

## LITERATURA

1. Wesołowski K.: Metaloznawstwo t. III, WNT, Warszawa 1966.
2. Ciszewski B. i współpracownicy: Sprawozdanie WAT. Badania drutów z brązu berylowego /praca nie publikowana/. Warszawa 1970
3. Wolski K.: Opracowanie technologii produkcji drutów ze stopu CuBe<sub>2</sub>Co 0,2. Sprawozdanie ONPMP4-1970, II i III-1972 /praca nie publikowana/
4. Wolski K.: Badania nad technologią, strukturą i niektórymi własnościami brązu tytanowego. Materiały Elektroniczne 6, 1974
5. Beger A., Friedrich E.: Neue Hütte 16, 8, 1971
6. Ciszewski B. i współpracownicy: Sprawozdanie WAT. Badanie struktury i własności fizycznych cylindrycznych cienkich warstw magnetycznych oraz ich podłoża. Etap I, 1972 /praca nie publikowana/
7. Barreau G., Brunel G., Cizeron G., Lacombe P.: Étude de la diffusion dans le système Cu -Ag: Hétérodiffusion et diffusion chimique. Influence de faibles teneurs en Cr, Te, Ti et Zr, ajoutées au cuivre. Referat zgłoszony na Dni Francuskiego Stowarzyszenia Metalurgicznego. Paryż, październik 1970
8. Patej T. i współpracownicy: Sprawozdanie WAT. Badanie struktury i własności fizycznych cylindrycznych warstw magnetycznych oraz ich podłoża. Etap II, 1973 /praca nie publikowana/
9. Scharfenberger W., Schürumpf A. i Borchers H.: Diskontinuierliche Gefugereaktionen bei der Lösegluhung von Kupfer - Silber -Legierungen. Metall , 23, 11. Monachium 1969
10. Ciszewski B.: Fizyka kryształów. Defekty struktury krystalicznej 5, 11. WAT, Warszawa 1973

---

Marta PAWŁOWSKA

ONPMP

## Skaningowy mikroskop elektronowy jako narzędzie badań w technologii materiałów pomocniczych i elementów półprzewodnikowych

Rozwiązywanie wielu problemów nauki i techniki związane jest z koniecznością badania i kontroli małych fragmentów lub całych systemów, składających się z małych zespołów. Skaningowy mikroskop elektronowy jest cennym narzędziem badań, ponieważ z dużą głębią ostrości pozwala na wykonywanie takich obserwacji w szerokim zakresie powiększeń. W literaturze naukowej i technicznej istnieje wiele prac, zarówno przeglądowych [1,2] - ogólnie omawiających zasadę pracy, budowę i wykorzystanie skaningowych mikroskopów elektronowych, jak i specjalistycznych [3,4,5,6,7] poświęconych wybranym zagadnieniom, w rozwiązaniu których mikroskop skaningowy odegrał ważną rolę. Na łamach Biuletynu Informacyjnego - Półprzewodniki [8] opublikowany był artykuł E.Sadłowskiej o roli skaningowego mikroskopu elektronowego w dziedzinie badań niezawodności elementów półprzewodnikowych. Podaje on przegląd literaturowy prac związanych z tym problemem, omawia również szczegółowo zasadę pracy mikroskopu skaningowego i sposoby detekcji obrazów.

Niniejszy artykuł ma na celu przedstawić przykłady otrzymanych wyników badań za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego niektórych materiałów stosowanych w przemyśle elektronicznym oraz tranzystorów epiplanarnych. Badania wykonywane były za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego JSM-2 firmy JEOL. Skaningowy mikroskop elektronowy jest, dzięki dużej głębi ostrości obrazów, często wykorzystywany do badania ukształtowania przełomów i innych nie gładkich powierzchni. Obserwacje te możliwe są przy powiększeniach właściwych mikroskopii elektronowej przy pominięciu skomplikowanej techniki replik. Do badania ukształtowania powierzchni najczęściej bywa wykorzystywany obraz utworzony przez elektrony wtórne. Rozkład energetyczny elektronów wtórnych daje wprawdzie pewne odzwierciedlenie składu chemicznego, najbardziej czuły jest jednak na topografię powierzchni. Przy opracowaniach technologicznych badania udostępniane dzięki możliwościom mikroskopu skaningowego wykonywane były więc poprzez obserwację obrazów elektronów wtórnych. Poniżej przedstawiono przykłady uzyskiwanych obrazów podczas badań materiałów ceramicznych, stopów metali i past przewodzących. Przykłady uzyskiwanych obrazów przy badaniu ceramiki alundowej przedstawiają rys. 1, 2 i 3. Obserwacje znacznie powiększonego obrazu pozwalają oceniać wielkości ziaren, ich kształt i ułożenie; przy mniejszych powiększeniach - pozwalają na ocenę ich rozkładu w większych obszarach. Rys. 1 a i b przedstawia obrazy przy różnych powiększeniach powierzchni kształtki alundowej, rys. 2 a i b obrazy przełomu spiekanej kształtki ceramicznej, rys. 3 a i b - przełom spiekanej kształtki sprasowanego tlenku glinu pochodzącego ze szlamu. Rys. 4 przedstawia przykład obrazu ceramiki z dodatkiem itru. Kolejne rysunki to przykłady obrazów otrzymanych przy badaniu stopów WNiCu /rys. 5 i 6/. Próbki te różniły się warunkami obróbki termicznej /stopy te służą jako podkładki dylatacyjne w elementach mocy/.

