

УДК 539.043

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ ОРИЕНТАЦИИ ЗЕРЕН ПО КОНТРАСТУ ИЗОБРАЖЕНИЯ ПОЛИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТИ МУЛЬТИКРЕМНИЯ В ОБРАТНО РАССЕЯННЫХ ЭЛЕКТРОНАХ

© 2014 г. С. М. Пещерова^{1,*}, Л. А. Павлова¹, А. И. Непомнящих¹,
Ю. Д. Щербаков¹, С. С. Колесников²

¹Институт геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения РАН, Иркутск, Россия

²Иркутский государственный технический университет (ИрГТУ), Иркутск, Россия

Поступила в редакцию 27.05.2013 г.

Проведены исследования зеренной структуры кристаллов мультикремния методом растровой электронной микроскопии и дифракции отраженных электронов. Обнаружено, что контраст получаемого изображения при сканировании полированных поверхностей мультикремния в режиме обратно рассеянных электронов методом электронно-зондового рентгеноспектрального микроанализа обусловлен принадлежностью контрастирующих зерен на исследуемом участке поверхности к различным кристаллографическим ориентациям. Выявлено, что высокоглавые границы зерен представляют собой области изменения контраста, тогда как малоугловые границы на полированных поверхностях не обнаруживаются. Следовательно, по степени контрастности изображения в указанном режиме сканирования можно качественно оценивать степень разориентации соседних зерен.

DOI: 10.7868/S0207352814020152

ВВЕДЕНИЕ

Широкое использование растровой электронной микроскопии (РЭМ) обусловлено рядом преимуществ метода, который является неразрушающим, достаточно экспрессным, не требующим выполнения сложных и трудоемких процессов пробоподготовки, нарушающих реальное строение изучаемых объектов [1]. Более того, при решении задач в области исследований структуры, выполняемых с помощью РЭМ, можно изучить истинное состояние поверхности проводящих объектов и получать достоверные результаты. Метод позволяет выявить повреждение поверхности объекта исследований вследствие контакта его с различными веществами и материалами при обработке (кислоты, щелочи, металлический инструмент, смолы и т.д.), тем самым препятствуя получению недостоверной информации из-за возможных посторонних изменений его структурно-химических свойств.

Метод электронно-зондового рентгеноспектрального микроанализа (PCMA) активно используется при исследовании структурно-химических свойств мультикремния благодаря своей многофункциональности, в основе которой лежит сканирование поверхности образца электронным зондом и распознавание возникающего при этом широкого спектра сигналов. Одновременное изучение структуры и установление хи-

мического состава мультикремния возможно в том случае, когда процесс пробоподготовки исследуемой поверхности образца ограничивается механической полировкой алмазными пастами. В этом случае химический состав поверхности мультикремния практически не меняется, в отличие от селективного травления, когда возможные примеси в виде микровключений вытравливаются и, соответственно, не подлежат диагностике. Именно использование PCMA позволяет одновременно получать разнообразную информацию о структуре полированной поверхности мультикремния и ее химическом составе.

Целью данной работы является установление возможности определения параметров ориентации и структуры зерен по контрасту отображения мультикристаллической структуры кремния на полированной поверхности в обратно рассеянных электронах. Используется ряд аналитических подходов для одновременного изучения структурных и химических свойств мультикремния.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Зеренная структура кристаллов мультикремния, выращенных методом Бриджмена—Стокбаргера из расплава металлургического рафинированного кремния, исследована методами PCMA (электронно-зондовый рентгеноспектральный микроанализатор JEOL JXA8200), РЭМ (растровый электронный микроскоп Quanta 200 FEI) и методом дифрак-

