



Efecto de la distribución superficial de potencial eléctrico en GaAs, debida a un potencial eléctrico externo, sobre imágenes de electrones secundarios en microscopía electrónica de barrido

David A. Miranda^{1*}, S. A. López-Rivera², A. E. Mora²

1) CIMBIOS, Universidad Industrial de Santander, Cra. 27 ClI 9, Bucaramanga, Colombia

2) Departamento de Física, Facultad de Ciencias, Universidad de los Andes, Núcleo la Hechicera, Mérida, Venezuela

(*) dalemir@uis.edu.co

Recibido: 28/01/2011

Revisado: 21/03/2011

Aceptado: 25/03/2011

Resumen:

Se estudió el efecto sobre las imágenes de electrones secundarios, retrodispersados y EDS debidos a la aplicación de un potencial eléctrico externo sobre una muestra semiconductor de GaAs. La distribución de potencial sobre la muestra fue modelada por elementos finitos, encontrándose similitudes significativas entre el modelo y las imágenes de electrones secundarios tomadas en la muestra semiconductor. Los resultados obtenidos evidencian que la distribución de potencial eléctrico sobre la superficie del GaAs afecta las imágenes de electrones secundarios, más no las imágenes de electrones retrodispersados ni de EDS.

Palabras clave: distribución superficial, potencial eléctrico, semiconductor GaAs, microscopía electrónica

Abstract

The effects upon the images of secondary electrons, back-scattered electrons and energy dispersive spectroscopy (EDS) spectrum, due to an external electrical potential applied to a GaAs semiconductor surface, were studied. The potential distribution over the semiconductor surface was modeled by finite elements. Significant similarities between the model and secondary electrons images were observed. The results show that the GaAs surface electrical potential distribution affects the images of secondary electrons, but it does not affect the images of neither the backscattering electrons nor the EDS.

Keywords: EDS images, GaAs semiconductor, electrical potential distribution, backscattering electrons

Introducción

El estudio de nuevas configuraciones experimentales para la preparación de muestras a ser utilizadas en análisis por microscopía electrónica de barrido está motivado en extender los métodos desarrollados para muestras conductoras a malos conductores eléctricos. Por ejemplo, para el estudio de materiales aislantes por medio del microscopio electrónico de barrido se suele realizar una preparación de muestra consistente en el recubrimiento de su superficie con un material conductor apropiado, por ejemplo, oro o grafito. Este procedimiento hace de la microscopía electrónica de barrido una técnica invasiva en cuanto a la necesidad del recubrimiento para poder observar los detalles topográficos de la superficie del material a estudiar, así como para realizar el análisis químico y demás estudios que se pueden hacer con el microscopio electrónico de barrido.

La necesidad del recubrimiento de muestras no conductoras radica en la acumulación de cargas negativas en la superficie de las mismas, lo cual produce un gran campo eléctrico que actúa como espejo de los electrones del haz de electrones y se observa en las imágenes tomadas con el microscopio electrónico como zonas brillantes¹.

Un fenómeno en el cual se produce una variación en los electrones que llegan al detector de electrones secundarios se conoce como contraste por voltaje y es utilizado para estudiar dispositivos semiconductores¹⁻². Este fenómeno ha dado origen a una tecnología conocida como contraste por voltaje pasivo, PVC (*Passive Voltage Contrast*), por medio de la cual se suelen detectar fallas, invisibles a otras técnicas, en componentes semiconductores. El contraste por voltaje se debe a la distribución superficial de voltaje sobre la muestra, la cual afecta a la generación de electrones secundarios en la superficie del material².

En este artículo se presenta un estudio del efecto de una diferencia de potencial externa aplicada a una muestra de GaAs pulida, cuya brecha de energía es de 1.41eV y su resistividad eléctrica $\sim 10^4 \Omega m$ a 300K. La investigación realizada está motivada en el estudio de un método que permita reemplazar el recubrimiento en muestras poco conductoras. A pesar de que el estudio realizado fue hecho en un semiconductor, GaAs, los resultados obtenidos pueden ser utilizados para explorar nuevas metodologías a emplearse en materiales con baja conductividad eléctrica.

Parte experimental

Se realizó un estudio exploratorio, con metodología experimental, del efecto de una diferencia de potencial eléctrico externo sobre una muestra semiconductor sometida a un haz de electrones. Se utilizaron dos muestras de GaAs de alta pureza con resistividad eléctrica del orden de $10^4 \Omega m$ (a 300K), tomadas de la misma oblea, siendo una de ellas utilizada como muestra control. Como fuente del campo eléctrico externo se utilizaron baterías tipo GP364, GP379 y LR44, conectadas en serie para obtener una diferencia de potencial de aproximadamente 6.2V, ver figura 1.

