На правах рукописи

Татаринцев Андрей Андреевич

Основные закономерности зарядки диэлектриков и сегнетоэлектриков электронами средних энергий

05.27.01 — твердотельная электроника, радиоэлектронные компоненты, микро и наноэлектроника, приборы на квантовых эффектах

Автореферат диссертации на соискание учёной степени кандидата физико-математических наук

Черноголовка — 2013

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук (ИПТМ РАН).

Научный руководитель — д-р физ.-мат. наук, профессор Рау Эдуард Иванович.

Официальные оппоненты:

Филиппов Михаил Николаевич, д-р физ.-мат. наук, профессор, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской Академии наук, зав. лабораторией химического анализа,

Степович Михаил Адольфович, д-р физ.-мат. наук, профессор, Калужский государственный университет имени К.Э. Циолковского, зав. кафедрой высшей математики.

Ведущая организация:

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Физикотехнологический институт Российской академии наук (ФТИАН), Москва.

Защита состоится «____» _____ 2013 г. в ____ часов на заседании диссертационного совета Д 002.081.01 при Институте проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН по адресу: 142432, Московская область, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 6, ИПТМ РАН.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИПТМ РАН.

Автореферат разослан «____» _____ 2013 года.

Ученый секретарь диссертационного совета, канд. хим. наук Панченко Л. А.

Актуальность темы

Повышенный интерес, проявляемый в последнее время к исследованию зарядки диэлектрических мишеней под воздействием электронного облучения, обусловлен решением ряда научных и прикладных задач, прежде всего в таких областях как электронная литография и микроскопия, нанометрия, космонавтика, ядерная энергетика, микроэлектроника. В большинстве случаев зарядка является паразитным эффектом. Например, при космических исследованиях зарядка диэлектрических компонент на космических аппаратах под воздействием электронной радиации является основной причиной выхода из строя спутников и станций (более 25 % от общего числа катастрофических отказов).

В электронно-зондовой нанометрологии и электронной литографии зарядка диэлектрических пленок в точках облучения генерирует значительные локальные электростатические поля, под воздействием которых электронный зонд частично расфокусируется и, что более важно, отклоняется вблизи поверхности облучаемого образца. Этот эффект вызывает в литографии неконтролируемые изменения ширины засвечиваемых линий и расстояний между близлежащими элементами.

Но как в теоретических моделях, так и экспериментах наблюдаются значительные противоречия в интерпретации результатов исследований, связанных с очень сложным механизмом зарядки диэлектриков, в котором одновременно происходит ряд самосогласующихся процессов: аккумуляция зарядов, вторичная электронная эмиссия, радиационно-стимулированные токи, релаксация носителей, образование сильных внутренних полей и т.д. Без учета любого из этих явлений картина зарядки диэлектриков не является исчерпывающей, приводит к противоречиям и даже ложным выводам.

Эти обстоятельства обуславливают актуальность комплексного изучения электронно-индуцированных процессов зарядки, при котором одновременно определяется ряд кинетических характеристик, сопутствующих процессу зарядки диэлектриков.

Основными задачами и целью диссертационной работы является:

- разработка электронно-зондового диагностического комплекса на базе растрового электронного микроскопа (РЭМ) для проведения одновременных измерений всех взаимосвязанных параметров зарядки диэлектрических мишеней под воздействием электронного облучения;

- исследование характеристик зарядки диэлектриков в зависимости от угла облучения, от толщины диэлектрических пленок, от дозы и энергии облучающих электронов;

3

- объяснение противоречий в интерпретации результатов временных характеристик процесса зарядки, а именно: вторично-электронных эмиссионных зависимостей и генерированных поверхностных потенциалов;

- установление основных закономерностей механизма зарядки диэлектрических мишеней на основе анализа одновременных комплексных измерений всех параметров зарядки.

Научная новизна результатов, впервые полученных в диссертации:

- 1. Создан электронно-зондовый комплекс (на базе РЭМ), позволяющий контролируемо облучать диэлектрическую мишень различными дозами электронов и одновременно измерять в режиме реального времени все характеристические параметры зарядки: вторично-электронную эмиссию, токи смещения и утечки, аккумулируемые заряды, значения положительного и отрицательного поверхностного потенциала.
- 2. Теоретически рассчитаны и экспериментально подтверждены параметры зарядки диэлектриков в зависимости от углов падения облучающих электронов и от толщины диэлектрической мишени.
- 3. Показано, что при электронной литографии всегда можно подобрать энергию первичных электронов индивидуальную для каждой толщины и материала резиста, когда зарядка вообще отсутствует, и при которой исключаются ошибки позиционирования электронного зонда.
- 4. На основе анализа обширного экспериментального материала предложен новый сценарий механизма зарядки диэлектрических мишеней, при котором решающую роль играет накопление отрицательного заряда и его относительно медленное растекание вне области облучения, а вторичная электронная эмиссия уже подстраивается под этот процесс, с учетом уравновешивающего тока электронно-индуцированной проводимости между генерируемым дипольным слоем заряда у поверхности.
- 5. Установлено, что электростатическая модель зарядки конденсатора не применима к реальному динамическому процессу зарядки диэлектрической мишени, а существующие аналитические выражения для генерированных поверхностных потенциалов не пригодны для практических применений.
- 6. Контраст изображений отрицательно заряженных областей поверхности диэлектрика обусловлен в основном ускоренными в поле зарядов вторичными электронами, которые вызывают поток третичных электронов на полюсном наконечнике объективной линзы РЭМ.

Научная и практическая значимость работы. В результате комплексного исследования характеристик зарядки диэлектрических материалов под воздействием облучающих электронов в широком диапазоне энергий установлен новый сценарий сложного, многогранного механизма зарядки диэлектриков.

Результаты исследований будут способствовать лучшему пониманию фундаментальных физических процессов, сопровождающих радиационное (электронное) воздействие на диэлектрические среды. На практике полученные результаты должны учитываться в электронно-зондовых технологиях, в частности в современной электронно-лучевой литографии, дефектоскопии и диагностике структур и изделий микро- и наноэлектроники, содержащих диэлектрические компоненты, а также для понимания процесса зарядки компонентов в ядерной физике и космонавтике. Так, для каждой толщины пленки существует индивидуальное значение энергии, при которой ПММА на кремнии не заряжается. Такие точки могут быть рекомендованы для процесса электронно-лучевой литографии с минимальными ошибками, возникающими за счет отклонения пучка электронов в сильных локальных полях. При энергии первичного пучка, большей, чем эта критическая точка, возникает небольшой положительный поверхностный потенциал, который при литографии в нанометровом диапазоне способен создать достаточно сильные отклоняющие поля.

Основные положения, выносимые на защиту

- 1. Несостоятельность наиболее принятой и распространенной в литературе электростатической модели механизма зарядки диэлектрических мишеней как зарядки электростатического конденсатора или уединенного слоя зарядов.
- 2. Необходимость комплексного и одновременного измерения основных характеристик зарядки диэлектриков.
- 3. Основные характеристики зарядки полный коэффициент эмиссии электронов, абсолютная величина аккумулируемых зарядов, генерируемый поверхностный потенциал - имеют различные временные константы процесса установления равновесного значения, зависящие от дозы облучения и электрофизических параметров материала диэлектрической мишени. Регулирующим фактором равновесного состояния зарядки является электронно-индуцированный ток между положительно и отрицательно заряженными слоями диэлектрика.

- 4. При электронном облучении диэлектрических пленок заданной толщины (резистов в электронной литографии) существуют определенные энергии, при которых потенциал зарядки равен нулю.
- 5. Существует специфика зарядки сегнетоэлектриков, обусловленная наличием поляризации и исходных поверхностных потенциалов.

