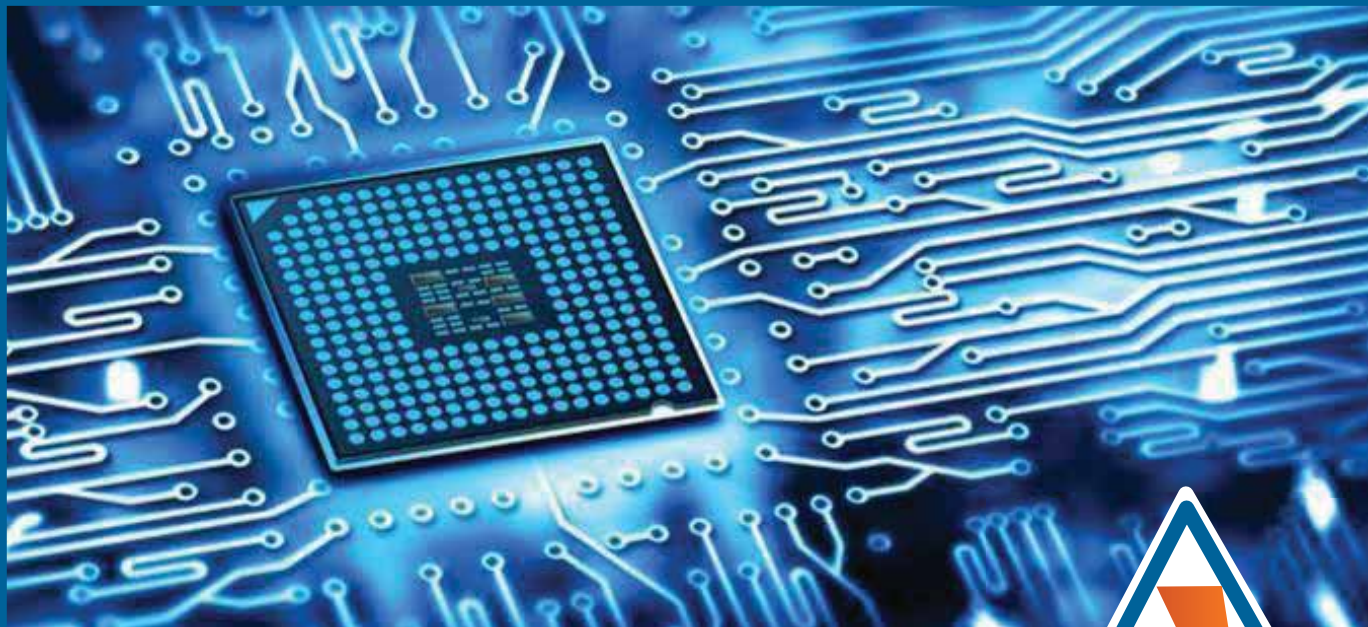


КЭЛТ-2021



Объединенная конференция
**«Электронно-лучевые технологии
и рентгеновская оптика
в микроэлектронике»**

КЭЛТ - 2021

ТЕЗИСЫ ДОКЛАДОВ

г. Черноголовка, 13 – 17 сентября 2021 г.

Диагностика микропор в монокристаллах методом фазово-контрастного изображения в синхротронном излучении

Т.С. Аргунова¹, В.Г. Кон²

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Политехническая ул., 26, 194021, С.-Петербург, РФ

² НИЦ "Курчатовский институт", пл. Курчатова, 1, 123182, Москва, РФ

Методом фазового контраста с использованием синхротронного излучения (СИ) можно получать изображения объектов с размерами микро- и наномасштаба. Другие методы имеют очень малое поле зрения. В рентгеновской микроскопии (РМ) используют фокусировку преломляющими линзами, зонными пластинками или зеркалами. В методе КДИ (когерентное дифракционное изображение) регистрируют картины от микро объектов на большом расстоянии и затем решают обратную задачу численно. Птайкография из серии картин КДИ позволяет восстановить параметры более крупных объектов [1].