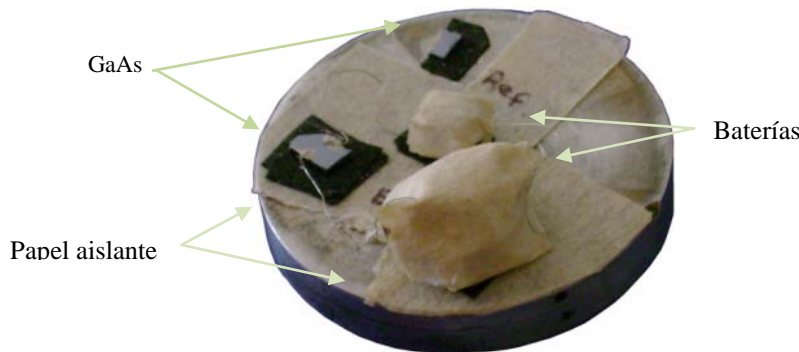


Figura 1: Montaje experimental.

La muestra de experimentación consistió en una muestra de GaAs a la cual se le aplicó una diferencia de potencial constante por medio de dos electrodos formados con tintura de plata, mientras que la muestra de control corresponde a una muestra del mismo material sin campo eléctrico aplicado pero conectada a la tierra del microscopio electrónico de barrido, SEM marca Hitachi, modelo S-2500. Para realizar los experimentos se realizaron tres montajes diferentes, los cuales son descritos a continuación:

Montaje 1: en este montaje, ver figura 2, se tomaron 13 mediciones a la muestra de control como se indica en la tabla 2.

Montaje 2: en este montaje, ver figura 3, se tomaron 10 mediciones sobre la muestra de experimentación como se indica en la tabla 3.

Montaje 3: en este montaje, ver figura 4, se tomaron 9 mediciones a la muestra de experimentación como se indica en la tabla 4.

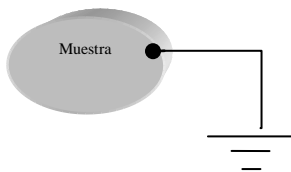


Figura 2: Montaje 1 del experimento.

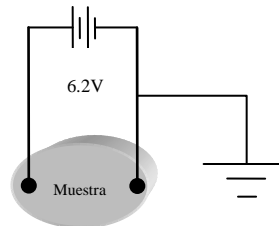


Figura 3: Montaje 2 del experimento.

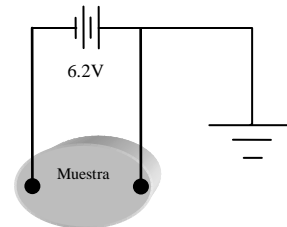


Figura 4: Montaje 3 del experimento.

Tabla 1: Configuraciones para la toma de datos SEM.

	Magnificación	ΔV
Configuración 1: CNF1	Bajo: < 50 X	5 kV
Configuración 2: CNF2	Alto: > 1000 X	5 kV
Configuración 3: CNF3	Bajo: < 50 X	10 kV
Configuración 4: CNF4	Alto: > 1000 X	10 kV
Configuración 5: CNF5	Bajo: < 50 X	30 kV
Configuración 6: CNF6	Alto: > 1000 X	30 kV

Tabla 2: Nombre de los archivos de datos

	Electrones retro-dispersados	Electrones Secundarios	EDS
Configuración 1: CNF1	-	CNF131	
Configuración 2: CNF2	-	CNF231	REF-5-2
Configuración 3: CNF3	CNF335	CNF331	
Configuración 4: CNF4	CNF435	CNF431	REF-10-2
Configuración 5: CNF5	CNF535	CNF531	
Configuración 6: CNF6	CNF635	CNF631	REF-30-2

Tabla 3: Nombre de los archivos de datos

	Electrones retro-dispersados	Electrones Secundarios	EDS
Configuración 1: CNF1	-	CNF134	
Configuración 2: CNF2	-	CNF234	
Configuración 3: CNF3	CNF336	CNF334	
Configuración 4: CNF4	CNF436	CNF434	
Configuración 5: CNF5	CNF536	CNF534	
Configuración 6: CNF6	CNF636	CNF634	