Апробация работы. Основные результаты работы докладывались и обсуждались на российских и международных конференциях и симпозиумах, в том числе: Межвузовская научная школа молодых специалистов «Концентрированные потоки энергии в космической технике электронике, экологии и медицине», г. Москва. 2009 г.; XXIII Российская конференция по электронной микроскопии, г. Черноголовка. 2010 г.; Международная конференция «Фундаментальные и прикладные исследования, разработка и применение высоких технологий в промышленности», г. Санкт- Петербург. 2011 г.; XVII Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел, г. Черноголовка. 2011 г.; Российская конференция Молодых ученых «Физико-химия и технология неорганических материалов», г. Москва. 2011 г.; 37 -th International conference on Micro and Nano Engineering, Berlin, 2011 г.; Международная конференция «International conference Micro- and Nanoelectronics», г. Москва - г. Звенигород. 2012 г.; XXIV Российская конференция по электронной микроскопии, г. Черноголовка. 2012 г.; 15-th European Microscopy Congress, Manchester, Uk. 2012 г.; XVIII Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим метолам исследования твердых тел, г. Черноголовка, 2013.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 15 работ (4 статьи из рекомендуемого перечня ВАК и 11 тезисов докладов на конференциях), список которых приведён в конце автореферата.

Личный вклад автора. Приведенные в работе теоретические расчёты, а также результаты экспериментальных исследований получены лично автором или при его непосредственном определяющем участии. В работе им был проведен детальный анализ современной литературы по данной тематике и выявлены основные противоречия и несоответствие результатов исследований научных работ разных авторов. По результатам проведенных автором общирных экспериментальных исследований выявлены скрытые причины этих разногласий и предложена модель, устраняющая их.

Часть экспериментов выполнена автором совместно с сотрудниками лаборатории сканирующей электронной микроскопии, спектроскопии и томографии структур микро- и наноэлектроники кафедры физической электроники Московского Государственного Университета имени М.В. Ломоносова.

Пленочные образцы ПММА на кремнии были предоставлены сотрудником ИПТМ РАН Князевым М.А. Образцы монокристаллов *MgO*, *Al*₂*O*₃ и массивного ПММА были предоставлены коллегами из университета города Реймс (Франция).

Структура и объём диссертации. Диссертация состоит из введения, трёх глав и заключения. Работа содержит 123 страницы машинописного текста, включая 95 рисунков, 2 таблицы и библиографию из 115 наименований.

Краткое содержание работы

Во введении сформулированы цели и задачи работы, указана ее актуальность, научная новизна и основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе содержится реферативный обзор результатов современных исследований по изучению зарядки диэлектрических материалов при облучении электронами различных энергий, в частности электронного пучка (зонда) в растровом электронном микроскопе.

Критический анализ опубликованных работ выявил ряд существенных нестыковок и противоречий в результатах исследований различных авторов. Наиболее разительным является отличие в динамике вторичной электронной эмиссии и порождаемого при облучении поверхностного потенциала, существенное различие в интерпретации этого противоречия.

Показано многообразие точек зрения на электростатическую модель двойного слоя зарядов, на описание этой модели и на предлагаемые аналитические выражения, как для потенциала, так и для времени равновесной зарядки диэлектриков при облучении электронным пучком различных энергий.

Во второй главе детально описан (1 и 2 параграфы) модернизированный автором лабораторный измерительный электронно-зондовый комплекс для исследований влияния электронного облучения на диэлектрические мишени.

Комплекс на базе РЭМ LEO - 1455VP позволяет одновременно фиксировать во времени несколько фундаментальных характеристик этого процесса, таких как поверхностный потенциал $V_S(t)$, ток смещения I_D (аккумулируемый заряд Q) и ток утечки I_L , а также изменение полной эмиссионной характеристики $\sigma(t) = \delta(t) + \eta$. Поверхностный потенциал зарядки исследуемого образца определялся по сдвигу спектра вторичных электронов (ВЭ), полученного с помощью электростатического тороидального спектрометра. В свободном секторе находился усеченный полусферический коллектор ВЭ, через малое отверстие в котором регистрировалось рентгеновское излучение. Одновременно измерялись токи смещения I_D и утечки I_L или аккумулированный заряд Q и поверхностный потенциал V_S .



Рис. 1. Схема комплексной экспериментальной установки для исследования параметров зарядки диэлектриков

На рис. 1 представлена схема используемого экспериментального устройства. Электронный зонд 1 РЭМ облучает диэлектрический образец 2, размещенный на подложке 3 в экранирующем держателе 4, который предотвращает наводки на измерительный тракт 12 тока утечки I_L и смещения I_D, а так же уменьшает область засветки исследуемого образца третичными электронами. Часть вторичных или отраженных электронов проходят через тороидальный спектрометр 6 с выходной щелевой диафрагмой 7 и регистрируются микроканальной пластиной 8. Микроканальная пластина (МКП) позволяет, в отличие от полупроводникового датчика, регистрировать ВЭ электроны с энергией вплоть до нескольких единиц эВ, что дает возможность исследовать области с низкой или даже положительной зарядкой (при подаче отрицательного смещения на держатель). Сигнал с МКП-детектора поступает на блок обработки сигнала, а затем на ПК 9. Под управлением ПК включается электронный зонд РЭМ и синхронно запускается пилообразное питание спектрометра, в результате чего автоматически регистрируется весь энергетический спектр эмитированных электронов dN/dE. Одновременно с помощью электрометра 12 регистрируется изменение тока смещения I_D (или аккумулируемый заряд Q). Эмиссионная характеристика $I_{\sigma}(t)$ фиксировалась с помощью усеченного полусферического коллектора электронов 10. Последовательно в измерительную цепь была включена батарея, подающая напряжение +35 В на полусферу, что обеспечивало эффективную регистрацию тока эмитированных диэлектриком электронов. Все токовые характеристики измерялись с помощью электрометра 12 и наноамперметра 11. Ток



Рис. 2. Сдвиги спектров ВЭ в процессе зарядки Al_2O_3 -керамики при двух значениях энергии (а) $E_0 = 200$ эВ (положительная зарядка) и (б) $E_0 = 3$ кэВ (отрицательная зарядка). Время регистрации пиков ВЭ от начала времени облучения показаны на рисунке.



Рис. 3. Временные характеристики параметров зарядки Al_2O_3 — керамики: тока ВЭ I_{σ} , тока смещения I_D , аккумулируемого заряда Q и поверхностного потенциала V_S для двух значений энергии — (a) $E_0 = 0,2$ кэВ и (б) $E_0 = 10$ кэВ.

первичного пучка электронов измерялся с помощью размещенного на столике цилиндра Фарадея 14.

При зарядке непроводящего образца высокоэнергетическими электронами его поверхность приобретает отрицательный потенциал $-V_S$. Так как ВЭ обладают низкой энергией (1 - 20 >B), они, ускоряясь в поле отрицательного потенциала зарядки, приобретают энергию eV_S , что отражается сдвигом соответствующего спектра ВЭ. На рис. 2 приведены типичные спектры при облучении диэлектрической мишени электронными пучками с низким значением первичной энергии $E_0 = 200$ эВ и для среднего значения энергии $E_0 = 3$ кэВ на образце Al_2O_3 , а также сдвиги спектров ВЭ электронов в процессе зарядки в разные моменты времени.

На вставке рис. 2(а) показан полный спектр электронов, полученный в нашем спектрометре. На нем отчетливо видны пики ВЭ, отраженных элек-

тронов, а также пик упругоотраженных электронов. Пики всех спектров довольно остры (см. рис. 2(б)), что позволяет измерять потенциалы по их сдвигу с высокой точностью (ошибка не более 5%).

