

Министерство науки, высшей школы  
и технической политики Российской Федерации

Самарский государственный аэрокосмический  
университет имени академика С.П.Королева

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИЗМЕРЕНИЯ  
В ПРОИЗВОДСТВЕ ИЗДЕЛИЙ СПЕЦИАЛЬНОЙ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ

Методические указания  
к контролируемой самостоятельной работе

С а м а р а 1 9 9 3

УДК 621.382

Составители: Л.Л.Рафельсон,  
Т.В.Чернова

Аналитические исследования и измерения в производстве изделий специальной микроэлектроники:Метод.указ.  
/Самар.аэрокосм.ун-т; Сост. Л.Л.Рафельсон,  
Т.В.Чернова. Самара, 1993.24 с.

Рассмотрены современные методы исследования тонкопленочных и толстопленочных элементов интегральных схем, полупроводников, сегнето- и пьезоэлектриков, материалов функциональных схем. Дан сравнительный анализ различных методов, приведены их возможности и ограничения. Приведены примеры практического использования методик для исследования и измерения параметров элементов интегральных схем.

Рекомендуется студентам спец. 23.03, изучающим курс "Специальные вопросы микроэлектроники и технологии".  
Составлены на кафедре "Микроэлектроника и технология РЭА".

Печатается по решению редакционно-издательского совета Самарского государственного аэрокосмического университета имени академика С.П.Королева

Рецензент А.Н.К о м о в

Цель работы: изучение методов исследования и измерения параметров элементов изделий специальной микроэлектроники.

Задания:

1. Изучить принцип работы и устройство микроинтерферометра МИИ-4.
2. Произвести измерение:
  - а) величины интервала между полосами;
  - б) величины изгиба полос.
3. Вычислить толщину напыленных слоев (высоты неровности).
4. Подготовить отчет и ответы на контрольные вопросы.

#### ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАБОТЫ

Одной из наиболее существенных проблем микроэлектроники является обеспечение качества и надежности микроэлектронной аппаратуры. Проведение комплексных физико-химических исследований материалов является неотъемлемой частью технологии интегральных схем на всех этапах их создания, начиная от выяснения принципиальных возможностей использования новых физических идей и кончая непосредственным контролем типовых технологических процессов в условиях серийного производства.

Совокупность применяемых методов, их основное назначение и некоторые характеристики представлены в табл. 17.

#### Исследование состава материалов

Эмиссионный спектральный анализ является наиболее распространенным видом анализа. Он позволяет качественно и количественно определить состав материалов по основным компонентам и примесям практически всех элементов на основе изучения

спектров испускания вещества периодической системы с точностью порядка 15-20 %. Относительно небольшие размеры пробы, возможность определения состава тонких пленок толщиной несколько сот ангстрем, небольшая продолжительность анализа (по сравнению с методами препаративной химии) при достаточной чувствительности составляет достоинства метода. Недостатками метода являются необходимость разработки методики количественного определения состава для каждого конкретного материала, отсутствие локальности анализа (по площади и по глубине), относительно низкая точность количественного анализа.

Рентгеноспектральный анализ основан на определении спектрального состава и интенсивности линий характеристического рентгеновского излучения, испускаемого атомами анализируемых элементов в результате их возбуждения рентгеновским излучением или электронным лучом. Рентгеноспектральный анализ позволяет значительно ускорить определение состава образцов по сравнению с химическими методами и обеспечивает достаточную точность.

В первом случае (рентгенофлуоресцентный анализ) метод практически не обеспечивает локальности анализа, так как площадь анализируемой поверхности должна быть не меньше нескольких квадратных сантиметров, и обладает относительно невысокой чувствительностью (порядка 0,1-0,01 %), в особенности по отношению к элементам с малым атомным номером. Важным достоинством метода является возможность обеспечения относительно высокой точности ( $\pm 0,5\%$ ) и экспрессности анализа (3-5 мин).

Разновидностью рентгеноспектрального анализа является микро-рентгеноспектральный анализ, позволяющий получать изображение выбранного участка поверхности образца "в лучах" любого элемента с разрешением по поверхности образцов порядка 1-3 мкм. При сравнительно невысокой относительной чувствительности (порядка  $10^1 - 10^{-2}\%$ ) этот метод обладает очень высокой абсолютной чувствительностью ( $10^{-14}$ г) в определении микровключений элементов и фаз на поверхности материалов при малых объемах анализируемого образца (несколько кубических микрон). Важнейшим достоинством метода является возможность локального анализа сразу по всем интересующим элементам (начиная с  $Z=5$ ) при высоком разрешении и чувствительности. В то же время анализ состава пленок толщиной менее 1 мкм затруднен, что объясняется конечной глубиной проникновения первичных электронов в толщу анализируемых образцов.