* E-mail: spescherova@mail.ru

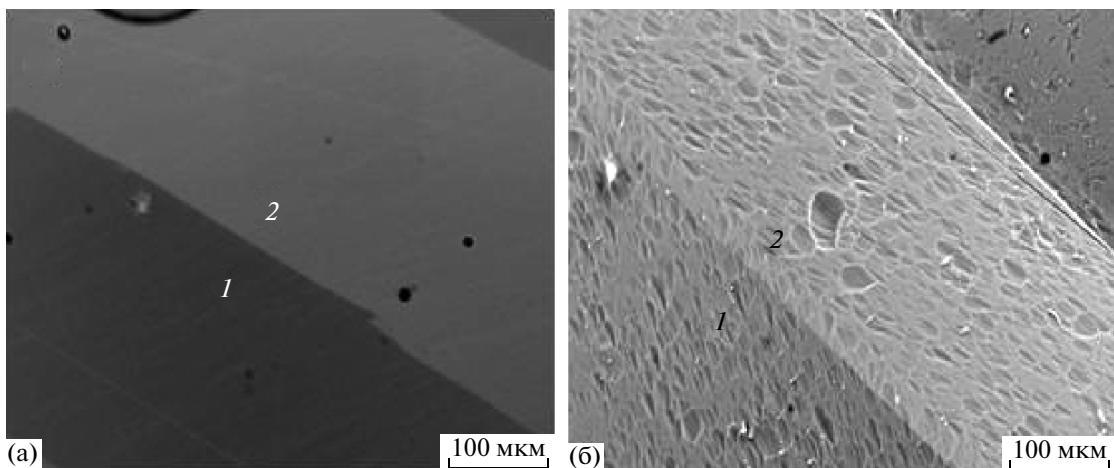


Рис. 1. Изображения поверхности мультикремния в обратно рассеянных электронах при обработке: полированной алмазной пастой (а); щелочным травителем (б).

ции отраженных электронов, ДОЭ (растровый электронный микроскоп JEOL JIB-Z4500, оснащенный системой регистрации картин ДОЭ и программным обеспечением Channel 5 для их обработки). Для определения кристаллографической ориентации зерен использован компьютерный анализ картин ДОЭ, известных как линии Кикучи, которые образуются в результате неупругого рассеяния электронов, отраженных от кристаллической решетки. При исследовании методом ДОЭ поверхность образца располагалась под углом 70° к первичному электронному пучку. Картины ДОЭ регистрировали на флуоресцентном экране, расположенном вблизи зоны анализа, и снимали высокочувствительной телевизионной камерой, соединенной с компьютером для автоматизированного определения кристаллографической ориентации облучаемого микрообъема по положению линий Кикучи [2, 3]. Для исследований структуры шлифованных микрокорундом № 28 плоскопараллельных образцов мультикремния в режиме обратно рассеянных электронов методом РСМА поверхность полировали алмазными пастами АСПЗ с размером зерен алмаза 1–3 мкм, с повышенной концентрацией алмазного порошка. При анализе текстуры полированной поверхности регистрировали размеры и степень контрастности зерен, а также выявляли области зерен с наиболее выраженным контрастом изображения для последующего установления параметров разориентации зеренной структуры. С помощью растровой электронной микроскопии исследовали структуру зерен с выраженным контрастом. Для определения структурных признаков разориентации зерен применяли щелочное травление в 10%-ом водном растворе KOH в течение 10 минут. Следует отметить, что данный травитель считается ориентационночувствительным для кремния [4].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

При сканировании полированных алмазными пастами поверхностей мультикремния в режиме обратно рассеянных электронов в электронно-зондовом рентгеноспектральном микроанализаторе обнаружен контраст изображения, обусловленный особенностями строения соседних зерен. Подобный эффект не наблюдался при аналогичных исследованиях с использованием РЭМ. По-видимому, это связано с геометрическим расположением детектора обратно рассеянных электронов. В микрозондовом анализаторе данный детектор располагается под углом к поверхности исследования, а в большинстве современных сканирующих электронных микроскопов детектор расположен непосредственно над поверхностью исследования. Таким образом, при исследовании полированной поверхности мультикремния методом РСМА в режиме обратно рассеянных электронов наблюдается дифракция электронов на кристаллической решетке [5]. На изображениях полированной и травленой поверхностей мультикремния в режиме обратно рассеянных электронов (рис. 1а, б) видно, что границы изменения контрастности изображения элементов структуры на полированной поверхности мультикремния соответствуют реальным границам зерен, выявленным при травлении на исследуемом участке поверхности. Об изменениях параметров кристаллической структуры от зерна к зерну можно также судить по виду и взаимному расположению фигур травления: на рис. 1б в зерне 1 направление ямок травления явно не совпадает с таковым в зерне 2. Более подробную информацию о строении зерен удалось получить при большем увеличении в электронном микроскопе. Изображения поверхности мультикремния при разных увеличениях после щелочного травления показаны на