На рис. З приведены в качестве примера сводные графики временных характеристик зарядки керамики Al_2O_3 : поверхностного потенциала V_S , токов смещения I_D (аккумулированного заряда Q), а также тока полной эмиссии I_{σ} . Как видно, такой комплексный метод исследования зарядки диэлектрических мишеней позволяет построить полную картину этого процесса и судить как о динамических характеристиках этого процесса, так и о равновесных значениях параметров зарядки.

В параграфе 3 рассмотрена актуальная, практически важная, но мало освещенная в научных публикациях проблема зарядки диэлектриков и «свободно плавающих» металлических мишеней при их облучении электронами под различными углами падения последних. Например, в космическом пространстве поверхность космических аппаратов облучается электронами различных энергий и во всем диапазоне углов.



Рис. 4. Характеристика значения второй критической энергии электронов E_{2C} как функции от угла облучения α для металлов (a) и диэлектриков (б).

В настоящей работе учтены угловые зависимости как коэффициента вторичной эмиссии δ , так и отражённых электронов η . Для электростатического равновесия, при котором образец не заряжается, требуется, чтобы выполнялся закон сохранения зарядов и токов, т.е. выполнялось требование $\delta = 1 - \eta$, или, в расширенном виде:

$$\frac{BA_0\lambda}{E_i E_0^{0,67} \cos\alpha} \left[1 - \exp\left(-A_0^{-1} E_0^{1,67} \cos\alpha/\lambda\right) \right] = 1 - \eta_0 \exp\left[\left(\ln\left(\eta_0^{-1}\right)\right) \left(1 - \cos\alpha\right)\right],\tag{1}$$

где $A_0 = \rho/76$ (ρ — плотность материала мишени), B — вероятность выхода ВЭ, λ — глубина их выхода, E_i — энергия генерации ВЭ, E_0 — энергия первичных электронов. Рассчитанные по (1) зависимости второй критической энергии для металлов $E_0(\alpha) = E_{2C}(\alpha)$ при $\sigma = 1$ приводятся на рис. 4(a) совместно с экспериментальными результатами.

Ввиду специфики зарядки диэлектриков (из-за образования противоположно заряженных слоев в приповерхностной области) уравнение (1) уже не соответствует данным экспериментов. Наши экспериментальные результаты для всех диэлектриков достаточно хорошо удовлетворяют следующему полуэмпирическому выражению:

$$\frac{E_{2C}(\alpha)}{E_{2C}(\alpha=0)} = exp\left[\left(ln\frac{R_{2C}}{2\lambda}\right)(1-\cos\alpha)\right],\tag{2}$$

где $R_{2C} = E_0^{1,67} \cdot 76/\rho$ — глубина пробега первичных электронов, определяемая (при нормальном падении электронов, т.е. $\alpha = 0$) при равновесной энергии $E_0 = E_{2C}$ для заряженного диэлектрика, ρ — удельная плотность материала [г/см³]. Как видно из рис. 4(б) имеется хорошее согласие расчетных и экспериментальных данных для Al_2O_3 -керамики (дегуссит) и полимерного диэлектрика (CF_2)_n (тефлон), которые значительно различаются значением соотношения R_{2C}/λ .

В четвертом и пятом параграфах исследуются характеристики зарядки диэлектрических пленок в зависимости от их толщины, на примере образцов пластинок слюды и электронного резиста ПММА. Получено аналитическое выражение для равновесного поверхностного потенциала V_S в зависимости от толщины пленки d (при $d > 0.5R_0$):

$$V_{S}(d) = V_{S0} - \Delta V = V_{S0} \left(1 - \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r \mu V_S^2(d) R_{\gamma}}{V_{S0} (d - 0.5 R_0)^2} \right),$$
(3)

где V_{S0} — равновесный потенциал массивного образца, ε — диэлектрическая проницаемость.

Для более детального исследования зависимостей потенциалов зарядки от геометрических параметров образцов (толщины d, размера облучаемой площади a^2) и от фундаментальных параметров ε и σ , нами проведена серия экспериментов с пластинами образца слюды (мусковит).

Качественно результаты экспериментов совпадают с расчетной формулой (3), что демонстрирует рис. 5(a), на котором приводятся графики $V_S(d)$ для пластинок слюды с толщинами от 2 мкм до 30 мкм и для пленок ПММА с толщинами: 0,4 мкм, 1,4 мкм, 2,7 мкм и 4,0 мкм на Si — подложке, снятые при энергии первичных электронов $E_0 = 5$ кэВ на облучаемой площади $a^2 = 100 \times 100$ мкм². Измеренные равновесные значения потенциалов V_{S0}



Рис. 5. Теоретические и экспериментальные зависимости характеристических параметров зарядки. (а) — Потенциал отрицательной зарядки диэлектрических плёнок: (1) — расчетная зависимость $V_S(d)$ в модели электростатического плоского конденсатора. (2) и (3) — экспериментальные зависимости (обозначенны метками) $V_S(d)$ для слюды (график 2) и ПММА (график 3) и расчётные (сплошные линии) по формуле (3). (б) — Зависимость приведённых токов эмиссии электронов I_{σ}/I_0 для пластинок слюды толщиной d = 50 мкм (график 1) и 10 мкм (график 2), токов утечки I_L/I_0 для пластинок толщиной d = 50 мкм (график 3) и 10 мкм (график 4), а также отрицательных потенциалов зарядки $V_S d = 10$ мкм (график 5) и 50 мкм (график 6).

равны 3,1 кВ для слюды и 3,8 кВ для ПММА. В расчетах приняты, взятые из различных литературных источников, значения подвижности электронов $\mu = 3 \cdot 10^{-11} \text{ см}^2/\text{В} \times \text{с}$ для слюды и $\mu = 10^{-12} \text{ см}^2/\text{B} \times \text{с}$ для ПММА, $\varepsilon = 7$ для слюды и $\varepsilon = 2,6$ для ПММА, а для удельных сопротивлений $\rho = R_{\gamma} = 10^{14}$ Ом×см и $\rho = R_{\gamma} = 5 \cdot 10^{13}$ Ом×см соответственно.

Отметим, что в формулу (3) не входит размер облучаемой области «а», что представляется странным, т.к. в общем случае V = Q/C, где C — емкость экспонированного участка образца, определяемая площадью « a^2 ». Но это противоречие кажущееся, потому что при увеличении площади (емкости C) пропорционально увеличивается величина аккумулируемого в объеме заряда Q_t , что делает V практически не зависимым от a^2 . Этот вывод был подтвержден нашими экспериментами.

На рис. 5(б) приводятся результаты измерений абсолютных значений равновесных потенциалов V_{S0} для пластин слюды толщиной 10 мкм и 50 мкм, полученных при облучении площадок 100 × 100 мкм² током $I_0 = 0,2$ нА как функций от энергии облучающих электронов E_0 . Там же представлены снятые одновременно приведенные характеристики полной эмиссии электронов I_{σ}/I_0 и токов утечки I_L/I_0 . Наблюдается довольно хорошее соответствие между балансом токов: эмиссионного и омического. Кинетические характеристики зарядки пластинок слюды представлены на рис. 6(а). Привлекают внимание два факта на этих графиках. Первое — характеристики I_{σ} почти моментально нарастают до равновесного значения, в то время как рост потенциала V_S намного медленней. При $E_0 = 20$ кэВ V_S начинает возрастать с начала момента облучения, но при $E_0 = 5$ кэВ необходимо длительное начальное время ожидания (до 100 секунд), только после которого начинается заметная зарядка.