Микроспектральный анализ находит широкое применение при решении

самых разнообразных вопросов производства изделий электронной техники, начиная от определения фазового состава радиокерамических материалов при их синтезе и спекании и кончая анализом причин отказов радиодеталей при их монтаже в схему и последующей эксплуатации.

В настоящее время разработаны и широко используются в исследованиях методы количественного микрорентгеноспектрального анализа с обработкой полученных данных на ЭММ. В этом случае удается обеспечить точность количественного определения элементов порядка 2-3 %.

Спектрофотометрический метод анализа основан на измерении поглощения (пропускания) света определяемым веществом. Чаще всего определяемый элемент переводят в поглощающее свет соединение. Количество определяемого элемента устанавливается по величине поглощения света полученным соединением при определенной длине световой волны. Спектрофотометрическим методом возможно определение практически всех элементов. Предельная чувствительность фотометрических методов -  $4 \cdot 10^{-6}$  % при навеске материала 1 г. Существенно ограничивает применение метода сложность одновременного определения более 2-3-х компонентов.

Нефелометрический метод анализа основан на измерении интенсивности светового потока, рассеянного твердыми частицами, находящимися в растворе. Погрешность нефелометрических измерений, достигающая 10-15 %, складывается из ошибки проведения самого измерения и ошибок при подготовке раствора к анализу.

Люминесцентные методы анализа основаны на измерении интенсивности излучаемого веществами видимого света при облучении их ультрафиолетовыми лучами. Люминесцентное (флуоресцентное) излучение возникает в результате поглощения веществом энергии перехода его молекул в возбужденное состояние и возвращения их в энергетически нормальное состояние с выделением поглощенной энергии в виде электромагнитного излучения (света).

По характеру люминесцентного свечения различают фосфоресценцию - свечение, продолжающееся длительное время после удаления возбуждения, и флуоресценцию - свечение, прекращающееся сразу после удаления источника возбуждения. Чувствительность флуориметрических методов на 2-3 порядка выше, чем фотометрических, а точность в 2-3 раза ниже.

Масс-спектрометрический метод анализа основан на определении массовых чисел и точного измерения масс ионизированных атомов и молекул посредством разделения ионов с раз-

ным отношением массы к заряду при прохождении электрических и магнитных полей.

В последнее время искровая масс-спектрометрия используется для определения примесей на поверхности, в тонких пленках, для изучения послойного распределения.

Преимущество молекулярной масс-спектрометрии состоит в том, что она дает прямую информацию о составе молекулы, причем количественное определение концентрации молекул в газовой фазе производится с достаточно высокой точностью и чувствительностью. Не требуется химического разделения, специального препарирования образцов. Одновременно определяются концентрации всех элементов от лития до урана с высокой чувствительностью ( $10^{-5} + 10^{-7} \%$ ).

Недостатком метода является низкая точность элементного анализа с вакуумной искрой.

Взаимодействие быстрых ионов с твердым телом приводит к выбиванию атомов и молекул материала как в нейтральном, так и заряженном состоянии. На таком явлении сравнительно эффективно образования заряженных частиц (вторичных ионов) и на принципе высокочувствительных масс-спектрометрических измерений основан метод вторично-ионной масс-спектрометрии (ВИМС). Этот метод дает широкие возможности исследования поверхности, и объема твердого тела в одном приборе. Наиболее важными характерными особенностями метода, которые вызывают повышенный интерес к нему, является очень низкий порог чувствительности для большинства элементов ( $< 10^{-4}$  моноатомного слоя), измерение профилей концентрации малых количеств примесей с разрешением по глубине  $\leq 50 \text{ \AA}$ , разрешение по поверхности порядка мкм, возможность изотопического анализа и обнаружения элементов с малыми атомными номерами.

Нейтронноактивационный анализ — один из ведущих методов современной аналитической химии. Высокая чувствительность, избирательность, а также отсутствие влияния на результат анализа поступающих из реактивов и посуды загрязнений определяемыми элементами делают этот метод особенно пригодным для определения микропримесей в чистых веществах.

Метод основан на взаимодействии вещества с элементарными частицами (нейтронами). В результате ядерного взаимодействия образуются радиоактивные изотопы, радиоактивность которых служит мерой количества стабильного изотопа, а следовательно, и элемента, присутствующего в анализируемом объекте.

Существует два основных метода такого анализа - на тепловых и быстрых нейтронах. Аналитические возможности этих методов существенно различны, что связано с отличием во взаимодействии атомных ядер с нейтронами различной энергии.

Активационный анализ на тепловых нейтронах является ведущим методом активационного анализа благодаря универсальности и высокой чувствительности. При использовании потока нейтронов  $1 \cdot 10^{13}$  нейтрон/см<sup>2</sup>·с более 70 элементов могут быть обнаружены с чувствительностью  $10^{-6}$  г и менее.

Чувствительность метода активации быстрыми нейтронами сравнительно низкая и аналитические возможности его ограничены.