El experimento se realizó como se describe a continuación: Primero, se montaron simultáneamente sobre un mismo porta muestra estándar de aluminio la muestra control (montaje 1) y la muestra de experimentación (montaje 2 ó 3). Segundo, se tomaron las imágenes de electrones secundarios, retro-dispersados y análisis químico por EDS para las dos muestras, para las diferentes configuraciones descritas en la tabla 1. La corriente en la lente magnética y el tamaño de la apertura fueron ajustados de tal manera que se mejorara la nitidez de la imagen adquirida; para las medidas de electrones retro-dispersados fueron sumadas las señales provenientes de los cuatro detectores ubicados en cada uno de los cuatro cuadrantes de detección. Tercero, las imágenes obtenidas fueron marcadas con los nombres descritos en las tablas 2, 3 y 4. Cuarto, se cambió el montaje de la muestra de experimentación y se repitieron los pasos dos y tres. Quinto, se realizó un modelado por elementos finitos de la distribución de potencial sobre la muestra de experimentación para cada uno de los dos montajes (montajes 2 y 3). Por último, se analizaron los resultados obtenidos.

Tabla 4: Nombre de los archivos de datos

	Electrones retro-dispersados	Electrones secundarios	EDS
Configuración 1: CNF1		CNF141	
Configuración 2: CNF2	-	CNF241	CNF242
Configuración 3: CNF3	-	CNF341	
Configuración 4: CNF4	-	CNF441	CNF442
Configuración 5: CNF5	-	CNF641	
Configuración 6: CNF6	-	CNF541	CNF642

Resultados y discusión

Las medidas de electrones retrodispersados (BSE) y el análisis químico, EDS, no mostraron diferencias significativas para los tres montajes. Esto sugiere que el aplicar un potencial externo a la muestra éste no afecta significativamente los procesos de dispersión elástica de electrones ni los rayos X característicos, por lo cual, dichas medidas son similares para la muestra de experimentación y control.

En la figura 5 se presentan cuatro mediciones de electrones retrodispersados tanto para la muestra control como para la de experimentación. En la figura 6 y 7 se presentan el análisis químico a 30kV para la muestra de control y la de experimentación, respectivamente.

En la figura 8 se presentan varias imágenes de electrones secundarios para los tres montajes descritos en la metodología. Como se puede apreciar en las imágenes para el montaje 2, que corresponden a las etiquetadas con +6.14V, se observa una clara diferencia de contraste en la superficie plana de la muestra, principalmente en las mediciones tomadas a voltajes de aceleración de electrones por debajo de los diez kilovoltios.

Al analizar las imágenes presentadas en las figuras 2 y 5, y teniendo en cuenta el análisis químico, EDS, se puede concluir que las muestras de GaAs utilizadas tienen la estequiometría esperada además de presentar una superficie pulida. Las imágenes de la figura 5 evidencian que la estequiometría de las muestras es similar en toda la superficie de las mismas, también se puede apreciar el poco cambio topográfico y la existencia de una sola fase, evidenciada por la uniformidad en la intensidad de las imágenes. Las únicas diferencias de intensidad en las imágenes de la figura 5 se presentan en la cercanía a los electrodos formados con tintura de plata, los cuales no hacen parte de la muestra de GaAs.