Рис. 6. (а) — Кинетика зарядки пластинок слюды площадью $a^2 = 100 \times 100 \text{ мкм}^2$, d = 50 мкм, током $I_0 = 0,2$ нА при энергиях $E_0 = 5$ и 20 кэВ. I_{σ} — полный ток эмиссии электронов, V_S — отрицательный поверхностный потенциал. (б) — Кинетика зарядки ПММА толщиной d = 4 мкм при $E_0 = 5$ кэВ при токе зонда 1 нА и площади облучения $100 \times 100 \text{ мкм}^2$.

В электронно-зондовой литографии и нанометрологии зарядка диэлектрических плёнок в точках облучения генерирует значительные локальные электростатические поля, под воздействием которых электронный зонд частично расфокусируется и, что более важно, отклоняется вблизи поверхности облучаемого образца. Этот эффект вызывает в литографии неконтролируемые изменения ширины засвечиваемых линий и расстояний между близлежащими элементами, поэтому он исследован более детально.

На рис. 6(б) приводятся экспериментальные результаты, полученные при одновременных измерениях потенциала V_S , тока утечки I_L и тока смещения I_D , а также, значения полного коэффициента электронной эмиссии I_{σ} .

Рассмотрим зависимости потенциала поверхности пленок ПММА на кремниевой проводящей подложке от толщины d и энергии электронов E_0 . Ток электронного зонда равен $I_0 = 1$ нА, размер экспонируемой области $a^2 = 100 \times 100$ мкм², что дает равновесную дозу облучения порядка 100 мкКл/см² через 10 секунд облучения. Результаты измерений потенциала V_S для четырех пленок с толщинами d = 0,4 мкм, d = 1,4 мкм, d = 2,7 мкм и d = 4 мкм приведены на рис. 7. Все положительные значения $+V_S$ находятся в диапазоне $0 \div 10$, поэтому в масштабе рис. 7 они не заметны.



Рис. 7. Зависимости поверхностного потенциала V_S от энергии облучающих электронов E_0 для ПММА пленок различной толщины d на Si-подложке.

Из сравнительного анализа результатов, представленных на рис. 7, можно сделать следующие выводы. При низких энергиях E_0 (до 0,5 кэВ) глубина генерации и аккумуляции зарядов $R_0 < d$ и сопоставима с глубиной выхода ВЭ (порядка 10 – 20 нм) в ПММА, а $\sigma > 1$. Поэтому в указанном диапазоне происходит преимущественно положительная зарядка диэлектрика, причем величина $+V_S$ в равновесном состоянии, когда σ стремится к единице, равна нескольким вольтам.

При энергиях облучения E_0 в диапазоне 0,5-1,0 кэВ начинается отрицательная зарядка (отметим еще раз, что в этой области по прежним представлениям ожидалась положительная зарядка, т.к. $E_0 < E_{2C}$). В этой же области лежит низковольтная критическая энергия $E_0 = E_{cr1}$, при которой происходит смена полярности знака у V_S , т.е. точка, где $V_S = 0$ В. Это значение для ПММА лежит в районе $E_0 = 0,4 \div 0,6$ кэВ, причём толщины слоев положительного и отрицательного зарядов и их величины приблизительно равны друг другу ($\lambda = R_0, Q_+ = Q_-$), что и обуславливает полное отсутствие зарядки. В области 1 кэВ< $E_0 < E_{cr2}$ отчетливо наблюдается отрицательная зарядка, причем чем больше d, тем больше значение $-V_S$. Этот диапазон отвечает условию $\lambda < R_0 < d$, а значение $-V_S$ сначала резко увеличивается, достигая максимума, затем с ростом E_0 и R_0 , более плавно уменьшается по абсолютной величине и достигает нулевого значения в точке E_{cr2} , индивидуальную для каждой толщины пленки d. Эти точки E_{cr2} могут использо-

ваться в высоковольтной литографии, т.к. при этих значениях $R_0 \geq 2d$ и образуется сквозной ток I_T , уносящий на подложку избыточные отрицательные заряды (электроны), в результате чего $V_S = 0$ В. Например, для пленки ПММА толщиной 0,4 мкм указанная энергия равна $E_0 = E_{cr2} = 5$ кэВ, для пленки d = 1,4 мкм $E_0 = E_{cr2} = 10$ кэВ, а для пленки d = 4 мкм имеем $E_0 = E_{cr2} = 19$ кэВ. Но, с другой стороны, хотя при $E_0 > E_{cr2}$ возникает слабый положительный потенциал в единицы эВ, вносящий ошибку (незначительную, вследствие высокой энергии E_0) в позиционировании зонда, при более высоких энергиях экспонирования, например 30 - 50 кэВ, достигается повышенное латеральное разрешение в толщине плёнки, что является решающим обстоятельством в современной литографии. Именно этим обстоятельством страфии с применением сфокусированных пучков электронов с энергией $E_0 \geq 20$ кэВ.

Резюмируя результаты изложенных здесь исследований, приходим к ряду практически очень важных выводов. Во-первых, при экспонировании сравнительно больших участков резиста даже небольшие поверхностные потенциалы зарядки (единицы вольт) при любых E_0 могут вносить значительные ошибки в позиционированнии электронного зонда (единицы и десятки нм), вследствие больших протяженностей полей рассеяния. Во-вторых, всегда можно найти такую энергию электронного пучка E_0 , которая не вызывает зарядки резиста определённой толщины d. Для этих взаимосвязанных параметров электронной литографии поверхностный потенциал $V_S = 0$, и поэтому вообще не наблюдаются ошибки позиционирования и дисторсия. Эти две индивидуальные для каждой толщины и материала резиста кардинальные энергии E_{2C} для низко- и высоковольтной литографии трудно поддаются оценочным расчётам, но относительно легко определяются по предложенной здесь комплексной методике.

В § 2.6 диссертации обсуждается новый взгляд на контраст изображений локально заряженных диэлектриков в РЭМ. Констатировано, что формирование контраста изображений локально заряженных диэлектрических мишеней в РЭМ зависит не только от вторично-эмиссионной характеристики облучаемой мишени, но и от ряда других факторов. В частности показано и экспериментально подтверждено, что в формировании контраста изображений диэлектриков существенную роль играют третичные электроны, порожденные на полюсном наконечнике РЭМ ускоренными в поле зарядов высоко-энергетическими вторичными электронами. Вопреки прежним представлениям показано, что в области энергий E_0 , где полный коэффициент эмиссии $\sigma > 1$ возможен как отрицательный, так и положительный контраст изображений заряженных фрагментов образца.

В третьей главе уточнены основные закономерности механизма зарядки диэлектрических мишеней при электронном облучении.

Вначале дается критический анализ отдельных аспектов существующих теоретических и экспериментальных результатов исследований процесса зарядки диэлектриков электронными пучками различных энергий, приводятся типичные спорные результаты из различных публикаций последнего времени.

Одна из причин дискуссий проистекает из-за того, что в настоящее время не разработаны технические средства для одновременного измерения полного коэффициента эмиссии электронов σ в зависимости от текущей фактической энергии облучающих электронов E_L и поверхностных потенциалов зарядки V_S , определяющих эту энергию. Такая информация могла бы пролить свет на многие нестыковки между теорией и экспериментом. Однако, если эмиссионные характеристики для незаряжающейся мишени, получаемые при облучении короткими импульсами электронного пучка при различных исходных энергиях E_0 , достаточно хорошо изучены, то полностью отсутствуют аналогичные характеристики $\sigma(E_L)$ для заряжающихся в процессе облучения диэлектриков.