Недостатками метода активационного анализа являются:

малый период полураспада, не позволяющий транспортировать образец на большое расстояние;

необходимость специальных защитных устройств для дистанционной обработки высокоактивных образцов.

Метод электронной ОЖЕ-спектроскопии (ЭОС) стал в последнее время одним из самых распространенных методов анализа химического состава поверхностей твердых тел. В основе ЭОС лежат такие процессы, как ионизация внутренних атомных уровней первичным электронным пучком, безызлучательной ОЖЕ-переход и выход ОЖЕ-электрона в вакуум, где он регистрируется при помощи электронного спектрометра.

Основные преимущества такого метода - высокая чувствительность при проведении элементного анализа приповерхностной области толщиной 5-20 Å, быстрота получения информации и возможность обнаружения всех элементов, следующих за галлием в таблице Менделеева. ОЖЕ-спектр дает надежную количественную информацию о составе приповерхностного слоя, а во многих случаях и сведения о химических связях.

Кроме перечисленных физических методов для определения состава материалов (в подавляющем большинстве - неорганических) безусловно полезными являются методы обычного химического анализа. Главное их достоинство - универсальность и при необходимости - высокая точность анализа. Недостатками являются отсутствие экспрессности и локальности, необходимость разрушения образца и др. В большинстве случаев роль препаративной химии сводится к проведению контрольных анализов, приготовлению эталонов и т.д., что, в свою очередь, способствует повышению точности и экспрессности исследований, проводимых с использованием физических методов.

Широкое использование органических материалов в качестве конденсаторных пленочных диэлектриков, герметизирующих покрытий и конструктивных элементов требует проведения не только анализа их состава, но и исследования небольших изменений этого состава в процессе изготовления и последующей эксплуатации готовых изделий. Эти исследования ведутся в основном методами молекулярной спектроскопии. Методы молекулярной спектроскопии объединяют спектроскопию комбинационного рассеяния (СКР) и инфракрасную спектроскопию (ИКС). Они основаны на изучении колебательных спектров, возникающих при изменении состояния колебательных уровней атомно-молекулярных систем. СКР более эффективна при исследовании неполярных веществ, а ИКС - полярных.

СКР и ИКС нашли широкое применение в самых разнообразных областях науки и техники, везде, где требуется изучение состава материалов, их идентификация и изучение структурных особенностей. В микроэлектронике наиболее эффективно применение методов КС для изучения тонких диэлектрических пленок. В этой области колебательная спектроскопия не имеет равных себе методов по экспрессности, достоверности, чувствительности и объему получаемой информации.

Метод газовой хроматографии является перспективным в исследовании состава органических материалов. Этот метод характеризуется чувствительностью до  $10^{-3}$  -  $10^{-4}\%$  и высокой точностью количественного анализа. С помощью хром-масс-анализатора, сочетающего в себе достоинства современного газового хроматографа и масспектрометра, можно детально изучить процессы термохимического старения пленочных и пропиточных конденсаторных материалов, определяющих работоспособность конденсаторов с органическим диэлектриком.

#### Исследование структур материалов

Оптическая (световая) микроскопия применяется:

для получения информации о микроструктуре и фазовом составе массивного материала;

при изучении морфологии поверхности;

для определения толщины и исследования структуры и фазового состава слоев и пленок.



Существуют специальные виды микроскопии в видимых лучах:

А. Фазоконтрастная микроскопия. Объект или части объекта можно различить при наблюдении в световой микроскопии, если они изменяют интенсивность прошедшего или отраженного от них света, т.е. изменяют величину амплитуды колебания света. Существуют другого рода объекты или элементы микроструктуры, которые не изменяют интенсивности отраженного или прошедшего через них света, а изменяют лишь фазу его колебаний. Достоинства метода фазового контраста - простота и высокая надежность в работе устройств. Чувствительность к неровностям составляет  $20-50 \text{ \AA}$ . Для непрозрачных объектов метод имеет особые преимущества в том случае, когда поверхность имеет различие в уровнях, а контраст цвета или отражающей способности отсутствует.

Б. Интерференционная двух- и многолучевая микроскопия. Интерференционные методы исследования применяются для исследования поверхностей скола, линий скольжения, исследования качества подготовки поверхности, измерения толщины тонких металлических и диэлектрических пленок и эпитаксиальных слоев.

В. Поляризационная микроскопия. Поляризационный свет обычно используется в следующих случаях:

- для повышения контраста изображения элементов структуры;
- для полуколичественной оценки преимущественной ориентации;
- для качественной оценки фазового состава и особенно для распознавания включений;
- для определения оптических характеристик поверхностей и толщины пленок;
- для исследования упругих напряжений.

Метод исследования в поляризованном свете применяется для изучения анизотропных объектов.

Методами инфракрасной (ИК) микроскопии исследуются объекты, совершенно непрозрачные в видимой области. Применение ИК-поляризационной микроскопии позволяет оценивать распределение в объеме кристалла.

