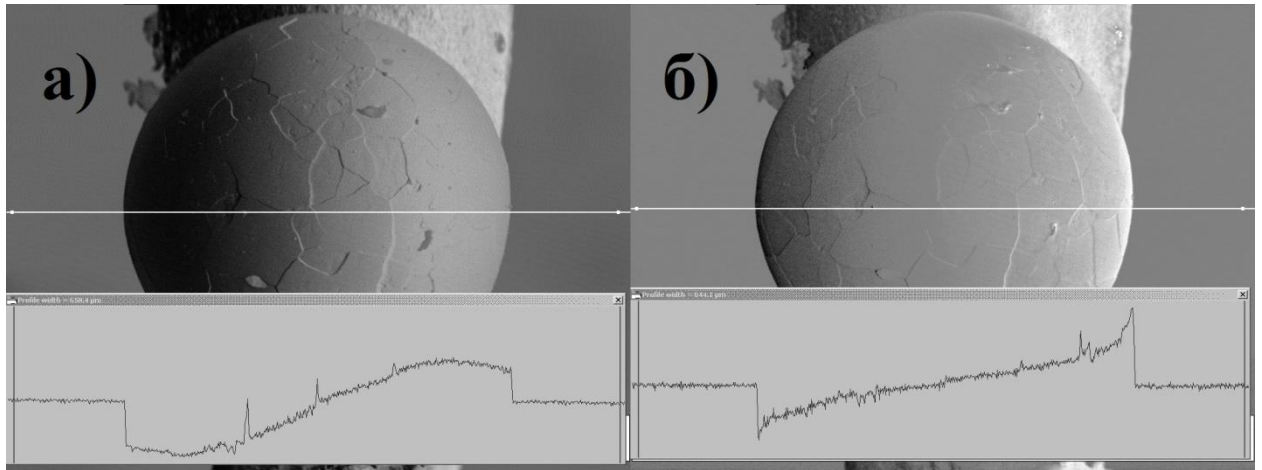


Рис. 2.30 Разностные линейные профили сканирования Тi-шарика ($D = 400$ мкм) в отфильтрованных по энергии а) ОЭ ($E_{BSE} = 9.3$ кэВ – справа от максимума спектра 8.4 кэВ, $\theta_{det} = 45^\circ$), б) ВЭ ($E_{SE} = 3.5$ эВ – максимум спектра, $\theta_{det} = 45^\circ$).

Можно заметить, что сигнал ОЭ обладает большей по сравнению с ВЭ чувствительностью в определении малых углов наклона (центр шарика), тогда как сигнал ВЭ предпочтителен в области больших углов (граница шари-

ка). Это согласуется с результатами других работ: формула (2.31) из [82] применима для $\alpha < 65^\circ$, а результаты работы [33] для ОЭ справедливы при α не более 45° - 50° .

Для восстановления профиля поверхности в отфильтрованных по энергии электронах предлагалось использовать отношение разности сигналов к сумме, как некую безразмерную конструкцию, не зависящую от материала мишени. Зависимости для интегрального по энергии сигнала из § 1.4 оказались неприменимыми для сигналов отфильтрованных по энергии ВЭ и ОЭ (рис. 2.31 а, б).

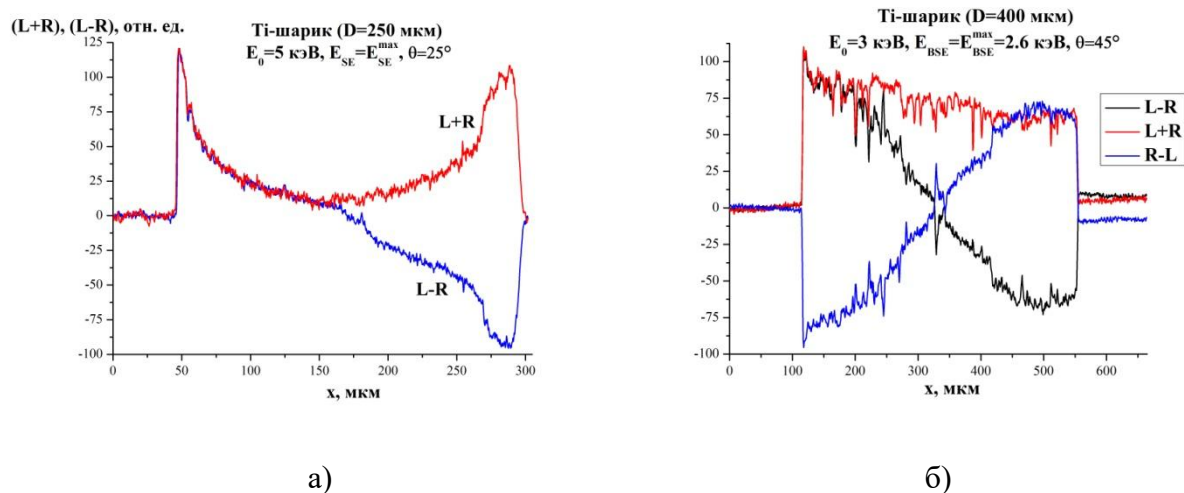


Рис. 2.31 а) Разностный и суммарный профили сканирования вдоль диаметра Тi-шарика ($D = 250$ мкм) при $E_0 = 5$ кэВ на максимуме энергетического распределения ВЭ ($\theta_{det}=25^\circ$), б) а) Разностные и суммарный профили сканирования вдоль диаметра Тi-шарика ($D = 400$ мкм) при $E_0 = 3$ кэВ на максимуме энергетического распределения ОЭ $E_{BSE} = 2.6$ кэВ ($\theta_{det} = 45^\circ$),.

Для решения задачи трёхмерной реконструкции необходимо подобрать эмпирически зависимость отношения разности сигналов к сумме или разности сигналов (изображения в разностном сигнале несут преимущественно топографический контраст) между двумя МКП от величины наклона поверхности. В дальнейшем необходимо будет построить алгоритмы, учитывающие эффекты затенения (Рис. 2.27б) и границы (Рис. 2.27в). Так как исходные сигналы неизбежно поражены шумом, также необходимо построение алгоритмов регуляризации задачи (либо условная регуляризация, либо минимизация функционала с регуляризирующим слагаемым). При этом стоит учитывать, что интегрирование и регуляризация вместе с шумом подавляют и действительно присутствующие резкие перепады высот.

В связи с тем, что формулы, применимые для интегрального по энергии сигнала, не справедливы для сигнала отфильтрованных электронов, было решено подобрать функции от угла наклона α , аппроксимирующие экспериментальные зависимости разности сигналов и отношения разности сигналов, полученные из профиля сканирования вдоль диаметра шарика.

Так для сигнала отражённых электронов нами была подобрана такая функция (см. рис. 2.32):

$$\frac{R - L}{R + L} = \sin\left(\frac{\pi}{2}\sin(\alpha)\right) \quad (2.32)$$

Зависимость (2.32) сильнее полученной в [82, 33] ($\sin\alpha$), что наглядно демонстрирует преимущество подхода восстановления профиля поверхности с фильтрацией ОЭ по энергии по сравнению с традиционным.

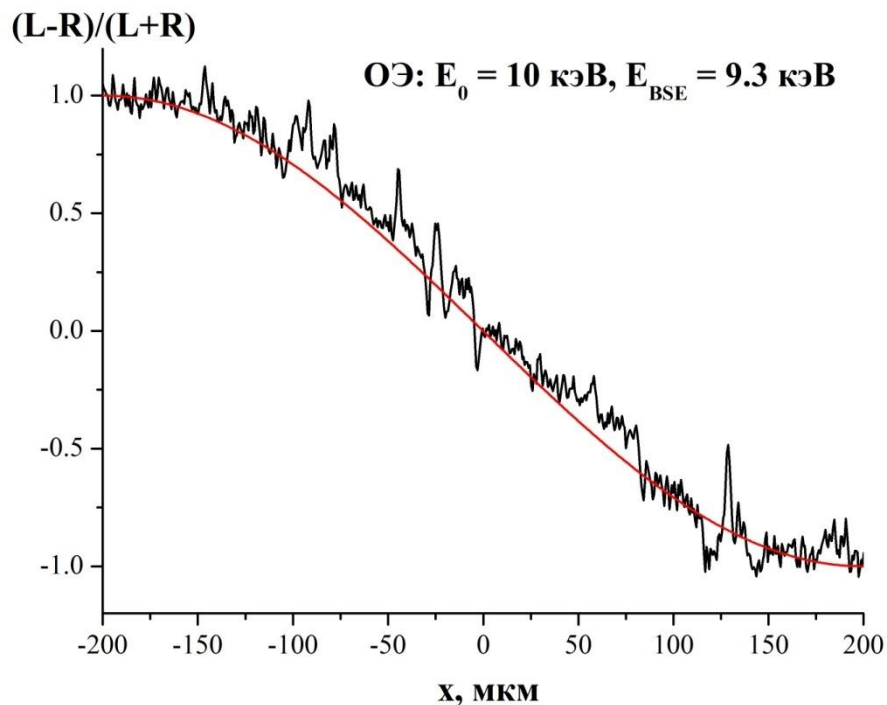


Рис. 2.32 Экспериментальная зависимость отношения разности сигналов ОЭ в узком энергетическом окне с двух МКП к сумме от линейной координаты сканирования вдоль диаметра шарика ($x \sim \sin\alpha$) и её аппроксимация зависимостью (2.32).

Градиент вдоль линии сканирования равен тангенсу угла наклона. Элементарным интегрированием можно восстановить профиль $z(x)$. Однако возникает проблема: эта обратная задача является некорректно поставленной (решения не являются устойчивыми по входным данным), поэтому для корректного восстановления профиля поверхности необходимо построение бы-

стродействующих алгоритмов регуляризации задачи. Также необходимо построение алгоритмов учёта затенения.

Примеры разностных профилей сканирования для тестовой структуры в форме вогнутой пирамиды (рис. 2.33) наглядно демонстрируют, что можно подобрать такую энергию настройки, при которой разностный сигнал однозначно зависит от угла наклона поверхности. Суммарный сигнал практически не зависит от топографии.

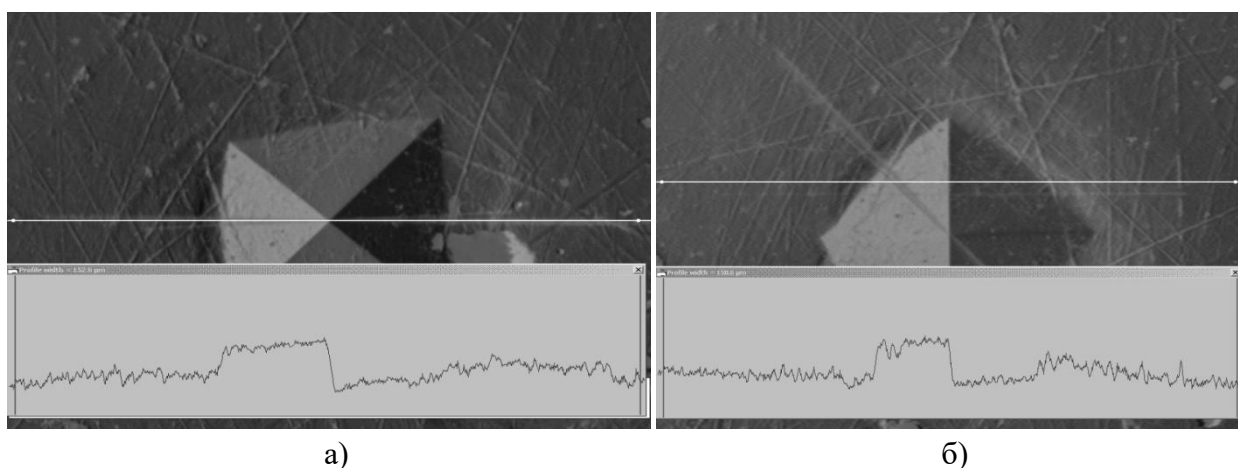


Рис. 2.33 Разностные линейные профили сканирования для отметины индентором Виккерса на массивном золоте а) в исходном положении и б) при повороте на $\varphi = 45^\circ$.

Поворот образца, изображённый на рис. 2.33, позволяет оценить локальные наклоны поверхности в направлении отличном от первоначального, заданного линией сканирования, без привлечения дополнительной пары МКП.

Если обратиться к линейным профилям в отфильтрованных по энергии ВЭ (рис. 2.34), можно убедиться, что не при любой энергии настройки спектрометра E_{SE} существует однозначная зависимость разностного сигнала от угла наклона α . Так для $E_{SE} = E_{SE}^{max} = 1.3$ эВ (рис. 2.34а, кривая 2) разностный профиль существенно отличается от ступенчатого. По мере повышения энергии настройки спектрометра (рис. 2.34 а, кривые 3, 4) он вырождается в «ступеньку», которую требует предложенный метод, а чувствительность метода («размах ступеньки») уменьшается. Суммарный сигнал характеризуется наличием «провала» в центре пирамиды и пиков на краях (рис. 2.34б). Они обусловлены так называемым диффузионным контрастом или краевыми эффектами, характерными для изображений, получаемых в интегральном по энергии сигнале [15, с. 218]. По мере увеличения энергии настройки спектрометра E_{SE} эти артефакты нивелируются. Откуда можно сделать вывод, что при правильном выборе окна фильтрации можно получить однозначную зависи-

мость отношения сигналов с двух МКП к сумме от угла наклона поверхности α .

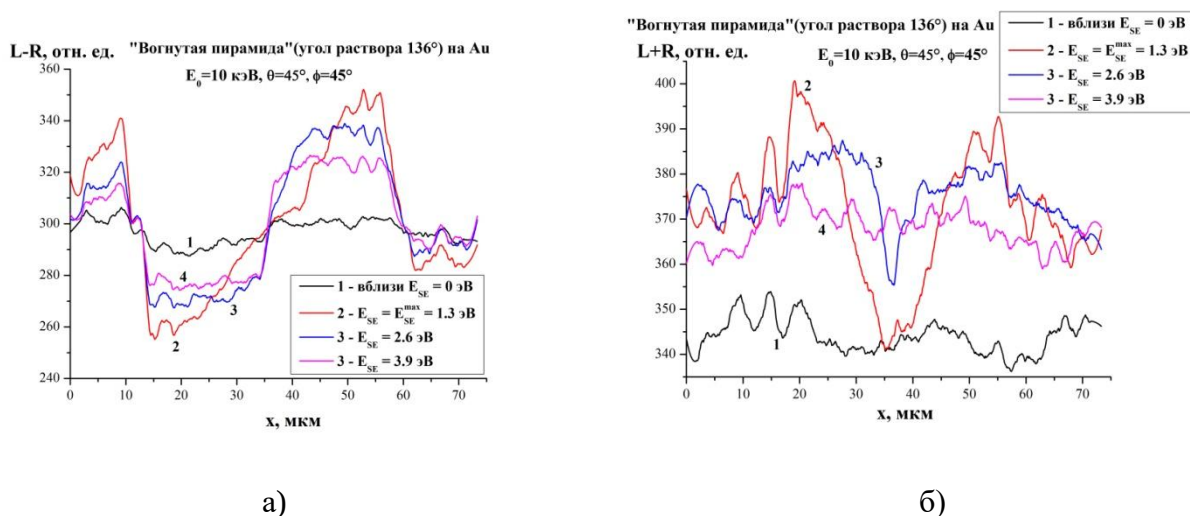


Рис. 2.34 Линейные профили сканирования отметин индентором Вика на золоте (“вогнутая пирамида”) в отфильтрованных по энергии ВЭ при различных энергиях настройки спектрометра E_{SE} : а) разность, б) сумма сигналов с двух МКП.

Стоит добавить, что профили на рис. 2.34 были получены сглаживанием экспериментальных кривых фильтром Савицкого-Голая, что несколько сглаживает резкие изменения сигнала, в том числе и “ступеньки”.

Другим подходом может послужить измерение зависимостей спектров от углов наклона α и выхода θ , с последующей интерполяцией полученных зависимостей гладкими кривыми. Эти кривые в дальнейшем будут использоваться для теоретического расчёта сигнала с каждой МКП, как это было сделано в [86]. При этом интегрирование будет вестись не только по телесному углу, но и по интервалу энергий.

Предложенный выше алгоритм восстановления трёхмерной топологии поверхности микроструктур обещает стать более чувствительным и точным количественным методом обработки изображений. Все предпосылки и эксперименты, изложенные выше, подтверждают перспективность использования для этих целей отфильтрованных по энергиям вторичных и отражённых электронов.

Глава 3 Электронная спектроскопия диэлектрических мишеней при электронном облучении

Повышенный интерес к радиационной электрофизике диэлектриков обусловлен решением ряда научных и прикладных задач, например, в таких областях, как безопасность космических аппаратов, электронная литография в микроэлектронике, плазменная и ядерная физика. Результаты экспериментальных и теоретических исследований механизмов электризации диэлектриков под воздействием электронного облучения опубликованы во многих статьях, однако различие в принятых моделях и подходах, фрагментарность как экспериментальных исследований, так и теоретического анализа создают противоречивую картину этого явления.

В настоящее время наиболее адекватной принято считать двухслойную модель зарядов, генерируемых в облучаемой электронным потоком диэлектрической мишени [123-127]. Согласно этой модели, в процессе бомбардировки электронами диэлектрического образца в тонкой приповерхностной области за счёт эмиссии вторичных электронов (ВЭ) образуется тонкий положительный слой зарядов, толщина которого равна глубине выхода ВЭ λ . Одновременно формируется более протяжённый слой отрицательного заряда за счёт значительной части первичных электронов, захваченных на локальные ловушечные центры в материале образца. Толщина отрицательного слоя зарядов равна глубине пробега облучающих электронов R_0 и, как правило, в десятки и сотни раз превышает толщину положительного слоя. Согласно рассматриваемой модели считалось, что при полном коэффициенте эмиссии электронов $\sigma = 1$, равном сумме коэффициентов ВЭ δ и отражённых электронов η , облучаемая мишень не заряжается, при $\sigma > 1$ диэлектрик заряжается положительно, а при $\sigma < 1$ отрицательно. Условие отсутствия зарядки мишени $\sigma = 1$ выполняется при определённой энергии первичных электронов $E_0 = E_2$ (вторая критическая энергия). Однако, как показал ряд экспериментов, в том числе в настоящей работе, указанные положения выполняются только для идеализованного случая, который реализуется при импульсном облучении диэлектрической мишени с очень низкими плотностями тока первичного пучка электронов (низкими дозами). Реально же в случае прогрессирующей аккумуляции зарядов в мишени происходит ряд самосогласующихся взаимозависимых процессов, нарушающих описанную выше картину зарядки [123, 125, 128].

Проведённые в настоящей работе комплексные исследования кинетики электронно-зондовой зарядки диэлектрических мишеней привели к переосмыслению роли вторичной электронной эмиссии электронов и генерации

внутреннего электростатического поля зарядов, что является существенным шагом вперёд в углублении физических представлений механизмов взаимодействия электронных пучков с диэлектрической средой.

§ 3.1 Критический анализ основных противоречий традиционных моделей зарядки диэлектрических мишеней. Постановка задачи

Результаты экспериментальных и теоретических исследований электронно-лучевой электризации диэлектриков опубликованы в многочисленных статьях, однако различие в модельных подходах и фрагментарность экспериментальных исследований создавали до настоящего времени значительные трудности, и часто противоречивое описание этого многогранного явления. Выполненные нами целенаправленные и расширенные комплексные эксперименты позволили значительно продвинуться в создании общей картины процессов электронно-стимулированной зарядки диэлектрических мишеней.

Отметим ряд кардинальных ключевых противоречий между различными моделями аккумуляции и релаксации зарядов в облучаемом электронами диэлектрике.

Во-первых, приведём общепринятые, наиболее часто цитируемые соотношения для равновесного потенциала заряженных диэлектрических мишеней V_{s0} :

$$V_{s0} = \frac{(E_0 - E_2)I_0 k R_{эфф}}{q(1 + I_0 k R_{эфф})}, \quad [129-131] \quad , \quad (3.1)$$

$$V_{s0} = \frac{\Delta Q_t}{c} = \frac{|Q_- - Q_+| h}{\varepsilon_0 \varepsilon_r a^2}. \quad [132] \quad (3.2)$$

Здесь $R_{эфф}$ – эффективное сопротивление материала диэлектрика, k – тангенс угла наклона эмиссионной характеристики $\sigma(E_0)$ в точке второй критической энергии E_2 облучающих электронов (где $\sigma = 1$), ε_r – относительная диэлектрическая проницаемость, h – толщина образца, a – линейный размер облучаемой заряженной площадки, Q_- и Q_+ – абсолютные значения аккумулярованных отрицательных и положительных зарядов, соответственно. Однако они имеют существенные ограничения и недостатки. Формула (3.1) выводится из рассмотрения эмиссионной характеристики $\sigma(E_0)$ в предположении, что она в процессе зарядки не изменяется. Но, как показывают результаты наших экспериментов, это грубое заблуждение. Во-первых, коэффициент электронной эмиссии $\sigma = \delta + \eta$ изменяется в случае зарядки в зависимости от

фактической падающей энергии $E_L = E_0 - qV_s$, а не E_0 , во-вторых, на величину σ начинают сильно влиять внутренние и внешние электростатические поля, возникающие от аккумулярованных зарядов, и в третьих, E_2 уже не является характеристической энергией, где $\sigma=1$, а становится переменной величиной, зависящей от E_0 и V_s .

Далее, $R_{эфф}$ трудно оценить, измерить или рассчитать. По указанным причинам формула (3.1) не пригодна для практического использования. Формула (3.2), выведенная из электростатического соотношения для заряженного плоского конденсатора $V = Q/C$, также имеет много ограничений и в основном не отвечает результатам экспериментов. Основной причиной несоответствия является невозможность точно определить емкость C заряженного слоя диэлектрика относительно близлежащих заземленных металлических элементов экспериментального устройства, в частности, электронного спектрометра в камере СЭМ и подложки образца [124]. Далее, параметры h и ϵ_r не являются определяющими в оценке потенциала V_s по формуле (3.2). Так, например, для диэлектриков, у которых ϵ_r отличается в разы (например, $\epsilon_r(\text{Al}_2\text{O}_3) = 9$, $\epsilon_r(\text{тефлон}) = 2$), однако равновесный потенциал V_{s0} отличается незначительно (см. в следующем параграфе). Аналогично влияние толщины диэлектрической мишени в формуле (3.2) сказывается только для случаев тонких пленочных образцов, когда глубина пробега электронов сопоставима с толщиной пленки [133]. Указанные ограничения приводят, как правило, к завышенным в несколько раз значениям V_{s0} , рассчитанным по (3.1) или (3.2). Действительно, возьмём данные нескольких экспериментов, например, для MgO (см. далее в настоящей главе). При облучении площадки образца размером $a^2 = 100 \times 100 \text{ мкм}^2$ и толщиной $h = 1 \text{ мм}$ первичными электронами с током $I_0 = 1 \text{ нА}$ при энергии $E_0 = 15 \text{ кэВ}$ получаем экспериментальные значения равновесного потенциала V_s и аккумулярованного заряда $\Delta Q_t = -0.5 \text{ нКл}$. В то же время, при подстановке значений h , ΔQ_t , a , ϵ_r в выражении (3.2) получим $V_s = -600 \text{ кВ}$, т.е. на порядки величины большие значения, совершенно нереалистичные. Даже, если уменьшить h на порядок, то всё равно значение $V_s = -60 \text{ кВ}$ далеко не соответствует экспериментам. Известная из классической электростатики формула для тонкого заряженного свободного диска диаметром a : $V_s \approx \Delta Q_t / (\pi \epsilon_r \epsilon_0 a)$ даёт уже более близкое к экспериментам значение $-V_s = 16 \text{ кВ}$, но всё-таки сильно завышенное.

Итак, формулы (3.1) и (3.2) не применимы для количественных оценок потенциалов зарядки. Однако наши измерения дают прекрасную возможность количественно определять значение ёмкости заряженных участков, что практически не поддаётся расчётам [124]. Опять же, из фундаментального

соотношения электростатики $Q=CV$ мы по измеренным значениям V_s и Q_t определяем значение C . В рассматриваемом случае истинная ёмкость $C = Q/V = 0.5 \text{ нКл} / 12 \text{ кВ} = 0.04 \text{ пФ}$, в то время как ёмкость по расчётам (3.2) составляет $C = \varepsilon_r \varepsilon_0 a^2 / h = 10^{-3} \text{ пФ}$.

Вторым серьезным разночтением в опубликованных работах является оценка времени τ_0 полной зарядки диэлектрической мишени до состояния электрического равновесия V_{s0} . Так, в [134] приводится наиболее популярная формула для времени зарядки:

$$\tau_0 = \frac{2.5 \varepsilon_0 \varepsilon_r a E_2}{q I_0 (1 - \eta)} , \quad (3.3)$$

а в [135] предлагаются две составляющие времени τ_0 :

$$\frac{1}{\tau_0} = \frac{1}{\tau_1} + \frac{1}{\tau_2} = \frac{(1 - \sigma_0) I_0}{\pi \varepsilon_0 (\varepsilon_r + 1) (E_0 - E_2) R_0} + \frac{g_i}{\varepsilon_0 \varepsilon_r} , \quad (3.4)$$

где: τ_1 - это быстрая составляющая времени зарядки, аналогичная τ_0 в соотношении (3.3), а τ_2 - это более медленная составляющая, отвечающая за электронно-индуцированную проводимость g_i в облучаемой области диэлектрика. По порядку величины типичные значения τ_0 по этим соотношениям равны десяткам и сотням миллисекунд, что никак не согласуется с нашими экспериментами, а также результатами некоторых других исследователей [135, 136].