При перманентной отрицательной зарядке мишени текущая энергия первичных электронов E_L уменьшается от исходной стартовой $E_0 = E_L$ до равновесного значения $E_L = E_{2S}$ на величину, определяемую потенциалом зарядки поверхности V_S , а именно: $E_{2S} = E_0 - eV_S$. В опубликованных работах определялись только характеристики коэффициента вторичной электронной эмиссии δ как функции E_0 , но отсутствуют данные о реальном текущем значении $\sigma(E_L, t)$. В то же время, указанная характеристика очень значима, так как противоречивы объяснения влияния эффектов зарядки мишени на моментальные значения $\sigma(E_L)$. С одной стороны, при отрицательной зарядке в подповерхностной области мишени образуется сильное внутреннее электрическое поле F_{in}, которое снижает работу выхода ВЭ, что должно приводить к увеличению коэффициента δ . Но с другой стороны, образующийся за счет ухода ВЭ положительный слой заряда на поверхности мишени повышает потенциальный барьер поверхности, что приводит к уменьшению эффективного значения δ . Таким образом, поведение характеристики $\delta(E_L)$ для заряжающегося диэлектрика пока не было установлено, и не было ответа на вопрос увеличения или уменьшения значения $\sigma(E_L) = \delta + \eta$ по сравнению со случаем незаряженного диэлектрика для любого значения $E_0 \ge E_{2C}$, где E_{2C} вторая кроссоверная энергия первичных электронов, которая соответствует pabence by $\sigma = 1$.



Рис. 8. Зависимости равновесного значения поверхностного потенциала V_S от низких (а) и высоких (б) энергий первичного пучка электронов E_0 для разных материалов мишени: MgO, Тефлон, Керамика Al_2O_3 , Сапфир Al_2O_3 и $LiTaO_3$.

Вторую неясность представляет поведение σ при выборе стартовой энергии $E_0 = E_{2C}$, когда должен бы соблюдаться баланс токов приходящих и уходящих с образца электронов ($\sigma = 1$) и мишень предполагается незаряжающейся. Но наши эксперименты убедительно констатируют, что и в этой ситуации диэлектрик заряжается отрицательно, сдвигая значение кроссоверной энергии от исходного значения E_{2C} до нового равновесного значения E_{2S} . В указанном интервале энергий первичных электронов $(E_{2C} \div E_{2S})$ в начальные моменты времени зарядки значение $\sigma > 1$, но затем почти моментально уменьшается, и стремится к единице, причем мишень продолжает заряжаться отрицательно. И здесь возникает новый, важный вопрос, пока что не находивший ответа: почему резко (в разы) уменьшается коэффициент эмиссии δ в этой области энергии E_0 , в которой для незаряженного диэлектрика δ обычно много больше единицы. Отметим, что наблюдающийся в этой ситуации дефицит ВЭ проистекает вопреки наличию сильного, отталкивающего ВЭ поля, образованного слоем аккумулированного при облучении отрицательного заряда.

Значительные разногласия в интерпретации результатов исследований связаны с очень сложным механизмом зарядки диэлектриков, в котором одновременно происходит ряд самосогласующихся процессов: аккумуляция зарядов, вторичная электронная эмиссия, радиационно-стимулированные токи, релаксация носителей, образование сильных внутренних полей и т.д. Без учета любого из этих явлений картина зарядки диэлектриков не является исчерпывающей и приводит к противоречиям и даже ложным выводам. Еще более поразительны разночтения в определении времени зарядки одних и тех же диэлектрических мишеней в зависимости от дозы облучения — от единиц



Рис. 9. Временные характеристики параметров зарядки массивного тефлона $(CF_2)_n$ (толщиной ~ 1 мм): ток эмиссии ВЭ I_{σ} , поверхностный потенциал V_S , ток утечки I_D и аккумулированный суммарный заряд Q, при $E_0 = 5$ кэВ, $I_0 = 10$ пА в двух разных режимах сканирования: «точка» и «площадка 100×100 мкм²».

и сотен миллисекунд до десятков и сотен секунд. В диссертации рассмотрены и объяснены некоторые фундаментальные противоречия во временных характеристиках зарядки диэлектрических мишеней при их электронном облучении электронами с энергией от сотен эВ до 20 кэВ.

Далее в диссертации излагается обширный экспериментальный материал по комплексному исследованию различных диэлектрических мишеней, отличающихся как физическими параметрами материалов диэлектриков, так и экспериментальными условиями. На рис. 8 представлены сводные графики, отражающие зависимости равновесного потенциала V_S от энергии облучающих электронов E_0 . Результаты получены при одинаковых экспериментальных условиях: ток зонда РЭМ $I_0 = 1$ нА, площадь облучения $a^2 = 100 \times 100$ мкм² в режиме телевизионной развертки (6 мсек/кадр).

Несмотря на то, что по абсолютной величине $-V_S(E_0)$ для сегнетоэлектриков несколько ниже, чем для всех остальных диэлектриков, видно, что их равновесные потенциалы мало отличаются друг от друга. Этот факт не очевиден с первого взгляда и опровергает утверждения в ряде публикаций, что потенциал поверхности зависит от таких фундаментальных параметров диэлектриков, как диэлектрическая проницаемость ε_r , плотность ловушечных центров N_t , удельное сопротивление R_{γ} . Но для представленных здесь диэлектриков эти параметры по величине отличаются в разы, в то время как их зарядовые потенциалы почти равны друг другу. Действительно, например, диэлектрическая константа ε_r : для сегнетоэлектриков ε_r велика и варьируется от 40 до 100, $\varepsilon_r(MgO) = 9.8$, $\varepsilon_r(Al_2O_3) = 9$, а для тефлона



Рис. 10. Временные характеристики параметров зарядки MgO: (a) при энергии первичного пучка $E_0 = 0,2$ кэВ и $E_0 = 0,6$ кэВ, (б) при $E_0 = 4$ кэВ и $E_0 = 10$ кэВ, снятые при токе первичного пучка $I_0 = 4$ нА, площадь облучения 100×100 мкм².

 $\varepsilon_r = 2$. Удельное сопротивление R_{γ} : для $LiTaO_3 R_{\gamma} \cong 10^{12}$ Ом×см; для MgO и $Al_2O_3 R_{\gamma} = 10^{13}$ Ом×см; для тефлона $R_{\gamma} = 10^{14}$ Ом×см. Плотности ловушек электронов N_t : от $N_t = 10^{16}$ см⁻³ для чистых монокристаллов (например, сапфир, MgO) до $N_t = 10^{18}$ см⁻³ для полимеров, органических диэлектриков и вплоть до $N_t = 10^{19} - 10^{20}$ см⁻³ для аморфных материалов, таких как керамика (Al_2O_3 , дегуссит). Этот результат опровергает мнение, что величина максимального потенциала зарядки зависит от ε_r и N_t .

В то же время, эти параметры влияют на время равновесной зарядки τ , что демонстрируют рис. 9 и рис. 10, на которых представлены динамические характеристики параметров зарядки V_S как функции времени облучения t. Наиболее быстро заряжается до отрицательных равновесных значений полимерный диэлектрик (тефлон, ПММА) (рис. 9), медленнее — поликристаллы оксидов (рис. 10) и наиболее долговременно — монокристаллы и керамика.

На представленных рисунков 9, 10 и 3 видна одна общая тенденция: вторично-эмиссионные характеристики I_{σ} достигают насыщения (для всех диэлектриков!) за время t, много меньшее, чем аккумулируемый заряд Q(t)и порожденный им потенциал V(t). Причинам этого явления уделено в диссертации особое место. Объяснение этого кажущегося противоречия предложено в работе на основе новой модели зарядки диэлектриков, суть которой наглядно демонстрируется на рис. 11, где преведены типичные результаты демонстрационных измерений поверхностного потенциала V_S , текущей энергии облучающих электронов E_L , тока эмиссии электронов I_{σ} в поликристалле Al_2O_3 в зависимости от времени облучения t. Параметры облучения: $I_0 = 1$ нА, $E_0 = 5$ и 10 кэВ, доза облучения 10^4 нКл/см²·сек.