Электроннография. Метод основан на дифракции электронов. Основными задачами электронографического анализа являются: определение атомной структуры (параметры ячейки, координаты атомов, межплоскостные расстояния), структуры фаз, дисперсности частиц, тонкой топографии поверхности (ступени, изломы и т.д.), преимущества этого метода в следующем:

можно исследовать чрезвычайно тонкие пленки (при съемке на просвет -  $10^{-5}$  -  $10^{-7}$  см, на отражение глубина проникновения составляет 30-200 Å);

особенности рассеяния электронов в веществе позволяют проще определять структурные положения легких атомов в присутствии более тяжелых.

**Электронная микроскопия** - совокупность методов исследования с помощью электронных микроскопов микроструктур тел (вплоть до атомно-молекулярного уровня), их локального состава и локализованных на поверхностях или в микрообъемах тел электрических и магнитных полей. Электронная микроскопия используется для изучения деталей микроструктуры объектов, находящихся за пределами разрешающей способности светооптического микроскопа. Основные типы электронных микроскопов: просвечивающие; отражательные; эмиссионные; зеркальные; растровые; теневые; автоэлектронные эмиссионные. В таблице представлены характеристики этих микроскопов.

Наиболее распространенным видом анализа, используемым для исследования поверхности материала, является просвечивающая электронная микроскопия, позволяющая получить увеличенные в десятки и десятки тысяч раз изображения деталей поверхностного рельефа исследуемых материалов при разрешающей способности в несколько ангстрем. Этот метод широко используется при определении формы и размеров частиц, при изучении кристаллических включений и иных дефектов структуры пленок, исследовании зарождения и роста кристаллов в процессе выращивания тонких пленок различными методами, изучении характера изменения структуры легкоплавких стенок в процессе их кристаллизации, исследовании доменной структуры сегнетоэлектрических материалов в зависимости от их состава и способа изготовления, для определения микроструктуры полимеров.

В электронной микроскопии изображение получают с помощью электронов, прошедших через объект, либо отраженных от него, либо им испущенных. Электронные пучки формируются электронно-оптическими системами с использованием электромагнитных или электростатических линз. Изображение фиксируется на люминесцентных экранах, фотопластинках или иных чувствительных к электронам детекторах с возможностью запоминания, усиления, вывода на видеосистемы, используется электрическая регистрация. Лучшие модели современных просвечивающих микроскопов имеют гарантированное разрешение по точкам около 5 Å, что достаточно для большинства исследований.

## Характеристики электронных микроскопов

Тип прибора	Источник информации	Характер информации	Некоторые параметры
Просвечивающий с микродифракцией	Пролетевшие упругие электроны	Атомная структура (параметры, ячейки, координаты атомов, межплоскостные расстояния). Микроструктура, микро рельеф. Дефекты (вакансии, дислокации, дефекты упаковки, трещины и т.д.). Структура фаз. Толщина пленок	Пространственное разрешение до 0,1 нм
Растровый	Отраженные, вторичные, поглощенные электроны, катодoluminesценция, возбужденная проводимость	Микроструктура. Микро рельеф. Электрические и магнитные поля, полупроводниковые переходы. Качественный химический состав. Динамика процессов. Толщина пленок	Пространственное разрешение 1,5 нм - на отражение, 0,3 нм - на просвет
Отражательный	Отраженные упругие и неупругие электроны	Микроструктура. Микро рельеф	Пространственное разрешение 10 нм
Эмиссионный	Вторичные электроны	Микро рельеф. Качественный химический состав.	Пространственное разрешение 15 нм
Теневой	Пролетевшие упругие и неупругие электроны	Микроструктура. Микро рельеф	Пространственное разрешение - десятые доли мкм
Зеркальный	Отраженные электроны	Микро рельеф. Электрический и магнитный рельеф поверхности	Пространственное разрешение 10-80 нм

Для исследования морфологии кристаллических и иных поверхностей, их рельефа и других особенностей широко используются методы реплик. В методе реплик в электронном микроскопе рассматривается не сам кристалл, а снятая с его поверхности тонкая пленка - отпечаток (реплика), передающая особенности строения поверхности кристалла.

Указанный метод очень трудоемок, он не позволяет практически изучать материалы с сильноразвитой поверхностью (например, травленные металлические фольги, пористые электрохимические покрытия и др.), так как в этом случае не удается отделить реплики от поверхности изучаемого образца без их существенного повреждения. Проблема исследования поверхности таких материалов решается при использовании растровой электронной микроскопии, которая позволяет изучать поверхность образца, не прибегая к изготовлению реплик. При этом достигается большая глубина разности формируемого изображения (порядка 0,5 мкм при увеличении 500X в широком диапазоне увеличений от 20X до 50000X) при разрешающей способности порядка 5 Å.