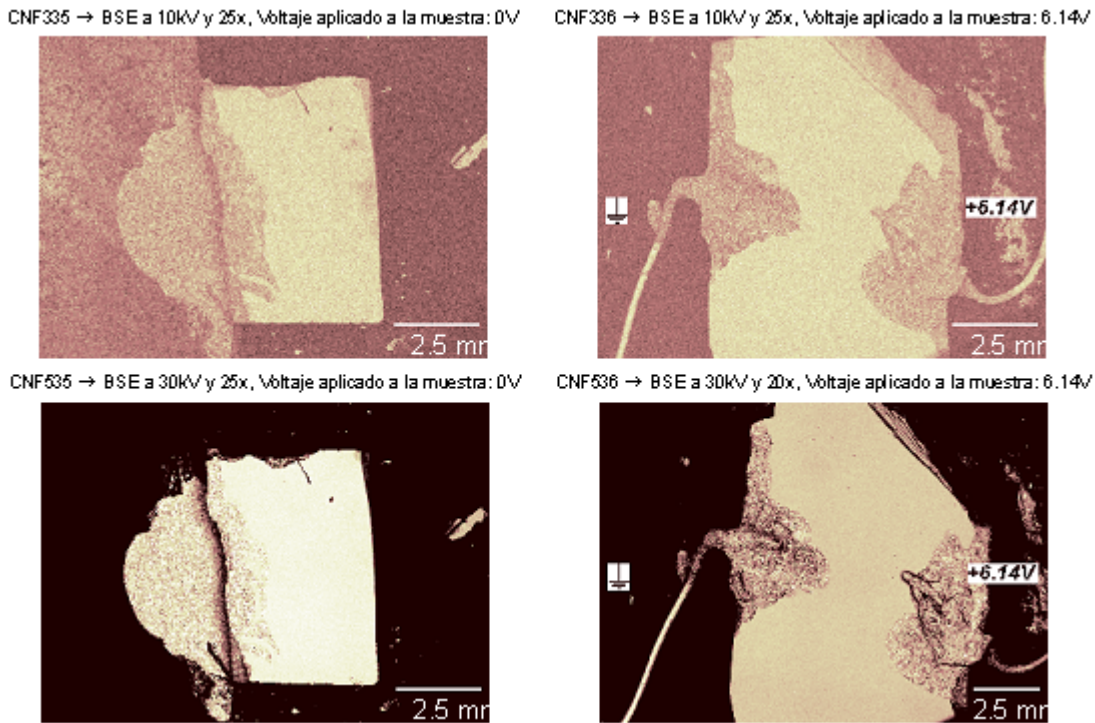
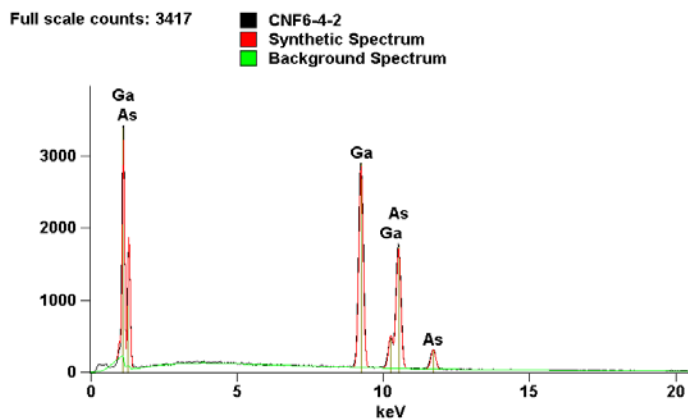


Figura 5: Imágenes de electrones retrodispersados.

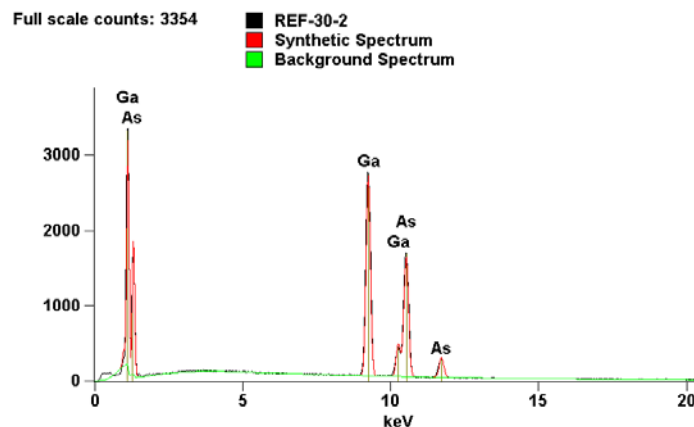


Element	Weight Conc %	Weight % Error	Atom Conc %	Atom % Error
Ga	47.10	+/-0.42	48.89	+/-0.43
As	52.90	+/-0.69	51.11	+/-0.67

Figura 6: EDS para GaAs sin campo eléctrico externo

Dado que la muestra de GaAs utilizada para el estudio presentaba una superficie pulida, los cambios en las intensidades relativas observadas en las imágenes de la figura 8 no se pueden asociar a cambios topográficos en la misma. Un aspecto importante a considerar es que las imágenes de electrones secundarios tomadas en la muestra de control, CNF331 y CNF531, no muestran variaciones significativas en las intensidades de la imagen correspondiente a la muestra de GaAs. La diferencia de intensidades observada en las superficies de las muestras

sometidas a un potencial eléctrico externo se puede atribuir a un efecto de la distribución de potencial en las superficies de las mismas². Este efecto es conocido como contraste por voltaje.