Рис. 11. Представление временных характеристик зарядки диэлектрика на примере поликристалла Al_2O_3 .

Основные выводы из анализа результатов измерений следующие. Вопервых, время полной зарядки $V_S(t)$ лежит не в миллисекундном диапазоне, а равно десяткам секунд, что подтверждается и зависимостью Q(t). Однако характеристика тока эмиссии $I_{\sigma}(t)$ является более кратковременной, чем $V_S(t)$ и Q(t), поэтому по времени достижения квазиравновесного значения $I_{\sigma} = 1$ нельзя судить о времени наступления равновесного состояния — полной зарядки диэлектрической мишени. Время достижения $I_{\sigma} = 1$ характеризует только первую, быструю составляющую времени зарядки (до 1 секунды). Затем наступает вторая, долговременная стадия зарядки (от единиц до сотен секунд), характеризующаяся перераспределением зарядов +Q и -Q и их растеканием.

Зависимость $\sigma(E) = \delta(E) + \eta$ представлена на рис. 11(б), где принято $\eta = 0,2$, а на рис. 12 приводится качественная временная зависимость δ от значения текущей энергии облучающих электронов $E_L(t) = E_0 - qV_S(t)$.

Равновесное значение потенциала V_{S0} достигается при этом не при энергии E_2 , а при $E_{2C} < E_2$, причем время t установления равновесной за-



Рис. 12. Качественное представление трансформации эмиссионной характеристики $\sigma(E)$ диэлектрика при зарядке с указанием временной диаграммы этой характеристики

рядки можно условно разделить на две составляющие: кратковременную t_1 и долговременную t_2 . За время t_1 (порядка долей и единиц секунд) значение σ достигает единицы, но отрицательная зарядка продолжается и потенциал $V_S = (E_0 - E'_{2C})/q$ растет (см. рис. 12).

Этот дополнительный рост потенциала ΔV происходит более медленно, за время t_2 , равное от единиц до сотен секунд (рис. 11(б)). В результате величина $\sigma(t, E)$ идет к значению $\sigma = 1$ в точке E_{2C} следуя не представляемому значению графика, обозначенного штрихом на рис. 12 и не по сплошной расчетной линии до точки с энергией E_2 , а по характеристике, приведенной сплошной линией со стрелками. Таким образом, при начальной энергии облучения E_0 при t = 0 имеем $\sigma \simeq 0.5$, затем σ быстро растет до значения $\sigma = 1$ уже при энергии E'_{2C} , но при этом потенциал зарядки V_S все еще значительно меньше V_{S0} (смотри рис. 11 и 12).

После достижения приближенного равенства $\sigma \leq 1$ в точке E'_{2C} продолжается накопление отрицательного заряда Q, что вызывает дальнейшее уменьшение энергии падающих электронов E_L вплоть до равновесного значения $E_{2C} < E_2$, при котором фиксируется равновесный потенциал $V_{S0} = (E_0 - E_{2C})/q$. Возможное объяснение этого парадоксального явления состоит в следующем. При действительной энергии облучающих электронов, быстро меняющейся от E_0 до E'_{2C} , возникает зарядка поверхности величиной в единицы кВ. При этом между тонким положительно заряженным приповерхностным слоем (вследствие эмиссии ВЭ) толщиной $\lambda_{ef} = s \ll R_0$ и более протяженным отрицательным слоем толщиной R_0 (см. рис. 11) возникает сильное электростатическое поле:

$$F_{in} = \frac{V_{-} - V_{+}}{R_0} = I_R \cdot R_{\gamma} \cdot a^{-2}, \qquad (4)$$

где V_- и V_+ — потенциалы отрицательно и положительно заряженных слоев диэлектрика, R_{γ} — удельное сопротивление в облучаемой области, определяемое электронно-индуцированной проводимостью диэлектрика. Генерируемое приповерхностное поле F_{in} , в свою очередь, вызывает два сопутствующих эффекта. Во-первых, понижается работа выхода для ВЭ, т.е. значение электронного сродства χ для диэлектриков, что повышает вероятность выхода ВЭ на величину от 5 до 10% (при уменьшении χ на доли эВ). Но более весом второй фактор влияние F_{in} на величину δ , заключающийся в том, что под воздействием внутреннего поля значительно увеличивается эффективная глубина выхода s для ВЭ: s (F_{in}) = $s_0 \exp(\beta \cdot F_{in})$, где s_0 — средняя глубина выхода ВЭ в отсутствие поля, $\beta \simeq 10^{-7}$ (В/см)⁻¹ — параметр затухания поля в материале Al_2O_3 . Оценки по формулам этим формулам дают более чем двукратное увеличение значения δ под воздействием F_{in} .

Дальнейшему нарастанию $\delta = f(E)$ препятствует закон сохранения токов $I_0 = I_Q + I_\sigma$ и противоборствующий эффект рекомбинации ВЭ в области всё нарастающей плотности положительного заряда ($\sigma \ge 1$). В этом ионизированном за счет эмиссии ВЭ Q_+ - слое создаются новые центры захвата вторичных электронов, что модифицирует δ . Таким образом, уменьшение σ происходит не из-за возврата их части обратно на поверхность, а из-за того, что вообще все меньшая часть ВЭ выходит из поверхности. Этот эффект подобен уменьшению эффективной длины свободного пробега λ ВЭ, а тем самым и глубины выхода $\lambda_{ef} = 3\lambda$ ВЭ.

Иными словами коэффициент δ сдерживает свой рост из-за включения в процесс эмиссии электронов эффекта прилипания внутренних ВЭ на вновь порождаемые центры захвата. Одновременно при приближении к состоянию равновесия все большее действие оказывает уравновешивающий механизм радиационно-стимулированного тока между заряженными слоями диэлектрика, нивелирующий дальнейшее накопление зарядов в каждом слое. В то же время начинается довольно медленная (единицы и десятки секунд) Максвелловская релаксация (растекание) отрицательного заряда в необлученные участки диэлектрической мишени. При положительной зарядке образца (при $E < E_2$) в действие вступает еще один сдерживающий механизм эмиссии воздействие на ВЭ возвратного электрического поля над поверхностью, что способствует быстрому установлению равновесного значения $V_S = V_{S0}$.



Рис. 13. Демонстрация согласования эмиссионных характеристик $\delta(E_0)$ незаряженного диэлектрика, потенциалов V_S , критических энергий E_{0m} , E_{2S} , E_{2C} и соответствующих глубин пробега первичных электронов R.

Зависимость δ от энергии облучающих электронов E_L и длины свободного пробега электронов λ_0 выражается известным соотношением:

$$\delta = \frac{A\lambda_0 E_L}{E_i R} \left(1 - exp\left(-\frac{BR}{\lambda_0}\right) \right),\tag{5}$$

где R — средняя глубина пробега первичных электронов, в данном случае средняя глубина генерации ВЭ, E_i — энергия генерации ВЭ, A и B — параметры, зависящие от материала мишени. Приняв для Al_2O_3 $E_i = 28$ эВ, R [нм] = $20E_L^{1,8}$ [кэВ], A = 0.2, B = 1.45, а среднюю глубину выхода ВЭ равной 3λ , получим на основе (5) расчётные графики, представленные на рис. 13 вверху. Графики получены при следующих параметрах: $\eta = 0.2$, $E_{SE} = 4$ эВ, $\lambda_0 = 10$ нм (кривая 1), $\lambda_0 = 20$ нм, $E_{SE} = 6$ эВ (кривая 2), $E_0 = 10$ кэВ. Видно, что более высокие значения λ_{ef} и E_{SE} , которые достигаются при отрицательной зарядке диэлектрика, способствуют возрастанию выхода ВЭ. При этом равновесная точка $E_{2C}(\sigma = 1)$ сдвигается вправо по оси энергий, что

учитывается и подтверждается в нашей модели кинетики зарядки диэлектриков. Что касается параметров A и B (см. уравнение 5), определяющих вероятность преодоления внутренним вторичным электроном потенциального барьера у поверхности, то они также изменяются под влиянием генерируемого в заряженном диэлектрике поле.