Ошибочно утверждение авторов работ [125, 137] о времени полной зарядки, как времени достижения равновесного значения коэффициента эмиссии электронов $\sigma=1$, которое действительно наступает быстро. Но равновесного значения поверхностный потенциал достигает за времена, на порядки величины большие, чем для σ , как будет показано далее в настоящих экспериментах. К тому же по величине сдвига границы тормозного рентгеновского излучения, как это сделано в [125, 137], можно оценить только конечное равновесное значение V_{s0} , а не кинетику зарядки, т.е. временные характеристики. Причиной является довольно длительное требуемое время облучения для набора каждого четко регистрируемого спектра рентгеновского излучения. Все наши эксперименты (см. в следующем параграфе) показали, что потенциал зарядки диэлектрика электронным пучком можно условно представить двумя составляющими – быстрой τ_1 (доли секунды) и медленной τ_2 (единицы, десятки и даже сотни секунд):

$$V_s(t) = \left(\frac{E_0 - E'_2}{q} \right) \left[1 - \exp \left(-\frac{t}{\tau_1} \right) \right] - \left(\frac{E_{2c} - E'_2}{q} \right) \left[1 - \exp \left(-\frac{t}{\tau_2} \right) \right] , \quad (3.5)$$

где τ_1 оценивается по моменту достижения $\sigma=1$ по (3.3) с заменой E_2 на E'_2 а τ_2 является временем Максвелловской релаксации зарядов в диэлектрике:

$$\tau_2 = \varepsilon_0 \varepsilon_r \rho_{\text{эф}}, \quad \rho_{\text{эф}} = \frac{\rho_v \rho_s}{\rho_v + \rho_s}, \quad (3.6)$$

где ρ_v и ρ_s - объемное и поверхностное удельные сопротивления диэлектрика.

Поверхностное растекание заряда вне области электронного облучения возникает при достижении тангенциальной составляющей внутреннего поля зарядов определенного критического значения $F_{in}=F_{cr}$, которое является функцией энергии активации ловушечных центров, т.е. высвобождения электронов из мелких уровней по механизму Шоттки или эффекта Пула-Френкеля. Такое сильное латеральное поле создается уже при плотности зарядов порядка 10^{-8} Кл см⁻² [137, 138] при которой F_{in} может достигать 10^7 В см⁻¹. В итоге, время растекания заряда τ_2 и постоянная компенсация этого убывания из облучаемой области, т.е. полной зарядки до состояния равновесия, может составлять десятки или даже сотни секунд.

Третьим дискуссионным моментом в механизме зарядки является нахождение значения второй критической энергии E_2 , при которой для незаряженного диэлектрика $\sigma = 1$, а для заряженного считалось, что $E_2 = E_0 - qV_{s0} = \text{const}$. Но реально при зарядке диэлектрика электронами средних энергий (1 - 30кэВ) рассматриваемая энергия E_{2C} не является постоянной величиной, а зависит от E_0 , $\sigma(t)$ и поля F_{in} . При $E_0 < E_2$ E_{2C} стремится к E_m (значение E_0 , при котором коэффициент σ принимает максимальное значение σ_m). При $E_0 > E_2$ величина E_{2C} может принимать значения как больше, так и меньше E_2 .

§ 3.2 Методики экспериментов

3.2.1 Выбор методов определения поверхностных потенциалов диэлектрических мишеней в СЭМ

Ключевой характеристикой процесса зарядки диэлектриков является электростатический потенциал облучаемой электронами поверхности, поэтому необходимо точно определять его величину. Известны следующие методы измерения потенциалов, наиболее часто применяемые в СЭМ: метод атомно-силовой микроскопии или вибрирующего зонда Кельвина [139, 140], метод измерения тока смещения и расчет по нему аккумулируемого заряда и

поверхностного потенциала [135, 141, 142], электронно-зеркальный метод определения заряда и потенциала [143, 144], измерение высоковольтных потенциалов зарядки по сдвигу границы тормозного рентгеновского излучения [145, 146] или по амплитуде пиков характеристического рентгеновского излучения [147]. Альтернативой перечисленным методам является измерение сдвигов Оже-пиков [124] или энергетических спектров вторичных электронов (ВЭ) [148, 149]. Последний метод имеет несомненное преимущество перед перечисленными выше, поэтому он и используется во всех основных экспериментальных исследованиях в настоящей работе. В ряде случаев для экспресс-оценок можно использовать ещё два предложенных нами общедоступных метода определения приближённого значения потенциала зарядки диэлектрика (см. раздел 3.2.2).

Проведём краткий сравнительный анализ упомянутых методик, в том числе двух новых экспериментальных подходов для оценки потенциалов зарядки диэлектрических мишеней в СЭМ.

Изучение временных и дозовых характеристик зарядки диэлектриков электронными пучками проводились на базе сканирующего электронного микроскопа, снабжённого рядом измерительных устройств, приведённых на схеме рис. 3.1. Электронный зонд 2 СЭМ облучает диэлектрическую мишень 3, расположенную на металлической подложке 4, изолированной от камеры образцов. Между образцом и корпусом электронного спектрометра 8 и детектора ВЭ помещена полусферическая сетка 5 для образования эквипотенциальной поверхности под регулируемым потенциалом над заряженным участком мишени 3. Для измерения тока I_0 первичных электронов используется передвижной цилиндр Фарадея (на рис. 3.1 не показан). Возникающий в процессе зарядки на металлической подложке 4 ток смещения I_d регистрируется наноамперметром. Полный ток I_0 вторичных и отражённых электронов регистрируется полусферическим коллектором 5 с помощью наноамперметра. В полусфере проделано окно в направлении детекторов рентгеновского 6 или катодолюминесцентного излучений 7. Отфильтрованные по энергиям в спектрометре 8 электроны проходят через щелевую диафрагму и детектируются микроканальной пластиной. Все измеренные информативные сигналы поступают через интерфейсы на персональный компьютер (PC).

Этот комплекс позволяет проводить одновременные измерения всех временных параметров, что явилось определяющим фактором решения ряда противоречивых вопросов явления зарядки диэлектрических мишеней.

Наиболее простой и общедоступный метод оценки потенциала заряжающегося участка мишени в процессе электронного облучения, а тем самым и кинетики зарядки, является регистрация тока смещения I_d с металлической подложки 4, на которой расположен образец 3 [135, 141, 142, 150]. При аккумуляровании заряда $Q_t(t)$ в диэлектрике в процессе облучения первичными электронами 2 с током I_0 в металлической подложке 4 индуцируется заряд противоположного знака $Q_i(t) = KQ_t(t)$, где K есть электростатический коэффициент связи, зависящий от толщины диэлектрика и его диэлектрической константы ϵ_r ($K \leq 1$). Производная от заряда Q_t по времени и есть ток смещения

$$I_d(t) = \frac{dQ_t(t)}{dt} = I_0(1 - \sigma(t)) - I_L(t) \quad , \quad (3.7)$$

где I_L – ток утечки зарядов на подложку, $\sigma(t)$ – полный коэффициент эмиссии вторичных и отраженных электронов. Обычно $I_L=0$, поэтому полный аккумуляруемый за время t_0 заряд в диэлектрике равен: $Q_t = \int_0^{t_0} I_d(t)dt$, а в состоянии равновесной зарядки $\sigma(t_0) = 1$ и $I_d = 0$. Здесь необходимо сделать существенное замечание: измеряемое значение $Q_t(t)$ по току смещения I_d (ф-ла (3.7)) является в любой момент времени модулем суммы значений положительных и отрицательных зарядов $Q_t(t) = |Q_+(t)+Q_-(t)|$, что не всегда учитывалось в предыдущих работах (см. кривую 2 на рис. 3.2).

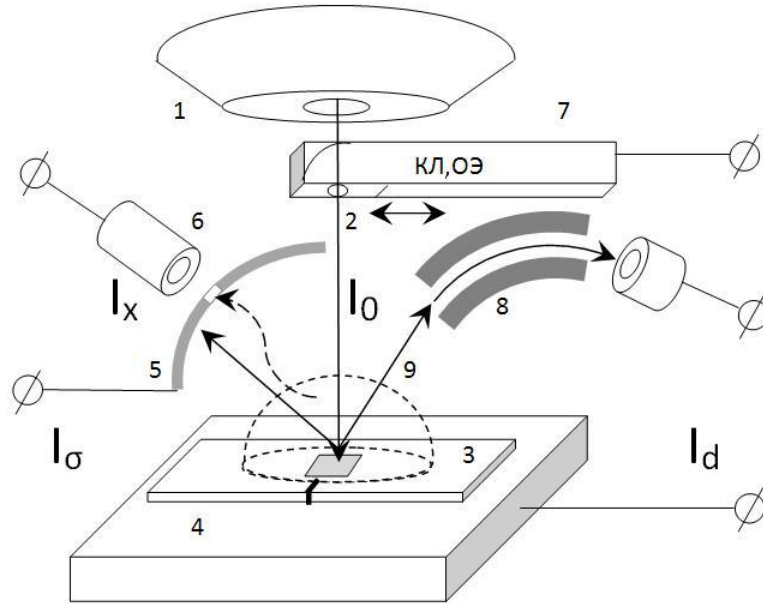


Рис. 3.1 Комплексная схема экспериментальных устройств для изучения зарядки диэлектриков при электронном облучении в СЭМ: 1 – полюсной наконечник объективной линзы СЭМ; 2 – электронный зонд; 3 – диэлектрическая мишень; 4 – металлическая подложка; 5 – полусферический коллектор; 6 – детектор рентгеновского излучения; 7 – сменные детекторы КЛ или ОЭ; 8 – электронный энергоанализатор; 9 – заземленная сетка для формирования симметричных эквипотенциалей над поверхностью заряженного пятна.

Измерив таким образом $Q_t(t)$, потенциал V_s определяется в простейшем случае по формуле для расчета потенциала тонкого однородно заряженного диска:

$$V_s = \frac{Q_t}{\pi \varepsilon_0 \varepsilon_r a} \quad , \quad (3.8)$$

где $\varepsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12} \text{ Ф*м}^{-1}$ есть диэлектрическая постоянная вакуума, Q_t – полный заряд [Кл], V_s [В] – поверхностный потенциал в центре диска диаметром a [м]. Однако, если Q_t определяется в эксперименте довольно просто, то точность формулы (3.8), а также других известных соотношений [132] оставляет желать лучшего. В общем, описанный метод дает зачастую слишком завышенные значения (точность оценок V_s не лучше 20-40%). Основной причиной ошибок в расчетных значениях V_s по формуле (3.8), как

и в других косвенных методах (например, в зеркальном) является неопределенность в закономерности изменения емкости заряженного участка $C(t)$. Как уже отмечалось выше, если в фундаментальном законе электростатики $Q_t(t) = V_s(t)C(t)$ характеристику $Q_t(t)$ можно измерять довольно точно при интегрировании по времени тока смещения I_d , то значения $C(t)$ определять практически очень сложно [139]. Отсюда и большие ошибки в определении V_s при косвенных измерениях и соответствующих расчетных оценках по (3.8). Представленная на рис. 3.2 характеристика $V_s(t)$ имеет идентичный вид с характеристикой $Q_t(t)$, т.к. рассчитана по зависимости (3.8).

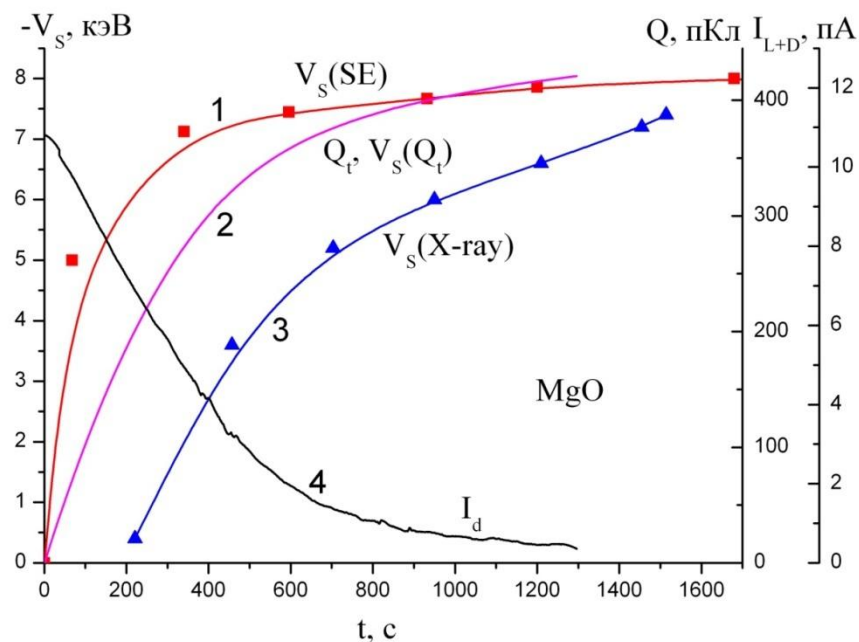


Рис. 3.2 Кинетика зарядки мишени MgO при электронном облучении с $E_0 = 10$ кэВ, $I_0 = 1$ нА и площади сканирования 100×100 мкм² ($j_0 = 10^{-5}$ А/см²): 1, 2, 3 – потенциалы зарядки V_s определяемые по сдвигу энергетических спектров ВЭ, по току смещения (и аккумулируемого заряда в диэлектрике) и по сдвигу края тормозного рентгеновского излучения соответственно, 4 – зависимость суммарного тока смещения и утечки от времени облучения.

Одним из первых методов определения потенциалов зарядовых «пятен» был электронно-зеркальный [143, 144, 150]. Однако метод

электронно-зеркальных отображений в настоящее время применяется крайне редко, т.к. в нем много неоднозначностей в определении многих экспериментальных параметров, а тем самым и искомого потенциала зарядки V_s .

Более распространён и доступен метод измерения потенциала поверхности диэлектрической мишени по сдвигу высокоэнергетической границы спектра тормозного рентгеновского излучения (граница Дуана-Ханта) [145, 146]. При отрицательной зарядке поверхности облучаемого диэлектрика до потенциала $-V_s$ первичные электроны тормозятся в поле зарядов и их фактическая энергия на поверхности уменьшается от исходного значения E_0 до величины $E_L = E_0 - qV_s$. В результате, граница непрерывного тормозного рентгеновского излучения сдвигается на величину $-qV_s$. В качестве примера на рис. 3.3 приводятся рентгеновские спектры, снятые на кристалле MgO при $E_0 = 10$ кэВ, плотности тока электронов $j_0 = 10^{-5}$ А·см⁻², при различных временах облучения, т.е. различных дозах. Кинетика зарядки представлена графиком $V_s(t)$ на рис. 3.2 (график 3). Следует отметить большую длительность зарядки (сотни секунд), которая подтверждается и другими нашими экспериментами (рис. 3.2), опровергающими временные характеристики, приведенные в [146], где время полной равновесной зарядки оценивается в доли секунды. Расхождения данных экспериментов обусловлены тем, что в [146] время зарядки определяется по наступлению равновесного значения коэффициента эмиссии $\sigma=1$, что не всегда справедливо, как было показано в работе [151]. Коэффициент эмиссии σ действительно достигает значения, близкого к единице за время облучения (десятки и сотни миллисекунд), но равновесный потенциал V_s достигается за времена, на порядок более длительные (десятки и сотни секунд), что подтверждают все приводимые далее в настоящей работе эксперименты.

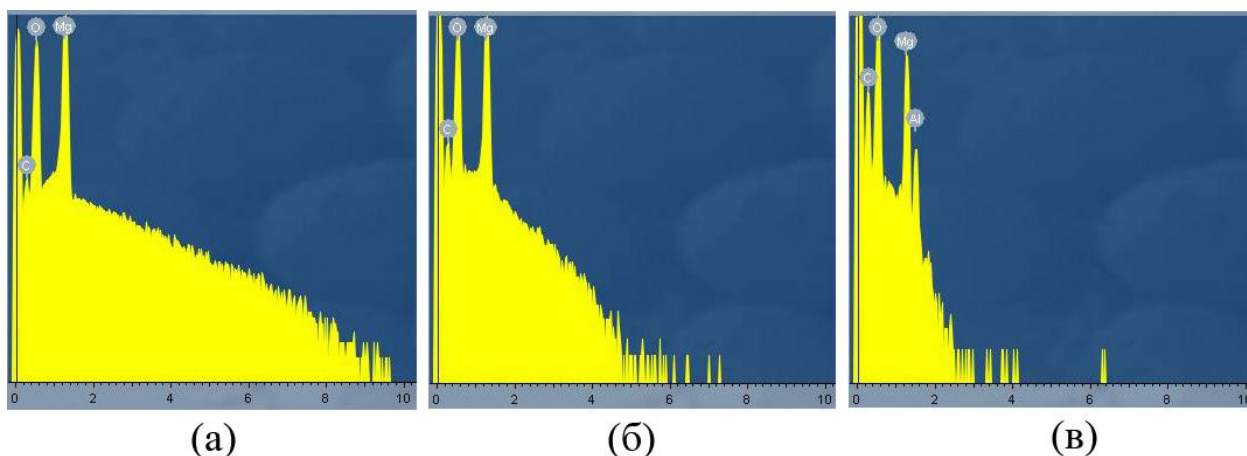


Рис. 3.3 Спектры рентгеновского излучения для мишени MgO после а) 221 с, б) 703 с, в) 1514 с облучения электронами с $E_0 = 10$ кэВ, $I_0 = 1$ нА и площади сканирования 100×100 мкм² ($j_0 = 10^{-5}$ А/см²).

Основными недостатками этого метода является то, что с его помощью можно измерять только отрицательные потенциалы, причем кинетику начальной зарядки невозможно регистрировать, т.к. в условиях соответствующих экспериментов в СЭМ для набора уверенно регистрируемого спектра рентгеновского излучения требуется определенное время (единицы или десятки секунд). К тому же равновесные значения V_s получаются несколько заниженными из-за эффектов переотражения электронов и генерации ими низковольтного фонового сигнала рентгеновского излучения [145]. В ряде случаев (катодолуминесцирующие образцы) может возникнуть артефакт, вызванный оптической засветкой полупроводникового детектора рентгеновского излучения.

Наиболее точные измерения потенциалов зарядки диэлектриков в процессе облучения электронами проводятся при регистрации сдвигов спектров ВЭ (график 1 на рис. 3.2). При этом возможны кинетические измерения как положительных, так и отрицательных потенциалов в диапазоне от долей и единиц вольт до десятков кВ с погрешностью не выше 2% [145, 148, 149]. Принцип измерений основан на том обстоятельстве, что эмитированные электроны над заряженным участком мишени приобретают дополнительную энергию qV_s при отрицательной зарядке и теряют qV_s при

положительной. Изменения энергии фиксируются непосредственно с помощью специальных электронных энергоанализаторов, встроенных в СЭМ (см. 8 на рис. 3.1) [141, 145, 148, 149].

В качестве примера измерений потенциалов по сдвигу пиков ВЭ на рис. 3.4 приведены три спектра эмитированных электронов во всем диапазоне энергий – от 0 до $E_0 = 10$ кэВ для MgO. В первые секунды облучения снят спектр 1, через 140 с спектр 2, и в состоянии установившегося равновесного потенциала приблизительно через 210 с после начала облучения спектр 3. Положение острого пика ВЭ на энергетической оси напрямую определяет потенциал $V_s(t)$. Таким образом пик 1 соответствует потенциалу поверхности 0.9 кВ, пик 2 потенциалу 5.2 кВ. Третий спектр имеет два пика ВЭ, которые соответствуют потенциалам $V_s = 6$ кВ и $V_s = 7$ кВ. Этот спектр показывает, что ВЭ эмитировались из различных участков неравномерно заряжающейся поверхности. Максимальный потенциал соответствует центральной области облучения участка размером 100×100 мкм², а меньшее значение V_s соответствует периферийным областям зоны эмиссии ВЭ. Математическое моделирование траекторий ВЭ, эмитированных из различных координатных точек облучаемой области с различной начальной энергией и под различными углами выхода показывает, что всегда существует группа ВЭ, которая после ускорения в электростатическом поле заряженного участка поверхности может попасть во входное окно энергоанализатора, расположенного под определенным углом детектирования относительно нормали к поверхности образца. При этом возможна различная комбинация соотношений начальных энергий ВЭ, начальных углов и начальных координат их выхода, а также локального потенциала точки эмиссии [152]. Несомненными достоинствами описываемого метода является его высокая точность, возможность изучать кинетику зарядки, причем не только отрицательных, но и положительных потенциалов (рис. 3.5). В последнем случае на подложку предварительно

подаётся известный опорный отрицательный потенциал $-V_0$. Серьезным недостатком метода представляется его малая общедоступность. В настоящей работе указанное ограничение отсутствовало, поэтому все основополагающие эксперименты проводились на комплексной установке, изображённой на рис. 3.1.

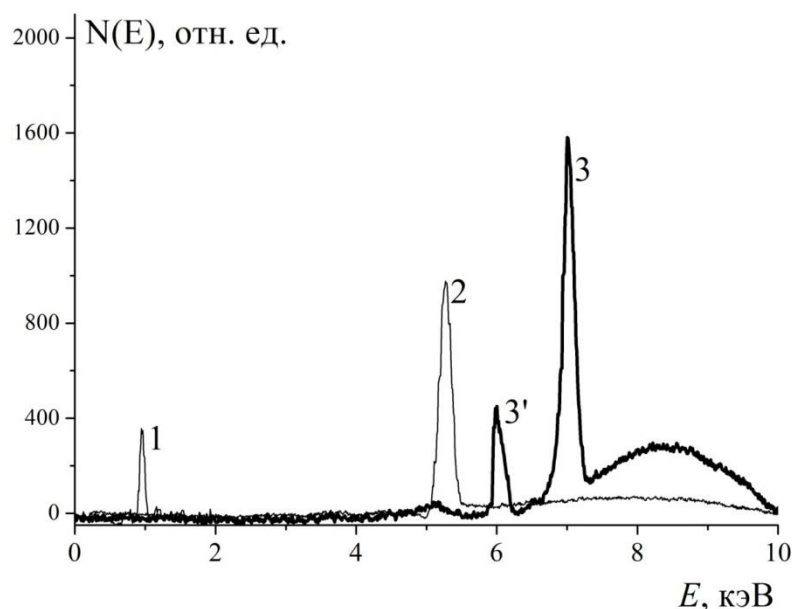


Рис. 3.4 Сдвиги спектров ВЭ для мишени MgO после (1) - 13 с, (2) - 141 с, (3) - 211 с облучения электронами с $E_0=10$ кэВ, $I_0=1$ нА и площади сканирования 100×100 мкм² ($j_0 = 10^{-5}$ А/см²).

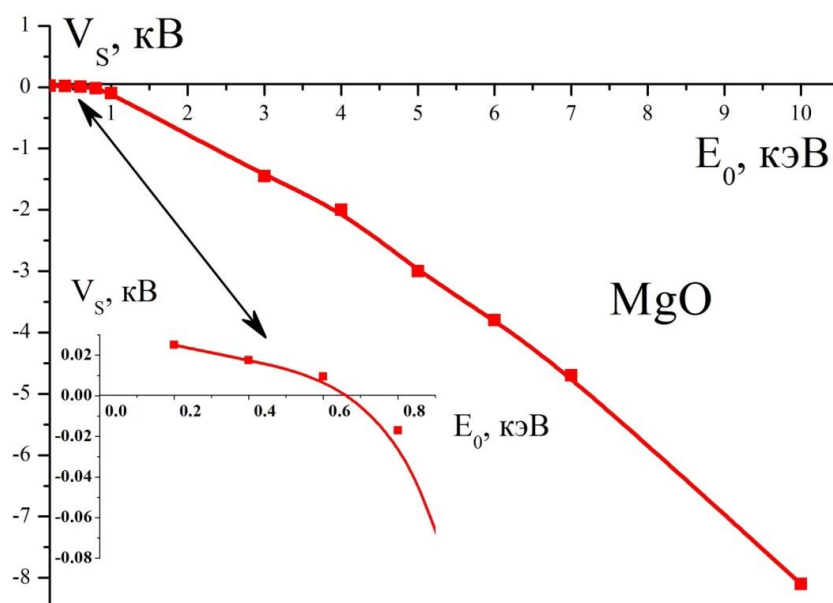


Рис. 3.5 Положительная и отрицательная зарядка MgO при электронном облучении в зависимости от энергии E_0 первичных электронов при $j_0 = 10^{-5}$ А/см².

3.2.2 Оценка зарядовых потенциалов по сигналам катодолюминесценции и обратноотражённых электронов

Если исследователи не имеют по тем или иным причинам возможности воспользоваться описанными выше методами измерения потенциалов диэлектрических образцов в СЭМ, то можно рекомендовать два новых общедоступных приема оценки потенциалов облучаемой поверхности.