Особенностью метода является принципиальная возможность проведения с помощью одного прибора разнообразных исследований состава и структуры материалов, основанных на регистрации эффектов взаимодействия первичного электронного пучка с веществом: наряду с изображением исследуемого участка поверхности образца в "лучах" вторичных электронов, отображающим микрорельеф поверхности, тот же участок может быть рассмотрен в "лучах" характеристического рентгеновского излучения или катодolumинесценции для получения количественных данных о распределении различных химических элементов по его площади. Картина распределения отраженных (или обратно-рассеянных) электронов дает представление о плотности локальных участков исследуемой поверхности. Анализ картины дифракции электронов позволяет судить о кристаллической структуре выбранного участка поверхности образца. Кроме того, с помощью этого метода можно четко выявить наличие  $p-n$  переходов и других неоднородностей потенциального рельефа на поверхности образцов.

Рентгеноструктурный анализ - метод исследования структуры вещества по распределению в пространстве и интенсивностям рассеянного на анализируемом объекте рентгеновского излучения. В его основе лежит взаимодействие рентгеновского излучения с электронами вещества, в результате которого возникает дифракция лучей. Дифракционная картина зависит от длины волны используемого излучения и атомного строения объекта. Для исследования атомной структуры применяют излучение с длиной волны  $1 \sim \text{Å}$  ( $\sim 0,1 \text{ нм}$ ), т.е. порядка размеров атомов. Рентгеноструктурный анализ проводится для определения кристаллической структуры и физико-химической природы фаз, образующихся в процессе синтеза различных материалов и изделий электронной техники, включая тонко- и толсто пленочные резистивные

композиции, полимерные пленки, металлические порошки и фольги, монокристаллы для полупроводниковой микроэлектроники и т.д.

Рентгеноструктурный метод исследования характеризуется высокой точностью определения постоянных кристаллических решеток и их относительно малых изменений в случае образования разнообразных твердых растворов (до  $10^{-4}\text{\AA}$ ), возможностью определения относительно небольших количеств образующихся фаз (в типичном случае около 5%), акспрессностью анализа.

Большая и достаточно самостоятельная область применения метода рентгеноструктурного анализа связана с изучением степени совершенства и ориентации монокристаллов. Наряду с изучением микроскопических свойств этих кристаллов методами рентгеновской топографии исследуются их микроструктурные особенности (мозаичность, блочность, дислокационная структура и другие виды микродефектов). В этом случае применение рентгеноструктурного метода наиболее эффективно в сочетании с другими методами (микрорентгеноспектральным анализом, электронной микроскопией, электронографией и др.).

В дополнение к перечисленным разновидностям структурного анализа техника рентгеновских лучей используется и для неразрушающего контроля радиодеталей в процессе их испытаний и последующей эксплуатации. Однако метод рентгеноструктурного анализа имеет недостаточную чувствительность в определении микровключений других фаз, сопутствующих основным кристаллическим компонентам используемых материалов (на уровне около 5%).

### Изучение физико-химических свойств материалов

Ядерная гамма-резонансная спектроскопия (ЯГРС) или эффект Мессбауэра - метод исследования химического состояния, кристаллографического окружения и динамики движения атомов некоторых элементов в твердом теле.

Достоинства метода:

широкий диапазон объектов исследования и вопросов, решаемых данным методом;

в некоторых случаях позволяет исследовать характер поведения примесей в предельно-малых количествах, когда чувствительность других методов недостаточна;

является неразрушающим методом контроля.

Ограничения метода:

эффект Мессбауэра обнаружен не у всех элементов;

сложная экспериментальная техника и необходимость работы с радиоактивным излучением препятствует его внедрению в практику работы аналитических лабораторий.

Комплексный термогравиметрический анализ включает, в первую очередь, измерение веса, температуры и количества теплоты, поглощаемой (или выделяемой) веществом в процессе его превращений в рассматриваемых условиях (в зависимости от температуры, времени, состава окружающей среды и т.д.). Полезными дополнением к этим данным служат результаты dilatометрического анализа (т.е. измерения линейных размеров образцов в процессе указанных превращений), измерения магнитной восприимчивости материалов, газохроматографического анализа продуктов синтеза или диссоциации изучаемых материалов, данные анализа элементного состава и кристаллической структуры материалов, проведенного перечисленными методами и т.д.

Непосредственной целью применения термогравиметрического метода является изучение кинетики и физико-химической природы процессов, протекающих в материалах при их синтезе, спекании и термообработках в различных условиях.

#### ПОРЯДОК РАБОТЫ НА МИКРОИНТЕРФЕРОМЕТРЕ ЛИННИКА (МИИ-4)

Микроинтерферометр Линника (МИИ-4) предназначается для визуальной оценки, измерения и фотографирования высоты неровностей тонкообработанных поверхностей с отражающей поверхностью не менее 90%. Для выполнения работы необходимо ознакомиться с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации микроинтерферометра МИИ-4:

1. Включить лампу и положить на столик микроинтерферометра объект исследуемой поверхностью вниз (к объективу).

