

ИССЛЕДОВАНИЕ ДИНАМИКИ ОБРАЗОВАНИЯ ЗАГРЯЗНЕНИЯ УГЛЕВОДОРОДНОЙ ПЛЕНКОЙ В РАСТРОВЫХ ЭЛЕКТРОННЫХ МИКРОСКОПАХ

Куприянова Т.А., Филиппов М.Н., Лямина О.И.
Лаборатория химического анализа

Проблеме загрязнения поверхности пробы в электронных микроскопах посвящено много обзорных и оригинальных работ, отражающих отдельные вопросы образования и влияния углеводородной пленки на правильность количественного анализа. Источники и процессы формирования углеводородной пленки на поверхности образца в РЭМ достаточно хорошо известны. Следует добавить, что на толщину образовавшейся пленки на поверхности образца влияет и коэффициент прилипания молекул остаточного газа. Эффект декорирования подтверждает этот тезис. Пленка при одинаковых условиях осаждения (одновременном нахождении в колонне микроскопа) на различных фазах одного и того же образца имеет разную толщину. Известно, что углеводородная пленка меняет средний атомный номер анализируемой области, ослабляет интенсивность аналитической линии, искажает элементы изображений, получаемых в растровых электронных микроскопах.

На примере исследования полупроводниковых монокристаллов GaP, GaAs и GaSb при начальных энергиях электронов зонда 5, 8, 10, 15 и 20 кэВ и 16 значениях токах зонда в диапазоне от 0,23 до 7,5 нА изучено изменение состава и толщины образующейся углеводородной пленки на их поверхности. Эти пробы были выбраны, прежде всего, потому что точно известно содержание определяемых элементов в них, поскольку область гомогенности у GaAs отсутствует, а области гомогенности у GaP и GaSb узки. Физико-химические параметры проб и их составляющих приведены в табл. 1.

Таблица 1. Физико-химические параметры проб.

Проба	Атомный номер	Атомный вес	Плотность, г/см ³	Состав в масс. долях, %	Область гомогенности
P	15	30,974	1,820		
Ga	31	69,72	5,907		
As	33	74,922	5,78		
Sb	51	121,76	6,691		
GaAs	32	72,321	5,3161	48,2 Ga-51,8 As	49,935-50,015
GaP	23	50,347	4,1297	30,76 P-63,24 Ga	-
GaSb	41	95,74	5,6122	63,58 Sb-36,42 Ga	Очень узок

Рентгеноспектральные характеристики аналитических линий (энергии краев поглощения, длины волны аналитических линий и их массовые коэффициенты поглощения) в исследуемых пробах и их средние атомные номера приведены в табл. 2.

Размер зоны отбора информации для аналитических линий в полупроводниковых монокристаллах GaP, GaAs и GaSb, которая определяется рассеянием электронов в образце можно оценить, используя формулу Кастена:

$$d_p = 0.033 A / (Z\rho) * (E_0^{1.7} - E_q^{1.7})$$

где A – атомный вес, Z – атомный номер, ρ – плотность материала образца, E₀ – начальная энергия электронов, E_q – критический потенциал ионизации соответствующего уровня.

Таблица 2. Массовые коэффициенты поглощения ($\text{см}^2/\text{г}$) аналитических линий в полупроводниковых монокристаллах GaP, GaAs и GaSb.

Проба	GaL	AsL	PK	SbL	GaK	AsK
$\lambda_{\text{края}}$, кэВ	1,117	1,325	2,142	4,132	10,368	11,868
λ , кэВ	1,1	1,28	2,01	3,61	9,25	10,5
P	1500		299		49,1	
Ga	1960	7460	2680	551	44,6	225
As	2190	1410			52,7	37,5
Sb	8820			453	162	
GaAs	2079,14	4326,1			242,271	127,88
GaP	1818,23		2312,83			
GaSb	6309,24			488,87		

Рассчитанные зоны отбора информации аналитических линий в полупроводниковых монокристаллах GaP GaAs и GaSb для различных начальных энергий электронов, энергии аналитических линий и критические потенциалы возбуждения приведены в табл. 3.

Таблица 3. Размер зоны отбора информации аналитических линий (мкм) в полупроводниковых монокристаллах GaP, GaAs и GaSb при различных начальных энергиях электронов.