Первый из них базируется на детектировании катодолюминесцентного (КЛ) сигнала от диэлектрических образцов, большинство из которых генерируют КЛ-излучение [15, с. 273-288]. Сигнал I_{CL} (см. рис. 3.6) в первом приближении пропорционален энергии облучающих электронов E_0 , но в процессе отрицательной зарядки мишени фактическая энергия уменьшается от E_0 до $E_L = E_0 - qV_s$, поэтому для сигнала справедливо следующее соотношение:

$$I_{CL}(t) = K[E_0 - qV_s(t) - E_n] - I_r(t) , \quad (3.9)$$

Здесь E_n – минимальная пороговая энергия, необходимая для того, чтобы облучающие электроны пробili неактивный поверхностный слой образца, не дающий вклад в КЛ-сигнал, $I_r(t)$ – потери сигнала КЛ при возможном гашении люминесценции из-за генерации радиационно-стимулированных безизлучательных центров рекомбинации неравновесных носителей заряда [153]. Для некоторых диэлектриков может наблюдаться обратный процесс – электронно-стимулированная самоактивация. Коэффициент $K = I_0 (1 - \eta \bar{E}/E_L)/E_i$, где I_0 – ток зонда СЭМ, E_i – энергия генерации электронно-дырочных пар в материале образца ($E_i = 3E_g - 1$, где E_g – ширина запрещенной зоны в эВ), η – коэффициент отражения электронов, $\bar{E}$ – средняя энергия отраженных электронов.

При определении потенциала V_s по КЛ-сигналу I_{CL} необходимо знать характеристику гашения $I_r(t)$. Оценить вклад гашения в уменьшение сигнала можно из измерений I_{CL} для исследуемого диэлектрика с предварительно

нанесённой тонкой металлической пленкой, которая заземляется (см. рис. 3.7). В этом случае в выражении (3.9) член $qV_s=0$ и $E_0=E_L=\text{const}$, т.к. поверхность не заряжается, но добавляется поправка в коэффициент K и в член E_n из-за частичного переотражения КЛ излучения и потерь от проводящего покрытия. Выражение (3.9) теперь приобретает вид:

$$I'_{CL}(t) = K'[E_0 - E'_n] - I'_r(t) \quad (3.10)$$

В экспериментах на снимаемой характеристике $I_{CL}(t)$ фиксируются начальные значения сигнала $I_{CL}(t=0)$, когда диэлектрик еще не начал заряжаться ($V_s=0$) и процесс гашения еще не включился ($I_r=0$). Тогда уравнения (3.9) и (3.10) принимают вид:

$$I_{CL}(0) = K[E_0 - E_n]; \quad I'_{CL}(0) = K'[E_0 - E'_n] \quad (3.11)$$

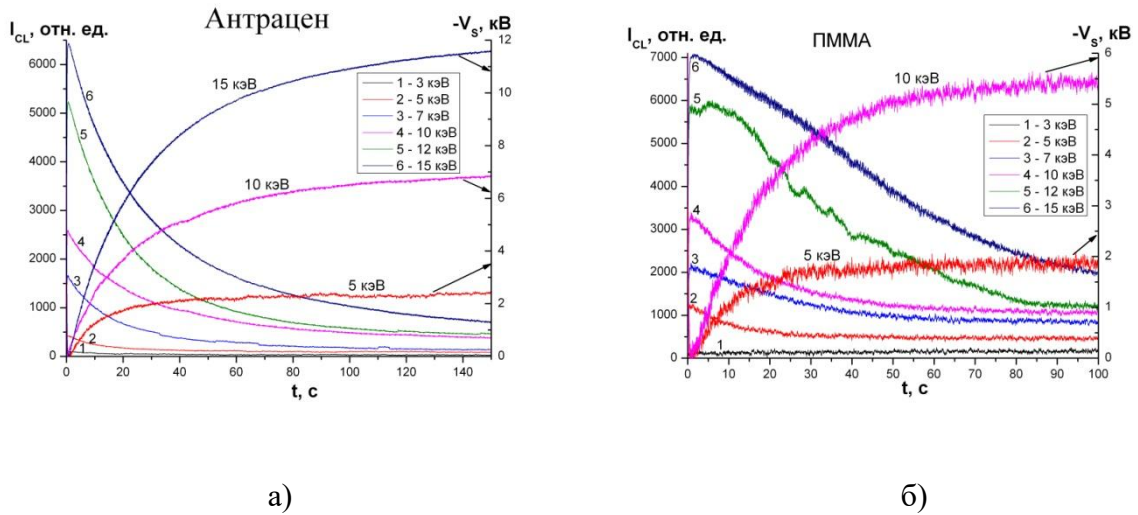


Рис. 3.6 Временная зависимости сигнала КЛ $I_{CL}(t)$ и потенциала отрицательно заряженной поверхности образца $-V_s(t)$, рассчитанного для а) антрацена (при энергии первичных электронов $E_0=5, 10, 15$ кэВ и при плотности тока облучающих электронов $j_0 = 4 \cdot 10^{-9} \text{ А} \cdot \text{см}^2$) и б) ПММА (при $E_0 = 5, 10$ кэВ и $j_0 = 10^{-7} \text{ А} \cdot \text{см}^2$).

На кривых 1 и 2 рис. 3.8 представлены типичные зависимости КЛ-сигналов от времени для антрацена и его же, покрытого тонкой Al плёнкой. На антрацене проявляется только эффект гашения КЛ. Из уравнений (3.9), (3.10), (3.11), избавляясь от констант K , K' и считая относительный вклад

гашения для образца с плёнкой и без постоянным, можно оценить изменения потенциала зарядки по кинетике КЛ-сигнала:

$$-qV_s(t) = (E_0 - E_n)[I'_{CL}(t)/I'_{CL}(0) - I_{CL}(t)/I_{CL}(0)] \quad (3.12)$$

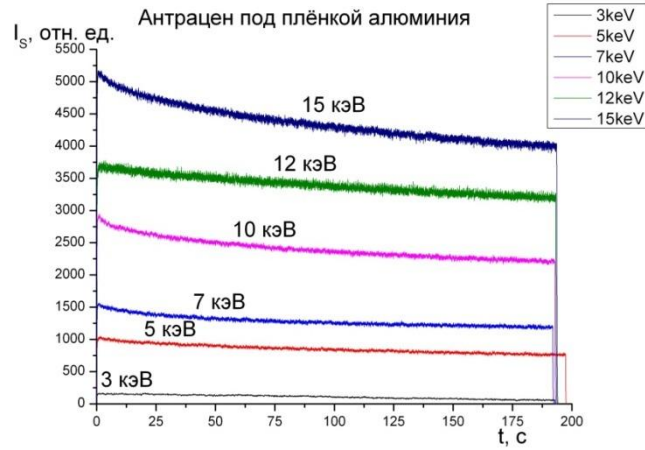


Рис. 3.7 Зависимость сигнала КЛ I_{CL} от времени облучения t для антрацена под заземлённой плёнкой алюминия (при $E_0 = 3, 5, 7, 10, 12, 15$ кВ и $j_0 = 4 \cdot 10^{-9}$ А·см²).

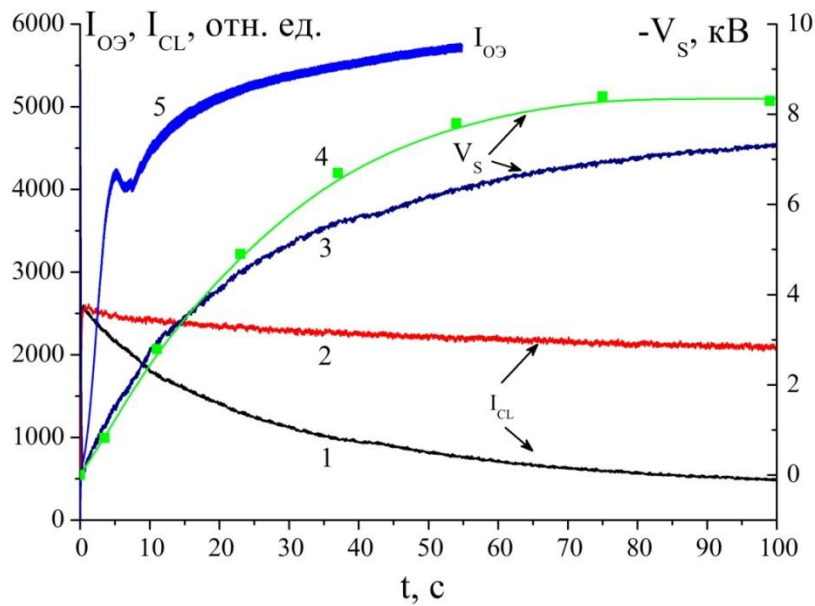


Рис. 3.8 Кинетика зарядки антрацена при электронном облучении: 1 и 2 – сигнал КЛ для чистого антрацена и покрытого тонкой заземлённой плёнкой алюминия в зависимости от времени облучения электронами при $I_0 = 10$ пА и площади сканирования 500×500 мкм², 3 и 4 – расчёт потенциала зарядки по сигналу КЛ и по сдвигу спектров ВЭ соответственно, 5 – сигнал ОЭ в зависимости от времени при $I_0 = 100$ пА и площади сканирования 500×500 мкм².

Расчет потенциала V_s по описанной методике дает несколько заниженное значение по сравнению с данными сдвига спектров ВЭ. Это связано с тем, что гашение и зарядка не являются независимыми процессами, и учёт влияния обоих процессов на уменьшение I_{CL} требует более строгого рассмотрения. Однако, довольно хорошие результаты можно получить пренебрегая гашением, т.е.

$$-qV_s(t) = (E_0 - E_n)[1 - I_{CL}(t)/I_{CL}(0)] \quad (3.13)$$

Результат расчёта по формуле (3.13) представлен на рис. 3.8 (кривая 3) и сопоставлен с зависимостью, полученной по сдвигу спектров ВЭ (кривая 5). Для расчёта использовалось значение $E_n=1$ кэВ.

Экспериментальная установка также позволяет регистрировать сигналы отраженных электронов (ОЭ) с помощью стандартных полупроводниковых или сцинтилляционных детекторов, размещаемых под объективной линзой СЭМ (см. 7 на рис. 3.1). Характеристика сигнала со стандартного детектора ОЭ, снятая в процессе облучения антрацена при $E_0 = 10$ кэВ приведена на рис. 3.8 (кривая 5). Наблюдаемый экстремум на характеристике в начале облучения ($t = 5-10$ с) объясняется, вероятно, тем, что зарядка вызывает изменение траекторий эмитированных электронов в пространстве над образцом, и часть этих электронов попадает в центральное отверстие детектора, уменьшая на какое-то время сигнал $I_{OЭ}$. В любом случае этот эффект требует дальнейшего дополнительного исследования.

Качественно поведение типичной для всех диэлектриков характеристики $I_{OЭ}$, представленной на рис. 3.8 для антрацена, объясняется следующим образом. В начальный момент времени облучения $I_{OЭ}(t = 0)$ образец еще не заряжен, и сигнал с детектора ОЭ можно выразить упрощенным выражением (2.19), где, согласно формуле (2.15), $\bar{E}_s = 1.09E_0(1 - \bar{Z}^{-0.3})$ - средняя энергия ОЭ от материала незаряженной мишени со средним атомным номером $\bar{Z}$ (для антрацена $\bar{Z} \approx 4$, поэтому $k_1 =$

$\bar{E}_s/E_0 \approx 0.4$). В течение нескольких первых секунд облучения потенциал зарядки достигает значения не более 1 – 2 кВ, но коэффициент $\sigma = \eta + \delta$ быстро приближается к единице за счет многократного возрастания коэффициента ВЭ δ , в частности для антрацена от значения $\delta_{t=0} \approx 0.2$ до $\delta_{t=10\text{ с}} \approx 0.9$, т.е. в 4.5 раза [153]. Учтем теперь следующий очень существенный момент – если для незаряженного образца ВЭ не давали вклада в сигнал $I_{OЭ}$ вследствие их малой энергии ($E_{ВЭ} \leq 50$ эВ много меньше пороговой энергии детектора $E_{th} = 0.8$ кэВ), то при зарядке образца до некоторого потенциала $-V_s$ ВЭ приобретают дополнительную энергию $\bar{E}_{ВЭ} \approx qV_s$, т.е. практически равную энергии низкоэнергетичных ОЭ. В результате этого вклада сигнал с детектора резко нарастает от исходного $I_{OЭ}(t = 0)$, выраженного формулой (2.19), до значения $I_{OЭ}(\sigma = \eta_s + \delta(t))$. Для данного этапа зарядки целесообразно трансформировать формулу (2.19) так, чтобы учитывать вклад в сигнал $I_{OЭ}$ с детектора уже двух компонент полной отраженной энергии – от истинно отраженных электронов с приблизительно постоянным коэффициентом η_s , и от ускоренных ВЭ с коэффициентом $\delta(t)$:

$$I_{OЭ}(t) = \frac{I_0 \sigma(t) \Omega}{E_i} \left[1 - \eta_{Si}(\bar{E}) \frac{\bar{E}_{Si}(t)}{\bar{E}(t)} \right] [\bar{E}(t) - E_{th}], \quad (3.14)$$

где, как мы уже отмечали ранее, $\sigma(t)$ достаточно быстро приходит к значению $\sigma = 1$. $\bar{E}$ здесь уже – средняя энергия суммарного спектра ОЭ и ВЭ в процессе зарядки. Если положить выражение в первой квадратной скобке не зависящим от времени, формулу (3.14) можно привести к виду:

$$I_{OЭ}(t) = K[\bar{E}(t) - E_{th}] . \quad (3.15)$$

Таким образом последующий рост сигнала уже связан с увеличением потенциала зарядки $-qV_s$, вызывающим сдвиг и деформацию спектров и соответственно увеличение средней энергии. Увеличение средней энергии по мере зарядки диэлектрических мишеней можно проследить по форме спектров на рис. 3.4 на примере MgO и по сигналу $I_{OЭ}(t)$ для антрацена на

рис. 3.8 (график 5). Представленный результат очень важен, т.к. подтверждает основную концепцию настоящей части работы о различных вкладах в кинетику зарядки-эмиссии электронов и потенциалов зарядки.

Как видим, сигнал ОЭ сложным образом зависит от времени облучения диэлектрика электронами, но при этом его всё-таки можно использовать для определения потенциалов зарядки, так как детекторы ОЭ есть в каждом СЭМ, а не каждый диэлектрик обладает достаточным для измерений выходом КЛ. Так для образца из SiO_2 заметного свечения КЛ не было обнаружено, поэтому в этой ситуации можно применить метод детектирования ОЭ. Для этого SiO_2 был предварительно заряжен до $-V_s = 6$ кВ (судя по сдвигу края спектра рентгеновского тормозного излучения), после этого в центре облучаемой области выбиралась меньшая по размеру площадка, чтобы нивелировать расплывание заряда и изменение со временем потенциала поверхности. В дальнейшем она подвергалась электронной бомбардировке при низких энергиях падающего пучка E_0 . При $E_0 < qV_s$ пучок отражался от изопотенциалей, не достигая поверхности диэлектрика. По мере отражения от всё более низких изопотенциалей медленно росла эффективность сбора отражённых электронов детектором. При $E_0 > qV_s$ электроны первичного пучка достигают поверхности и просходит эмиссия ОЭ и ВЭ, которые в дальнейшем ускоряются в поле заряженного диэлектрика, что вызывает резкий рост сигнала $I_{\text{ОЭ}}$. Ход зависимости $I_{\text{ОЭ}}(E_0)$ отображён на рис. 3.9 (кривая 2). Как видим, стартовая точка максимального роста $I_{\text{ОЭ}}(E_0)$ однозначно соответствует потенциалу зарядки SiO_2 .

Для сравнения на рис. 3.9 также отображена зависимость $I_{\text{ОЭ}}(E_0)$ для незаряженного диэлектрика (кривая 1). Как видим, для облучённого диэлектрика зависимость $I_{\text{ОЭ}}(E_0)$ многократно сильнее, чем для незаряженного, что в очередной раз подтверждает факт увеличения средней энергии отраженных электронов для диэлектрических мишеней при зарядке [155].

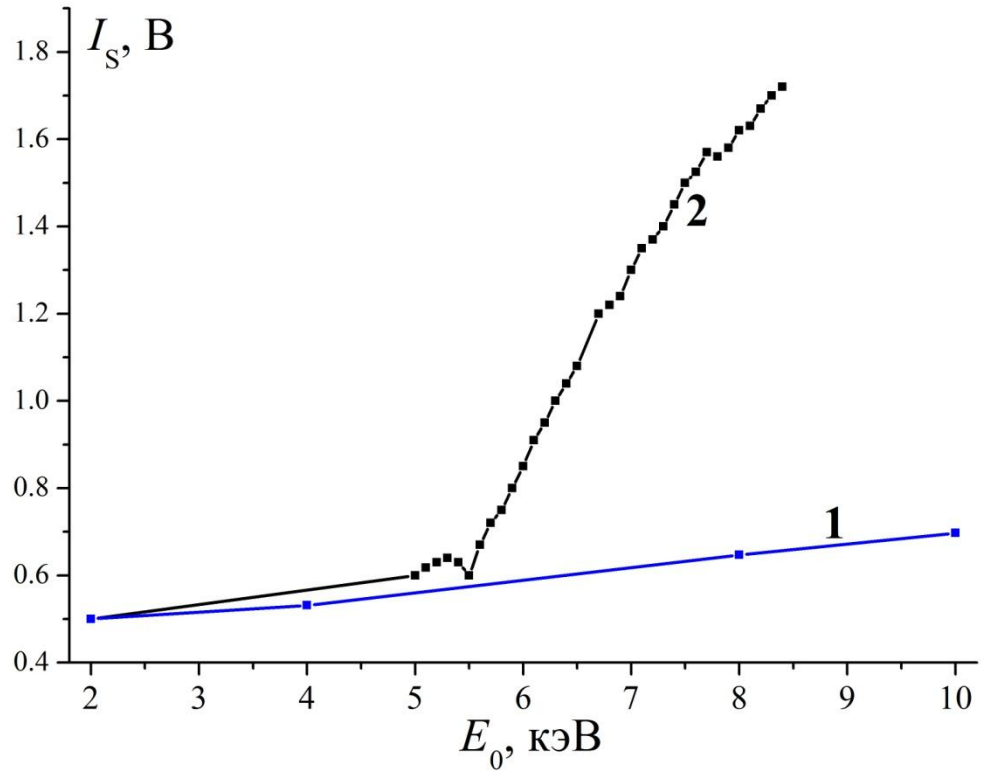


Рис. 3.9 Сигнал с детектора ОЭ в зависимости от энергии первичного пучка E_0 при $I_0 = 1$ нА и площади сканирования 50×50 мкм²: 1 – для незаряженного SiO₂, 2 – для предварительно облучённого в течение 37 мин SiO₂ при $I_0 = 1$ нА и площади сканирования 500×500 мкм².

Проведем количественную оценку сигнала с детектора ОЭ, средней энергии отраженных электронов $\bar{E}_s$ и полной отраженной энергии $\sigma \bar{E}_s$ для случая незаряженного диэлектрика, т.е. в начальный момент облучения ($t \rightarrow 0$) и в равновесном состоянии ($t \rightarrow \infty$). В начале электронного облучения с энергией пучка E_0 реальный вклад в среднюю отраженную энергию $\bar{E}_{OЭ}$ вносят только ОЭ: $\bar{E}_{OЭ}(0) = k_1 E_0$. При $E_0 = 10$ кэВ и, например для типичного диэлектрика SiO₂ ($\bar{Z} = 10$) имеем $k_1 = 0.55$; $\eta_s = 0.15$; $\delta(0) = 0.4$ и следовательно $\bar{E}_{OЭ}(0) = 5.5$ кэВ; $\eta_s \bar{E}_{OЭ}(0) = 0.825$ кэВ. В равновесном состоянии зарядки, например при $-V_s = 6$ кэВ энергия облучающих электронов $E_L = (E_0 - qV_s)$, начальная энергия ОЭ $\bar{E}_{OЭ}(0) = k_1 E_L = 0.55 \cdot (10 - 6) = 2.2$ кэВ, а конечная энергия этих электронов $\bar{E}_{OЭ}(0) + qV_s = (2.2 + 6) = 8.2$ кэВ. Полная энергия ОЭ, дающая теперь вклад в сигнал $I_{OЭ}(\infty)$ равна $\eta_s \bar{E}'_{OЭ}(\infty) = 1.23$ кэВ, т.е. в 1.5 раза больше, чем для незаряженного

диэлектрика. Вклад в сигнал $I_{OЭ}$ ускоренных ВЭ (энергия $-qV_s$) равен $\delta(\infty)qV_s(\infty) = 0.85 \cdot 6 = 5.1$ кэВ, т.е. в разы больше чем вклад ОЭ.

Суммарный детектируемый сигнал $I_{OЭ}$, равный среднему значению от вкладов ВЭ и ОЭ теперь равен (с учетом $\sigma(\infty) = 1$)

$$\eta_s(\bar{E}'_0(\infty) + qV_s) + \delta(\infty)qV_s = 0.15 \cdot 8.2 + 6 = 7.2 \text{ кэВ} .$$

Отношение сигналов заряженной мишени $I_{OЭ}(\infty)$ к случаю незаряженной $I_{OЭ}(0)$ в рассматриваемом случае равно $I_{OЭ}(\infty)/I_{OЭ}(0) = 9$, что почти совпадает с экспериментальным результатом, отраженным графиком 5 на рис.6, где это соотношение равно 10. Некоторая разница объясняется тем, что в оценочных расчетах не учтен вклад члена E_{th} .

На основании приведённого краткого критического анализа известных методов измерения потенциалов поверхности диэлектрических мишеней, заряжающихся при электронном облучении в СЭМ, можно сделать следующие выводы. Сравнение методов зеркального отражения электронов, сдвига границы тормозного рентгеновского излучения, регистрации тока смещения в подложке-электроре и регистрации сдвига энергетического спектра вторичных электронов показывает, что первые из них могут служить лишь для оценки величины потенциала зарядки, в то время как последний метод характеризует количественно кинетику зарядки диэлектриков. Для экспресс-оценок зарядового потенциала можно использовать зависимости измеряемых сигналов катодolumинесценции или отраженных электронов. Эти сигналы являются функцией изменяющейся энергии первичных электронов в тормозящем зарядовом поле и одновременно ускоряющем поле для ВЭ и ОЭ над поверхностью образца. Установлено, что полная энергия вторичных и отраженных электронов для заряженных диэлектрических мишеней в разы больше, чем для незаряженных образцов.

§ 3.3 Экспериментальные результаты и расчётные оценки

3.3.1 Экспериментальные характеристики зарядки различных типов диэлектриков

Типичные спектры электронов и их сдвиги по оси энергий, снятые в процессе зарядки диэлектриков при электронном облучении, приводятся на рис. 3.10. Для регистрации положительных потенциалов зарядки $+V_S$ на подложку образцов подавалось постоянное смещение $V_d = -9$ В. По мере приобретения положительного потенциала в процессе электронного облучения спектры сдвигаются в область низких энергий (рис. 3.10а), а при отрицательной зарядке пики ВЭ сдвигаются на величину приобретаемого отрицательного потенциала $-V_S$, т.е. на $qV_S = E_0 - E_L$, где E_L – фактическая энергия первичных электронов (рис. 3.10б). Спектры отражённых электронов (широкая область на рис. 3.10б) также начинаются от энергии E_L и заканчиваются на значении исходной энергии E_0 .

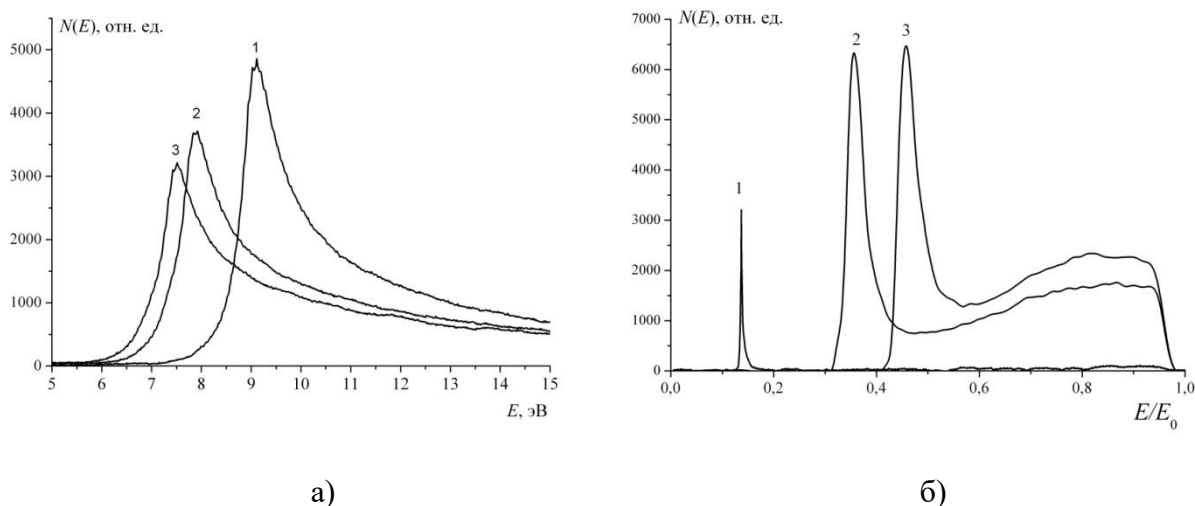


Рис. 3.10 Трансформация энергетических спектров при положительной (а) $E_0 = 1$ кэВ: 1 – $t = 7$ с, $V_S = +1$ В; 2 – $t = 30$ с, $V_S = +2.5$ В; 3 – $t = 60$ с, $V_S = +3.2$ В) и отрицательной (а) $E_0 = 5$ кэВ: 1 – $t = 5$ с, $V_S = -0.75$ кВ; 2 – $t = 20$ с, $V_S = -1.8$ кВ; 3 – $t = 80$ с, $V_S = -2.2$ кВ) зарядке Al_2O_3 (керамика).