Następne rysunki to przykłady stopów CuPb o różnych zawartościach ołowiu. Rys. 7 a i b przedstawia np. obraz ze stopu CuPb<sub>20</sub>, rys. 8 a i b - ze stopu CuPb1.

Inny przykład, ważny z punktu widzenia badań technologicznych, to rozkład ziaren w stopie służącym na kontakty AuGeI<sub>2</sub>. Po wytrawieniu ziaren germanu można było w dowolnie wybranym obszarze na przekroju wlewka wyraźnie obserwować jego mikrostrukturę.

Kolejne rysunki 9 i 10 - to przykłady obserwacji różnego rozmieszczenia ziaren w próbkach różniących się warunkami termicznymi przygotowania wlewków. Rys. 9 jest przykładem nierównomiernego rozkładu ziaren - w środku wlewka ziarna były znacznie większe; na rys. 10 obserwowano rozkład bardziej równomierny, lecz kształt ziaren był bardziej nieforemny. Wprawdzie rozkład ziaren był równomierny na przekroju wlewka, lecz ziarna różniły się znacznie między sobą wielkością.

Przy opracowaniach technologicznych past przewodzących mikroskop skaningowy odgrywa również pomocniczą rolę, dostarczając informacji o stanie rozdrobnienia i kształcie ziaren po różnych etapach procesów technologicznych. Przykładami są rysunki z próbek technologicznych oznaczonych ST-2 /rys. 11 a i b/, SC-8 /rys. 12 a i b/ i srebro molekularne /rys. 13 a i b/.

Również w zagadnieniach analizy uszkodzeń i prawidłowości przebiegu pracy elementów półprzewodnikowych i obwodów scalonych dużo informacji niedostępnych do uzyskania innymi metodami daje skaningowy mikroskop elektronowy. Umożliwia obserwację elementów w warunkach ich pracy - obserwacje kontrastu napięcia oraz obserwacje obrazu prądu indukowanego wiązka elektronów.

Obserwacje te pozwalają śledzić obrazy złącz elektrycznych, pomimo, że złącza te



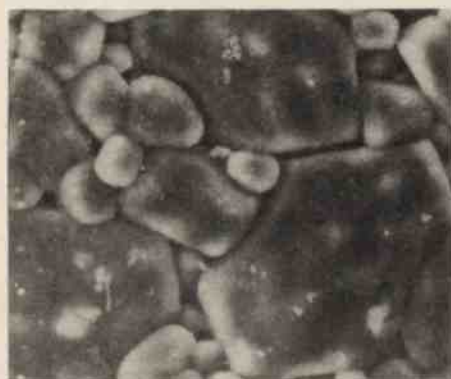
Rys. 1a i b. Obrazy powierzchni kształtki alundowej: a - powiększenie 6000x; b - powiększenie 1800x.