Element	Weight Conc %	Weight % Error	Atom Conc %	Atom % Error
Ga	46.75	+/-0.43	48.55	+/-0.44
As	53.25	+/-0.71	51.45	+/-0.69

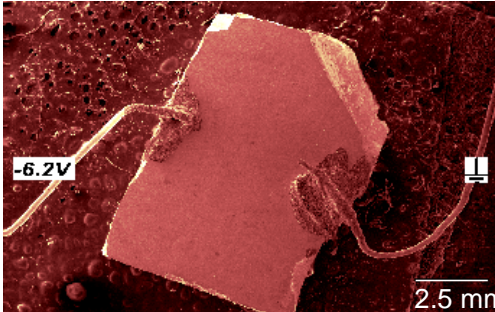
Figura 7: EDS para GaAs con campo eléctrico externo

Para poder analizar las imágenes de electrones secundarios de la muestra sometida a una diferencia de potencial externo se realizó un modelado por elementos finitos para calcular la distribución de potencial sobre la superficie de la muestra teniendo en cuenta la geometría de los electrodos.

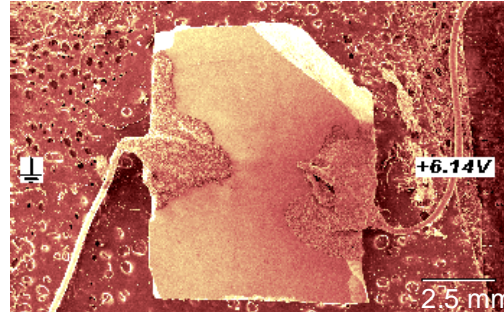
La distribución de potencial sobre la superficie de la muestra se calculó resolviendo la ecuación de Laplace, $\nabla^2 u = 0$ (u

es el potencial eléctrico) utilizando el método de elementos finitos con condiciones de frontera de Dirichlet³⁻⁴.

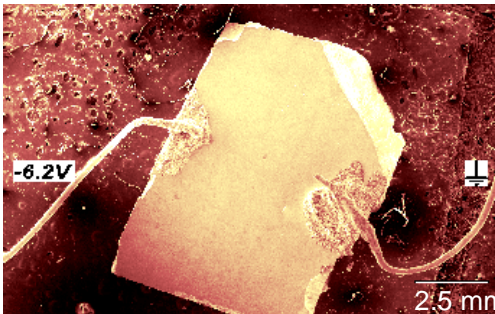
CNF141 → SE a 5kV y 20x, Voltaje aplicado a la muestra: -6.2V



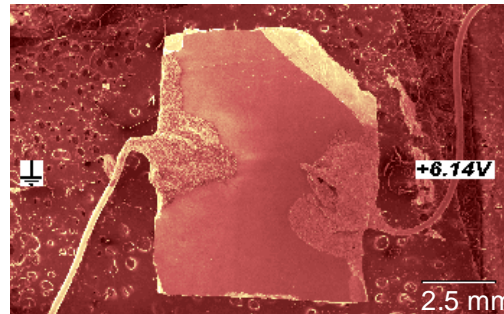
CNF134 → SE a 5kV y 20x, Voltaje aplicado a la muestra: 6.14V



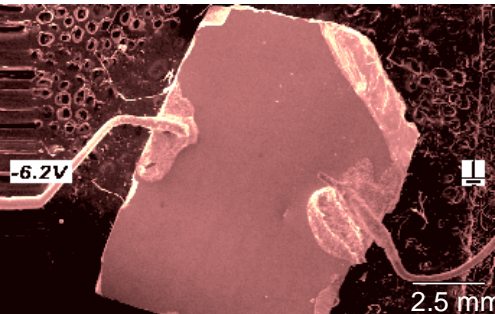
CNF341 → SE a 10kV y 20x, Voltaje aplicado a la muestra: -6.2V



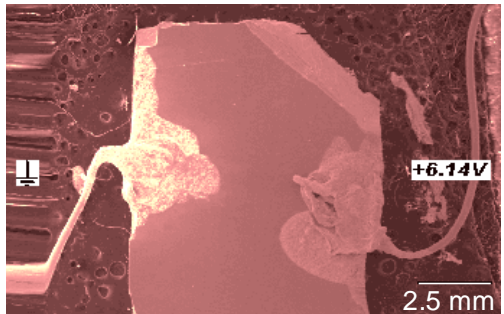
CNF334 → SE a 10kV y 20x, Voltaje aplicado a la muestra: 6.14V