Например, в методе КДИ размер пучка на образце должен быть меньше длины поперечной когерентности, не превышающей 100 мкм. Поэтому методы РМ и КДИ не подходят для диагностики пор, включений или микротрещин, распределенных с низкой плотностью в объеме почти совершенных кристаллов. Для этих целей нужен метод с большим полем зрения и для этого как раз подходит метод фазово-контрастного изображения на просвет [2, 3]. Метод фиксирует микродефекты через полный сдвиг фазы волнового поля излучения вдоль пути лучей в кристалле.

Известно, что размер фазово-контрастного изображения в ближнем поле равен размеру объекта. При этом расстояние между наиболее сильными осцилляциями коррелирует с истинным размером объекта при условии: $2r_1 < D$, где D – размер поперечного сечения объекта в направлении, перпендикулярном направлению пучка СИ; $r_1 = (\lambda r_d)^{1/2}$ – радиус первой зоны Френеля; где r_d – расстояние от объекта до детектора, λ – длина волны для максимума спектра излучения. Не зная D , нельзя установить априори пределы ближнего поля. В докладе обсуждаются возможности метода фазово-контрастного изображения на просвет для количественной визуализации пор со средним размером сечения, не превышающем нескольких микрон.

Рассмотрим цилиндрическую пору с диаметром 2 мкм в кристалле карбида кремния (SiC), который освещен пучком с энергией фотонов 16 кэВ от источника СИ на расстоянии 36 м. Теоретически обосновано и экспериментально установлено, что корректную оценку размеров сечения такой микропоры можно получить путем моделирования изображений, измеренных в широком интервале расстояний r_d [3]. Отметим, что регистрация изображений на очень малых расстояниях $r_d < 1$ см технически затруднена в силу конструкции системы регистрации и низкого качества изображений из-за паразитного шума, особенно сильного для излучения с широким спектром. Интересно узнать на каком расстоянии снизу возникает фазовый контраст в данном случае?

Ответ на него можно получить с помощью компьютерной программы PC12d, разработанной нами для расчета двумерных фазово-контрастных изображений. На малых и средних расстояниях программа использует метод преобразования Фурье для расчета свертки волновой функции с пропагатором Френеля, а в дальнем поле – метод преобразования Фурье на специальной сетке. Код программы написан на языке ACL и является модулем более общей программы vkACL.jar [4].

Для численных экспериментов выбрана сетка точек с шагом $d = 0.1$ мкм и числом точек $N = 2048$. Все показанные ниже изображения показывают только половину расчетной области, в диапазоне от -51.2 до $+51.2$ мкм. На рис. 1,а показано изображение микротрубки на расстоянии $r_d = 0.1$ см. Края трубки находятся между пиками и минимумами с максимальной высотой.

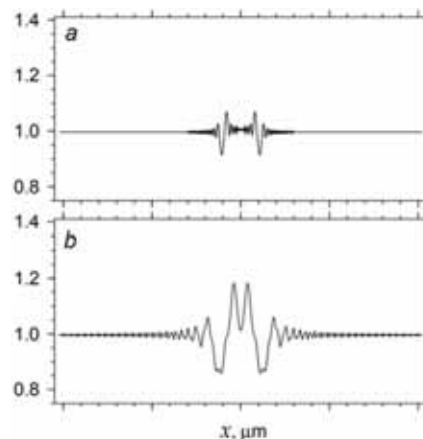


Рис. 1. Изображение поры в виде трубки диаметром 2 мкм на расстояниях 0.1 см (а) и 1 см (b).

Они формируются потому, что края поры отклоняют лучи к центральной оси цилиндра. Реальный размер трубки можно измерить прямо на расчетной картинке. На рис. 1,б показано изображение той же поры на расстоянии $r_d = 1$ см. Картинка стала шире, при этом два пика сблизились, но они еще не сливаются. Раширение можно объяснить, используя аналогию с квантовой механикой. Для рассматриваемой нами трубки возмущение локализовано в области размером $D = 2$ мкм. Значит трубка создает угловую расходимость излучения $A = \lambda/D$, где A – угол. Так в данном случае $A = 3.9 \cdot 10^{-5}$, то на расстоянии 1 см поперечный размер изображения можно оценить как 3.9 мкм, что уже почти в два раза больше диаметра поры. Как было сказано выше, критерием ближнего поля является диаметр первой зоны Френеля.