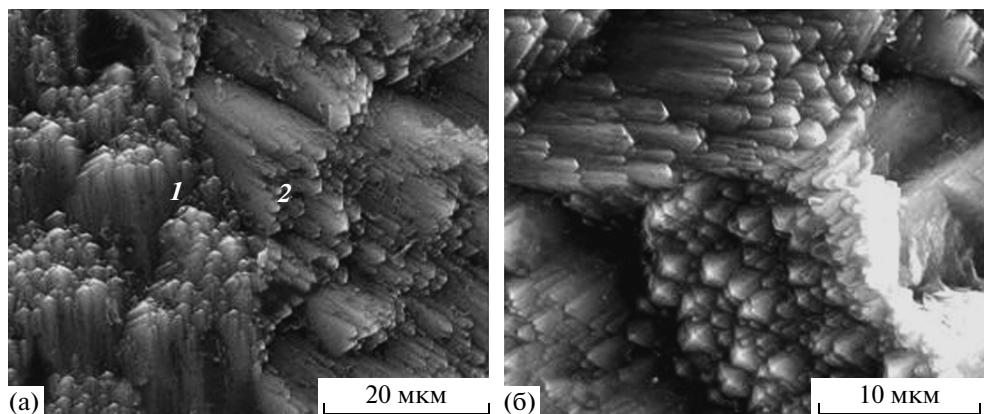


Рис. 2. РЭМ-изображения поверхности мультикремния, обработанной в щелочном травителе: а – область с зернами 1 и 2 и границей, $\times 5000$; б – фрагмент границы, $\times 10000$.

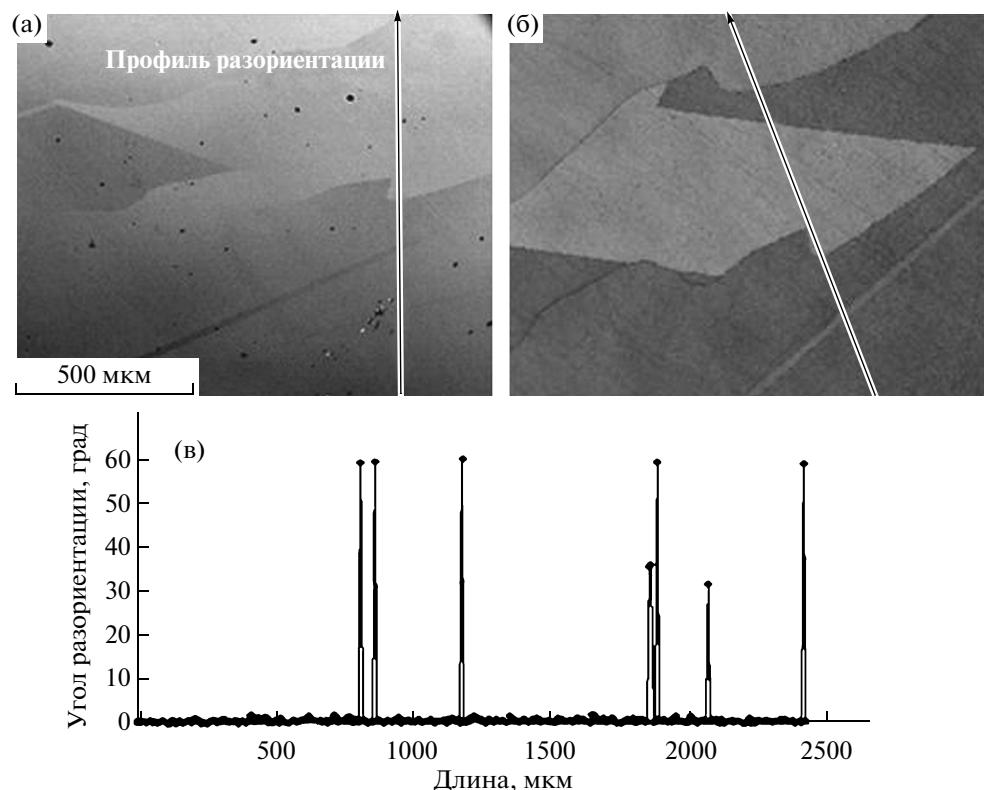


Рис. 3. Изображения полированной алмазными пастами поверхности мультикремния: а – изображение в обратно рассеянных электронах на микроанализаторе; б – ориентационно-чувствительный контраст распределений линий Кикучи в РЭМ; в – график распределения углов разориентации вдоль профиля разориентации.