Измеренные таким образом потенциалы зарядки для полимерных диэлектриков приводятся на рис. 3.11. на примере антрацена и тефлона при сканировании (облучении) площадки 100×100 мкм² на образце размером $10 \times 10 \times 1$ мм³. Графики рис. 3.11а показывают аномальную зависимость положительного потенциала $+V_S$ от дозы облучения, в данном случае от плотности тока облучающих электронов j_0 . На рис. 3.11б показаны временные зависимости трёх характеристических параметров: тока эмитированных элект-

тронов $I_\sigma(t)$, поверхностного потенциала $-V_S(t)$ и тока смещения $I_d(t)$. Отметим резкое отличие в кинетике тока $I_\sigma(t)$ от остальных зависимостей. Так $I_\sigma(t)$ достигает равновесного значения за единицы секунд, в то время как $-V_S(t)$ и $I_d(t)$ за сотни секунд.

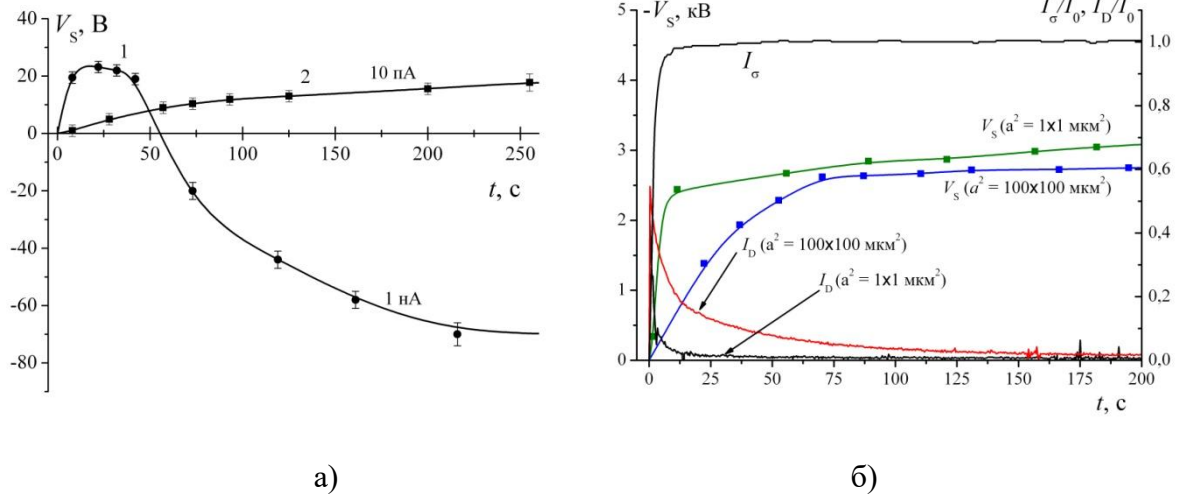


Рис. 3.11 Комплексные измерения параметров зарядки полимерных диэлектриков антрацена (а) $E_0 = 1$ кэВ, $I_0 = 10$ пА и 1 нА, $a^2 = 100 \times 100$ мкм²) и тефлона (б) $E_0 = 5$ кэВ, $I_0 = 10$ пА, $a^2 = 1 \times 1$ и 100×100 мкм²)

При дальнейшем рассмотрении необходимо также учитывать плотность тока облучающих электронов j_0 в сравнении с плотностью ловушечных центров N_t . Концентрация ловушечных центров N_t изменяется в зависимости от типа материала диэлектриков в очень широких пределах – от 10^{16} см⁻³ для монокристаллов Al_2O_3 и до 10^{22} см⁻³ некоторых поликристаллов, керамики и полимерных диэлектриков [156]. В условиях наших экспериментов E_0 изменяется от сотен эВ до десятков кэВ, что определяет глубину пробега первичных электронов, а тем самым и толщину отрицательного слоя зарядов R_0 [125, 137]:

$$R_0 = \frac{93.4}{\rho^{0.91}} E_0^{1.45} \quad (E_0 - [\text{кэВ}], R_0 - [\text{нм}]) \quad , \quad (3.16)$$

где ρ – объемная плотность материала диэлектрика [г/см³]. Так, для рассматриваемых здесь диэлектриков имеем следующие параметры: Для керамики Al_2O_3 $\epsilon_r = 9.5$; $\rho = 3.95$ г/см³; $\rho_0 = 10^{12} - 10^{14}$ Ом см; $\sigma_m = 4.2$ при $E_m = 0.65$; $E_2 = 6$ кэВ, $E_{2C(10\text{кэВ})} = 5$ кэВ; $E_{2C(5\text{кэВ})} = 2.4$ кэВ; $R_0(E_0 = 10\text{кэВ}) = 660$ нм; $R_0(E_0 = 5\text{кэВ}) = 244$ нм; $R_0(E_0 = 0.65\text{кэВ}) = 12.7$ нм $\approx \lambda_{\text{эф}}$; $N_{tr} \approx 10^{18} - 10^{20}$ см⁻³. Аналогично для полимерных диэлектриков (антрацен, полиметилметакрилат, тефлон): $\epsilon_r = 2$; $\rho = 2.2$ г/см³; $\rho_0 = 10^{14} - 10^{16}$ Ом см; $\sigma_m = 2.4$ при $E_m = 0.35$;

$E_2 = 1$ кэВ; $E_{2C(1\text{кэВ})} = 0.9$ кэВ; $E_{2C(5\text{кэВ})} = 2$ кэВ; $R_0(E_0 = 5 \text{ кэВ}) = 438 \text{ нм}$; $R_0(E_0 = 1 \text{ кэВ}) = 42 \text{ нм}$; $R_0(E_0 = 5 \text{ кэВ}) = 438 \text{ нм}$; $N_{tr} \approx 10^{20} - 10^{22} \text{ см}^{-3}$.

Обычно в наших экспериментах мы использовали ток $I_0 = 10^{-9}$ или 10^{-11} А при облучении площадки диэлектрика $100 \times 100 \text{ мкм} = 10^{-4} \text{ см}^2$ или $1 \times 1 \text{ мкм}^2$ (spot). При $I_0 = 10^{-9}$ А и $a^2 = 10^{-4} \text{ см}^2$ имеем $j_0 = 10^{-5} \text{ А см}^{-2}$, что эквивалентно числу 10^{14} электронов в секунду. Число положительных зарядов при этом в слое толщиной $\lambda_{эф} = 10 \text{ нм}$ равна $N_+ = 10^{14} - 10^{20} \text{ см}^{-2}$, а число отрицательных зарядов (по порядку величины) в слое толщиной 500 нм $N_- = 0.5 \cdot 10^{14} - 0.5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$. При облучении диэлектрика электронами в режиме “spot” плотность имплантированных зарядов на два-три порядка выше. Будем считать облучение с высокой интенсивностью при $N_0 > N_t$, а с малой при $N_0 < N_t$. Примером принципиально отличающейся реакции кинетики зарядки от дозы облучения является рис.3.11а, где приводятся результаты измерений $V_s(t)$ для антрацена при $E_0 = 1 \text{ кэВ}$ и двух значений тока электронного пучка: 10 пА и 1000 пА . В первом случае наблюдается только положительная зарядка образца, во втором - сначала положительная, а затем перманентный переход в отрицательную. Отметим, что такой аномальный эффект был обнаружен также в работе [142] и объясняется тем, что при высоких плотностях тока включается механизм экспансии электронов из зоны облучения и усиленное радиационно-стимулированное дефектообразование, а тем самым заполнение электронами дополнительных центров прилипания. Более детально этот эффект будет обсужден ниже.

Аналогичная закономерность проявляется и для неорганических диэлектриков. Так, например, для образца из поликристаллического или керамического диэлектрика Al_2O_3 временные характеристики зарядки аналогичны, что видно из рис. 3.12а. Здесь также как в предыдущем случае ток эмиссии электронов I_σ достигает равновесного значения I_0 ($\sigma = 1$) за относительно короткое время облучения, а равновесное значение потенциала $-V_s$ и тока смещения I_d наступает за время, на порядок большее по длительности. Соответствующие времена зарядки в зависимости от фактической энергии падающих электронов $E_L(t) = E_0 - qV_s(t)$ отмечены на рис. 3.12б, где приводится эмиссионная характеристика $\sigma(E_L) = \sigma(E_0)$ для керамики Al_2O_3 , снятая для случая, когда диэлектрик не заряжается (кривая отмечена точками ●). Приведённая экспериментальная кривая эмиссии $\sigma(E_0)$, взятая из работы [157], была получена при облучении образца единичными импульсами с малой эффективной плотностью тока зонда ($j_0 = 10^{-8} \text{ А/см}^2$). Но в условиях наших экспериментов, при непрерывном облучении с достаточно большой плотностью тока ($j_0 = 10^{-5} \text{ А/см}^2$) характер зависимости $I_\sigma(t)$ кардинально меняется. Это

Figure 1 consists of two plots. Plot (a) shows the time dependence of the current I_σ (black line) and voltages V (blue line) and V_L (red line) as a function of time t in units of τ_c . The current I_σ is constant at 1.0 until $t=0$, where it drops to 0. The voltage V is constant at 1.0 until $t=0$, where it drops to 0. The voltage V_L is constant at 1.0 until $t=0$, where it drops to 0. Plot (b) shows the dependence of the correlation function $\sigma(E_0, E_L)$ on the initial energy E_0 and final energy E_L . The correlation function σ is a function of E_0 and E_L , with a peak at $E_0 = E_L = 10$ $\kappa\tau_B$. The plot shows a solid black curve for σ and dashed lines for E_0 and E_L . The x-axis is labeled $E_0, E_L, \kappa\tau_B$ and ranges from 0 to 10. The y-axis is labeled $\sigma(E_0, E_L)$ and ranges from 0 to 4.0. The plot also shows a dashed line for σ at $E_0 = E_L = 10$ $\kappa\tau_B$ and a dashed line for σ at $E_0 = E_L = 10$ $\kappa\tau_B$.

3.3.2 Расчёт электростатического потенциала в модели двухслойного распределения заряда

104

ределенном критическом значении F_{in} . В процессе отрицательной зарядки потенциал $-qV_s$ уменьшает падающую энергию электронов до равновесного значения $E_L = E_{2C} = (E_0 - q V_{s0})$, при которой глубина проникновения R_0 уменьшится до значения R'_0 , после чего устанавливается полное равновесное состояние зарядки, т.е. $\sigma = 1$, Q_+ и Q_- уже не изменяются, а $I_{RIC} = const$.

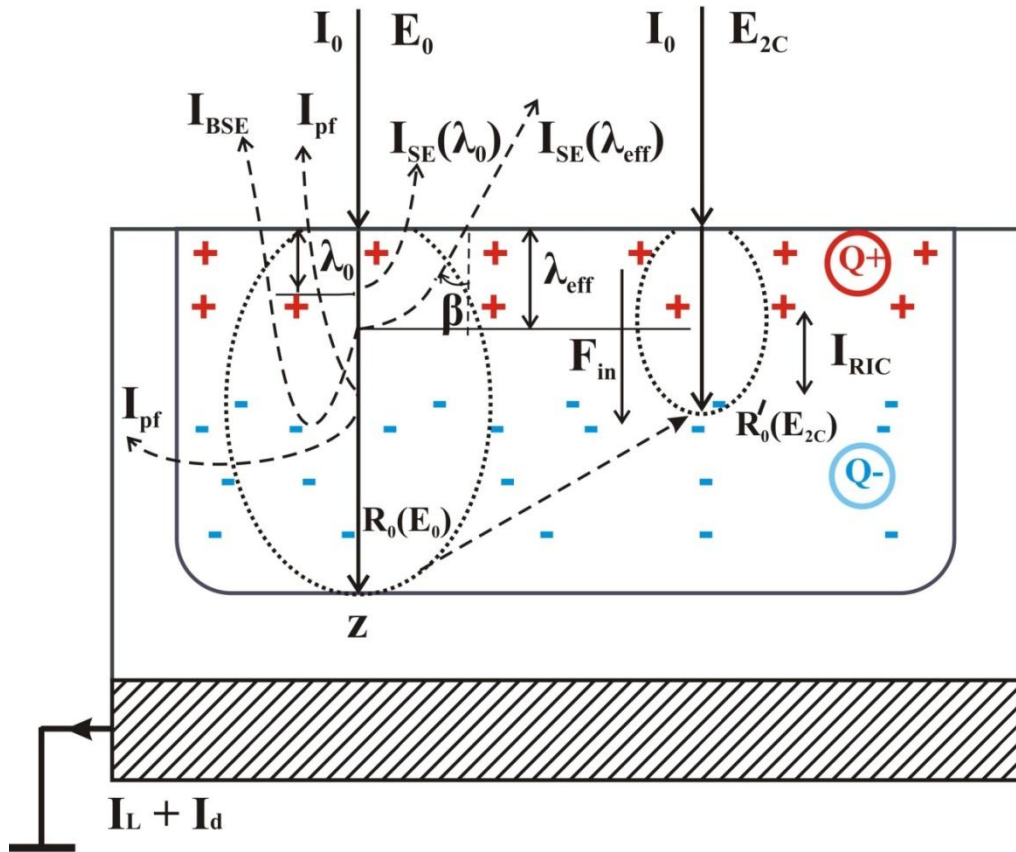


Рис. 3.13 Двуслойная модель зарядки диэлектриков при облучении электронами с энергией E_0 и током пучка I_0 . Обозначения даны в тексте.

Проведем упрощенный расчет электростатического потенциала V_s и поля F_{in} в модели двухслойного распределения заряда. Образование в процессе зарядки двойного электрического слоя может существенно влиять на распределение электрического поля в объеме диэлектрика и вблизи его поверхности и в результате их действия приводить к подавлению тока вторичных электронов, возникновению электронно-индуцированного тока между слоями I_{RIC} . Для оценки таких эффектов рассмотрим сначала простую модель распределения заряда, а также сильного электрического поля между слоями в виде цилиндра ($z' < 0$) диаметром a с плотностью заряда $\rho(z')$, зависящей только от глубины $-z'$. Тогда потенциал $V_s(z)$ на оси цилиндра ($r = 0$) в точке $z \geq 0$ над заряженной поверхностью будет равен:

$$V_s(z) = \frac{1}{\pi \varepsilon_0 \varepsilon_r} \int_0^{2\pi} d\varphi \int_0^{a/2} r dr \int_{R_0}^0 \rho(z') \left\{ \frac{1}{\sqrt{b^2 + (z-z')^2}} \right\} dz' =$$

$$\frac{2}{\varepsilon_0 \varepsilon_r} \int_{R_0}^0 \rho(z') \left\{ \sqrt{\left(\frac{a}{2}\right)^2 + (z-z')^2} - |z-z'| \right\} dz' , \quad (3.17)$$

где ε_0 и ε_r диэлектрические постоянные вакуума и среды.

Рассмотрим случай, когда радиус цилиндра a значительно больше как глубины распределения заряда R_0 , так и расстояния от поверхности до точки z : $(z > z') \ll a$. Тогда разложение потенциала $V_s(z)$ вплоть до квадратичного члена по степеням $(z - z')/a$ дает:

$$V_s(z) = \pi a \int_{R_0}^0 \rho(z') \left\{ 1 + \frac{2(z-z')^2}{a^2} - \frac{|z-z'|}{a} \right\} dz' = \pi a \int_{R_0}^0 \rho(z') \left\{ 1 + \frac{2z'}{a} + \right.$$

$$\left. 2z'2a2dx' - 2\pi xR00\rho(z')1+2z'adz'+2\pi z2aR00\rho(z')dz' \right\} , \quad (3.18)$$

а производная потенциала по x определяется выражением:

$$\frac{dV_s(z)}{dz} = -2\pi \int_{R_0}^0 \rho(z') \left\{ 1 + \frac{2z'}{a} \right\} dz' + \frac{4\pi z}{a} \int_{R_0}^0 \rho(z') dz' \quad (3.19)$$

Вводя поверхностную плотность заряда σ и дипольный момент D :

$$\sigma = \int_{R_0}^0 \rho(z') dz' , \quad D = \int_{R_0}^0 z' \rho(z') dz' \quad (3.20)$$

производную потенциала можно записать в следующем простом виде:

$$\frac{dV_s(z)}{dz} = -2\pi(\sigma + 2D/a) + \frac{4\pi z}{a} \sigma \quad (3.21)$$

Как видно из этого выражения, производная потенциала обращается в нуль на расстоянии от поверхности $z = h = a(1 + 2D/\sigma a)$ при условии, что $D > -\sigma a/2$. Если дипольный момент системы зарядов D и поверхностная плотность зарядов σ имеют разные знаки (например, общий заряд отрицательный, а положительный заряд расположен вблизи поверхности, то возникает потенциальный барьер ΔV , отражающий часть медленных ВЭ назад к поверхности:

$$\Delta V = V(h) - V(0) = -0.5\pi a \sigma (1 + 2D/\sigma a)^2 . \quad (3.22)$$

Таким образом, если в начальный момент времени облучения $\delta > 1$ ($E_0 < E_2$, $Q_+ > Q_-$), то первоначально происходит образование потенциальной ямы ΔV с глубиной в несколько эВ. При этом потенциал поверхности V_s будет положительным, но в дальнейшем, по мере накопления электронов на

глубине $R_0 > \lambda_{эф} \approx d$, общий заряд становится отрицательным, как и потенциал поверхности (см. рис. 3.11а).

Для численных расчетных оценок интеграла (3.17) ограничимся двумерной задачей, т.е. нахождением поверхностного потенциала в плоскости $x = 0$, причем примем что цилиндр диаметром 50 мкм состоит из двух противоположно заряженных дисков. Тонкий верхний толщиной $d = \lambda = 10$ нм имеет заряд Q_+ , а толстый, протяженностью $R_0 = 500$ нм имеет отрицательный заряд Q_- . Пусть $Q_+ = Q_- = 10^{-13}$ Кл, тогда поверхностный потенциал V_s положителен в силу большой объемной плотности положительного заряда ρ_+ . Но при сопоставимых толщинах обоих слоев зарядов $R_0 \approx \lambda = 10$ нм имеем $V_s \approx 0$.

При начальных значениях $d \ll R_0$ и соотношении зарядов $Q_+/Q_- \geq 0.95$ над поверхностью появляется возвращающее вторичные электроны поле и потенциал V_s положителен, но при условии $R_0 = d$ потенциал V_s отрицателен. При соотношении зарядов $Q_+/Q_- \leq 0.9$ возвращающее поле исчезает и потенциал V_s всегда отрицателен при любых величинах R_0 и d . Таким образом, перераспределение потенциала на поверхности наблюдается при критическом соотношении зарядов в двухслойном цилиндре $Q_+/Q_- \approx 0.94-0.95$ при заданном соотношении R_0/d , т.е. при близких значениях зарядов Q_+ и Q_- . Существенное влияние на знак потенциала V_s оказывают геометрические размеры областей распределения Q_+ и Q_- , в частности переменная толщина слоя отрицательного заряда $R_0 = f(E_2)$, что было предсказано в работах [123, 130].

§ 3.4 Новый сценарий кинетики зарядки диэлектрических мишеней при электронном облучении

Все наши эксперименты показывают, что при рассмотрении во всех известных механизмов всегда возникает вопрос о резком несоответствии кинетики нарастания $\sigma(t)$ и $V_s(t)$. Наиболее наглядно этот диссонанс виден на примере изучения характеристик зарядки монокристалла Al_2O_3 (сапфира), которые приводятся на рис. 3.14. Утверждение авторов многих работ (см. например, [138, 158]), что сапфир (и монокристалл MgO) не заряжаются изначально, а только после длительной электронной бомбардировки, образующей радиационно-стимулированные дефекты, не совсем верно. В действительности, заметная отрицательная зарядка возникает только после большой дозы облучения, в нашем случае после набора дозы более 10^{17} электронов/см² (рис. 3.14). Но до достижения этой дозы сапфир заряжается положительно, что представляется парадоксальным на первый взгляд, т.к. при выбранной энергии $E_0 = 15$ кэВ, начальное значение $\sigma < 1$ и образец должен бы заряжаться

отрицательно. При этом σ приходит к равновесному значению, близкому к единице за сравнительно быстрое время, порядка секунды. Возникает вопрос - откуда берутся дополнительные эмитированные электроны, чтобы привести σ от значения < 1 до ≈ 1 , при том, что образец не заряжается отрицательно, т.е. $E_L \approx E_0 = 15$ кэВ! Частично за увеличение σ ответственно внутреннее поле под заряженной поверхностью.

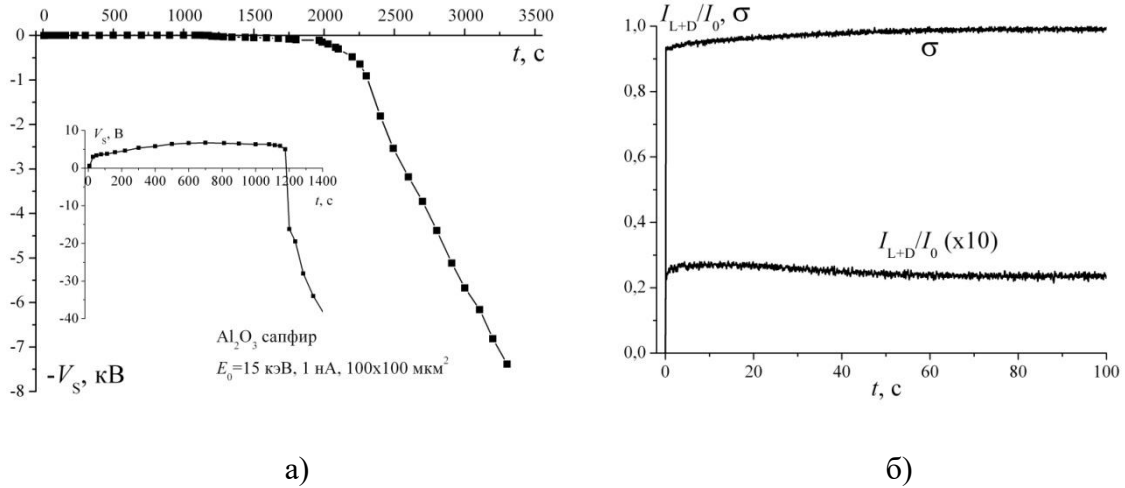


Рис. 3.14 Зависимости потенциала поверхности V_s , суммы токов смещения и утечки I_{L+D} , коэффициента полной эмиссии σ от времени облучения t мишени из Al_2O_3 (сапфира).

Для оценки влияния внутреннего электрического поля в объёме диэлектрика F_{in} на величину коэффициента вторичной эмиссии δ предлагается использовать следующую общеизвестную формулу (1.15):

$$\delta = B \frac{E_0}{E_i} \frac{\lambda_{eff}}{R_0} \left[1 - \exp \left(-\frac{R}{\lambda_{eff}} \right) \right], \quad (3.23)$$

где B – вероятность выхода вторичных электронов в вакуум, E_0 – энергия электронов первичного пучка, E_i – энергия генерации вторичных электронов, λ_{eff} – средняя эффективная глубина выхода вторичных электронов, R – максимальная глубина проникновения первичных электронов при данной E_0 .

Проведём в качестве примера расчёты для такого диэлектрика как Al_2O_3 , для которого $R_0 \sim 1$ мкм при $E_0 = 10$ кэВ [137].

Средняя глубина выхода вторичных электронов λ_{eff} увеличивается с ростом внутреннего поля F_{in} (поле направлено от поверхности вглубь образца) в Al_2O_3 по закону [137]:

$$\lambda_{eff} = \lambda_0 \exp(\beta F_{in}) \quad , \quad (3.24)$$

где λ_0 – средняя глубина выхода вторичных электронов в отсутствие внутреннего поля F_{in} . $\lambda_0 = 5$ нм, $\beta = 4.6 \cdot 10^{-6}$ см/В, $F_{in} \sim 10^5 - 10^6$ В/см.

Вероятность выхода вторичных электронов B упрощённо определяется произведением коэффициента пропускания барьера на границе диэлектрик-вакуум при нормальном падении и эффективным телесным углом, учитывающим критический угол выхода [157]:

$$B(E) \sim T(0^\circ)(1 - \cos \beta_{cr}) \quad (3.25)$$

Коэффициент пропускания барьера определяется по известной из квантовой механики формуле для потенциального порога [159]:

$$T = \frac{4\sqrt{G}}{[1+\sqrt{G}]^2} \quad (3.26)$$

где $G = 1 - \frac{\chi}{E_k \cos^2 \theta}$, χ – электронное сродство (всюду далее в расчётах полагаем $\chi = 1$ эВ), E_k – кинетическая энергия ВЭ, θ – угол выхода ВЭ. При этом барьер прозрачен при $E_k \cos^2 \theta > \chi$.