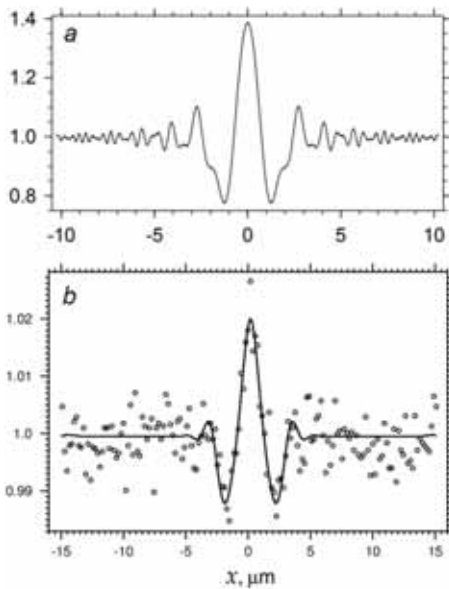


Рис. 2. (a) Расчетное изображение трубки диаметром 2 мкм на расстоянии 4 см. (b) Экспериментальное изображение, записанное на расстоянии 5 см (круглые маркеры). Кривая, полученная путем подгонки по программе FIMTIM [3] (сплошная линия).

Для расстояния $r_d = 1$ см диаметр $2r_1 = 1.8$ мкм, и он меньше диаметра трубки $D = 2$ мкм. Однако этот диаметр увеличивается пропорционально $r_d^{1/2}$. На расстоянии $r_d = 4$ см центральные пики схлопнулись в один пик (рис. 2, a). В этом случае происходит фокусировка центральной частью профиля сечения трубки, которая работает как линза. Можно оценить фокусное расстояние по формуле: $F = R/2\delta$, где $\delta = 1 - n$, n – коэффициент преломления для SiC. В нашем случае $\delta = 2.614 \cdot 10^{-6}$ и $F = 1.9$ см.

Экспериментальный профиль (рис. 2, b) не противоречит свойствам расчетного изображения, перечисленным выше. Однако он имеет только центральный максимум и сглаженные боковые осцилляции на фоне сильного шума, присущего излучению с широким спектром ($\Delta E/E \approx 0.7$). Последний позволяет фиксировать микротрубки через появление первой зоны Френеля, в то время как следующие зоны уже полностью подавлены. График, показанный на рис. 2, b сплошной линией, был получен методом моделирования профиля с использованием программы FIMTIM, описанной нами ранее в ряде статей (см., например, [3]).

Изображения в ближнем поле, представленные на рисунках 1, 2, позволяют сформулировать общие принципы формирования профилей интенсивности. На очень малых расстояниях ($r_d = 0.1$ см) видны, в основном, края микропоры. Отклоняясь к центру поры, преломленные лучи формируют структуру из минимума и максимума. На средних расстояниях есть фокусировка центральной области сечения поры. Полный размер дифракционного изображения пропорционален расстоянию r_d , и его можно грубо оценить по формуле $\lambda r_d/D$. Кроме дифракции есть еще интерференция лучей, отклоненных за пределы поры и лучей идущих мимо поры. Они образуют осцилляции с периодом зон Френеля. Диаметр первой зоны Френеля равен $2(\lambda r_d)^{1/2}$.

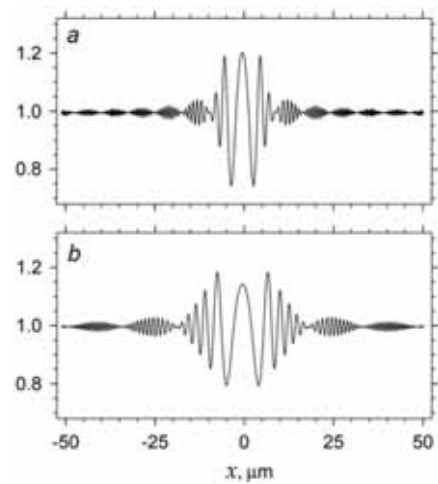


Рис. 3. Расчетные изображения трубки диаметром 2 мкм на расстояниях 20 см (a) и 40 см (b). Для $r_d = 20$ см диаметр первой зоны равен $2r_1 = 7.9$ мкм.