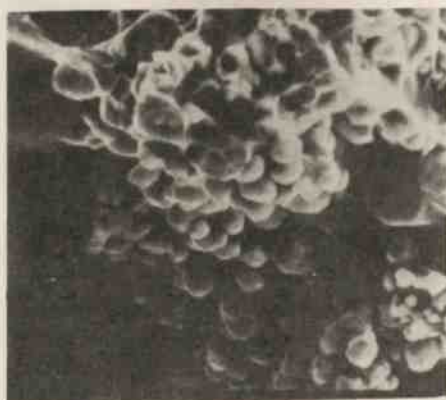
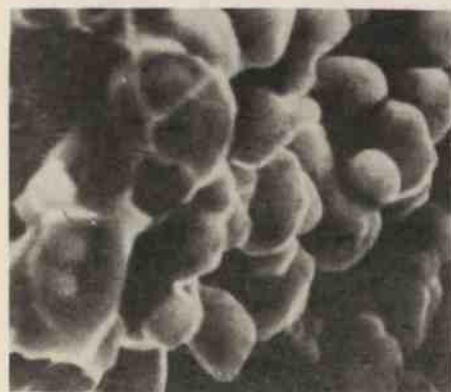
Rys. 2a i b. Obrazy przełomu spiekanej kształtki ceramicznej: a - powiększenie 1800x; b - powiększenie 600x.



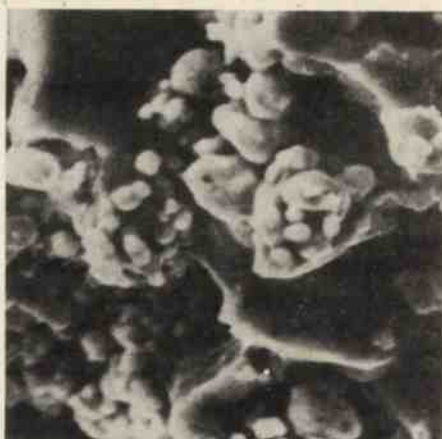
Rys. 3a i b. Obrazy przełomu spiekanej kształtki tlenku glinu, pochodzącego ze szlamu:  
a - powiększenie 5000x; b - powiększenie 3000x.



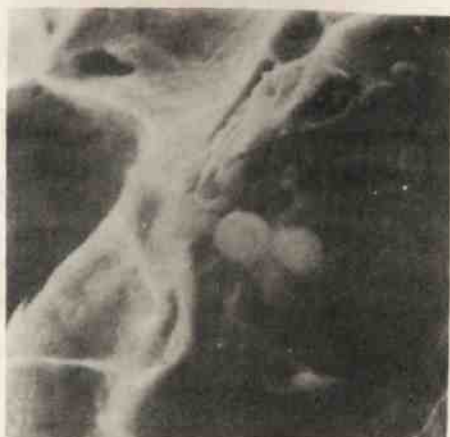
◀ Rys. 4. Obraz ceramiki z dodatkiem itru:  
powiększenie 1000x.



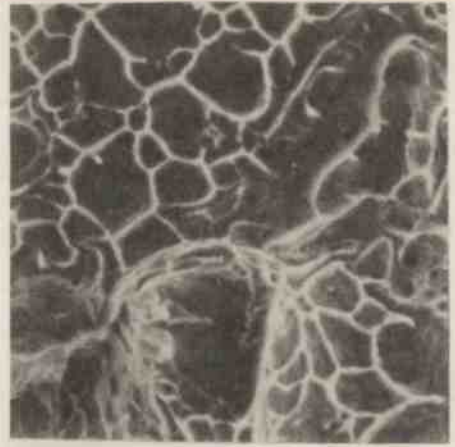
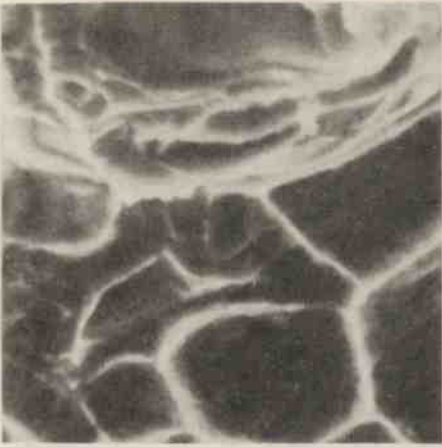
Rys. 5a i b. Obrazy przełomu stopu WNiCu -A: a -powiększenie 8000x; b -powiększenie 3000x.



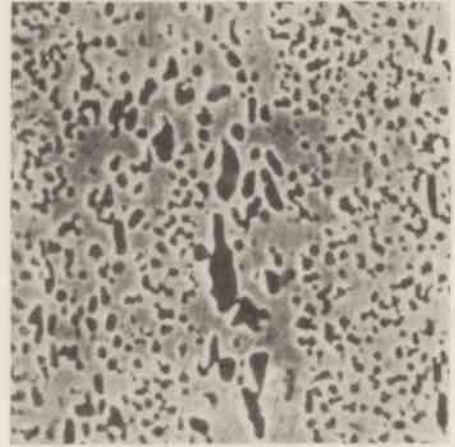
Ryys. 6a i b. Obrazy przełomu stopu WNiCu - B: a - powiększenie 8000x; b - powięk-szenie 3000x.