Критический угол β_{cr} можно определить из условия [59]:

$$\sqrt{E_k + \chi} \sin \beta = \sqrt{E_k} \sin \theta \quad (3.27)$$

полагая $\theta = 90^\circ$ (полное внутреннее отражение). Здесь β – внутренний угол падения. Тогда

$$\cos \beta_{cr} = \sqrt{\frac{\chi}{E_k + \chi}} \quad (3.28)$$

Внутреннее электрическое поле понижает барьер на величину $\Delta\chi$ [123]:

$$\Delta\chi = -\sqrt{q \left(\frac{\varepsilon_r - 1}{\varepsilon_r + 1} \right) \frac{1}{\varepsilon_0} |F_{in}|} \quad \text{эВ} \quad (3.29)$$

где $q = 1.6 \cdot 10^{-19}$ Кл – заряд электрона, ε_r – относительная диэлектрическая проницаемость (для Al_2O_3 $\varepsilon_r = 10$), $\varepsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12}$ Ф/м – диэлектрическая постоянная.

Подставляя последовательно выражения (3.26), (3.28), (3.29) в (3.25) и усредняя по всему диапазону энергий вторичных электронов от 0 до 50 эВ ($B \sim \frac{1}{50} \int_{\chi}^{\chi+50} B(E) dE$), получаем, что наличие внутреннего электрического поля $F_{in} = 10^5$ В/см увеличивает вероятность B выхода вторичных электронов в вакуум на 5 %.

Согласно уравнению (3.23) отношение коэффициентов вторичной эмиссии с внутренним полем и без определяется формулой

$$\frac{\delta_F}{\delta_0} = \frac{B_F}{B_0} \frac{\lambda_{eff}}{\lambda_0} \frac{[1 - \exp(-R/\lambda_{eff})]}{[1 - \exp(-R/\lambda_0)]}, \quad (3.30)$$

где λ_{eff} вычисляется по формуле (3.24). Расчёт даёт величину, равную $\delta_F/\delta_0 = 1.7$, что соответствует ожидаемому результату. Как видно, основной вклад в увеличение коэффициента вторичной эмиссии при наличии внутреннего электрического поля F_{in} вносит рост средней глубины выхода вторичных электронов λ_{eff} . Уменьшение барьера и сопутствующий рост критического угла выхода дают меньший эффект.

Следует сделать следующее замечание. При выводе основного уравнения (3.23) использовался тот факт, что вторичные электроны идут от места рождения к границе диэлектрика по прямой линии. Наличие внутреннего электрического поля F_{in} искривляет траектории выходящих электронов, однако при этом вырастает нормальная составляющая скорости, что также увеличивает коэффициент вторичной эмиссии δ (см. рис. 3.13). Но и рассмотренное влияние F_{in} не до конца обеспечивает обнаруженное сильное возрастание коэффициента σ . Налицо присутствует ещё одна причина возрастания σ , и она, на наш взгляд, следующая.

При обнаруженной положительной зарядке сапфира до +7.5 В для $E_0 = 15$ кэВ (см. рис. 3.14) в образце создаётся достаточно сильное поле между положительным слоем и толстым отрицательным слоем, образованным облаком свободных первичных электронов, которые потеряли всю свою энергию, т.е. термализовались, но не «прилипли» к различным энергетическим ловушкам, которых пока что нет в исходном сапфире. В итоге часть первичных свободных электронов с оставшейся энергией в доли эВ начинают диффундировать (растекаться) из области генерации, но их большая часть под влиянием внутреннего поля F_{in} устремляется к поверхности и эмитируют в вакуум уже с энергией медленных вторичных электронов. Эти электроны и являются источником и постоянно пополняемым резервуаром для быстрого повышения коэффициента σ до значения $\sigma = 1$. Обнаруженный эффект подобен известному эффекту Малтера [4, с. 283], который характеризует многократное увеличение коэффициента эмиссии электронов при положительной зарядке поверхности диэлектрика при электронном облучении. Близкий результат получен и в работе [160], где методом Монте-Карло, предсказано увеличение σ , но за счёт обратнорассеянных высокоэнергетических электронов, что, на наш взгляд, ошибочно.

Но имеется существенное различие между описываемым здесь и Малтер-эффектом. Последний возможен при бомбардировке тонкого диэлектрика – плёнки на проводящей заземлённой подложке, которая служит источником поступления дополнительных электронов. И ещё – обязательно наличие внешнего сильного поля, оттягивающего эмитированные электроны от положительно заряженной поверхности. Для положительной зарядки поверхности необходимо облучение сравнительно медленными электронами, т.е. при энергии E_0 , для которой $\sigma > 1$. В нашем случае этих факторов нет, т.к. мы имеем толстые образцы и практически нулевой ток утечки на подложку или с подложки на поверхность, отсутствует внешнее поле коллектора. Внутреннее поле, ускоряющее замедленные первичные электроны, создаётся только за счёт разности потенциалов между тонким положительным слоем и отрицательным слоем, образованным облаком свободных первичных электронов. Между двумя этими слоями образуется результирующая разность потенциалов положительной величины порядка единиц вольт. Но создаваемая напряжённость поля F_{in} между виртуальной плоскостью отрицательного заряда на глубине приблизительно $R_0/2$ и положительным слоем толщиной $\lambda_{эфф}(Al_2O_3) \approx 10$ нм, равная $F_{in} = 7.5 \text{ В}/650 \text{ нм} = 11.5 \cdot 10^4 \text{ В/см}$ (см. рис. 3.14 и формулу (3.24)) вполне достаточна для ускорения внутренних свободных электронов к поверхности и их эмиссии. Резкому увеличению эмиссии изначально термализованных первичных электронов способствует их большая глубина выхода, которая в диэлектрике в разы больше, чем глубина выхода ВЭ с начальной энергией в единицы эВ [161].

Увеличение σ за счёт вводимого нами коэффициента $\alpha = I_{pf}/I_0$, который суммируется с коэффициентами δ и η , требует нового выражения для баланса зарядов и токов с заряжающегося диэлектрика:

$$I_0 = I_0(\delta + \eta + \alpha) + \frac{\partial Q}{\partial t} + I_L \quad (3.31)$$

где $\frac{\partial Q}{\partial t} = I_0(1 - \sigma)(E_0/E_i)N_t^e\sigma_t^eR_0$, N_t^e – концентрация ловушечных центров для электронов, σ_t^e – их сечение захвата [156]. В начальные моменты времени облучения исходная концентрация N_t^e очень мала, поэтому отрицательная зарядка пренебрежимо мала, а положительная образуется всегда при наличии эмиссии ВЭ. В представленном рассмотрении нового «псевдо-Малтер» эффекта роль токов растекания, включая ток утечки I_L , пренебрежимо мала, что подтверждают эксперименты, результаты которых представлены на рис. 3.14. Более подробно механизм отрицательной зарядки сапфира

при одновременном радиационно-стимулированном дефектообразовании будет изложен далее в §3.5.

Здесь уместно следующее важное замечание. Предложенный эффект значительного усиления эмиссии электронов при саморегулирующейся положительной (в несколько единиц Вольт) зарядке поверхности диэлектрика в области $E_0 > E_{2C}$ происходит не за счёт уменьшения падающей энергии E_0 , как это происходило бы отрицательной зарядке, а только за счёт “дополнительных” свободных электронов, ещё не успевших захватиться на дефектные уровни, которых либо ещё не создано в процессе облучения, либо исходная плотность меньше плотности облучающих электронов. Поэтому эффект более быстрого установления равновесного тока эмиссии ($\sigma = 1$) по сравнению с установлением равновесного потенциала присущ не только монокристаллам Al_2O_3 или MgO , но и многим другим диэлектрикам. Более или менее синхронное наступление равновесного состояния σ и V_s возможно только в случае образцов с высокой плотностью ловушечных центров и сравнительно низкой плотностью облучающего тока электронов.

Рассмотрим теперь основные моменты кинетики зарядки (см рис. 3.12 и рис. 3.13) в тесной связи всех упомянутых выше процессов.

- i) При $E_0 \leq E_m$ $\sigma > 1$ и $R_0 \approx \lambda_{эф}$. Здесь всегда $V_s > 0$ (от +1 до +20 - 30), Q_+ зависит от σ_m , Q_- отсутствует.
- ii) При $E_m < E_0 < E_{2C}$ Q_- постепенно растёт, а Q_+ спадает, т.к. $\sigma > 1$, а при высоких j_0 $Q_- > Q_+$ и потенциал приобретает отрицательное значение. При $\sigma \approx 1$ положительный заряд стабилизируется, а отрицательный заряд либо продолжает заполнять глубокие уровни в объёме возбуждения (при $N_0 < N_t$) либо (или одновременно) релаксирует вне области объёма возбуждения при немедленной компенсации, т.е. повторного заполнения мелких уровней (при $N_0 \approx N_t$) за счёт термализованных первичных электронов. Регулятором баланса зарядов выступает во всех случаях ток I_{RIC} , который возникает, как было сказано выше, при достижении внутренним полем (между Q_- и Q_+ слоями зарядов) критического значения $F_{in} = F_{cr}$.
- iii) $E_0 \geq E_2$. Здесь в начальный момент времени облучения $\sigma \leq 1$ и сразу начинается отрицательная зарядка. И даже если $\sigma = 1$, то вследствие того, что $R_0(E_2) > \lambda_{эф}$, происходит накопление отрицательного заряда ($Q_- > Q_+$) и соответственно возрастание потенциала $-V_s$. Одновременно R_0 уменьшается (см. рис. 3.13), т.к.

уменьшается $E_L = E_0 - qV_s$, возрастает поле F_{in} , происходит растекание зарядов, время которого τ_2 много больше начального времени τ_1 заполнения ловушечных центров в исходном объеме облучения. И опять же стабилизирующим фактором выступает поле $F_{in} = F_{cr}$, ограничивающее рост V_s и приводящее в конечном итоге к состоянию равновесия всех процессов зарядки.

- iv) Как положительная, так и отрицательная зарядки происходят при значениях σ близких к единице, а результирующий потенциал определяется плотностью облучающего тока, плотностью ловушек, внутренним полем и “псевдо-Малтер” эффектом.

§ 3.5 Особенности зарядки диэлектрических мишеней, предварительно облучённых ионами и электронами

3.5.1 Постановка задачи, решаемые проблемы

Сфокусированные пучки электронов и ионов в последнее время широко используются в различных технологических процессах в микро- и нанoeлектронике, а также современных методах анализа. В этой связи в последние годы проводятся обширные исследования механизмов зарядки диэлектрических компонент образцов при электронном и ионном облучении. Но если явление зарядки электронными пучками достаточно хорошо изучено [см. предыдущие параграфы], то проблемам зарядки диэлектрических мишеней под воздействием ионной бомбардировки до настоящего времени посвящены лишь единичные работы [162-165]. Также лишь в отдельных работах было проведено исследование процессов электронной зарядки диэлектрических сред после их предварительного облучения ионными и электронными пучками [166, 167].

Информация, изложенная в указанных статьях, носит отрывочный характер, в них представлены, как правило, результаты первых экспериментов по рассматриваемой тематике. Так в работе [162] впервые изучалась зарядка SiO_2 при облучении ионами He^+ с энергией 1 - 4 кэВ, и было показано, что при возрастании дозы облучения ионами вначале приобретает отрицательный потенциал (до $V_s = -50$ В), затем $-V_s$ проходит нулевое значение, после чего возрастает до равновесной величины от +25 до +50 В в зависимости от энергии бомбардирующих ионов. Оказалось, что при возрастании энергии He^+ положительный потенциал зарядки уменьшается. Но эта интересная работа поставила больше вопросов, чем дала ответов.

Ионно-индуцированная зарядка тонких пленок SiO_2 , конденсированных пленок инертных газов, а также алмаза, происходящая при бомбардировке ионами Ar^+ , Ga^+ , протонами с энергией в единицы кэВ, также показали

положительную зарядку диэлектриков до единиц и десятков вольт [163-166]. Неожиданное явление скачкообразного характера процесса зарядки алмаза после ионной бомбардировки (Ar^+) различными дозами обнаружено в работе [166]. Измерения, проведенные по сдвигу Оже-пиков, показали, что при энергии облучающих электронов $E_0 = 1$ кэВ происходит отрицательная зарядка до $V_s = -170$ В, затем значение отрицательного потенциала постепенно уменьшается до 0. Такой реверсивный характер процесса зарядки авторы объясняют тем, что при определенной (критической) дозе ионного облучения $2 \cdot 10^{15}$ ионов·см⁻² происходит почти скачкообразная трансформация структуры алмаза в графитоподобную. В работе [167] впервые исследовалось влияние предварительной бомбардировки сапфира ионами Ar^+ с энергией 10 кэВ при дозах облучения $10^{18} - 10^{19}$ см⁻². Указанные дозы настолько велики, что значительно видоизменяли поверхностный микрорельеф кристалла, вследствие чего происходило снижение коэффициента вторичной электронной эмиссии. Но в настоящей работе установлено, что указанная причина не является единственной (и даже доминирующей), ответственной за особенности кинетики зарядки сапфира.

При бомбардировке поверхности оксидов ионами низких энергий может происходить целый ряд различных процессов, таких как распыление поверхности, внедрение (имплантация) ионов, радиационное дефектообразование, изменение кристаллической структуры, развитие поверхностного рельефа [168]. Эксперименты по ионному распылению оксидов металлов показали, что при бомбардировке ионами низких энергий (< 10 кэВ) многих оксидов наблюдается преимущественное распыление кислорода. Потеря кислорода приводит к образованию на поверхности фазы с меньшей степенью окисления, а в некоторых случаях появлению восстановленной металлической фазы. В результате на поверхности оксида формируется тонкий (до 2.5 нм) измененный слой, по составу отличный от стехиометрического состава исходного диэлектрика [169, 170].

Если падающий ион передает в упругом столкновении с атомом поверхности энергию, превышающую пороговую энергию смещения, то в результате генерируется Френкелевская пара дефектов – вакансия и междоузельный атом. Число создаваемых ионным облучением дефектов пропорционально энергии падающих ионов и дозе ионного облучения. Дефекты в кристалле могут образовываться вплоть до глубины проникновения первичных ионов в кристалл, которая при энергии ионов менее 10 кэВ составляет порядка нескольких нм. При больших дозах ионного облучения создается так много дефектов, что происходит аморфизация поверхности, т.е. потеря кристаллической структуры. Необходимым условием аморфизации облучаемой

ионами области кристалла является пространственное разделение в этой области вакансий и междоузельных атомов. На основании теоретических расчетов критическая концентрация смещённых атомов, необходимая для аморфизации, должна составлять 0.05 – 0.2 атомной плотности кристалла [168, 171].

В ходе ионной бомбардировки на первоначально плоской поверхности формируется рельеф – появляется множество впадин и выступов неправильной формы. При небольших дозах облучения не превышающих 10^{16} см⁻², в процессе распыления под действием ионной бомбардировки возникают поверхностные неоднородности атомного масштаба. При больших дозах наблюдаются микроскопические неоднородности с размерами порядка 10 – 1000 нм, образуются ямки травления, конические или пирамидальные выступы, а также волнистые структуры типа «ряби» [168].

В отличие от ионного облучения, бомбардировка поверхности твёрдых тел низкоэнергетическими электронами (с энергиями порядка нескольких кэВ) не может приводить к созданию стабильных Френкелевских пар дефектов за счёт упругих столкновений. Это связано с тем, что из-за малости массы электрона энергия, передаваемая атому в упругом столкновении, оказывается слишком малой для смещения атома из его положения в кристаллической решётке. Однако экспериментальные данные говорят о том, что даже низкоэнергетические электроны с энергиями несколько десятков эВ способны разрушать поверхность некоторых материалов и создавать в кристалле пары точечных дефектов – вакансии и междоузельные атомы [168-172]. Разрушение поверхности твердого тела низкоэнергетическими электронами получило название электронно-стимулированной десорбции (ЭСД).

Для объяснения ЭСД с поверхности оксидов обычно привлекают механизм Кнотека-Фейбельмана (КФ) [171], который был разработан для оксидов с максимальной степенью окисления. Согласно КФ-модели первичный электрон создаёт вакансию на основном электронном уровне атома металла, которая может заполняться только за счёт межатомного оже-процесса, поскольку своих свободных электронов у атома металла нет. В результате заполнения основной дырки сопровождается выходом из валентной зоны одного или двух электронов. Потеряв два или три электрона, ион O^{2-} становится нейтральной частицей O^0 или положительным ионом O^+ и может десорбироваться за счёт кулоновского отталкивания.

Таким образом, при ионной и электронной бомбардировке диэлектрика происходит радиационно-стимулированная модификация поверхности. Изменяются как структура, так и электрофизические свойства, в том числе изменяются характеристики зарядки предварительно облученных мишеней

электронами средних энергий. Более детальному исследованию этого малоизученного явления посвящена настоящая работа. Обнаружен ряд специфических особенностей в кинетике зарядки диэлектриков, которые не были описаны в известных нам предыдущих работах.

3.5.2 Образцы и методика экспериментов

Исследовались два классических диэлектрика – монокристаллы Al_2O_3 (сапфир) и SiO_2 . Размеры исследованных пластин составляли $10 \times 10 \times 1$ мм. Образцы предварительно облучались различными дозами ионных пучков Ar^+ и электронами с энергией 1 кэВ в высоком вакууме (10^{-8} Торр). Изменения морфологии поверхности после проведённой бомбардировки пучками заряженных частиц наблюдались с помощью атомно-силового микроскопа. На рис. 3.15 приводятся типичные изображения рельефа поверхности сапфира после облучения ионами Ar^+ с дозой 10^{17} см^{-2} (рис. 3.15,б) и электронами с дозой $2 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$ (рис. 3.15,в). В обоих случаях видна структура образовавшейся в результате облучения островковой плёнки. Рост плёнок происходит в результате десорбции кислорода при бомбардировке Al_2O_3 , при которой наблюдается частичная металлизация поверхности за счёт формирования на ней островков алюминия, имеющих размеры порядка 50-70 нм [172]. Как будет показано ниже, образование островковой плёнки и частичная аморфизация поверхности играют большую роль в зарядке диэлектрика, но проявляют весьма существенные различия между SiO_2 и Al_2O_3 .

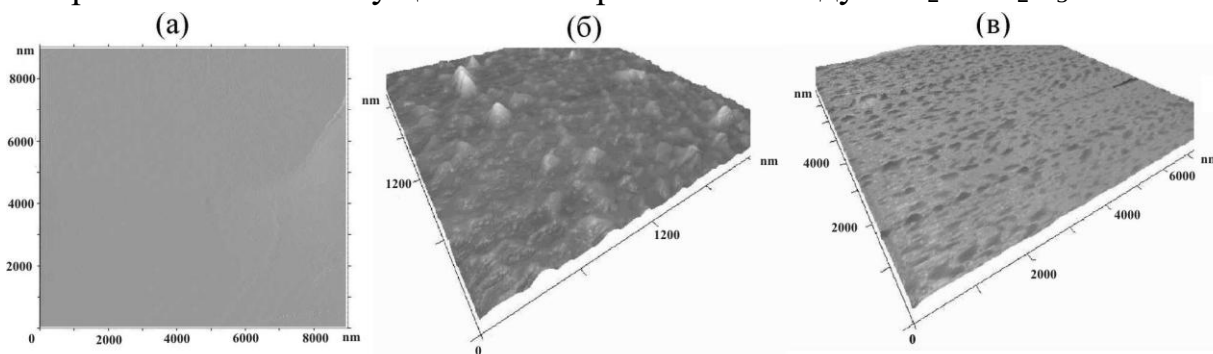


Рис. 3.15. АСМ изображения грани (0001) сапфира (а) – необлученная поверхность, (б) - после облучения ионами Ar^+ с дозой 10^{17} см^{-2} , (в) - после облучения электронами с дозой $2 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-2}$.

Экспериментальная установка, использованная в настоящей работе, подробно описана в работе [167], поэтому отметим здесь только основные особенности методики измерений. Во-первых, для правильной интерпретации результатов необходимо снимать все временные характеристики зарядки образца одновременно. Для этого в сканирующий электронный микроскоп (СЭМ) монтируется комплексное устройство, позволяющее измерять поверхностные потенциалы V_s (по сдвигу спектров ВЭ), токи утечки и сме-

щения I_{L+D} (для определения аккумулярованного заряда Q_t), токи вторичной электронной эмиссии I_σ , а также, при надобности, детектировать сигналы катодолюминесценции и рентгеновского излучения. Во-вторых, измеряемые характеристики снимаются в зависимости от времени облучения электронным зондом СЭМ, т.е. снимается кинетика зарядки, вплоть до наступления состояния насыщения, когда все характеристики достигают равновесных значений.

Одновременная регистрация кинетики всех перечисленных сигналов позволяет воссоздать полную картину механизма зарядки диэлектрических мишеней под воздействием электронного облучения.

3.5.3 Результаты измерений

В процессе облучения сапфира ионами Ag^+ с энергией 10 кэВ одновременно снимались энергетические спектры Al^+ , по сдвигам которых определялся потенциал зарядки. Результаты таких измерений, проведённых после трёх набранных доз D , представлены на рис. 3.16.

После дозы облучения $D_1 = 5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ эффектов зарядки не обнаружено (график 1), но после дозы 10^{16} см^{-2} пики Al^+ начинают раздваиваться, и второй пик смещается по энергетической оси до максимального значения $V_s = +70 \text{ В}$, достигаемого при дозе $D_2 = 2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ (график 2). После этого начинается внезапный спад потенциала и его приход в равновесное состояние $V_s = +40 \text{ В}$ при дозе $D_3 = 3 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ (график 3).

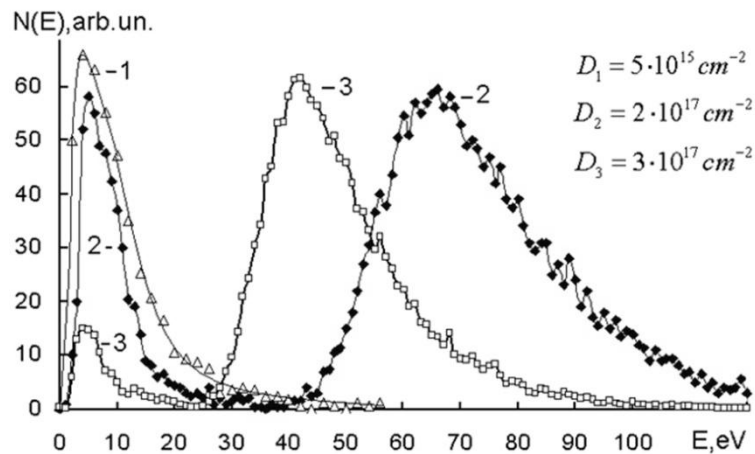


Рис. 3.16. Энергетические спектры Al^+ , снятые в процессе облучения сапфира ионами Ag^+ с различными дозами: (1) — $D_1 = 5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$, (2) — $D_2 = 2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$, (3) — $D_3 = 3 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$. Энергия ионов Ag^+ — 10 кэВ.

Возможное объяснение этого феномена — быстрая аморфизация поверхности сапфира при критической дозе облучения $D_2 = 2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$. Механизм этого явления, а также тот парадоксальный факт, что первый пик в энергетическом распределении Al^+ не сдвигается при зарядке (график 1)

ещё требует более детального исследования. Наличие двух пиков в спектрах Al^{+} было зафиксировано также в работе [173], где описана природа их образования (на наш взгляд, дискуссионная). Представляет большой интерес тот факт, что при электронном облучении сапфира, как будет показано ниже, также существует критическая доза, до набора которой не происходит зарядки, а после которой сапфир начинает интенсивно заряжаться.

Далее будут изложены результаты измерений кинетики поверхностных потенциалов Al_2O_3 и SiO_2 при их облучении электронами с энергией 5 и 15 кэВ. Во всех случаях измерения проводились как на исходных образцах, так и на предварительно облучённых ионными и электронными пучками определённой дозы. На рис. 3.17,а приводятся результаты измерений зависимостей $V_s(t)$ для сапфира, снятые при плотности электронного тока $j_0=10^{-5}$ А·см⁻². Для исходного (необлучённого заряженными частицами) сапфира, судя по графикам 1 на рис. 3.17а,б, существуют критические дозы электронного облучения порядка $5 \cdot 10^{16}$ см⁻², до которых зарядки не происходит, а после них отрицательный потенциал V_s прогрессивно нарастает, достигая равновесного значения при довольно больших дозах (порядка $3 \cdot 10^{17}$ см⁻²). Такая закономерность зарядки сапфира была обнаружена и ранее (см., например [124, 167, 174, 138]) и может быть объяснена следующим образом [174, 138]. Изначально чистый сапфир не имеет дефектов кристаллической структуры, поэтому не склонен заряжаться при электронном облучении. Но со временем генерируется всё больше радиационно-стимулированных дефектов, в частности вакансий кислорода (F - центры), которые являются ловушками для электронов. Необходимо также учитывать вклад частичной металлизации поверхности за счёт образования островков алюминия [172]. При предварительной бомбардировке сапфира ионами Ar^{+} с энергией 10 кэВ и дозой порядка 10^{17} см⁻² создаётся достаточное число дефектов, чтобы интенсивно захватывать электроны на уже генерированные ионами ловушки (см. графики 3 на рис.3.17а,б).

Поэтому время зарядки сапфира, предварительно облучённого ионами Ar^{+} , на три порядка меньше времени зарядки исходного, не подвергнутого предварительной ионной бомбардировке (см. графики 1 и 3 на рис.3.17).