Условия дальнего поля формируются на расстояниях $r_d > 10$ см. При этом изображение трубки заметно меняется. Максимум в центре расширяется, а расстояние между первыми минимумами грубо соответствует диаметру первой зоны Френеля $2r_1$. В то же время возникают зоны Френеля более высокого порядка.

На рис. 3 показаны примеры изображений для расстояний $r_d = 20$ см (a) и 40 см (b). При еще большем увеличении расстояния картина в центре принципиально не изменяется, но увеличивается ее горизонтальный размер. В частности, графики, соответствующие расстояниям 40 см и 80 см полностью подобны. Размер зон Френеля пропорционален $r_d^{1/2}$, а период модуляции зон пропорционален r_d . Наибольший контраст виден внутри центрального периода модуляции, где на больших расстояниях можно зафиксировать много зон Френеля в когерентном освещении.

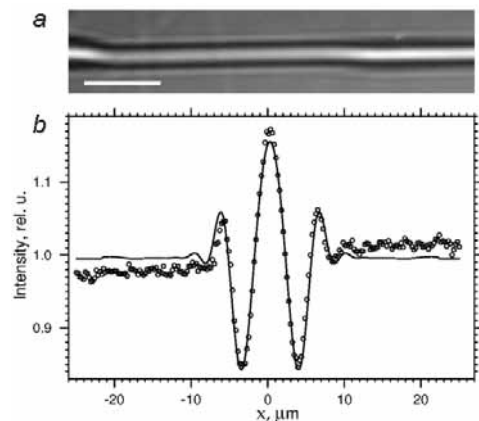


Рис. 4. Фазово-контрастное изображение микротрубки в кристалле SiC (a). Масштаб 30 мкм. (b) Результат моделирования экспериментального профиля интенсивности с использованием программы FIMTIM. Подробности в тексте.

Однако в реальном эксперименте когерентность недостаточная и много зон Френеля увидеть не удастся. Первая зона дает нам информацию о том, что пора присутствует в кристалле, но детали формы сечения получить нельзя.

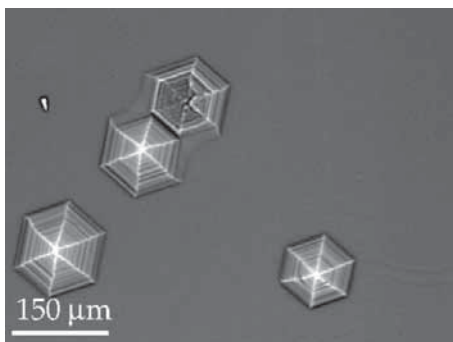


Рис. 5. Микропоры в монокристалле AlN. Расстояние $r_d = 15$ см.

Площадь сечения трубки определяется по величине контраста. На рис. 4 приведены изображения микротрубки в дальнем поле (a) и график, полученный путем моделирования профиля интенсивности, измеренной детектором на расстоянии $r_d = 40$ см (b). Условия эксперимента следующие: $\lambda = 0.775 \text{ \AA}$ (многослойный монохроматор с $\Delta E/E = 0.4\%$). Эффективный размер пикселя детектора 0.45 мкм , а поле зрения $1804 \times 2672 \text{ мкм}^2$. Толщина кристаллического образца SiC 50 мкм . Из условия наилучшего совпадения расчетных и экспериментальных профилей определены значения диаметров: $a = 2.41 \text{ мкм}$ и $b = 2.38 \text{ мкм}$, где a и b – поперечный и продольный диаметры эллиптического сечения микротрубки.

Из-за низкого уровня когерентности и невозможности локализации микропоры в объеме кристалла остается только численное решение обратной задачи с помощью программы FIMTМ, которая моделирует изображение поры с учетом всех указанных особенностей и находит параметры соответствующие экспериментальным данным.