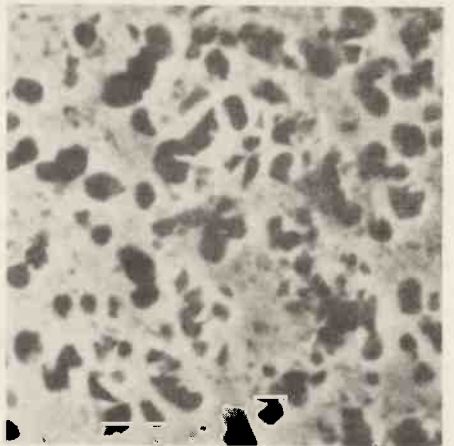
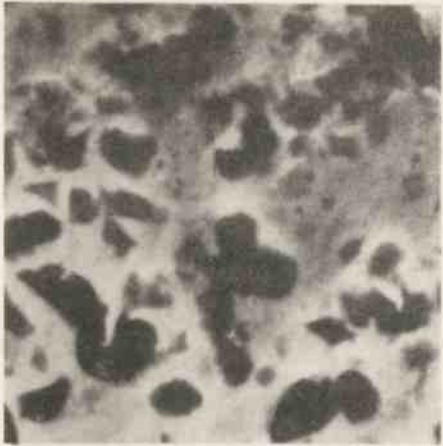
Ryys. 7a i b. Obrazy przełomu stopu CuPb20: a - powiększenie 3000x; b - powięk-szenie 10000x.



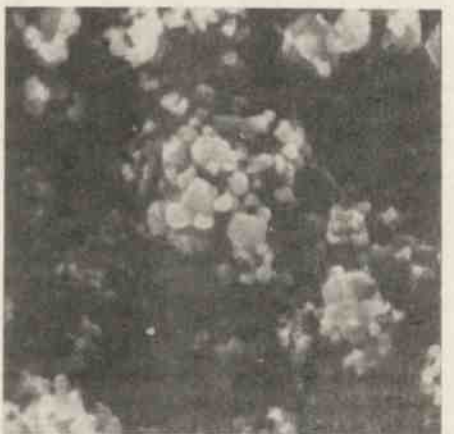
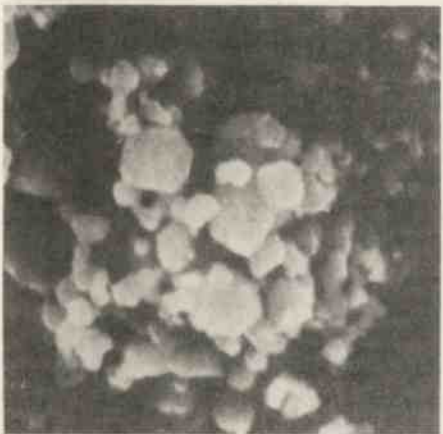
Rys. 8a i b. Obrazy przełomu stopu CuPb1: a - powiększenie 3000x; b - powiększenie 1000x.



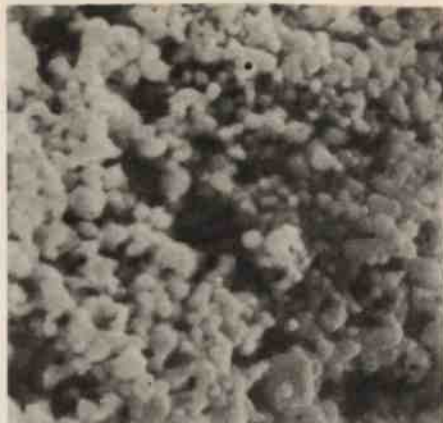
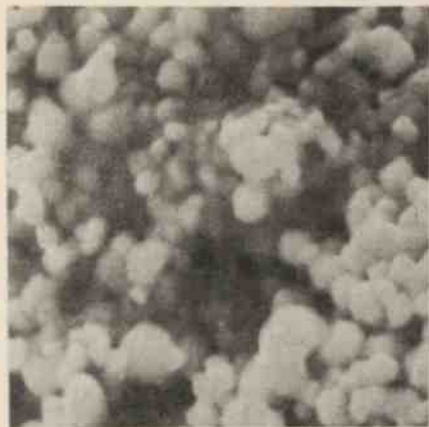
Rys. 9a i b. Obrazy wytrawionego szlifu stopu AuGe12 - A: a - powiększenie 5000x; b - powiększenie 1600x.