рис. 2а, б. Фигуры травления представляют собой призматические колонны, относительно схожие между собой по форме и размерам. На рис. 2а изображен фрагмент поверхности, включающий в себя два зерна и границу между ними. Текстуры соседних зерен отличаются лишь направлением наклона колонн, что хорошо видно на рис. 2б при большем увеличении фрагмента границы и приграничных участков поверхности. Подобные яв-

ления наблюдались по всей травленой поверхности образца мультикремния: в области отдельного зерна фигуры травления сохраняют единое направление, границы зерен представляют собой области смены направления наклона колонн. На рис. 3 представлены результаты исследования параметров ориентации зерен мультикремния методом ДОЭ. Анализируемый фрагмент выделен на изображении травленой поверхности (рис. 3а) и

включает в себя области соседних зерен, разделенных между собой границей. При помощи анализа распределения линий Кикучи на картине дифракции отраженных электронов от полированной поверхности мультикремния определены ориентации зерен на анализируемом участке поверхности и значения углов разориентации соседних зерен вдоль линии сканирования (рис. 3). На изображении данной поверхности, полученном при помощи микроанализатора в режиме обратно рассеянных электронов (а), также наблюдается контраст, полностью совпадающий с ориентационным контрастом на поверхности (б).

Стоит отметить, что наблюдаемый контраст выявляет границы общего типа, разделяющие разориентированные на большой угол (60° , 35° и 30°) соседние зерна. Следовательно, малоугловые внутризеренные границы на полированных поверхностях наблюдать невозможно, так как степень контрастности изображения соседних областей зерен напрямую зависит от степени их разориентации. Данные границы относятся к границам специального типа, и для их выявления в мультикремнии требуется предварительное селективное травление, используемое специально для выявления тонкой структуры.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методом растровой электронной микроскопии исследована зеренная структура мультикремния. Результаты анализа показали, что контраст изображения текстуры полированных поверхностей образцов в режиме обратно рассеянных электронов выявляет области отдельных зерен с различными параметрами кристаллографической ориентации. Границы изменения контрастности цвета, в свою очередь, представляют собой высокоугловые границы зерен, имеющих различную кристаллографическую ориентацию. Соответственно, малоугловые внутризеренные границы на полированных поверхностях наблюдать невозможно, так как степень контрастности изображения соседних областей зерен напрямую зависит от степени их

разориентации. Следовательно, наблюдаемые с помощью РЭМ контраст изображения зеренной структуры полированных поверхностей (в режиме обратно рассеянных электронов) и особенности взаимного расположения фигур травления обусловлены различной кристаллографической ориентацией зерен мультикремния.

Таким образом, для характеристики структурно-химических свойств мультикремния, которая основывается на определении размеров, формы и степени разориентации зерен, а также геометрических параметров границ зерен и химического состава в первом приближении можно ограничиться сканированием его полированной поверхности в режиме обратно рассеянных электронов. Это делает возможным одновременно изучать параметры зерен и их границ и состав возможных микровключений на поверхности образцов мультикремния, что значительно облегчает задачу выявления областей с наиболее вероятными нарушениями структурно-чувствительных свойств материала.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Pavlova Liudmila // Dependence of Determination Quality on Performance Capacity of Researching Technique, Exemplified by the Electron Probe X-Ray Microanalysis. Modern Approaches to Quality Control / Ed. Ahmed Badr Eldin p. cm. ISBN 978-953-307-971-4. Intech Open Access Publisher. First Publ. Oct. 2011. P. 477.
2. Randle V., Engler O. // Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping. Amsterdam.: Gordon and Breach Sci. Publ. 2000. 338 p.
3. Грудин Б.Н. Моделирование и анализ изображений в электронной и оптической микроскопии. Владивосток: Дальнаука, 2001. 221 с.
4. Курносов А.И., Юдин В.В. Технология производства полупроводниковых приборов и интегральных микросхем. М.: Высш. школа, 1986. 364 с.
5. Павлова Л.А., Непомнящих А.И., Пещерова С.М. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2011. № 10. С. 37.

Determination of Orientation Parameters of Grains from Contrast on the Image of Multisilicon Polished Surface in the Back-Scattered Electrons

S. M. Peshcherova, L. A. Pavlova, A. I. Nepomnyashchikh, Yu. D. Shcherbakov, S. S. Kolesnikov

The grain structure of multisilicon was examined by scanning electron microscopy and back-scattered electron diffraction. The grain contrast on the image of polished surfaces of multisilicon observed by scanning in the back-scattered electrons mode is caused by the grains misorientation to each other. It is revealed that the high-angle grain boundaries represent the areas of contrast variation, whereas the low-angle boundaries cannot be observed on polished surfaces. Consequently, the contrast of the grains on a polished surface of multisilicon points to the high-angle misorientation of the neighbouring grains.