Для более полного понимания предлагаемого в настоящей работе нового сценария зарядки диэлектрических мишеней рассмотрим детально связь между основными параметрами и их трансформацию в зависимости от энергии облучающих электронов E₀. Схематично эти закономерности можно понять из рассмотрения рис. 13. При стартовой энергии облучающих электронов E_{0m} , при которой коэффициент ВЭ δ имеет максимальное значение (E_{0m} равен сотням эВ), глубина пробега первичных электронов R_m приблизительно равна глубине выхода ВЭ λ_{ef} . При этом образуется только положительный заряд Q₊ (максимальный) и, соответственно, максимальный положительный поверхностный потенциал $+V_S$. Положительный потенциал $+V_S$ образуется в сравнительно небольшом интервале $E_1 < E_0 < E_{2S}$ с максимумом при энергии E_{0m} . Только в этом диапазоне имеет место возврат части ВЭ (ток I_r на рис. 13) обратно на поверхность, что регулирует процесс установления равновесия $\sigma \to 1$ при слабом (единицы вольт) положительном потенциале +V_S. Этот факт, экспериментально подтвержденный в диссертационной работе, опровергает широко распространённое мнение, что +V_S образуется во всём диапазоне энергий $E_m \leq E_{2C}$. При несколько более высокой энергии $E_{2S} \approx 2E_{0m}$ имеем следующую ситуацию: $R_{2S} \approx 2\lambda_{ef}$ и помимо положительного заряда Q_+ формируется отрицательный заряд Q_- , причем $|Q_+| = |Q_-|$. Следовательно, именно при Е_{2S} образец не заряжается и поверхностный потенциал $V_S = 0$ (см. рис. 13, внизу).

Уже при энергиях $E_0 > E_{2S}$ мишень начинает заряжаться отрицательно, хотя $E_{2S} < E_{2C}$. Случай, когда $E_0 = E_{2C}$, отражён на рис. 13 более детально, т.к. при больших энергиях $E_0 > E_{2C}$ картина, в общем, аналогична. Итак, при $E_0 \ge E_{2C}$ толщина слоя аккумулированного отрицательного заряда $R_{2C} \gg \lambda_{ef}$, $Q_- > Q_+$ и мишень всегда заряжается отрицательно до потенциала $-V_S$, равного сотням и тысячам эВ. Бесконечному нарастанию $Q_+(t)$ и $Q_-(t)$ в процессе облучения препятствует не столько конечное число ловушечных центров N_t материала диэлектрика ($N_t = 10^{16} \div 10^{21}$ см⁻³), сколько регулирующий электронно-индуцированный ток I_{RIC} между противоположно заряженными слоями (аналог наведённого тока в полупроводниках), перманентно уменьшающий концентрации Q_+ и Q_- .

Вследствие малой подвижности дырок, положительный заряд Q_+ из области его генерации почти не расплывается, в то время как отрицательный

заряд (электроны) под действием генерируемого внутреннего поля F_{in} pacteкается вне область облучаемого объема диэлектрика (на рис. 13 показано не направления поля F_{in} , а направление вектора силы \bar{F}_e , действующий на электроны). Это важный момент в нашей модели недостаточно должно отражён в предшествующих исследованиях. Однако он играет ключевую роль во временных характеристиках наступления равновесного состояния зарядки V_{S0}. Действительно, под действием поля F_{in} отрицательного заряда электроны выходят за границы облучаемой области R_{2C} на расстояние L (см. рис. 13), заполняя по пути следования новые ловушки. Место вышедших из начального объема электронов, как части первичных, так и освобождённых под действием внутреннего поля из мелких ловушечных центров, заполняют вновь приходящие первичные электроны. Таким образом происходит непрерывная подпитка равновесных зарядов в объеме облучения, что в сумме с ушедшими из объема (дрейф и диффузия) электронами создает дополнительный заряд $\Delta Q_{-}(t)$, и соответственно дополнительный потенциал $-\Delta V_{\rm S}(t)$. Этот процесс растекания до наступления полного равновесия определяется временем релаксации зарядов $\tau = \varepsilon_0 \varepsilon_r R_\gamma$, где R_γ есть удельное сопротивление материала мишени. В итоге электроны заряжают дополнительную область с характерным линейным размером L, равным:

$$L = \mu_e F_{in} \tau = \mu_e F_{in} \varepsilon_0 \varepsilon_r R_\gamma. \tag{6}$$

Как величина равновесного потенциала $-V_S(E_0)$, так и связанная с ним напряжённость поля F_{in} , как показали наши эксперименты, приблизительно равны друг другу для различных типов диэлектриков, например, для $E_0 = 10$ кэВ поверхностный потенциал $-V_S \simeq 7$ кВ, поэтому $F_{in} \simeq 10^7$ В/см. Вклад подвижности электронов μ_e и удельного сопротивления R_{γ} в (6) по порядку величины в большинстве диэлектриков уравновешивают друг друга, поэтому значение τ и L определяется в решающей мере ε_r , что дает оценочные значения $\tau = 20 \div 100$ сек и $L = 0.5 \div 2$ мкм для материалов с $\varepsilon_r = 2 \div 10$, $\mu_e \simeq 10^{-11}$ см²/В·с, $R_{\gamma} = 10^{13}$ Ом·м.

Основной вывод изложенных здесь результатов исследований заключается в том, что хотя процессы зарядки диэлектрических мишеней и являются самосогласующимися и взаимозависимыми, но доминирующим (ведущим) эффектом является накопление отрицательного заряда и, соответственно, рост потенциала зарядки, определяющего спад энергии облучающих электронов, а вот уже в качестве ведомого, подстраивающегося процесса, является изменение коэффициента вторичной электронной эмиссии в зависимости от потенциала поверхности и от внутреннего поля зарядов. По этой причине происходит задержка по времени наступления равновесия двух фун-



Рис. 14. Зависимость поверхностного потенциала V_S и тока утечки и смещения I_{L+D} ниобата лития $(LiNbO_3)$ (a) — от времени облучения током $I_0 = 1$ нА при энергии первичного пучка $E_0 = 0,2$ кэВ и 1 кэВ; (б) нормированного на I_0 , вторичной электронной эмиссии и текущей энергии падающих электронов E_L от времени.

даментальных параметров зарядки: тока эмиссии (кратковременный процесс) и потенциала зарядки (долговременный процесс). Долговременная составляющая роста аккумулируемого заряда Q и соотвтетствующего потенциала V_S определяются временем растекания заряда из пределов облучаемой поверхности.

И, наконец, в последней части работы приводятся результаты измерений характеристических параметров зарядки для типичных сегнетоэлектриков: ниобата лития и танталата лития. Представляется, что такие комплексные измерения для указанных сегнетоэлектриков проведены впервые, поэтому они вызывают определенный интерес, хотя и носят предварительный ознакомительный характер. Но представленные результаты дают информацию о специфике зарядки сегнетоэлектриков в сравнении с диэлектриками.