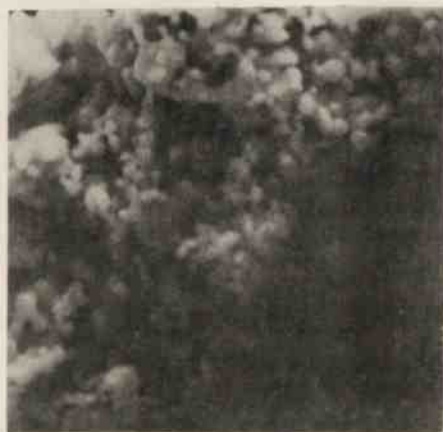
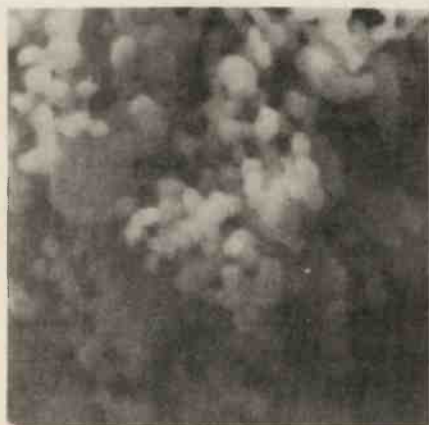
Rys. 10a i b. Obrazy wytrawionego szlifu stopu AuGe12 - B: a - powiększenie 10000x; b - powiększenie 5000x.



Rys. 11a i b. Obrazy pasty przewodzącej ST-2: a - powiększenie 10000x; b - powiększenie 5000x.

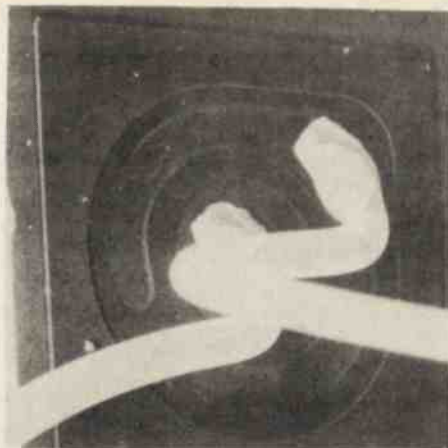


Rys. 12a i b. Obrazy pasty przewodzącej SC-8: a - powiększenie 10000x; b - powiększenie 5000x.

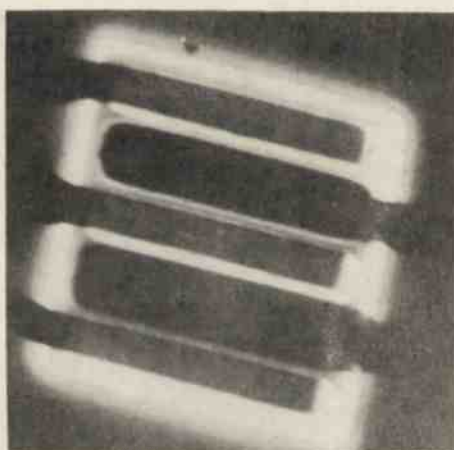
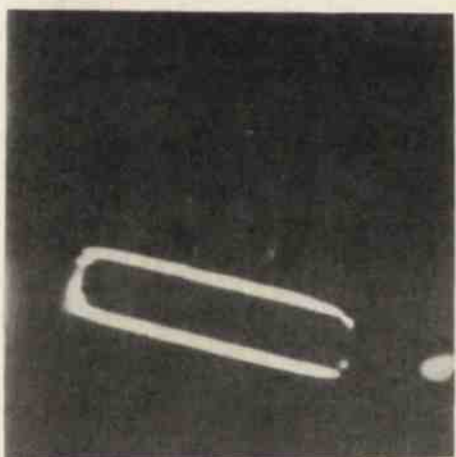


Rys. 13a i b. Obraz srebra molekularnego: a - powiększenie 10000x; b - powiększenie 5000x.