2. Произвести настройку освещения с помощью центрировочных винтов (см. рис.5 технического описания прибора).

3. Повернуть рукоятку ① так, чтобы стрелка на ней стояла вертикально.

4. С помощью микрометрического винта сфокусировать микроинтерферометр на исследуемую поверхность.

5. Поворотом рукоятки  $\textcircled{1}$  включить правую часть интерференционной головки (стрелка на рукоятке должна быть в горизонтальном положении); при этом в поле зрения должны находиться интерференционные полосы.

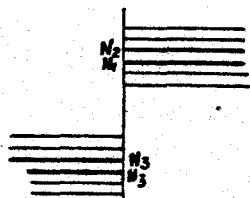
С помощью микрометрического винта добиться наиболее резкого изображения полос и исследуемой поверхности. Если при резкой фокусировке на объект наиболее резкие и контрастные интерференционные полосы получаются не в центре поля зрения, то следует отвернуть контргайку К, вращая винт, привести полосы в центр поля зрения. Затем проверить фокусировку по исследуемой поверхности и закрепить винт контргайкой. Винтом и контргайкой разрешается пользоваться только в случае, описанном выше, в остальных случаях трогать винт и контргайку не рекомендуется. Для получения большей контрастности полос нужно поворотом кольца несколько уменьшить отверстие апертурной диафрагмы.

Вращением винта вокруг его оси установить необходимый для работы интервал между полосами.

Поворотом винта вокруг оси интерференционной головки установить интерференционные полосы перпендикулярно к штрихам на исследуемой поверхности.

При правильной настройке микроинтерферометра в его поле зрения должны находиться одновременно исследуемая поверхность и интерференционные полосы, изогнутые в местах неровности на исследуемой поверхности, причем интерференционные полосы должны быть ориентированы перпендикулярно к границе раздела.

Для измерения с помощью винтового окулярного микрометра МОВ-I-15X следует установить его на тубус микроинтерферометра до упора, затем повернуть так, чтобы одна из нитей перекрестия совпала с направлением интерференционных полос (рисунок).



Для определения величины неровности необходимо измерить величину интервала между полосами, величину изгиба полос и вычислить высоту неровности.

Р и с. Вид интерференционных полос

### Измерение величины интервала между полосами

При работе с белым светом все измерения производятся по двум черным полосам. Величина интервала между полосами выражается числом делений шкалы барабана окулярного микрометра. Для большей точности измерения наводку нити перекрестия сетки окулярного микрометра лучше всего производить по середине, а не по краям полос.

Первый отсчет  $N_1$  производят по шкалам винтового окулярного микрометра при совмещении одной из нитей перекрестия подвижной сетки с серединой полосы; затем совмещают эту же нить перекрестия с серединой следующей полосы или, в случае работы с монохроматическим светом — с серединой какой-либо другой полосы и получают второй отсчет  $N_2$ ; при этом необходимо заметить число интервалов между полосами  $n$ .

### Измерение величины изгиба полос

Величину изгиба полос также выражают в делениях шкалы барабана винтового окулярного микрометра.

Одну из нитей перекрестия сетки микрометра совмещают с серединой полосы и по шкалам окулярного микрометра снимают отсчет  $N_2$ . Затем нить перекрестия совмещают с серединой той же полосы в месте изгиба и получают второй отсчет  $N_3$ .

Величина изгиба полосы в долях интервала между полосами выражается формулой

$$\Delta N = \frac{N_3 - N_2}{N_1 - N_2} n$$

### Вычисление высоты неровности

При работе в белом свете искривление в одну интерференционную полосу соответствует высоте неровности на исследуемой поверхности, равной 0,27 мкм. В таком случае измеренная высота неровности  $H$  вычисляется по формуле

$$H = 0,27 \cdot \frac{N_3 - N_2}{N_1 - N_2} n$$



где  $N_1$  - первый отсчет при измерении интервала между полосами;  
 $N_2$  - второй отсчет при измерении интервала между полосами;  
 $N_3$  - отсчет при измерении величины изгиба полосы;  
 $n$  - число интервалов между полосами.

П р и м е р. При измерении интервала между полосами сняты отсчеты  $N_2 = 5,67$  и  $N_1 = 6,40$ ;  $n = 1$ ; при измерении величины изгиба полосы получен отсчет  $N_3 = 7,36$ . Следовательно,

$$H = 0,27 \frac{N_3 - N_2}{N_1 - N_2} n = 0,27 \frac{7,36 - 5,67}{6,40 - 5,67} 1 = 0,62 \text{ мкм.}$$

Для определения  $H_{ср}$  необходимо снять с исследуемого участка поверхности целую серию замеров.

#### ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Ознакомиться с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации микроинтерферометра Линника МИИ-4.
2. Подготовить микроинтерферометр МИИ-4 к работе.
3. Произвести измерение:  
величины интервала между полосами;  
величины изгиба полос.
4. Вычислить толщину напыленных слоев (высоты неровности).

#### СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Цель работ.
2. Задания.
3. Принцип проведения измерений на микроинтерферометре МИИ-4.
4. Результаты измерений толщины напыленных слоев (высоты неровности).

#### КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Методы исследования состава материалов.
2. Методы исследования структуры материалов.
3. Методы исследования физико-химических свойств материалов.

4. Порядок работы на интерферометре МПН-4.
5. Вычисление высоты неровности исследуемой поверхности.

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

Справочник новых химико-аналитических методов анализа, разработанных и внедренных в производственный контроль качества материалов микроэлектроники. Отчет по ОКР "Манекен-1"/Науч.-исслед.ин-т материаловедения.М.,1976.

Разработка методов контроля чистоты соединений, используемых в эпитаксиальной технологии.Отчет по ОКР "Манекен"/Науч.-исслед.ин-т материаловедения.М.,1974.

Методы анализа поверхностей/Под ред.А.Зандерн.М.:Мир,1979.

Армаркин В.К. Современные методы исследования материалов в радиодеталестроении/Электронная промышленность. М., 1975. №1.

Батавин В.В., Хашимов Ф.Р. Справочник методов исследования и контроля структурных и электрофизических свойств и полупроводниковых материалов/Науч.-исслед.ин-т материаловедения.М.,1979.

Вигдорович В.Н., Ушлинов Г.А. Методы исследования структуры материалов.М.,1980.

П р и л о ж е н и е

Метод	Основное назначение метода	Объекты анализа	Некоторые характеристики и особенности метода					Перерабатываемость
			Чувствительность		Минимальный объем образцов, см	Глубина анализа, слоев, мкм	Время анализа, часов, мин	
			абсолютная	относительная				
Эмиссионный спектральный анализ, в т.ч. спектрально-изотопный, микрооптический лазерный, атомная абсорбционная спектроскопия	Определение состава неорганических материалов	Все элементы	$10^{-9}$ $10^{-6}$ г	$10^{-2}$ $10^{-5}$ ...	$10^{-4}$	1...100	60	Нет
Рентгено-спектральный анализ, в т.ч. рентгенофлюоресцентный и микрорентгено-спектральный	Определение состава неорганических материалов и тонких пленок	Элементы: $Z \geq 11$ (макро.), $Z \geq 5$ (микро-)	$10^{-7}$ г	$10^{-1}$ $10^{-2}$ ...	$10^{-2}$	1...10	30	Да
Масс-спектральный анализ, в т.ч. вторичная ионная масс-спектрометрия	Анализ состава неорганических материалов, в т.ч. в тонких слоях	Все элементы и их изотопы	$>10^{-18}$ г	$10^{-4}$ $10^{-7}$ ...	$>10^{-14}$	$10^{-2}$	120	Нет

Продолжение приложения

Метод	Основное назначение метода	Объекты анализа	Некоторые характеристики и особенности метода				Неразрушаемость	
			Чувствительность		Глубина анализа-гумого слоя, мкм	Время цикла измерения, мин		
			абсолютная	относительная				
Спектральный анализ органики, в т.ч. ИК-спектрокопия, адсорбционная оптическая спектроскопия, хром-масс анализаторы	Анализ состава органических материалов	Органические материалы	-	$\geq 1$	$10^{-1}$	$1 \dots 100$	Нет	
Нейтронно-активационный анализ, в т.ч. на тепловых и быстрых нейтронах	Анализ состава неорганических материалов	67 элементов на тепловых, 44 элемента на быстрых	$10^{-12}$ $10^{-6}$ г	$10^{-10} \dots 10^{-4}$	$10^{-3} \dots 10^2$	Объемный	$\geq 600$  $1 \dots 10$	Да-нет  Да
Атомный анализ, в т.ч. гравиметрический, титриметрический, спектрофотометрический, элементный	Анализ состава органических и неорганических материалов	Все элементы и их комплексы	$10^{-9}$ г	$10^{-3}$	$10^{-2}$	Объемный	300	Нет

Продолжение приложения

Метод	Основное назначение метода	Объекты анализа	Исторические характеристики и особенности метода			Неразрешимость
			Чувствительность абсолютная	Минимальный объем образца, см <sup>3</sup>	Глубина анализа, мм	
Оптическая микроскопия, в т.ч. ультрамикроскопия, контр-растная микроскопия, люминесцентная и ИК-микроскопия	Анализ микрорельефа поверхности и дефектов структуры	Макро- и микро-объекты, тонкие пленки	Разрешение до 0,2 мкм Увеличение 0,6...300x	-	-	Нет
Электронная микроскопия, в т.ч. раст-ровая	Анализ микрорельефа поверхности, определение формы и размеров мелких частиц, последовательности доменной структуры, микро-деформации	Макро- и микро-объекты, тонкие пленки	Разрешение до 10...15 Å РМ до 50...100 Å	10 <sup>-15</sup>	≤10 <sup>-1</sup>	Да нет
Электроннографическая, в т.ч. дифракция быстрых и медленных электронов	Исследование кристаллической структуры, дефектности и механизмов роста тонких пленок	Кристаллические фазы и дефекты	-	10 <sup>-15</sup>	<0,1 на просвет 0,001...0,03 на отражен-	Да нет