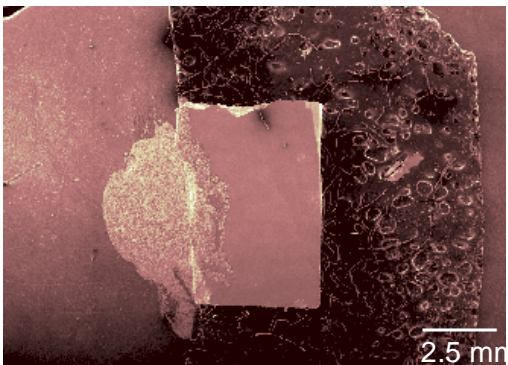
CNF641 → SE a 30kV y 20x, Voltaje aplicado a la muestra: -6.2V



CNF534 → SE a 30kV y 20x, Voltaje aplicado a la muestra: 6.14V



CNF331 → SE a 10kV y 20x, Voltaje aplicado a la muestra: 0V



CNF531 → SE a 30kV y 20x, Voltaje aplicado a la muestra: 0V

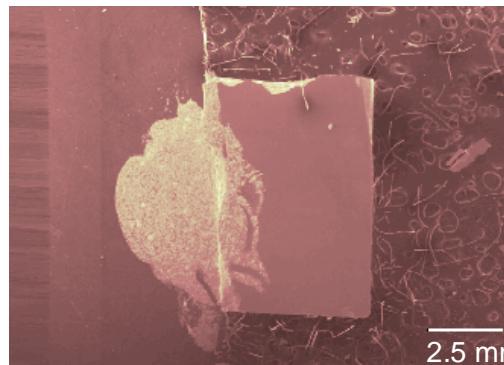


Figura 8: Imágenes de electrones secundarios. Muestra: GaAs. Configuraciones: 1, 2 y 3.

El modelado por elementos finitos se puede realizar de diversas maneras, siendo los métodos de Ritz y Galerkin los más utilizados. El método de Ritz consiste en un método variacional en el cual el problema de las condiciones de contorno es formulado en términos de una expresión variacional llamada funcional. Es importante señalar que al evaluar un funcional se obtiene una función, mientras que al evaluar una función, por ejemplo $y = x$, el resultado es un número. El método de Ritz consiste en encontrar el mínimo del funcional para el problema en estudio. El funcional para un problema físico-químico $Lx = f$, donde L es el operador lineal que describe el fenómeno, f , la función excitación forzada y x , la incógnita, en nuestro caso, el potencial eléctrico, u , está dado por:

$$F(x) = \frac{1}{2} \int_V Lxx^* dV - \frac{1}{2} \int_V xf^* dV - \frac{1}{2} \int_V fx^* dV,$$

siendo x^* y f^* los complejos conjugados de x y f , respectivamente. En el método de Ritz se busca la función que minimice el funcional $F(x)$ dentro del volumen ocupado por el sistema en estudio. Por otra parte, el método de Galerkin consiste en el uso de funciones de pesos que conduzcan a una función residual mínima, para ello se define la función residuo $r = Lx - f$. En el método de Galerkin la mejor aproximación para x será aquella que minimice el residuo r al menor valor posible en todos los puntos dentro del volumen V , para lo cual se minimiza la integral de pesos residuales definida como: $R_i = \int_V w_i r dV$, siendo w_i las funciones de pesos de Galerkin. Ambos métodos son utilizados para modelar problemas de electromagnetismo⁵.

El modelado por elementos finitos se realizó con ayuda de la librería de ecuaciones diferenciales parciales de Matlab®, la cual utiliza dicho método para resolver diversas ecuaciones diferenciales, entre ellas la ecuación de Laplace. El procedimiento utilizado para implementar el modelo por elementos finitos para determinar la distribución de potencial en la muestra de GaAs es descrito a continuación: primero, a partir de una imagen de microscopía electrónica a bajo aumento (20X) se extrajeron las coordenadas aproximadas de puntos sobre la muestra de experimentación que permitieran obtener una representación simple de su contorno y de la forma de los electrodos. Segundo, se utilizaron las coordenadas obtenidas en el primer paso para dibujar el área de simulación y los contornos que representan los electrodos sobre la muestra de experimentación. Tercero, se definieron las condiciones de frontera de Dirichlet de la siguiente manera, diferencia de potencial (voltaje) cero para todo el contorno de la muestra y para el electrodo conectado a la tierra del microscopio electrónico. El potencial en el otro electrodo fue el suministrado por las baterías: -6.2V ó +6.14V según el montaje. Cuarto, se seleccionó la ecuación de Poisson con densidad de carga igual a cero, que corresponde a la ecuación de Laplace. Quinto, se dividió el área de la

muestra en pequeños segmentos triangulares para definir de esta forma las funciones de interpolación propias del modelo de elementos finitos. Sexto, se resolvió el modelo de elementos finitos con las condiciones de frontera determinadas por el montaje a modelar. Por último, se obtuvo la imagen correspondiente a la distribución de potencial en la superficie de la muestra.