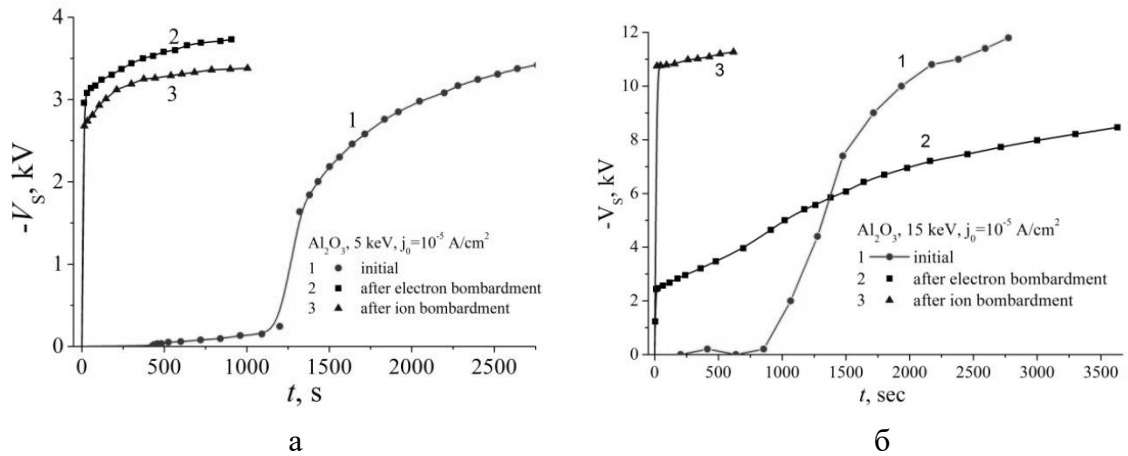


Рис. 3.17. Зависимость потенциала V_s заряжающейся поверхности сапфира от времени облучения электронами с плотностью тока $j_0 = 10^{-5}$ А/см² и энергией (а) - $E_0 = 5$ кэВ и (б) - $E_0 = 15$ кэВ. График (1) – исходная поверхность; (2) – предварительно облученная электронами с дозой $2 \cdot 10^{20}$ см⁻² и энергией 1 кэВ; (3) - предварительно облученная ионами с дозой 10^{17} см⁻² и энергией 10 кэВ.

Что касается влияния на кинетику зарядки предварительного облучения сапфира электронными пучками, то заметно некоторое отличие в случае измерений при 5 и 15 кэВ (графики 2 на рис.3.17а,б). При энергии облучающих электронов $E_0 = 5$ кэВ характер зарядки почти аналогичен тому, который наблюдается для сапфира, предварительно облучённого ионами Ag^+ (сравним графики 2 и 3 на рис.3.17а). Но при энергии облучающих электронов $E_0 = 15$ кэВ обнаруживается следующая необычная закономерность: в начальные моменты облучения (единицы секунд) сапфир быстро заряжается до некоторого критического потенциала $V_s = - 2.5$ кВ, после чего процесс зарядки резко замедляется и потенциал поверхности достигает своего равновесного значения через время, на порядок большее, чем при $E_0 = 5$ кэВ (график 2 на рис. 3.17б), и в разы большее чем при зарядке исходного сапфира (график 1 на рис. 3.17б). Столь неожиданный характер кинетики зарядки можно объяснить следующим образом. Как видно из рис. 3.15, при предварительном облучении сапфира пучком электронов на поверхности образуются островки алюминия диаметром 10-20 нм и с таким же приблизительно расстоянием между островками. Диаметр пятна предварительного электронного облучения на поверхности, где образованы островки Al, равен 3 мм. При измерении поверхностных потенциалов облучается площадка сканирования электронным зондом СЭМ размером 100×100 мкм², находящаяся в центре предварительно облучённого участка (3 мм). В итоге непосредственно заряжается только сканируемая площадка, но после достижения некоторого критического потенциала ($V_s = - 2.5$ кВ) генерируемое при зарядке электрическое поле вызывает растекание электронов по поверхно-

сти, где уже предварительной электронной бомбардировкой созданы условия для прыжковой проводимости электронов через металлические (алюминиевые) островки. Возможность такого механизма следует из оценки средней длины свободного пробега L_e электрона в диэлектрике под действием внутреннего поля F_{in} , так называемой длины “Schubweg”:

$$L_e = \mu_e \cdot F_{in} \cdot \tau, \quad (3.32)$$

где μ_e – подвижность электронов, τ – их время жизни. При F_{in} , равном по порядку величины единицам $\text{кВ} \cdot \text{см}^{-1}$; L_e может достигать десятков нм, что сравнимо с диаметром островков Al и расстоянию между ними. Более подробно этот механизм будет рассмотрен в настоящей работе ниже. Судя по данным рис.3.17 а, б критическое поле, приводящее к прыжковому растеканию зарядов, образуется при потенциале 2.5 – 3 кВ.

Для подтверждения эффекта резкого различия времён зарядки исходного и облучённого ионами сапфира приведём результаты сравнительных измерений катодолюминесцентного сигнала I_{CL} в зависимости от времени электронного облучения током с плотностью $j_0 = 10^{-5} \text{ А} \cdot \text{см}^{-2}$ при $E_0 = 15 \text{ кВ}$ (рис. 3.18).

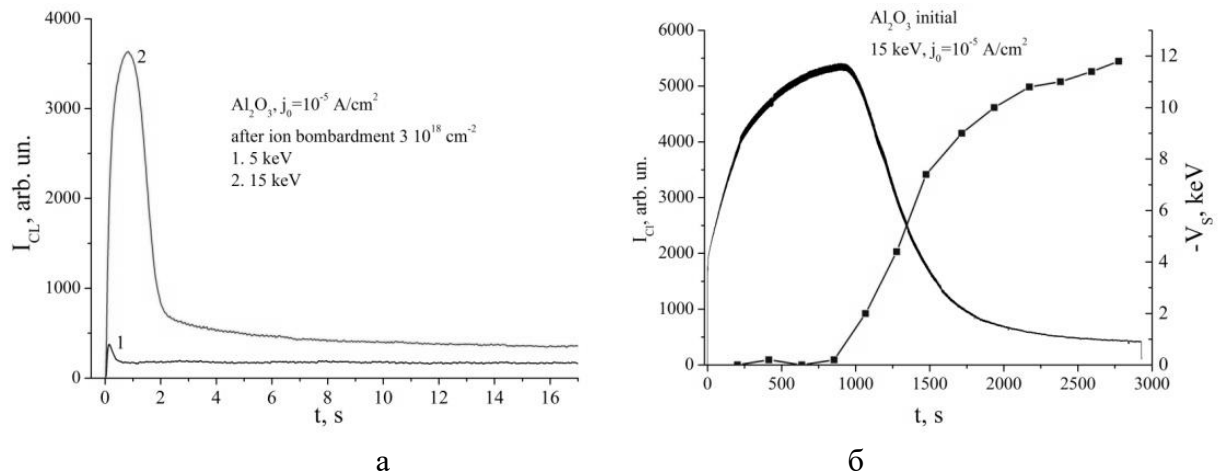


Рис. 3.18. (а) – зависимости интенсивности катодолюминесценции от времени облучения электронами $j_0 = 10^{-5} \text{ А} \cdot \text{см}^{-2}$ при $E_0 = 5 \text{ кВ}$ и $E_0 = 15 \text{ кВ}$ для сапфира, предварительно облученного ионами Ag^+ с дозой $3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$; (б) – временная зависимость интенсивности катодолюминесценции и потенциала поверхности для исходной поверхности сапфира при электронном облучении с $j_0 = 10^{-5} \text{ А} \cdot \text{см}^{-2}$ и $E_0 = 15 \text{ кВ}$.

При электронном облучении сапфира вначале наблюдается самоактивация, т.е. нарастание интенсивности катодолюминесцентного излучения, а затем, после достижения максимума сигнала I_{CL} наступает некоторый временной спад, вызванный как эффектом гашения [153], так и уменьшением энергии падающего пучка $E_L = E_0 - eV_s$, вызванной отрицательной зарядкой поверхности с текущим потенциалом $V_s(t)$. Момент наступления и завершения зарядки сапфира хорошо коррелирует с кинетикой сигнала I_{CL} – малые

времена для ионно-облучённого образца и очень большие времена облучения (дозы) для исходного образца.

Почти аналогична картина зарядки SiO_2 при электронном облучении, но есть и существенные различия. Экспериментальные результаты измерений кинетики зарядки исходного кристалла SiO_2 и его же после предварительной электронной и ионной бомбардировки представлены на рис. 3.19 при энергии облучающих электронов $E_0 = 5$ кэВ и плотности тока $j_0 = 10^{-7}$ А·см $^{-2}$. Аналогичные измерения при энергии $E_0=15$ кэВ приведены на рис. 3.20. На рис. 3.19б и 3.20б представлены результаты измерений в первые моменты времени облучения.

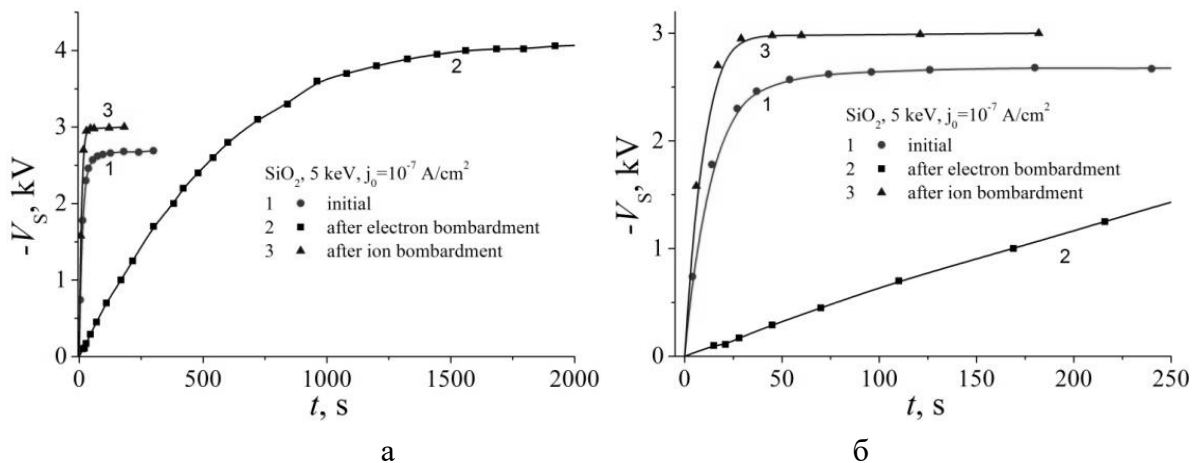


Рис. 3.19 (а) - временные зависимости потенциала $V_s(t)$ поверхности SiO_2 , снятые при $E_0 = 5$ кэВ и $j_0 = 10^{-7}$ А·см $^{-2}$. (1) – исходная поверхность; (2) – предварительно облученная электронами с дозой $9 \cdot 10^{19}$ см $^{-2}$ и энергией 1 кэВ; (3) - предварительно облученная ионами с дозой 10^{17} см $^{-2}$ и энергией 10 кэВ. (б) – то же в другом временном масштабе.

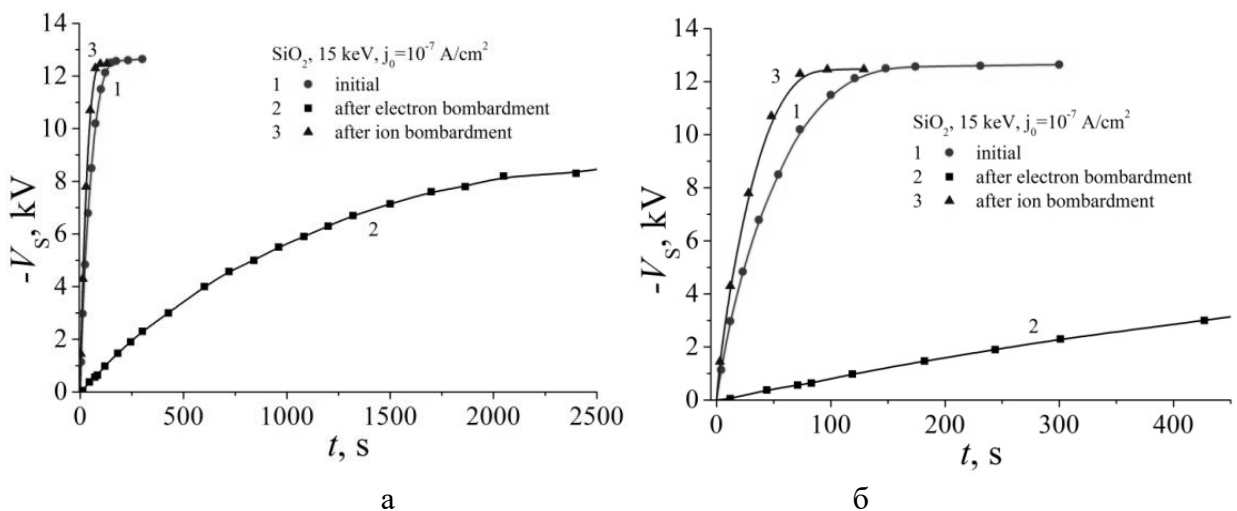


Рис. 3.20. (а) - Поверхностный потенциал V_s как функция времени облучения поверхности SiO_2 электронным зондом при $E_0 = 15$ кэВ и $j_0 = 10^{-7}$ А·см $^{-2}$. (1) – исходная поверхность; (2) – предварительно облученная электронами с дозой $9 \cdot 10^{19}$ см $^{-2}$ и энергией 1 кэВ; (3) - предварительно облученная ионами с дозой 10^{17} см $^{-2}$ и энергией 10 кэВ. (б) – то же в другом временном масштабе.

В отличие от Al_2O_3 (сапфира), для SiO_2 не замечено большой разницы в кинетике зарядки исходного образца и предварительно облучённого ионами Ag^+ . И вновь проявляется более медленная стадия зарядки образцов, подвергнутых предварительному электронному облучению (графики 2 на рис. 3.19 и рис. 3.20). Но, в отличие от сапфира, для SiO_2 не обнаружено образования критического потенциала, а темп зарядки и поверхностный потенциал изменяются плавно за время на порядки величины большее, чем для исходного и ионно-облучённого образца. Различный характер для указанных образцов проявляют и зависимости коэффициентов ВЭ σ , а также токов смещения I_{L+D} (см. рис. 3.21). Если после ионной бомбардировки зависимости $\sigma(t)$ (графики 1 и 2) и $I_{L+D}(t)$ (графики 1' и 2') совпадают с аналогичными зависимостями исходного образца SiO_2 (рис. 3.21а), то после предварительного электронного облучения эти зависимости разнятся (рис. 3.21б). В последнем случае при низкой величине коэффициента $\sigma(t)$ (график 2) значение тока смещения (график 2'), определяющего величину аккумулированного заряда $Q_t = \int_0^t I_{L+D} dt$, много больше, чем для исходного образца (график 1').

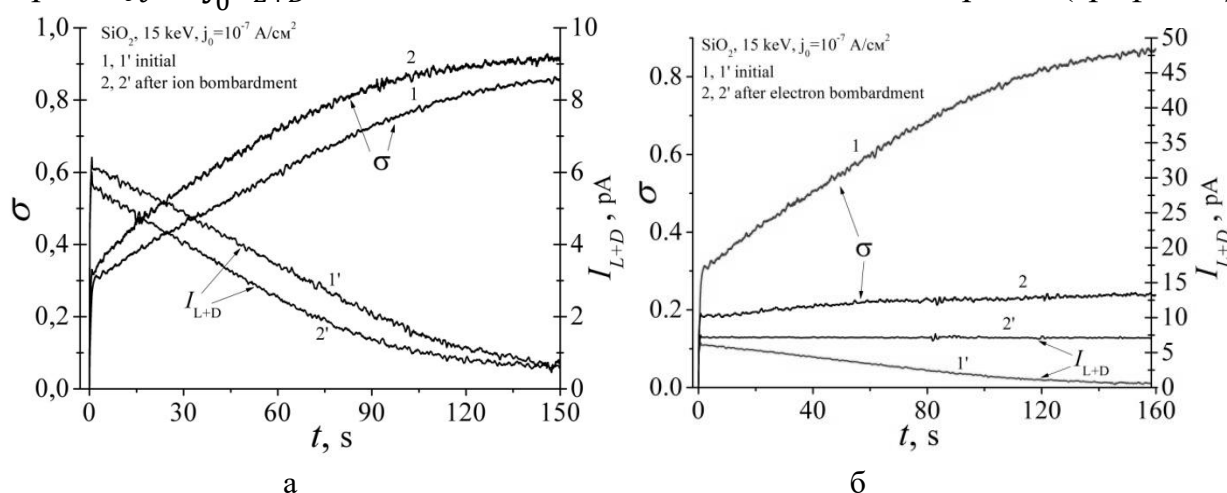


Рис. 3.21. Сравнение временных зависимостей коэффициента ВЭ $\sigma(t)$ (графики 1 и 2) и тока смещения $I_{L+D}(t)$ (графики 1' и 2') для (1) - исходной поверхности SiO_2 и (2) - предварительно облученной: (а) - ионами; (б) - электронами.

3.5.4 Обсуждение результатов исследований предварительно облучённых мишеней

Прежде всего, рассмотрим те изменения на поверхности диэлектрических образцов – оксидов SiO_2 и Al_2O_3 , которые происходят под воздействием ионной и электронной бомбардировки.

Данные о формировании модифицированного слоя в оксидах кремния и алюминия при их облучении ионами низких и средних энергий достаточно противоречивы. В ранних работах (см., например [175]) по изучению зако-

номерностей преимущественного распыления оксидов не было обнаружено изменение стехиометрического состава оксидов SiO_2 и Al_2O_3 . Однако в более поздних работах такое изменение наблюдалось. Автор работы [176] наблюдал при помощи метода электронной спектроскопии для химического анализа (ЭСХА), использующего синхротронное излучение, формирование при бомбардировке ионами Ar^+ с энергией 2 кэВ на поверхности SiO_2 измененного слоя, содержащего оксид SiO_x ($x = 1.2$). Толщина этого слоя, по оценкам автора, составляла примерно 0.4-0.9 нм.

В работе [177] были проведены систематические исследования радиационных повреждений в SiO_2 , вызванных облучением ионами Ar^+ , Ne^+ и He^+ низких энергий (70—500 эВ). Исследования с помощью метода электронной оже-спектроскопии (ЭОС) показали, что на поверхности формируется тонкий обедненный кислородом слой, толщина которого оценена как 0.5-0.7 нм. Обеднение поверхности Al_2O_3 кислородом под действием бомбардировки ионами Ar^+ с энергиями 200-2000 эВ также наблюдалось экспериментально методом ЭОС в работе [178].

Основным механизмом дефектообразования в кристаллах SiO_2 и Al_2O_3 при ионной бомбардировке является механизм ударного смещения. За пороговую энергию образования дефекта по механизму упругого смещения принимают кинетическую энергию, которую бомбардирующая кристалл частица должна передать покоящемуся в узле кристаллической решетки атому, чтобы он после столкновения с ней сместился на расстояние, исключающее при низких температурах его рекомбинацию с образовавшимся пустым узлом (вакансией). Для SiO_2 энергия смещения для атомов О составляет 16.5 эВ, а для атомов Si - 33 эВ. Экспериментальные оценки для кристалла Al_2O_3 , приведённые в работе [179], дали 50 и 100 эВ соответственно для атомов алюминия и кислорода.

Дефектообразование в кристалле приводит к созданию в запрещенной зоне диэлектрика дополнительных уровней, которые могут служить ловушками для электронов и дырок. Обрыв связей в решетке SiO_2 , например, приводит к созданию уровней в запрещенной зоне, локализованных на 0.8-0.9 эВ ниже зоны проводимости и, соответственно, выше валентной зоны [165]. Эти уровни служат мелкими ловушками для дырок и электронов. Глубокие ловушки - уровни, лежащие посередине запрещенной зоны – связаны с примесными атомами в кристалле или Si-Si связью в кристаллах, обогащенных кремнием. В кристалле Al_2O_3 с вакансией алюминия (V_{AL}) связан глубокий акцепторный уровень, расположенный на 2.6 эВ выше потолка валентной зоны [180]. Энергетический уровень междоузельного атома алюминия (Al_i) лежит примерно на 2 эВ ниже зоны проводимости и является глубоким донор-

ным уровнем. Кислородные вакансии – F-центры – ассоциированы с уровнями, локализованными в середине запрещенной зоны, и акцепторным уровнем на 1 эВ ниже зоны проводимости, в то время как междоузельные атомы кислорода (O_i) – это глубокие акцепторы с положением в середине запрещенной зоны.

Разрушение поверхности оксидов SiO_2 и Al_2O_3 под действием электронной бомбардировки низких энергий (1-3 кэВ) было экспериментально подтверждено в работе [181]. В результате ЭСД кислорода на поверхности этих материалов наблюдалось обеднение кислородом тонкого приповерхностного слоя толщиной 0.5 – 0.7 нм. С помощью метода электронной спектроскопии были оценены сечения процесса ЭСД для SiO_2 и Al_2O_3 , которые составили соответственно 10^{-21} и 10^{-22} см². Для кристалла Al_2O_3 было также обнаружено формирование металлических островков алюминия. Образование на поверхности Al_2O_3 после бомбардировки низкоэнергетическими электронами островковой металлической плёнки с размерами островков 50 - 70 нм также наблюдалось в работе [172] с помощью атомно-силовой микроскопии.

Для объяснения ЭСД с поверхности оксидов SiO_2 и Al_2O_3 был привлечён механизм Кнотека-Фейбельмана. Одним из критериев применимости этой модели ЭСД является степень ионности соединения, которая для изучаемых кристаллов составляет соответственно 51% для SiO_2 и 63% Al_2O_3 , из чего следует, что SiO_2 должен быть более радиационно-стойким по сравнению с Al_2O_3 . Однако экспериментально найденное сечение ЭСД для SiO_2 на порядок больше, что позволяет предположить существование дополнительного механизма электронно-стимулированной десорбции для SiO_2 , например, можно привлечь экситонный механизм.

Экситонный механизм создания радиационных дефектов за счёт возбуждения электронной подсистемы кристалла был предложен в работах [182, 183] для объяснения ЭСД в щелочно-галогидных кристаллах. Согласно этой модели электронный пучок, падая на поверхность кристалла, возбуждает его электронную подсистему, в результате чего в кристалле формируются электронно-дырочные пары и экситоны. Эти возбуждения за счёт локального экситон-фононного взаимодействия локализуются, образуя автолокализованные экситоны. Автолокализованный экситон представляет собой электрон и двухгалогидный молекулярный ион, расположенный в двух анионных узлах. Возбуждённое состояние такого автолокализованного экситона нестабильно относительно сдвига вдоль кристаллографической оси $\langle 100 \rangle$. В результате автолокализованный экситон безызлучательно распадается на Френкелевскую пару: F-центр (анионная вакансия с захваченным электроном) и H-

центр (X^{-2} молекулярный ион, занимающий анионный узел). Следует отметить, что порог дефектообразования в этой модели оказывается меньше ширины запрещенной зоны. Образование дефектов в SiO_2 за счёт электронных возбуждений под воздействием электронной бомбардировки экспериментально наблюдалось в работах [184, 185].

Таким образом, наблюдаемые в эксперименте необычные кинетические характеристики зарядки кристалла SiO_2 электронным зондом, возможно, связаны с модификацией его поверхности и радиационно-стимулированным дефектообразованием по приведенным здесь механизмам в ходе предварительной ионной и электронной бомбардировки.

Рассмотрим детальней особенности зарядки электронным пучком кристалла SiO_2 , предварительно уже облученного электронами, которые объясняются эффектом рассеяния зарядов. При предварительной бомбардировке участка поверхности SiO_2 (диаметр пятна облучения равен 3 мм) электронами с энергией 3 кэВ и дозой 10^{18} см^{-2} происходит модификация поверхности, сопровождаемая образованием радиационно-стимулированных дефектов (E' центров). При этом поверхностное удельное сопротивление на облучённом участке падает [186, 139, 187]. При проведении измерений кинетики зарядки SiO_2 в СЭМ проводится электронное зондирование площадки $100 \times 100 \text{ мкм}^2$ в центре предварительно облученного электронами пятна диаметром 3 мм. Но после набора определенной дозы облучения и, соответственно, дозы аккумулярованных электронов, созданное поле зарядов достигает такого критического значения F_{cr} , которое достаточно для возникновения прыжковой проводимости электронов по поверхности (по механизму Пула-Френкеля [186-188]). В результате электроны быстро «расплываются» из заряжаемого участка $100 \times 100 \text{ мкм}^2$ до границ большого, ранее облученного пятна. При этом рост поверхностного потенциала $V_s(t) = Q_t(t)/C(t)$ происходит за более длительное время, чем в случае зарядки исходного образца (см. рис. 3.20).

Оценим эту разницу во времени зарядки следующим образом. Примем, что потенциал V_s в центре однородно заряженного диска диаметром a равен [188]:

$$V_s[\text{В}] = \frac{Q_t(Kл)}{\pi(1 + \varepsilon_r)\varepsilon_0 \cdot a[\text{см}]}, \quad (3.33)$$

где $\varepsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12} [\text{Ф} \cdot \text{м}^{-1}]$, $\varepsilon_r = 4$ (для SiO_2).