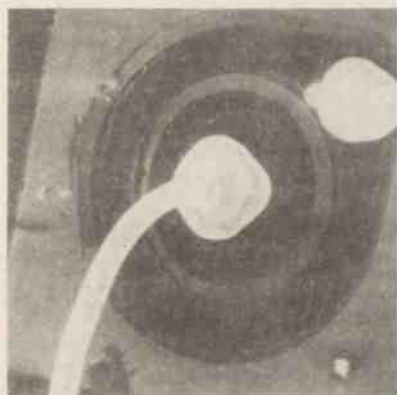


Rys. 14a i b. Obrazy tlenków w tranzystorach epiplanarnych przy różnych energiach wiązki elektronów: a - napięcie przyspieszające  $U = 5 \text{ kV}$ , pow. 108 x, b - napięcie przyspieszające  $U = 10 \text{ kV}$ , pow. 114 x.



Rys. 15a i b. Obrazy prądu indukowanego wiązką elektronów w złączach tranzystora BF 214 /napięcie przyspieszające  $U = 10 \text{ kV}$ /: a - obraz prądu indukowanego w złączu EB - pow. 456 x, b - obraz prądu indukowanego w złączu CB - pow. 456 x

Rys. 16a,b,c,d. Obrazy elektronów wtórnych i prądu indukowanego wiązka elektronów w złączach tranzystora wykazujące upływność:



a - obraz elektronów wtórnych,  
 $U = 5 \text{ kV}$ , powiększenie 135 x



b - obraz prądu indukowanego w złączu E B,  $U = 10 \text{ kV}$ , powiększenie 140x



c - nałożone obrazy elektronów wtórnych i prądu indukowanego w złączu EB,  $U = 10 \text{ kV}$ , powiększenie 140x



d - nałożone obrazy elektronów wtórnych i prądu indukowanego w złączu CB,  $U = 12,5 \text{ kV}$ , powiększenie 80 x

znajdują się pod warstwami tlenków. W miarę zwiększania energii wiązki elektronów można uzyskiwać informacje z coraz większych głębokości elementów. Obserwacje obrazu elektronów wtórnych pozwalają otrzymać informacje o nierównomiernej grubości warstwy tlenków. Wiązka elektronów bombardując tlenek wyzwała w nim pary elektron-dziuro, nośniki te są unoszone przez pole elektryczne istniejące między powierzchnią tlenku a powierzchnią graniczną tlenek-półprzewodnik. Na obszarach, gdzie wiązka przenika przez całą grubość tlenku, przepływ nośników w tlenku powoduje neutralizację tego pola elektrycznego tak, że powierzchnia tlenku przyjmuje potencjał półprzewodnika znajdującego się pod tlenkiem. Jeżeli grubość tlenku jest większa od głębokości wnikania wiązki, tlenek przyjmuje ładunek pod wpływem padających elektronów. Dzięki temu, przy stosowaniu wiązki elektronów o niskiej energii no obrazie elektronów wtórnych istnieją różnice w jasności ze względu na różnice w grubości tlenków. Rys. 14a i b przedstawia przykład tlenków przy różnych energiach wiązki elektronów.

Przy napięciu wiązki 10 kV wiązka elektronów przenika całą grubość tlenku i nie zauważa się już żadnych różnic w ich grubości.

Interesującym przykładem możliwości obserwacji złącz elektrycznych poprzez obrazy prądu indukowanego wiązką elektronów jest jeden z tranzystorów BF 214. Obrazy prądu indukowanego wiązką elektronów w poszczególnych złączach przedstawia rys. 15a i b /rys. 15a -prąd indukowany wiązką elektronów w złączu EB, rys. 15b - prąd indukowany wiązką elektronów w złączu CB/. W tranzystorze tym uwidacznia się tylko jeden obszar emitera. Oznacza to, że brak jest elektrycznego kontaktu z drugim obszarem emitera. Obserwacje za pomocą mikroskopu optycznego i obserwacje topografii na obrazie elektronów wtórnych nie wykazały przerwy wstążki aluminiowej.

Następny rysunek /rys. 16/ przedstawia przykład tranzystora wykazującego upływności przy pomiarach parametrów elektrycznych. Zauważa się nieprawidłowy kształt maski przy dyfuzji obszaru bazy /rys. 16a/ oraz przesunięcie metalizacji bazy. Nie powinno to mieć wpływu na parametry elektryczne, ponieważ obserwowano podobne zjawisko na innych tranzystorach z prawidłowym przebiegiem charakterystyk. Istotną różnicę w porównaniu do innych dobrych tranzystorów tego typu stanowi wygląd złącza elektrycznego EB, obserwowany w obrazie prądu indukowanego wiązką elektronów w tym złączu /rys. 16b/. W dwóch obszarach zauważa się rozmycie złącza EB.