На рис. 14(а) приводятся зависимости поверхностного потенциала $V_S(t)$ зарядки кристалла ниобата лития $LiNbO_3$, токов смещения и утечки $I_{L+D}(t) = I_L(t) + I_D(t)$ от времени облучения площадки $a^2 = 100 \times 100$ мкм², током $I_0 = 1$ нА при $E_0 = 0,2$ и 1,0 кэВ. Во всём интервале энергий E_0 облучающих электронов от 0,2 до 1,0 кэВ наблюдается отрицательный результирующий потенциал на поверхности -Z срезов сегнетоэлектриков, хотя при облучении электронами в этой области $\sigma > 1$, что вызывает положительную зарядку поверхности. Отсюда следует, что генерируемый дополнительный потенциал $+V_S$, вызванный электронным облучением, не полностью компенсирует исходный отрицательный потенциал $-V_P$ поляризованного домена сегнетоэлектрика. Постепенно значение $-V_S$ уменьшается с ростом дозы облучения.

При $E_0 \ge 1$ кэВ потенциал V_S возрастал со временем облучения, но коэффициент $\sigma(t)$ и здесь достигал равновесного значения быстрее, чем $V_S(t)$ (рис. 14(б)).

Основные результаты и выводы

- 1. Установлено, что самосогласующееся явление зарядки диэлектрических мишеней под воздействием электронного облучения не может быть описано на основе общепринятой электростатической модели зарядки емкостей, а требует учёта двойного слоя зарядов, сильных внутренних электрических полей, электронно-индуцированных токов между противоположно заряженными слоями, а также дрейфа и диффузии носителей заряда.
- 2. Сравнительно быстрая составляющая времени зарядки (миллисекунды и секунды) определяется временем заполнения ловушек в материале диэлектрика. Долговременная составляющая зарядки (десятки и сотни секунд) определяется временем растекания зарядов из облучаемого участка мишени.
- 3. Экспериментально подтверждено, что в процессе зарядки ведущим механизмом выступает электрический потенциал, а уже ведомым, подстраивающимся процессом является эмиссия электронов. Равновесное значение эмиссии электронов σ = 1 достигается при значительно меньших временах облучения, чем равновесный потенциал V_{S0}.
- 4. Кратное быстрое увеличение полного коэффициента эмиссии электронов σ в области $E_0 > E_{2C}$ (где $\sigma < 1$) до значения $\sigma = 1$ объясняется влиянием образующегося внутреннего поля у поверхности, которое увеличивает эффективную глубину выхода ВЭ и снижает их работу выхода. Кратное быстрое уменьшение σ в области $E_0 < E_{2C}$ (где $\sigma > 1$) объясняется повышением значения работы выхода, уменьшением эффективной глубины выхода ВЭ, а также усиленной прямой рекомбинацией электронов в слое генерированного при облучении положительного заряда.
- 5. Значение равновесной критической энергии облучающих электронов $E_L = E_{2S}$ не является константой, а зависит для каждого материала диэлектрика от энергии первичных электронов E_0 .
- При электронной литографии существуют такие значения энергии первичных электронов E₀, при которой электронный резист не заряжается, и, соответственно, полностью отсутствуют артефакты позиционирования

электронного зонда. Эта энергия индивидуальна для выбранной толщины и материала диэлектрика, а также материала подложки.

7. Контраст «зарядовых пятен» в сканирующей электронной микроскопии диэлектриков в решающей мере обусловлен третичными электронами, генерированными на соответствующих элементах камеры РЭМ при их переоблучении истинно вторичными электронами с образца, ускоренными до килоэлектронвольтных энергий под воздействием поверхностных потенциалов.

Список публикаций по теме диссертации

- 1. 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 // Известия РАН. Серия физическая. 2010. Т. 74. Вып. 7. С. 1020-1028.
- 2. Рау Э.И., Татаринцев А.А. Контраст изображений локально заряженных диэлектриков в растровой электронной микроскопии // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. — 2012. — Вып. 11. — С. 47-54.
- 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 и астрономия. — 2013. — Вып. 2. — С. 34-37.
- 4. 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. Вып. 2. С. 1-11.
- 5. Милеев В.Н., Новиков Л.С., Евстафьева Е.Н., Рау Э.И., Сеннов Р.А., Татаринцев А.А. Моделирование зарядки диэлектрических мишеней под воздействием электронного облучения // Межвузовская научная школа молодых специалистов «Концентрированные потоки энергии в космической технике электронике, экологии и медицине». Сборник материалов конференции. Москва, 2009. С. 259.
- Евстафьева Е.Н., Рау Э.И., Сеннов Р.А., Татаринцев А.А., Фрейнкман Б.Г. Уточнение представлений о механизме зарядки диэлектрических мишеней // XXIII Российская конференция по электронной микроскопии. Сборник материалов конференции. — Черноголовка, 2010. — С. 101.
- 7. Рау Э.И., Гостев А.В., Евстафьева Е.Н., Орликовский Н.А., Татаринцев А.А., Трубицын А.В. Электронно-зондовый томографический комплекс на базе РЭМ для диагностики микро- и наноструктур // Международная конференция «Фундаментальные и прикладные исследования, разработка и применение высоких технологий в промышленности». Сборник материалов конференции. Санкт-Петербург, 2011. С. 285.

- 8. Рау Э.И., Татаринцев А.А. О взаимосвязи основных параметров зарядки массивных и пленочных диэлектриков при электронном облучении // XVII Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел. Сборник материалов конференции. — Черноголовка, 2011. — С. 64.
- Orlikovsky N.A., Rau E.I., Tatarintsev A.A. Electron-beam diagnostics microtomography and spectroscopy of microelectronics device structures // 37-th International conference on Micro and Nano Engineering. Proceeding of conference. — Berlin, 2011 г. — P-MEMS-005.
- Татаринцев А. А. Влияние толщины диэлектрических плёнок на их параметры зарядки электронами средних энергий // Российская конференция Молодых ученых «Физика-химия и технология неорганических материалов». Сборник материалов конференции. — Москва, 2011. — С. 637.
- Evstafeva E.N., KnjazevM.A., Rau E.I., Svintsov A.A., Tatarintsev A.A., Zaitsev S.I. The charging of PMMA-film resist in electron beam lithography // International Conference «Micro- and Nanoelectronics — 2012». Proceeding of conference. — Звенигород, 2012. — P. 2-25.
- 12. Евстафьева Е.Н., Князев М.Н., Рау Э.И., Татаринцев А.А. Сравнение методов измерения высоковольтных локальных потенциалов заряженных диэлектриков электронно-спектроскопического и порогового рентгеновского излучения // XXIV Российская конференция по электронной микроскопии. Сборник материалов конференции. — Черноголовка, 2012. — С. 276.
- Rau E.I., Evstafeva E.N., Tatarintsev A.A. The reason of distinction of experimental values of dielectrics electron-beam charging times // 15-th European Microscopy Congress. Proceeding of conference. — Manchester, Uk., 2012 г. — Р. 103.
- 14. Гостев А.В., Евстафьева Е.Н., Рау Э.И., Татаринцев А.А. Возможные причины противоречий в определении некоторых параметров зарядки диэлектрических мишеней // XVIII Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим метолам исследования твердых тел. Сборник материалов конференции. — Черноголовка, 2013. — С. 88.
- 15. Князев М.А., Рау Э.И., Свинцов А.А., Татаринцев А.А., Зайцев С.И. Отклонение электронного пучка, вызванное зарядкой диэлектрических пленок на проводящей подложке // XVIII Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим метолам исследования твердых тел. Сборник материалов конференции. — Черноголовка, 2013. — С. 116.