Отметим, что кроме решения обратной задачи бывает необходимо просто выполнить расчет двумерных изображений микрообъектов довольно сложной формы. Для этой цели нами разработана программа PCI2d. В качестве примера рассмотрим моделирование микропоры гексагональной формы. Такие поры наблюдались в SiC, AlN, GaN и других гексагональных кристаллах. Определение параметров микропор путем моделирования их изображений проливает свет на проблему их образования

На рис. 5 показано экспериментальное изображение микропор в слое AlN толщиной 0.75 мм . Поры имеют сложную структуру, сформированную из границ, террас, вершин и фасеток. Однако главная особенность, облегчающая получение количественных оценок, состоит в том, что они имеют довольно крупный размер. Можно ожидать, что это свойство исключает необходимость решения обратной задачи в ближнем поле. Для определения пределов ближнего поля выполнено моделирование изображений образца, представляющего собой пирамиду с шестиугольным основанием, вписанным в круг диаметром 10 мкм . Высота пирамиды равна 10 мкм , и она ориентирована перпендикулярно пучку СИ.

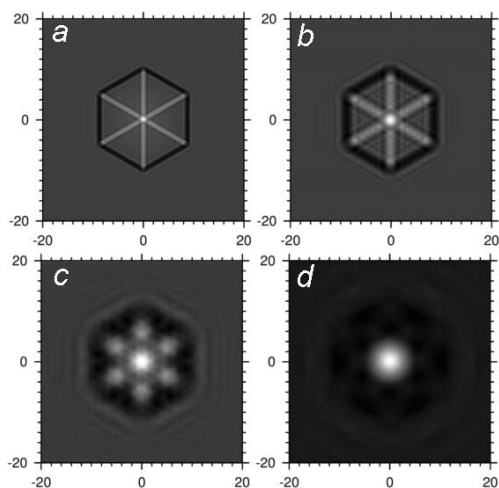


Рис. 6. Моделирование изображений поры в форме пирамиды. Энергия фотонов $E = 16 \text{ кэВ}$. Материал: SiC. Расстояние r_d равно: (a) 1 см. (b) 4 см. (c) 16 см. (d) 64 см.

Изображения, полученные с помощью программы PCI2d, показаны на рис. 6. На расстоянии $r_d = 1$ см (рис. 6,a) ребра и дно пирамиды дают соответственно светлый и темный контраст. Скачок производной сдвига фазы изменяет знак из плюса в минус и обратно. Четкий краевой контур показывает, что размеры поры можно измерять на изображении.

С ростом расстояния от 1 до 4 см контуры всех деталей постепенно размываются, и формируются осцилляции (рис. 6,b), расширяющие изображение. На расстоянии 16 см хорошо видна светлая область в центре, которая увеличивается в яркости и размере так, что при $r_d = 64$ см мелкие осцилляции уже почти не видны (рис. 6,c, d). Интерпретируя светлое пятно как пик фокусировки, делаем вывод, что для решения обратной задачи большие расстояния не интересны. Сравнение с рис. 5 показывает, что поры в AlN явно крупнее: при $r_d = 15$ см их контуры сохраняют четкость, а пик фокусировки еще не появился.

Итак, рассмотрены возможности метода фазово-контрастного изображения для количественной визуализации микропор в кристаллах. Представлены компьютерные программы. Получены полезные оценки пределов ближнего и дальнего поля, изменения размеров изображений в сравнении с объектом, длины фокусного расстояния. Даже при низком уровне когерентности можно получить надежные количественные оценки на микроуровне.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, гранты 19-29-12043 mk и 19-29-12041 mk.

1. *Synchrotron Radiation: Basics, Methods and Applications* (Eds: S. Mobilio, F. Boscherini, C. Meneghini), Springer-Verlag, Berlin, Germany 2015.
2. A. Snigirev, I. Snigireva, V. Kohn, S. Kuznetsov, *I. Schelokov*, Rev. Sci. Instrum. 1995, 66, 5486-5492.
3. T.S. Argunova, V.G. Kohn, *Physics – Uspekhi*, 2019, 62, 602-616. T.C. Аргунова, В.Г. Кон, УФН, 2019, 189, 643-658.
4. В.Г. Кон. <http://kohnvict.ucoz.ru/vkacl/vkACLdr.htm>