При полном заряде $Q_t = 0.32 \text{ нКл}$ на облучённом диске, диаметром $a = 100 \text{ мкм}$, поверхность исходного образца достигает значения равновесного потенциала $V_s \approx 12 \text{ кВ}$ (при $E_0 = 15 \text{ кэВ}$) за время 200 с (рис. 3.20а, график 1).

Но при измерениях потенциала, при которых по-прежнему происходит сканирование участка поверхности размером $100 \times 100 \text{ мкм}^2$, но расположенного в центре предварительно облученного пятна, наблюдается на порядок величины большее время зарядки ($> 2500 \text{ с}$, рис.3.20б, график 2). Это различие объясняется, как было сказано выше, эффектом растекания заряда из облученной области a , т.е. распространением электронов из зоны a по поверхности до границ большого, изначально облучённого, пятна диаметром $L = 3 \text{ мм}$ (см. рис.3.22). Аккумулируемый в этой ситуации заряд $Q_i \approx 9.7 \text{ нКл}$, что в пределе даёт тот же равновесный потенциал V_s порядка 12 кэВ , но за время зарядки $5 \cdot 10^3$ секунд. Эта оценка согласуется с расчетной величиной, вычисленной по формуле (3.33) при $a = L = 3 \text{ мм}$.

Такое поведение кинетики $V_s(t)$ можно объяснить по аналогии с зарядкой ёмкости C , которая пропорциональна площади заряженной поверхности. В рассматриваемом случае (см. формулу (3.33)) ёмкости пропорциональны соответственно размерам областей $a = 100 \text{ мкм}$ и $L = 3 \text{ мм}$, причём $L/a = 30 \approx Q_L/Q_a$, где Q_L и Q_a – аккумулируемые заряды на площадях с линейными размерами L и a . На рис. 3.22 представлена условная схема растекания зарядов и связанных с ними поверхностных потенциалов, имеющих в общем случае гауссову форму распределения. В исходном кристалле потенциал $V_s(r, t)$ растёт довольно быстро со временем (графики 1, 2, 3). Но в предварительно облученном кристалле вследствие «расплывания» электронов по большей площади, требуется большее время t' для установления равновесного потенциала $V_s(r, t') = \text{const}$ при $r = L/2$; $t' \gg t$ (графики 1', 2', 3'). Отметим еще раз, что заряды заполняют все пространство большого пятна (3 мм) в процессе облучения очень быстро (время растекания электронов по прыжковому механизму для наноструктур), но общий процесс зарядки, вследствие увеличения площади облучения, а тем самым и ёмкости при неизменной плотности тока j_0 , идет многократно дольше – за время порядка нескольких минут.

Резюмируем теперь основные итоги настоящего раздела исследований. Наблюдаемое экспериментально резкое различие времён зарядки исходного и облучённого ионами сапфира объясняется генерацией радиационно-стимулированных дефектов, являющихся ловушками для электронов, что подтверждается экспериментами по измерению интенсивности катодoluminesценции.

Обнаружено, что кинетика зарядки предварительного облученного электронами сапфира отличается в случае измерений при 5 и 15 кэВ. При

энергии облучающих электронов $E_0 = 5$ кэВ характер зарядки почти аналогичен тому, который наблюдается для сапфира, предварительно облучённого ионами Ag^+ . При энергии электронов $E_0 = 15$ кэВ сапфир быстро заряжается до некоторого критического потенциала $V_s = -2.5$ кВ, после чего процесс зарядки резко замедляется и потенциал поверхности достигает своего равновесного значения через время значительно большее чем при зарядке исходного сапфира.

В отличие от сапфира, для SiO_2 не замечено большой разницы в кинетике зарядки исходного образца и предварительно облучённого ионами Ag^+ . В то же время кинетика зарядки предварительно облученного электронами образца обнаруживает особенность: темп зарядки и поверхностный потенциал изменяются плавно за время на порядки величины большее, чем для исходного и ионно-облучённого образца. Это различие объясняется, вероятно, эффектом растекания заряда из облученной области по поверхности до границ большого, изначально облучённого электронами пятна SiO_2 мишени.

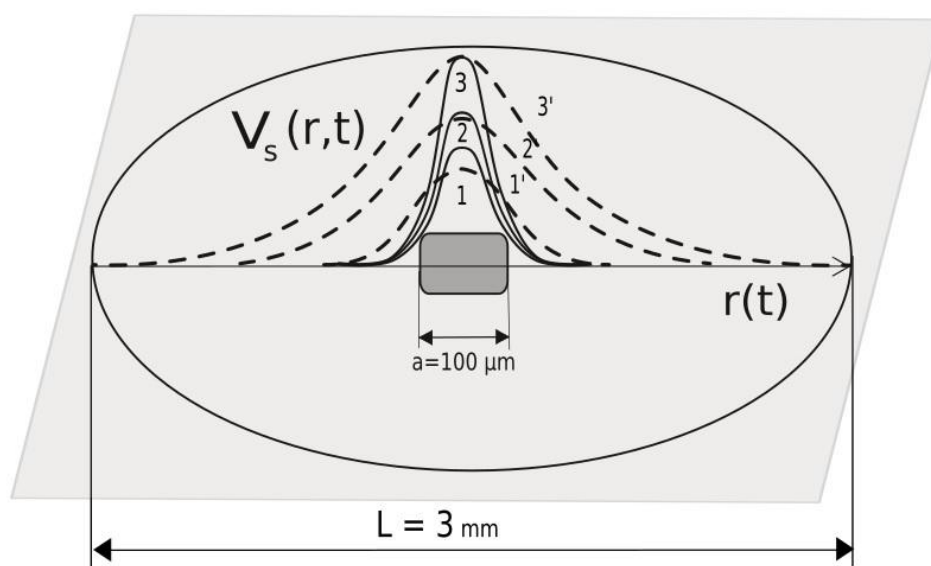


Рис. 3.22. Схема растекания зарядов по поверхности SiO_2 и связанных с ними поверхностных потенциалов. Графики 1, 2, 3 - потенциалы поверхности $V_s(r, t)$ для исходного кристалла в различные моменты времени. Графики 1', 2', 3' - потенциалы поверхности для предварительно облученного кристалла.

Основные результаты и выводы:

1. На основе уточненных формул для коэффициента отражения свободной плёнки, коэффициента затухания и наиболее вероятной глубины отражения, с использованием закона потерь энергии получено новое полуэмпирическое выражение энергетических спектров обратнорассеянных электронов, хорошо коррелирующее с экспериментальными данными.

2. Предложена и рассчитана новая конфигурация кольцевых полупроводниковых детекторов отражённых электронов в СЭМ, с переменным углом наклона и различной шириной кольцевых полосок детектора, в разы повышающая их эффективность при разделении контрастов от химсостава и топографии поверхности.

3. Усовершенствованы электронно-зондовые методы определения толщин локальных ультратонких плёнок на гладких массивных подложках при детектировании либо интегральных, либо дифференциальных (по спектрам) сигналов отраженных электронов на основе предложенных соотношений и с учетом аппаратной функции отклика детекторов.

4. Предложена новая модель трёхмерной реконструкции топографического рельефа поверхности микроструктур в СЭМ с помощью сигналов отфильтрованных по энергии вторичных или отраженных электронов.

5. Разработаны два новых метода оценки поверхностных высоковольтных потенциалов заряженных диэлектриков, основанных на измерении сигналов катодолюминесценции и средней энергии эмитированных электронов.

6. Предложен новый сценарий зарядки диэлектрических мишеней при электронном облучении на основе впервые обнаруженного нового эффекта повышения коэффициента эмитированных электронов за счет ускоренных в двухслойном зарядовом поле термализованных первичных электронов – ”псевдо-Малтер-эффект”.

Показано, что при коэффициенте эмиссии электронов, близком к единице, возможна как положительная, так и отрицательная зарядка диэлектрической мишени в зависимости от дозы облучения, и от соотношения концентраций свободных электронов и ловушечных центров.

7. Выявлены и изучены особенности электронно-лучевой зарядки диэлектрических мишеней, подвергнутых предварительному облучению ионными и электронными пучками, выявлена специфика в кинетике зарядки таких образцов, как Al_2O_3 (сапфир) и SiO_2 .

Список публикаций по теме диссертации

1. Рау Э.И., Дицман С.А., Зайцев С.В., Лермонтов Н.В., Лукьянов А.Е., Купреенко С.Ю. Анализ формул для расчета основных характеристик отраженных электронов и сравнение с экспериментальными результатами // Известия РАН. Серия физическая. 2013. Т. 77, № 8, с. 1050-1058
2. Зайцев С.В., Купреенко С.Ю., Лукьянов А.Е., Рау Э.И. Оптимизация кольцевых полупроводниковых детекторов обратно рассеянных электронов в РЭМ // Известия РАН. Серия физическая. 2014. Т. 78, № 9, с. 1077-1083
3. Зайцев С.В., Купреенко С.Ю., Рау Э.И., Татаринцев А.А. Характеристики и применения полупроводниковых детекторов отражённых электронов в сканирующем электронном микроскопе // ПТЭ. 2015. № 6, с. 51-59
4. Купреенко С.Ю., Орликовский Н.А., Рау Э.И., Тагаченков А.М., Татаринцев А.А. Определение толщин ультратонких поверхностных плёнок в наноструктурах по энергетическим спектрам отражённых электронов // ЖТФ. 2015. Т. 85, № 10, с. 101-104
5. Зайцев С.В., Купреенко С.Ю., Лукьянов А.Е., Рау Э.И., Татаринцев А.А., Хайдаров А.А. Новые возможности и некоторые артефакты режима катодолюминесценции в сканирующей электронной микроскопии // Известия РАН. Серия физическая. 2016. Т. 8, № 12, с. 1623-1628
6. Дицман С.А., Зайцев С.В., Купреенко С.Ю., Лукьянов А.Е., Рау Э.И. Анализ эффективности кольцевых полупроводниковых детекторов отражённых электронов в РЭМ // в сборнике *Тез. докл. XXV Российской конф. по электронной микроскопии и 2-й Школы молодых ученых «Современные методы электронной и зондовой микроскопии в исследованиях наноструктур и наноматериалов (РКЭМ-2014)*, место издания *Черноголовка*, том 1, тезисы, с. 196-197
7. Rau E.I., Kupreenko S.U., Tatarintsev A.A., Zaitsev S.V. New possibilities of SEM for two-channel detection of energetically filtered secondary and backscattered electrons // в сборнике *Proceedings of 18-th International Microscopy Congress*, место издания *Prague*, тезисы, с. 378 (IT-4-P-1852)-379
8. Kupreenko S., Orlikovsky N., Rau E., Tagachenkov A., Tatarintsev A. Experimental and computational thickness determination of ultra-thin surface films using backscattered electrons spectra in SEM // в сборнике *International Conference "Micro- and Nanoelectronics - 2014". Book of abstracts*, место издания *Moscow-Zvenigorod, Russia*, тезисы, с. P1-30-P1-30
9. Рау Э.И., Гостев А.В., Дицман С.А., Зайцев С.В., Купреенко С.Ю., Татаринцев А.А., Толстов И.О. Новые возможности и перспективы методов электронной спектроскопии в сканирующем электронном

- микроскопе // в сборнике *XIX Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел. Тезисы докладов, тезисы*, с. 94-95
10. Рау Э.И., Татаринцев А.А., Купреенко С.Ю., Зайцев С.В., Балакин Д.А. Профилометрия рельефа поверхности с помощью отфильтрованных по энергии вторичных и отражённых электронов в сканирующем электронном микроскопе // в сборнике *XXVI Российская конференция по электронной микроскопии. 30 мая – 3 июня 2016г. г. Москва Зеленоград. Тезисы докладов*, место издания ИПТМ РАН г. Москва Зеленоград, том 1, тезисы, с. 226-227
11. Rau E., Tatarintsev A., Kupreenko S., Karaulov V., Kolybin S. Two methods of improving dopant contrast for semiconductor structures under thin surface layers in scanning electron microscope // в сборнике *Proceedings of the International Conference "Micro- and Nanoelectronics - 2016" ICMNE - 2016 Book of abstracts*, место издания ООО "МАКС Пресс" Москва, тезисы, с. P1-54-P1-54
12. Rau E., Tatarintsev A., Khaidarov A., Kupreenko S. Charging kinetics features of different modifications of the Al_2O_3 -dielectrics (sapphire, polycrystalline and ceramics) under electron-beam irradiation // в сборнике *European Microscopy Congress 2016 Volume 1: Instrumentation and Methods*, издательство Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA (Weinheim, Germany), том 1, тезисы, с. 865-866
13. Kupreenko S., Rau E., Tatarintsev A., Zaytsev S. 3-D reconstruction of surface topography in SEM by means of energy filtered SE and BSE // в сборнике *European Microscopy Congress 2016 Volume 1: Instrumentation and Methods*, издательство Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA (Weinheim, Germany), том 1, тезисы, с. 881-882

Список цитируемой литературы

1. Niedrig H., Physical background of electron backscattering. // Scanning, 1978. Volume 1, Issue 1, p. 17-34
2. Seiler H., Secondary electron emission in the scanning electron microscope. // J. Appl. Phys., 1983. **54**, R1-R18
3. Arnal F., Verdier P., Vincensini P., Coefficient de rétrodiffusion dans de cas d'électrons monocinetiques arrivant sur la cible sous une incidence oblique. // Compt. Rend. Acad. Sci. (Paris). 1969. V. 268, p. 1526
4. Бронштейн И.М., Фрайман Б.С., Вторичная электронная эмиссия. // Москва, Издательство «Наука», 1969
5. Goldstein J. I., Newbury D. E., Echlin P., Joy D. C., Lyman C. E., Lifshin E., Sawyer L., Michael J.R., Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis // Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York 2003 p. 77-78
6. Darlington E.H., Cosslett V.E., Backscattering of 0.5-10 keV electrons from solid targets. // J. Phys. D, 1972. **5**, pp. 1969-1981
7. Reimer L., Tollkamp C., Measuring the backscattering coefficient and secondary electron yield inside a SEM. // Scanning, 1980. **3**, pp. 35-39
8. Hunger H.-J., and Kuchler L., Measurements of the electron backscattering coefficient for quantitative EPMA in the energy range of 4 to 40 keV. // Phys. Stat. Sol. (a), 1979. **56**, K45-K48
9. Darlington E. H., Backscattering of 10-100 keV electrons from thick targets. // J. Phys. D: Appl. Phys., 1975. V. 8, pp. 85-93
10. Fitting H.-J. and Technow R., Electron backscattering at various angles of incidence. // Phys. Status Solidi (a), 1983. **76**, K151-K154
11. Böngeler R., Golla U., Kässens M., Reimer L., Scindler B., Senkel R., Spranck M., Electron-specimen interactions in Low-Voltage Scanning Electron Microscopy. // Scanning, 1993. **15**, pp. 1-18
12. Staub P-F, Bulk target backscattering coefficient and energy distribution of 0.5-100 keV electrons: an empirical and synthetic study. // J. Phys. D: Appl. Phys., 1994. **27**, pp. 1533-1537
13. Kanter H., Zur rückstreuung von elektronen im energiebereich von 10 bis 100 keV. // Ann. Phys., 1957. 6, 20, S. 144-166
14. Niedrig H., Simple theoretical models for electron backscattering from solid films. // Scanning Electron Microscopy / Ed. O'Hare, Chicago, 1981. V. 1, P. 29
15. Reimer L., Scanning Electron Microscopy (Physics of Image Formation and Microanalysis) // Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1998

16. Darlinski A., Measurements of angular distribution of the backscattered electrons in the energy range of 5 to 30 keV. // Phys. Status Solidi (a), 1981. **63**, pp. 663-668
17. Sprank M., Kässens M., Reimer L., Influence of the angular distribution of backscattered electrons on signals at different take-off angles in LVSEM. // Scanning, 1995. **17**, pp. 97-105
18. Klein P., Andrae M., Röhrbacher K., Wernisch J., New expressions for angular distributions. // Scanning, 1996. Vol. 18, pp. 417-427
19. Berger D., Niedrig H., Complete angular distribution of electrons backscattered from tilted multicomponent specimens. // Scanning, 1999. vol. 21, pp. 187-190
20. Бронштейн И.М., Фрайман Б.С., Вторично-эмиссионные свойства металлов и полупроводников и периодическая система элементов // Физика Твёрдого Тела, 1961. 3, 10, с. 3220-3223
21. Baroody E.M., A theory of secondary electron emission from metals // Phys. Rev., 1950. Vol. 78, № 6, pp. 780-787
22. Ono S., Kanaya K., The energy dependence of secondary emission based on the range-energy retardation power formula // J. Phys. D: Appl. Phys., 1979. Vol. 12, pp. 619-632
23. Lin Y., Joy D.C., A new examination of secondary electron yield data. // Surf. Interface Anal., 2005. **37**, pp. 895-900
24. Joy D.C., A database of electron-solid interactions // URL: <http://web.utk.edu/~srcutk/database.doc> (дата обращения: 21.03.2017)
25. Lye R.G., Dekker A.J., Theory of secondary emission // Physical Review, 1957. Vol. 107, No. 4, pp. 977-981
26. Lane R.O., Zaffarano D.J., Transmission of 0-40 keV electrons by thin films with application to beta-ray spectroscopy // Physical Review, 1954. Vol. 94, No. 4, pp. 960-964
27. Kanaya K., Kawakatsu H., Secondary electron emission due to primary and backscattered electrons. // J. Phys. D, 1972. **5**, pp. 1727-1742
28. Dionne G.F., Origin of secondary-electron-emission yield-curve parameters // J. Appl. Phys., 1975. Vol. 46, No. 8, pp. 3347-3351
29. Salehi M., Flinn E.A., Dependence of secondary-electron emission from amorphous materials on primary angle of incidence // J. Appl. Phys., 1981. **52** (2), pp. 994-996
30. Bundaleski N., Belhaj M., Gineste T., Teodoro O.M.N.D., Calculation of the angular dependence of the total electron yield // Vacuum, 2015. **122**, pp. 255-259

31. Bronshtein I. M, Dolinin V. A., The secondary electron emission of solids at large angles of incidence of primary beam. // Sov. Phys.-Solid State, 1968. **9**, pp. 2133-2140
32. Reimer L., Pfefferkorn G. // "Rasterelektronenmikroskopie", (Springer, Berlin), 1977. pp. 34-59
33. Reimer L., Bögeler R., Desai V., Shape from shading using multiple detector signals in scanning electron microscopy. // Scanning Microscopy, 1987. Vol. 1, No. 3, pp. 963 – 973
34. Mulak A., Kaczmarek D. // Proc. Intern. Conf. on Electron Beam Technologies, Varna 1991. p. 631
35. Drescher H., Reimer L., Seidel H., Rückstreuoeffizient und Sekundärelektronen-Ausbeute von 10-100 keV Elektronen und Beziehungen zur Raster-Elektronenmikroskopie. // Z. Angew. Phys., 1970. **29**, S. 331-336
36. Joy D.C., A model for calculating secondary and backscattered electron yields // Journal of Microscopy, 1987. Vol. 147, Pt 1, pp. 51-64
37. Jonker J. L. H., Secondary electron emission from solids. // Phillips Res. Rep., 1957. **12**, pp. 249-300
38. Ali E.S.M., Rogers D.W.O., Energy spectra and angular distributions of charged particles backscattered from solid targets // J. Phys. D: Appl. Phys., 2008. **41**, 5, pp. 1-9
39. Kullenkampff H., Spyra W., Energieverteilung rückdiffundierter Elektronen // Zeitschrift für Physik, 1954. Bd. 137, S. 416-425
40. Kullenkampff H., Rüttiger K., Energie- und Winkelverteilung rückdiffundierter Elektronen // Zeitschrift für Physik, 1954. Bd. 137, S. 426-434
41. Sternglass E. J., Backscattering of kilovolt electrons from solids // Physical Review, 1954. Vol. 95, 2, pp. 345-358
42. Bishop H. E., Electron scattering in thick targets // Brit. J. Appl. Phys., 1967. Vol. 18, pp. 703-715
43. Matsukawa T., Shimizu R., Hashimoto R., Measurements of the energy distribution of backscattered kilovolt electrons with a spherical retarding-field energy analyser // J. Phys. D: Appl. Phys., 1974. vol. 7, pp. 695-702
44. Bauer H.D., Messungen zur energieverteilung von rückstreuelektronen an polykristallinen festkörpern // Exper. Technik der Physik, 1979. **27**, S. 331-338
45. Reimer L., Bögeler R., Kässens M., Liebscher F. F., Senkel R., Calculation of energy spectra from layered structures for backscattered electron spectrometry and relations to Rutherford backscattering spectrometry by ions // Scanning, 1991. Vol. 13, pp. 381-391

46. Gérard P., Balladore J. L., Martinez J. P., Ouabbou A., Experimental determination of angular-energy distributions of electrons backscattered by bulk gold and silicon samples // Scanning, 1995. Vol. 117, pp. 377-386
47. Berger D., Hochaufgelöste elektronenstreuexperimente für anwendungen in der elektronenmikroskopie und der Monte-Carlo-Simulation der elektronenstreuung // Berlin : Mensch-und-Buch-Verl., 2000, Zugl.: Berlin, Techn. Univ., Diss., 2000
48. Афанасьев В.П., Лубенченко А.В., Федорович С.Д., Паволоцкий А.Б., Отражение электронов килоэлектронвольтовых энергий от многослойных поверхностей // ЖТФ, 2002. том 72, вып. 11, с. 100-108
49. Hoffmeister H., Energiegefilterte rückstreuelektronen abbildung und – spektroskopie im rasterelektronenmikroskop // Inaugural-Dissertation zur Erlangung des Doktorgrades der Naturwissenschaften im Fachbereich Physik der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät der Westfälischen Wilhelms-Universität Münster vorgelegt, 2003
50. Cubric D., Kholine N., Konishi I., Electron optics of spheroid charge particle analysers // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 2011. 645, pp. 234-240
51. Hoffmann K.E., Schmoranzner H., Inelastic and elastic multiple scattering of fast electrons described by transport equation // in: Electron beam interactions with solids, Ed. Kyser D.F. et. al., SEM Inc., AMF O'Hare, II (1984) 209
52. Wagner J., Stummer W., Völkerer M., Hanke A., Wernisch J., Measuring the angular dependent energy distribution of backscattered electrons at variable geometry // Scanning, 2005. Vol. 27, pp. 298-304
53. Chung M.S., Everhart T.E., Simple calculation of energy distribution of low-energy secondary electrons emitted from metals under electron bombardment // Journal of Applied Physics, 1974. Vol. 45, No. 2, pp. 707-709
54. Bouchard C., Carette J.D., The surface potential barrier in secondary emission from semiconductors // Surface Science, 1980. 100, pp. 251-268
55. Schäfer J., Hölzl J., A contribution to the dependence of secondary electron emission from the work function and Fermi energy // Thin Solid Films, 1972. **18**, pp. 81-86
56. Dietrich W., Seiler H., Energieverteilung von Elektronen, die durch Ionen und Elektronen in Durchstrahlung an dünnen Folien ausgelöst werden // Zeitschrift für Physik, 1960. 157, S. 576-585
57. Cazaux J., Material contrast in SEM: Fermi energy and work function effects // Ultramicroscopy, 2010. 110, pp. 242-253
58. Kanter H., Slow-electron mean free paths in aluminum, silver, gold // Physical Review B, 1970. Vol. 1, No. 2, pp. 522-537

59. Henke B.L., Liesegang J., Smith S.D., Soft X-Ray-induced secondary-electron emission from semiconductors and insulators: Models and measurements // *Physical Review B*, 1979. Vol. 19, No. 6, pp. 3004-3021
60. Joy D.C., Prasad M.S., Meyer H.M., Experimental secondary electron spectra under SEM conditions // *Journal of Microscopy*, 2004. Vol. 215, Pt 1, pp. 77-85
61. Commisso M., Barone P., Bonanno A., Cimino R., Grosso D., Minniti M., Oliva A., Riccardi P., Xu F., Angular dependence of secondary electron emission from Cu surfaces induced by electron bombardment // *Journal of Physics: Conference Series*, 2008. **100**, pp. 1-4
62. Бронштейн И.М., Долинин В.А., Распределение вторичных электронов по энергиям при больших углах падения первичных электронов // *Радиотехника и Электроника*, 1968, **13**, № 1, с. 181
63. Endo A., Ino S., Energy and angular distribution of secondary electrons emitted from Si(111)- 7×7 , $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag and 5×2 -Au surfaces // *Surface Science*, 1996. 346, pp. 40-48
64. Cosslett V.E., Thomas R.N., Multiple scattering of 5 - 30 keV electrons in evaporated metal films III: Backscattering and absorption // *Brit. J. Appl. Phys.*, 1965. **16**, pp. 779-796
65. Sogard M.R., An empirical study of electron backscattering from thin films // *J. Appl. Phys.*, 1980. **51**, pp. 4417-4425
66. Neubert G., Rogaschewski S., Measurements of the backscattering and absorption of 15 – 60 keV electrons for transparent solid films at various angles of incidence // *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 1984. **17**, pp. 2439-2454
67. Hunger H.-J., Rogaschewski S., Electron Backscattering of Thin Films on Substrates // *Scanning*, 1986. **8**, pp. 257-263
68. Niedrig H., Sieber P., Rückstreuung mittelschneller Elektronen an dünnen Schichten // *Z. angew. Phys.*, 1971. **31**, 27
69. Hohn F.J., Kindt M., Niedrig H., Stuth B., Elektronenrückstreuung an dünnen Schichten auf massiven Trägersubstanzen // *Optik*, 1976. **46**, 491
70. Вятский А.Я., Кабанов А.Н., Макаров К.А., Трунев В.В., Отражение электронов тонкими плёнками в твёрдом теле // *Радиотехника и электроника*, 1970. т. 15, с. 565
71. De Nee P.B., Measurement of mass and thickness of respirable size dust particles by SEM backscattered electron imaging // *Scanning Electron Microscopy. SEM Inc. / Ed. O'Hare*. 1978. v. 1, p. 741
72. Tolansky S., Multiple beam interference microscopy of metals // *Royal Holoway College Egham. Academic Press, London - New York*, 1970