Rys. 16c jest nałożonym obrazem wyglądu tranzystora i dwóch fragmentów obrazu prądu indukowanego wiązką elektronów w złączu EB w celu ułatwienia lokalizacji obserwowanych rozmyć. Drugim zauważalnym efektem jest znaczne poszerzenie /w stosunku do innych tranzystorów o prawidłowych charakterystykach elektrycznych/ obrazu złącza CB -/rys. 16 d/.

Ostatni przedstawiony przykład stanowi najbardziej interesującą możliwość badań uszkodzeń elementów i nieprawidłowych parametrów ich pracy. Badania krzemowych tranzystorów epiplanarnych, przy wykorzystaniu metodyki jaką umożliwia skaningowy mikroskop elektronowy, są kontynuowane. Zamieszczone wyniki stanowią fragment pracy wykonanej w Z-1.wspólnie z Pracownią Badań Niezawodności DKJ-TEWA nad poprawą jakości krzemowych tranzystorów epiplanarnych [9].

Przedstawione przykłady wykonanych badań zwracają uwagę na poszerzenie i ułatwienie badań zarówno w zakresie technologii materiałów pomocniczych stosowanych w elektronice, jak i badań gotowych elementów półprzewodnikowych.

## LITERATURA

1. Matta R.: Sol. State Technol., nr 1, s.34, 1969.
  2. Jeol News, Vol. 6M nr 2, s.4, 1968.
  3. Thornhill J., Mackintosh M.: Micr. and Reliab., Vol. 4 s. 97, 1965.
  4. Davies J., Hughes K., Sulway D., Thornton P.: Sol. State Electr., Vol. 9, s. 275, 1966.
  5. Thomas R., Dix C., Koch P.: Microelectr. nr 3, s. 41, 1970.
  6. Lukianoff G.: Sol. State Technol., nr 3, s. 39, 1971.
  7. Thornton P., Hughes K.: Micr. and Reliab., Vol. 6, nr 1, s.9, 1967.
  8. Sadłowska E.: Biuletyn Informacyjny - Półprzewodniki, nr 2, s. 3, 1970.
  9. Pawłowska M., Kulig L., Sadłowska E.: Sprawozdanie wewnętrzne ONPMP "Opracowanie metodyki badań defektów w krzemowych elementach epiplanarnych przy pomocy elektronowego mikroskopu skaningowego" listopad 1973 r.
- 

Irena SKRZYNECKA

Zakład Technologii Dyfuzji IFE

# Badania zależności składu i struktury chemicznie osadzanych warstw azotku krzemu od parametrów procesu technologicznego

## WSTĘP

Stosowanie amorficznych warstw azotku krzemu  $/\text{Si}_3\text{N}_4/$  w mikroelektronice /np. do pasywacji półprzewodnikowych przyrządów i układów scalonych, maskowania procesów trawienia i utleniania krzemu w technologii izolacji tlenkowej oraz jako warstwy dielektrycznej w przyrządach polowych/ staje się ostatnio coraz częstsze.

Główną zaletą azotku krzemu, w porównaniu z termicznym dwutlenkiem krzemu, jest ich duża gęstość. Wiąże się z nią szczególnie wysoka odporność na zanieczyszczenia jonami i domieszkami oraz szereg innych korzystnych właściwości, jak np. duża wartość wytrzymałości dielektrycznej i przenikalności dielektrycznej [1].

Najczęściej stosowaną metodą otrzymywania tych warstw jest chemiczne osadzanie w wyniku reakcji bezwodnego amoniaku z silanem [2,3] lub czterochlorkiem krzemu [4] w zakresie temperatur rzędu 800 - 1000°C. Jednakże, w porównaniu z procesem utleniania termicznego, proces osadzania warstw  $\text{Si}_3\text{N}_4$  jest bardziej złożony i trudniejszy do kontrolowania. Dokładny stosunek ilości atomów krzemu do ilości atomów azotu w warstwie silnie zależy od czystości reagentów i warunków procesu; dlatego kontrola tych warunków jest szczególnie ważna.