Продолжение приложения

Метод	Основное назначение метода	Объекты анализа	Некоторые характеристики и особенности метода				Негабаритная Мость	
			Чувствительность абсолютная	Относительная	Минимальный объем образца, см	Глубина анализа, объем, слой, мкм		Время цикла измерений, мин
Рентгеноструктурный анализ	Определение типа и постоянных кристаллической решетки, ориентации монокристаллов, дефектоскопия	Кристаллические фазы	-	$\geq 5$	$10^{-2}$	$10+100$	5+30 да-нет	
Оптическая спектроскопия	Исследование механизов диэлектрической поляризации и потерь, резонансных переходов и дефектов в кристаллах	-	$10^9$ дпц/см <sup>3</sup>	$10^{-5}$	$10^{-4}$	Объемный	5... 500 -	
Радиоспектроскопия, в т.ч. методы электронного парамагнитного, двойного электроноядерного, ядерного квадрупольного и ядерного магнитного резонанса и спектроскопия СВЧ	Идентификация и количественное определение магнитных дефектов (примесные ионы, свободные радикалы, и др.)	-	$10^9$ I/см <sup>3</sup>	$10^{-11}$	$10^{-2}$	Объемный	5... 60 -	

Продолжение приложения

Метод	Основное назначение метода	Объекты анализа	Некоторые характеристики и особенности метода				Неразрушаемость	
			Чувствительность		Глубина анализа слоя, мкм	Время анализа		
			абсолютная	относительная				
Электронная спектроскопия, в т.ч. фотоэлектронов и электронов O.L.E	Определение состава и координации атомов в тонких поверхностных слоях, энергии связи, зонной структуры	Все элементы и кристаллические фазы	$10^{-11}$ $10^{-14}$ г	$10^{-2}$ $10^{-3}$	$10^{-4}$ $10^{-10}$ см	$10^{-3}$ $10^{-4}$	До...120	Да
Ядерная гамма-резонансная спектроскопия	Исследование фазовых сегнетоэлектрических и магнитных превращений, анализа дефектов	$5 \times 10$ элементов ( <i>Fe, Sn, Sb, P, Zr</i> и др.)	$10^{-4}$ $10^{-2}$ г	$0,2 \dots 10$	$10^{-2}$	300	$\geq 400$	Нет
Радиоактивные изотопы	Исследование диффузии, влагонепроницаемости, термичности поверхности	Радиоактивные изотопы (75 элементов)	$\geq 10$ атомов	-	$10^{-12}$	$\geq 0,01$	$0,1 \dots \dots 100$	Нет
Термогравиметрия и магнетометрия	Исследование динамики фазовых превращений	Термофизические свойства	$10^{-2}$ г $10^{-3}$ г	-	$10^{-2} \dots 1$	Объемный	60...120	Нет

Сокращение приложения

Метод	Основное назначение метода	Объекты анализа	Некоторые характеристики и особенности метода				Неразрушаемость
			Чувствительность абсолютная	Минимальный объем образца, г/см <sup>3</sup>	Глубина анализа слоя, мм	Время цикла измерения, мин	
Спектрокопия ИСТ и ИТД	Исследование приморди, определение концентрации, расчленения по энергиям, сечений захвата и времени релаксации дефектов	-	$10^{-5}$ г/см <sup>3</sup>	$10^{-2}$ г/см <sup>3</sup>	$\geq 0,1$	$1 \dots 300$	-



**АНАЛИТИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИЗМЕРЕНИЯ  
В ПРОИЗВОДСТВЕ ИЗДЕЛИЙ  
СПЕЦИАЛЬНОЙ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ**

Составители: Рафельсон Леонид Львович,  
Чернова Татьяна Васильевна

Редактор Е. Д. Антонова  
Техн. редактор Н. М. Каленюк  
Корректор Н. С. Куприянова

Подписано в печать 25.05.93.  
Бумага оберточная. Печать оперативная.  
Усл. печ. л. 1,4. Усл. кр.-отт. 1,4. Уч.-изд. л. 1,3.  
Тираж 200 экз. Заказ № 66. Арт. С-54/93.

Самарский государственный аэрокосмический университет  
имени академика С. П. Королева.  
443086 Самара, Московское шоссе, 34.

---

Участок оперативной полиграфии ИПО  
Самарского государственного аэрокосмического университета.  
443001 Самара, ул. Ульяновская, 18.