73. Stout K. J.; Blunt L., Three-Dimensional Surface Topography (2-nd ed.) // Penton Press, London 2000 p. 22
74. Binnig G., Rohrer H., Scanning Tunneling Microscopy – From Birth to Adolescence // Nobel Lecture. Stockholm December 8, 1986 или в переводе Терзиева В.Г: Бинниг Г., Рорер Г., Сканирующая электронная микроскопия – от рождения к юности // УФН, т. 154, вып. 2, с. 261-278
75. Martin Y, Williams C. C., Wickramasinghe H. K., Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100 Å scale // Appl. Phys., 1987. Vol. 61, No. 10, pp. 4723-4729
76. Castle J.E., Zhdan P.A., Characterization of surface topography by SEM and SFM: problems and solutions // J. Phys. D: Appl. Phys., 1997. **30**, pp. 722-740
77. Beil W., Carlsen I.C., Surface reconstruction from stereoscopy and “shape from shading” in SEM images // Machine vision and applications, 1991. 4, pp. 271-285
78. Breton B.C., Thong J.T.L., Nixon W.C., A contactless 3-D measuring technique for IC inspection // In: Proceedings on Integrated Circuit Metrology, Inspection, and Process Control, SPIE, 1987. **775**, pp. 109-117
79. Grimson W.E.L., From images to surfaces – A computational study of the human early visual system // The MIT Press, Cambridge, MA, 1981
80. Mayhew J.E.W., Frisby J.P., Psychophysical and computational studies towards a theory of human stereopsis // Artificial Intelligence, 1981. **17**, pp. 349-385
81. Tafti A.P., Kirkpatrick A.B., Alavi Z., Owen H.A., Recent advances in 3D SEM surface reconstruction // Micron, 2015. **78**, pp. 54-66
82. Lebedzik J., An automatic topographical surface reconstruction in the SEM // Scanning, 1979. 2, pp. 230-237
83. Kaczmarek D., Domaradzki J., The method for reconstruction of complex images of specimens using backscattered electrons // Scanning, 2002. Vol. 24, pp. 65-69
84. Suganuma T., Measurement of Surface Topography Using SEM with Two Secondary Electron Detectors // Journal of Electron Microscopy, 1985. 34, 4, pp. 328-337
85. Tanaka K., Nishimori K., Maeda K., Matsuda J., Hotta M., A Scanning Electron Microscope With Two Secondary Electron Detectors and Its Application to the Surface Topography Measurements of Magnetic Media // Transactions of ASME, 1992. 114, pp. 274-279
86. Czepkowski T., Slowko W., Some limitations of surface profile reconstruction in scanning electron microscopy // Scanning, 1996. 18, pp. 433-446

87. Paluszynski J., Slowko W., Surface reconstruction with photometric method in SEM // Vacuum, 2005. 78, pp. 533-537
88. Hemmleb M., Bettge D., Driehorst I., Berger D., 3D surface reconstruction with segmented BSE detector: New improvements and application for fracture analysis in SEM // European Microscopy Congress 2016. Volume 1: Instrumentation and Methods, pp. 489-490
89. Kanaya K., Okayama S., Penetration and energy-loss theory of electrons in solid targets // J. Phys. D: Appl. Phys., 1972. Vol. 5, pp. 43
90. Fitting H.-J., Six laws of low-energy electron scattering in solids // J. Electr. Spectr. Rel. Phenomena, 2004. **136**, pp. 265-272
91. Афонин В.П., Лебедь В.И., Метод Монте-Карло в рентгеноспектральном микроанализе // Новосибирск, «Наука», 1989, с. 110
92. Werner U., Bethge H., Heydenreich J., An analytic model of electron backscattering for the energy range of 10-100 keV // Ultramicroscopy, 1982. **8**, p. 417
93. Михеев Н.Н., Степович М.А., Петров В.И., Моделирование процессов обратного рассеяния электронов от мишени заданной толщины при нормальном падении пучка // Изв. РАН. Сер. Физич., 1995. т. 59, № 2, с. 144
94. Dupouy G., Perrier F., Verdier P., Arnal F., Transmission d'electrons monocinetiques a travers des feuilles metaliques minces // Compt. Rend. Acad. Sci (Fr.), 1964. v. 258, p. 3655
95. Кошев Н.А., Орликовский Н.А., Рау Э.И., Ягола А.Г., Восстановление энергетических спектров отражённых электронов с учётом аппаратной функции спектрометра // Изв. РАН. Серия Физич., 2012. т. 76, № 9, с. 1070
96. Hoffmeister H., Reimer L., Kohl H. // Optik Suppl., 1999. v. 110, p. 47
97. Lin P.S., Becker R.P., Detection of backscattered electrons with high resolution // In: Scanning Electron Microscopy Ed. O'Hare, Chicago. USA, 1975. p. 61
98. Funsten H.O., Suszcynsky D.M., Ritzau S.M., Korde R., Response of 100% internal quantum efficiency silicon photodiodes to 200eV-40keV electrons // IEEE Trans. Nucl. Sci., 1997. v.44, pp. 2561-2565.
99. Гостев А.В., Дицман С.А., Забродский В.В., Забродская Н.В., Лукьянов Ф.А., Рау Э.И., Сеннов Р.А., Суханов В.Л., Характеризация полупроводниковых детекторов монокинетических и отражённых электронов с энергией 1-30 кэВ // Изв.РАН.Сер. физич., 2008. Т.72, №11, С.1539-1544.
100. Рау Э.И., Орликовский Н.А., Иванова Е.С., Функция отклика и оптимальная конфигурация полупроводниковых детекторов отражённых электронов для сканирующих электронных микроскопов // Физика и техника полупроводников, 2012. т.46, вып. 6, с. 829-832.

101. Boughorbel F., Kooijman C., Lich B.H., Bosch E.G. // USA patent 8,232,523B2 from 31.07.2012. "SEM Imaging Method"
102. Boughorbel F., Potocek P., Kooijman C., Lich B.H. // USA patent 2013/0037715A1 from 14.02.2013. "Charged-particle microscope providing depth-resolved imagery"
103. Seiler H. // Scanning Electron Microscopy / Ed. By O'Hare. Chicago: IITRI, 1976. pt. 1, p. 9
104. Wells O., Savoy R., Bailey P. // in: Electron Beam Interaction With Solids. SEM Inc. Chicago: IITRI, 1982. p.287
105. Saporin G.W., Obyden S.K., Ivannikov P.V., A nondestructive method for three-dimensional reconstruction of luminescence materials: principles, data acquisition, image processing // Scanning, 1996. **18**, pp. 281-290
106. Gignac L.M., Kawasaki M., Boettcher S., Wells O.C., Imaging and analysis of subsurface Cu interconnects by detecting backscattered electrons in the scanning electron microscope // J. Appl. Phys., 2005. 97, p. 114506
107. Luo T., Khursheed A., Imaging with surface sensitive backscattered electrons // J. Vac. Sci. Technol., 2007. B25(6), pp. 2017-2019
108. Cazaux J., Kuwano N., Sato K., Backscattered electron imaging at low-emerging angles: A physical approach to contrast in LVSEM // Ultramicroscopy, 2013. 135, pp. 43-49
109. Гостев А.В., Дицман С.А., Лукьянов Ф.А., Орликовский Н.А., Рау Э.И., Сеннов Р.А., Метод и аппаратура электронной микротомографии в сканирующей электронной микроскопии // ПТЭ, 2010. № 4, с. 124-134
110. Гостев А.В., Матвиенко А.Н., Рау Э.И., Савин В.О., Савин Д.О., К вопросу об информационной глубине режима обратноотражённых электронов в РЭМ // Изв. РАН. Серия физич., 1998. т. 62, № 2, с. 591-598
111. Niedrig H, Film-thickness determination in electron microscopy: the electron backscattering method // Optica Acta, 1977. 24, pp. 679-691
112. Sheng Y.Q., The determination of the thickness of ultrathin metal and semiconductor films on conventional semiconductor substrates // Phys. Stat. sol. (a), 1985. **92**, pp. 121-128
113. Рау Э.И., Дицман С.А., Зайцев С.В., Лермонтов Н.В., Лукьянов А.Е., Купреенко С.Ю., Анализ формул для расчета основных характеристик отраженных электронов и сравнение с экспериментальными результатами // Известия РАН. Серия физическая. 2013. Т. 77, № 8, с. 1050-1058
114. Schlichting F., Berger D., Niedrig H., Thickness determination of ultrathin films using backscattered electron spectra of a new toroidal electrostatic spectrometer // Scanning, 1999. **21**, pp. 197-203.

115. Rau E., Hoffmeister H., Sennov R., Kohl H., Comparison of experimental and Monte Carlo simulated BSE spectra of multilayered structures and 'in-depth' measurements in SEM // J. Phys. D: Appl. Phys., 2002. **35**, pp. 1433-1437.
116. Dapor M., Rau E., Sennov R., Experimental and computational study of the mean energy of electrons backscattered from surface films // J. Appl. Phys., 2007. **102**, pp. 063705-063708.
117. Zhenyu T., Yueyuan X., A Monte Carlo study of the thickness determination of ultra-thin films // Scanning, 2002. vol. 24, pp. 257-263
118. Афанасьев В.П., Капля П.С., Костановский И.А., Определение толщины слоя золота на кремнии на основе спектроскопии отражённых электронов // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2013. № 2, с. 30-36
119. Гостев А.В., Орликовский Н.А., Рау Э.И., Трубицин А.А., Усовершенствование электронного тороидального спектрометра для растрового электронного микроскопа и его новые применения в диагностике структур микро- и нанoeлектроники // ЖТФ, 2013. т. 83, вып. 3, с. 140-147.
120. Niedrig H., Electron backscattering from thin films // J. Appl. Phys., 1982. 53(4), R-15
121. Murata K., Yasuda M., Kawata H., The spatial distribution of backscattered electrons revisited with a new Monte Carlo simulation // Scanning Microscopy, 1992. Vol. 6, No. 4, pp. 943-954
122. Бронштейн И.М., В.П. Пронин, Хинич И.И., Чистотин И.А., Спектроскопия упругого отражения электронов как эффективный метод диагностики поверхности твёрдого тела // Известия Российского Государственного Педагогического Университета им. А.И. Герцена, 2006. № 15, том 6, с. 151-165
123. Cazaux J., Some considerations on the secondary electron emission, δ , from e^- irradiated insulators // J. Appl. Phys., 1999. **85**, № 2, pp. 1137-1147
124. Melchinger A., Hofmann S., Dynamic double layer model: Description of time dependent charging phenomena in insulators under electron beam irradiation // J. Appl. Phys., 1995. **78**, pp. 6224-6232
125. Meyza X., Goeuriot D., Guerret-Piécourt C., Tréheux D., Fitting H.-J., Secondary electron emission and self-consistent charge transport and storage in bulk insulators: Application to alumina // J. Appl. Phys., 2003. **94**, № 8, pp. 5384-5391
126. Рау Э.И., Евстафьева Е.Н., Андрианов М.В., Механизмы зарядки диэлектриков при их облучении электронными пучками средних энергий // ФТТ, 2008. т. 50, № 4, с. 599-607

127. Евстафьева Е.Н., Рау Э.И., Милеев В.Н., Новиков Л.С., Дицман С.А., Сеннов Р.А., Анализ механизмов зарядки диэлектрических мишеней под воздействием электронного облучения // Перспективные материалы, 2010. № 4, с. 11-20
128. Евстафьева Е.Н., Рау Э.И., Татаринцев А.А., Объяснение некоторых противоречий в трактовке динамики зарядки диэлектрических мишеней под воздействием электронного облучения // Вестник МГУ, Серия 3, Физика, Астрономия, 2013. № 2, с. 34-37
129. Aristov V., Kokhanchik L., Meyer K.-P., Blumtritt H., Scanning electron microscopy investigations of peculiarities of BaTiO₃ ferroelectric domain contrast // Phys. Stat. Sol. (a), 1983. **78**, pp. 229-236
130. Reimer L., Golla U., Bongeler R., Kässens M., Schindler B., Senkel R., Charging of bulk specimens, insulating layers and free supporting films in SEM // Optik, 1992. **98**, 1, pp. 14-22
131. Joy D.C., Joy C.S., Low voltage scanning electron microscopy // Micron., 1996. 27, pp. 247-263
132. Cazaux J., Some considerations on the electric field induced in insulators by electron bombardment // J. Appl. Phys., 1986. **59**, No. 5, pp. 1418-1430
133. Рау Э.И., Евстафьева Е.Н., Зайцев С.И., Князев М.А., Свинцов А.А., Татаринцев А.А., Комплексные исследования эффектов зарядки полимерного резиста (ПММА) при электронной литографии // Микроэлектроника, 2013. т. 42, № 2, с. 116-126
134. Frank L., Zadrazil M., Mullerova I., Scanning electron microscopy of nonconductive specimens at critical energies in a cathode lens system // Scanning, 2001. **23**, pp. 36-50
135. Song Z.G., Ong C.K., Gong H., A time-resolved current method for the investigation of charging ability of insulators under electron beam irradiation // J. Appl. Phys., 1996. **79**, No. 9, pp. 7123-7128
136. Askri B., Raouadi K., Renoud R., Yangui B., Time dependence of secondary electron yield and of surface potential during charging of amorphous silica target // J. Electrostatics, 2009. **67**, 4, pp. 695-702
137. Touzin M., Goeuriot D., Guerret-Piécourt C., Juvé D., Tréheux D., Fitting H.-J., Electron beam charging of insulators: A self-consistent flight-drift model // J. Appl. Phys., 2006. **99**, 114110
138. Blaise G., Le Gressus C., Charging and flashover induced by surface polarization relaxation process // J. Appl. Phys., 1991. **69**, 9, 1, pp. 6334-6339

139. Hanna R., Paulmier T., Belhaj M., Molinie P., Dirassen B., Payan D., Balcon N., Characterization of charge carrier lateral conduction in irradiated dielectric materials // J. Phys. D: Appl. Phys. 2011. V. 44, P. 445402.
140. Rettig P., Kassens M., Reimer L. Measurement of specimen charging in scanning electron microscopy with a Kelvin probe // Scanning. 1994. V. 16. P. 221.
141. Fakhfakh S., Jbara O., Belhaj M., Fakhfakh Z., Kallel A., Rau E.I., An experimental approach for dynamic investigation of the trapping properties of glass-ceramic under electron beam irradiation from a scanning electron microscope // Europ. Phys. J. Appl. Phys. 2003. V. 21. P. 137.
142. Thome T., Braga D., Blaise G., Effect of current density on electron beam induced charging in sapphire and yttria-stabilized zirconia // J. Appl. Phys., 2004, 95(5), pp. 2619-2624
143. Vallayer B., Blaise G., Treheux D., Space charge measurement in a dielectric material after irradiation with a 30 kV electron beam: Application to single-crystals oxide trapping properties // Review of Scientific Instruments. 1999. V. 70. P. 3102.
144. Wintle H.J., Analysis of the scanning electron microscope mirror method for studying space charge in insulators // J. Appl. Phys. 1999. V. 86. P. 5961.
145. Belhaj M., Jbara O., Filippov M.N., Rau E.I., Andrianov M.V., Analysis of the two methods of measurement of surface potential of insulators in SEM: electron spectroscopy and X-Ray spectroscopy methods // Appl. Surf. Sci. 2001. V. 177. P. 58.
146. Fitting H.-J., Meyza X., Guerret-Piecourt C., Dutriez C., Touzin M., Goeuriot D., Treheux D., Selfconsistent electrical charging in insulators // J. of the Europ. Ceramic Society. 2005. V. 25. P. 2799.
147. Askri B., Renoud R., Raouadi K., Ganachaud J., Determination of the surface potential of a charging insulator by measuring intensity of its X-Ray characteristic peaks // Europ. Phys. J. Appl. Phys. 2005. V. 32. pp. 29-36.

148. Рау Э.И., Евстафьева Е.Н., Андрианов М.В., Механизмы зарядки диэлектриков при их облучении электронными пучками средних энергий // Физика Твёрдого Тела. 2008. Т. 50, вып. 4, с. 599-607.

149. Rau E.I., Fakhfakh S., Andrianov M.V., Evstafeva E.N., Jbara O., Rondot S., Mouse D., Second crossover energy of insulating materials using stationary electron beam under normal incidence // Nucl. Instr. Meth. In Phys. Res. B. 2008. V. 266. pp. 719-729.

150. Jbara O., Fakhfakh S., Belhaj M., Rondot S., Charge implantation measurement on electron-irradiated insulating materials by means of a SEM technique // Microsc. Microanal. 2004. V. 10. p. 697-710.

151. Евстафьева Е.Н., Рау Э.И., Татаринцев А.А., Объяснение некоторых противоречий в трактовке динамики зарядки диэлектрических мишеней под воздействием электронного облучения // Вестник МГУ. Серия 3. Физика. Астрономия. 2013. № 2. С. 34-37

152. Евстафьева Е.Н., Плиес Э., Рау Э.И., Сеннов Р.А., Татаринцев А.А., Фрейнкман Б.Г., Методические аспекты электронно-зондовых исследований процессов зарядки диэлектрических мишеней // Изв. РАН. Серия физическая. 2010. Т. 74. № 7. С. 1020.

153. Никитин В.В., Комолова Л.Ф., Рау Э.И., Эффекты локальной самоактивации и гашения в некоторых катодолюминофорах // Оптика и спектроскопия. 1986. Т. 60, вып. 6, С. 1186-1192.

154. Cazaux J., Secondary electron emission yield: graphite and some aromatic hydrocarbons // J. Phys. D: Appl. Phys. 2005. V. 38, No. 14, pp. 2442-2445.

155. Рау Э.И., Сеннов Р.А., Определение средней энергии электронов, отражённых от однородных, от слоистых и от диэлектрических мишеней // Изв. РАН. Серия физическая. 2004. Т. 68. № 9. С. 1342-1347

156. Cazaux J., Charging in Scanning Electron Microscopy “from Inside and Outside” // Scanning, 2004. **26**, pp. 181-203

157. Cazaux J., e-Induced secondary electron emission yield of insulators and charging effects // Nucl. Instr. Meth. in Phys. Research B, 2006. **244**, pp. 307-322

158. Bougharion A., Kallel A., Blaise G., Study of the charge kinetics of MgO (110) subjected to high energy electron irradiation // *Appl. Surf. Sci.*, 2014. **313**, pp. 736-741
159. Z.J. Ding, X.D. Tang, R. Shimizu, Monte Carlo study of secondary electron emission // *J. Appl. Phys.*, 2001. **89**, pp. 718-726
160. Kotera M., Yamaguchi K., Suga H., Dynamic simulation of electron-beam-induced charging of insulators // *Japan. J. Appl. Phys.*, 1999. **38**, 7176-7179
161. Fitting H.-J., E. Schreiber, Kuhr, von Czarnowski A., Attenuation and escape depths of low-energy electron emission // *Journal of electron spectroscopy and related phenomena*, 2001. **119**, 35-47
162. Lefebvre F., Vigouroux J.P., Perreau J., Charge phenomena induced by low-energy ion bombardment in SiO₂ // *J. Appl. Phys.*, 1989. **65**, pp. 1683-1689
163. Baragiola R.A., Shi M., Vidal R., Dukes C., Fast proton-induced electron emission from rare-gas solids and electrostatic charging effects // *Phys. Rev. B.*, 1998. **58**, pp. 13212-13218.
164. Cheifetz E., Richter V., Zalman A., Kalish R., Ion-induced electron emission from Boron-doped diamond: effect of surface hydrogenation and sample temperature // *Diamond and Rel. Mat.*, 2001. **10**, pp. 824-828.
165. Yogev S., Levin J., Molotskii M., Schwarzman A., Avayu O., Rosenwaks. Y., Charging of dielectrics under focused ion beam irradiation // *J. Appl. Phys.*, 2008. **103**, 064107.
166. Hoffman A., Prawer S., Kalish R., Structural transformation of diamond induced by 1-keV Ar-ion irradiation as studied by Auger and secondary-electron spectroscopies and total secondary-electron-yield measurements // *Phys. Rev. B*, 1992. **45**, pp. 12736-12745
167. Rau E.I., Tatarintsev A.A., Khvostov V.V., Yurasova V.E., Secondary electron emission and charging characteristics of ion-irradiated sapphire // *Vacuum*, 2016, **129**, pp. 142-147.
168. Распыление твердых тел ионной бомбардировкой. Под ред. Р. Бериша. Вып. 2, Москва, «Мир», 1986.
169. Kelly R., Factors determining the compound phases formed by oxygen or nitrogen implantation in metals // *J. Vac. Sci. Technol.*, 1982. **21**, pp. 778-789
170. Alov N.V., XPS study of MoO₃ and WO₃ oxide surface modification by low-energy Ar⁺ ion bombardment // *Phys. Status Solidi C*, 2015. **12**, pp. 263-266
171. Knotek M.L., Feibelman P.J., Stability of ionically bonded surfaces in ionizing environments // *Surf. Sci.*, 1979. **90**, 78-90
172. Зыкова Е.Ю., Хайдаров А.А., Иваненко И.П., Гайнуллин И.К., Формирование островковых плёнок алюминия при электронном облучении сап-

фира // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2012. № 11, с. 7-11

173. Minnebaev K.F., Khvostov V.V., Zykova E.Yu., Tolpin K.A., Colligon J.S., Yurasova V.E., Secondary particle emission from sapphire single crystal // Nucl. Instr. Meth. in Phys. Research B, 2015. **354**, pp. 159-162

174. Vigouroux J.P., Duraud J.P., Le Moel A., Le Gressus C., Electron trapping in amorphous SiO₂ studied by charge buildup under electron bombardment // J. Appl. Phys., 1985. **57**, pp. 5139-5144

175. Kim K.S., Baitinger W.E., Amy J.W., Winograd N., ESCA studies of metal-oxygen surfaces using argon and oxygen ion-bombardment // J. Electron. Spectrosc., 1974. **5**, pp. 351-367

176. Paparazzo E., Synchrotron radiation photoemission and X-Ray photoelectron spectroscopy studies of argon ion etched SiO₂ surfaces // J. Electron. Spectrosc., 1990. **50**, pp. 47-52

177. Khellafi M. and Lang B., An AES study of damage induced by inert gas ions at SiO₂ surfaces: influence of ion mass and energy // Revue de Physique Appliquee, 1990. **25**, 4, pp. 389-394

178. Guseva M.B., Khvostov V.V., Kostishko V.M., Kovalenko S.Yu., Interaction of low-energy Ar⁺ ions with the surfaces Al₂O₃ and MgO // Surf. Sci. Lett., 1992. **276**, L24-L27

179. Levy P., Color centers and radiation-induced defects // Phys. Rev., 1961. **123**, 1226-1233

180. Choi M., Janotti A., Van de Walle Ch.G., Native point defects and dangling bonds in α -Al₂O₃ // J. Appl. Phys., 2013. **113**, 044501

181. Rakhovskaya O.V., Elovikov S.S., Dubinina E.M., Shakhurin E.S., Dementjev A.P., Electron stimulated desorption process from ionic compound surface // Surf. Sci., 1992. **274**, 190-198

182. Pooley D., F-centre production in alkali halides by electron-hole recombination and subsequent [110] replacement sequence: a discussion of the electron-hole recombination // Proc. Phys. Soc., 1966. **87**, pp. 245-256

183. Лущик Ч.Б., Витол И.К., Эланго М.А., Экситонный механизм создания F-центров в бездефектных участках ионных кристаллов // ФТТ, 1968. **6**, 2753

184. Tanimura K., Tanaka T., Itoh N., Creation of quasistable lattice defects by electronic excitation in SiO₂ // Phys. Rev. Lett., 1983, **51**, pp. 423-426

185. Stevens-Kalceff M.A., Electron-radiation-induced radiolytic oxygen generation and microsegregation in silicon dioxide polymorphs // Phys. Rev. Lett., 2000. **84**, 14, pp. 3137-3140

186. Crisci A., Gosse B., Gosse J.-P., Dureault V.O., Surface-potential decay due to surface conduction // *Europ. Phys. J. Appl. Phys.*, 1998. **4**, 107-116
187. Hendriks B.N., van Gorkom G., van Keersop A., Lambert N., de Zwart S.T., Dynamical behavior of electron hop transport over insulating surfaces // *J. Appl. Phys.*, 1999. **85**, 3, pp. 1848-1856
188. Cornet N., Goeuriot D., Guerret-Piecourt C., Juve D., Treheux D., Touzin M., Fitting H.-J., Electron beam charging of insulators with surface layer and leakage currents // *J. Appl. Phys.*, 2008. **103**, pp. 064110