E_0 , кэВ	GaL в GaP	GaL в GaAs	GaL в GaSb	PK в GaP	AsL в GaAs	SbL в GaSb	GaK в GaP	GaK в GaAs	GaK в GaSb	AsK в GaAs
$\lambda_{\text{края}}$, кэВ	1,117	1,117	1,117	2,142	1,325	4,132	10,368	10,368	10,368	11,868
λ , кэВ	1,1	1,1	1,1	2,01	1,28	3,61	9,25	9,25	9,25	10,5
5	0,05	0,04	0,04	0,04	0,04	0,01				
8	0,12	0,09	0,08	0,11	0,09	0,06				
10	0,18	0,13	0,12	0,17	0,13	0,10				
15	0,36	0,27	0,25	0,36	0,27	0,22	0,17	0,13	0,12	0,09
20	0,60	0,44	0,40	0,59	0,44	0,38	0,41	0,30	0,27	0,26
25	0,88	0,64	0,59	0,87	0,64	0,57	0,68	0,50	0,46	0,46

Из табл. 3 видно, что зона отбора информации растет с увеличением начальной энергии электронов. С уменьшением энергии аналитической линии зона отбора информации растет, а с увеличением среднего атомного номера пробы незначительно падает. Более заметное изменение наблюдается с изменением плотности пробы, чем меньше плотность пробы, тем больше зона отбора информации.

Приведены результаты исследования динамики образования загрязнения в растровых электронных микроскопах XL-30 (с вольфрамовым катодом) и Quanta 3D (катод Шоттке) на полупроводниковых монокристаллах GaP, GaAs и GaSb. Получены зависимости изменения аналитических сигналов от пленки и монокристаллов при различных экспериментальных условиях. Дополнительно нами исследована роль обратно отраженных электронов при определении состава полупроводниковых монокристаллов GaP, GaAs и GaSb.

Установлено, что изображения «нагара», образовавшегося на поверхности монокристаллов GaP ($Z_{\text{ср}}=22,5$), GaAs ($Z_{\text{ср}}=32$) и GaSb ($Z_{\text{ср}}=41$), коррелируют с пространственным распределением температуры на поверхности исследуемого образца. Еще раз подтвержден тот факт, что обратно рассеянные электроны в РЭМ играют более заметную роль в формировании углеводородной пленки, чем пучок падающих частиц. На рис.1 приведены изображения поверхности GaAs при разных энергиях падающих электронов.

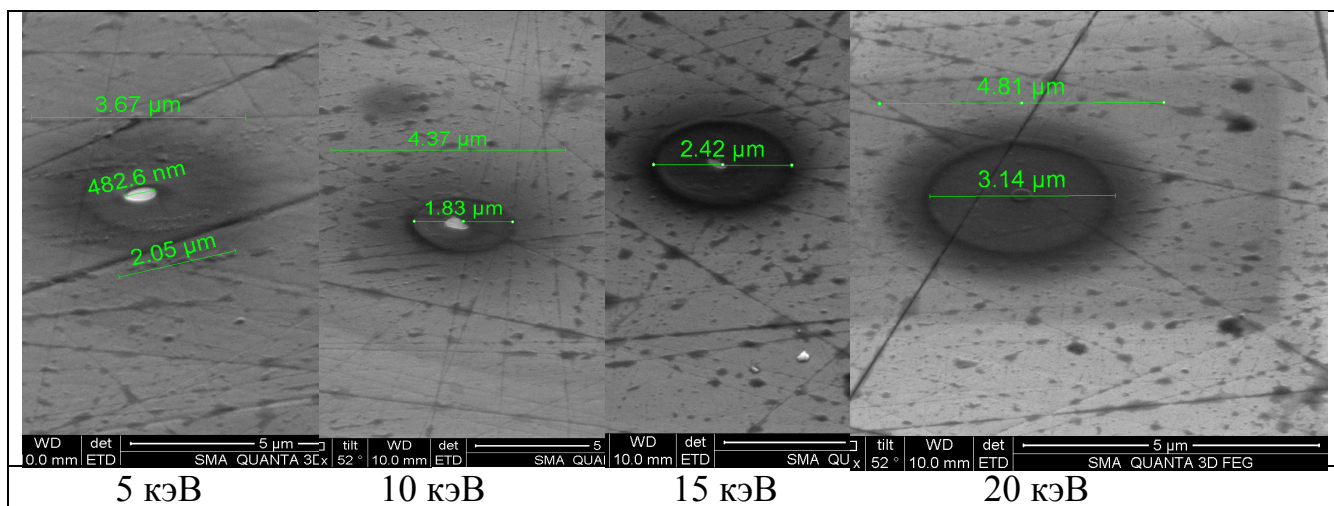


Рис. 1. Изображения «нагара» на поверхности GaAs при начальных энергиях электронов 5, 10, 15 и 20 кэВ.

Предложена методика учета наличия углеводородной пленки при количественном рентгеноспектральном микроанализе.

Экспериментальная часть работы проводилась нами на приборах компании «Системы для микроскопии и анализа»

Работа выполнена при поддержке Программы Президиума РАН №8 "Создание и совершенствование методов химического анализа и исследования структуры веществ и материалов", Грантов РФФИ 09-03-01112 и 10-03-00961 .