En las figuras 9 y 10 se muestran los resultados obtenidos para el modelado por elementos finitos de la distribución de potencial sobre la muestra GaAs sometida a una diferencia de potencial externo.

En la figura 9 se puede apreciar que el potencial sobre la muestra disminuye desde cero, en las cercanías del electrodo conectado a la tierra del microscopio, hasta -6.2V en el electrodo no conectado a la tierra del microscopio. En la figura 10 se observa algo similar, pero con un aumento desde cero voltios hasta 6.14 voltios. En la figura 11 se comparan dos de las imágenes de electrones secundarios de la figura 8 con las imágenes de las figuras 5 y 6. Se puede observar en la figura 11 que las diferencias de intensidad en las imágenes de electrones secundarios son similares a las diferencias de colores que representan la distribución de potencial sobre la superficie de la muestra calculada por elementos finitos.

En la figura 11 también se destaca que en el electrodo a menor potencial se observa la mayor intensidad, lo cual concuerda con lo descrito por Goldstein y colaboradores¹, con la única diferencia que en el experimento realizado la diferencia de voltajes en la superficie de la muestra ha sido inducida por la aplicación a la muestra de una diferencia de potencial externa. Es destacable el hecho que a mayor energía de aceleración de los electrones, el efecto de contraste por voltaje es menos acentuado, como se puede observar en las imágenes de la figura 8.

El fenómeno de contraste por voltaje puede ser atribuido a la variación en la producción de electrones secundarios por la distribución de potencial en la superficie de la muestra, lo cual hace que se varíe la cantidad de electrones secundarios que llegan al detector.

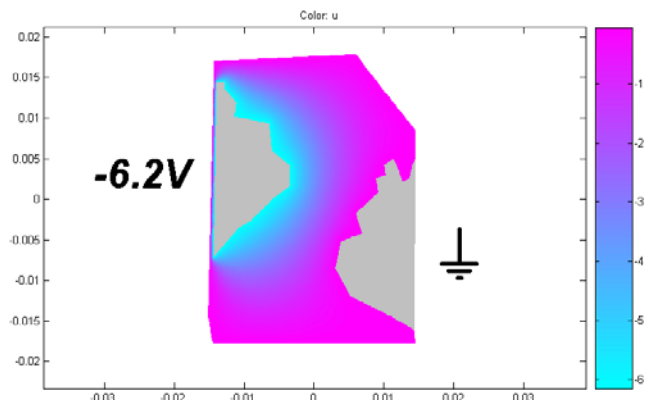


Figura 9: Modelado por elementos finitos de la distribución de potencial sobre la muestra GaAs sometida a -6.2V.

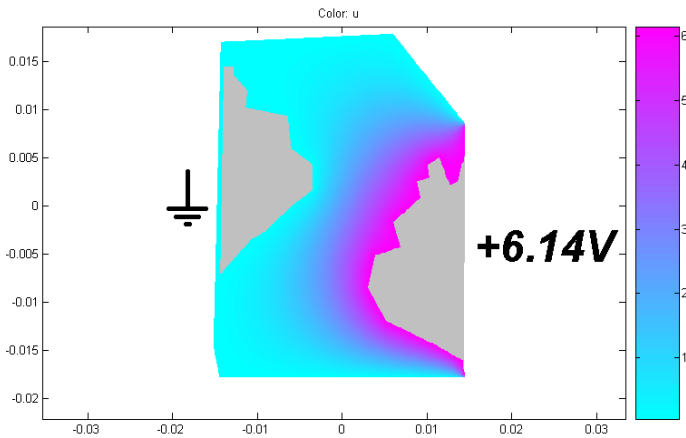


Figura 10: Modelado por elementos finitos de la distribución de potencial sobre la muestra GaAs sometida a +6.14V.

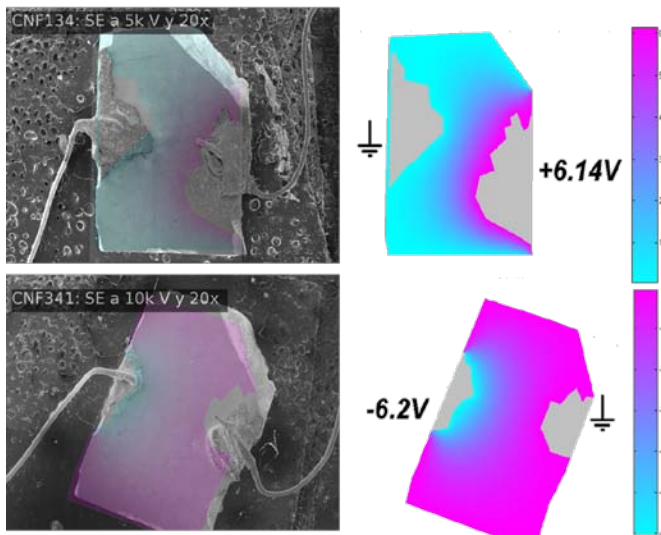


Figura 11: Imágenes de electrones secundarios y de la distribución de potencial sobre la muestra. Nota: A las imágenes de electrones secundarios CNF134 y CNF431, figura 8, se les superpuso la imagen obtenida por simulación.

Conclusiones

Se observó el fenómeno de contraste por voltaje en las imágenes de electrones secundarios de una muestra de GaAs sometida a una diferencia de potencial externo. Las diferencias de intensidad obtenidas fueron comparadas con la distribución de potencial en la superficie de la muestra calculada con un modelado por elementos finitos, el cual fue realizado con ayuda de la librería de ecuaciones diferenciales parciales de Matlab®.

Se encontró una buena concordancia entre la representación en color de la distribución de potencial sobre la superficie de la muestra y las imágenes de electrones secundarios obtenidas de la muestra de experimentación. Otro aspecto destacable del fenómeno estudiado es la dependencia del voltaje de aceleración del haz de electrones: a mayor voltaje de aceleración el fenómeno es menos apreciable.

En las imágenes de electrones retrodispersados no se encontró diferencia significativa entre la muestra control y la de experimentación, tampoco se obtuvieron diferencias significativas en el análisis químico por EDS; esto sugiere que la distribución de potencial sobre la superficie de la muestra sólo afecta de manera apreciable a los electrones secundarios que son detectados por el microscopio electrónico de barrido, como consecuencia de la baja energía que los caracteriza (<100eV).

El fenómeno estudiado es similar al contraste por voltaje que se utiliza para estudiar dispositivos semiconductores (PVC, *Passive Voltage Contrast*) con la diferencia que en el estudio realizado la distribución de potencial sobre la superficie de la muestra de experimentación fue inducida con la aplicación de una diferencia de potencial a la misma por medio de dos electrodos fijados a la muestra con tintura de plata.

Es importante señalar que el estudio realizado puede ser utilizado como base para una investigación más profunda en la cual se puedan aplicar los resultados obtenidos en el diseño de una metodología para reemplazar recubrimientos en materiales poco conductores por medio de la aplicación de una configuración especial de electrodos con potenciales eléctricos que permita descargar la superficie de la muestra sin necesidad de un recubrimiento especial a la muestra y mejorar así el contraste de las imágenes adquiridas con el microscopio electrónico de barrido.

Agradecimientos

Se agradece el apoyo económico de COLCIENCIAS, VIE-UIS, UIS y CDCHT. Un especial agradecimiento a TEC. Jorge Fernández por su colaboración, paciencia y sugerencias en la toma de datos.

Referencias

1. J Goldstein, D Newbury, D Joy, C Lyman, P Echlin, E Lifshin, L Sawyer, J Michael. Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. Third Edition. USA: Springer, pp. 2-18, 243-245, 545-546 (2003).
2. S Cha-Ming, L Shi-Chen, H Chen-May, L Huay-Xan, W Chi-Hong. Couple Passive Voltage Contrast with Scanning Probe Microscope to Identify Invisible Implant Issue. Proceeding of 31st International Symposium for Testing and Failure Analysis. Nov 6-10, McEnery Convention Center, San Jose, California, USA. pp 212-216 (2005).
3. J Jackson. Classical Electrodynamics. Third Edition. USA: Wiley, pp 34-50 (1999).
4. D Cheng. Fundamentos de electromagnetismo para ingeniería. España: Pearson. pp 150-169 (1998).
5. J Jianming. The Finite Element Method in Electromagnetics. Second Edition. USA: John Wiley & Sons, Inc. pp 19-43, pp 89-121 (2002).