



УДК 620.1.72:532.783

**ДЕТЕКТИРОВАНИЕ ДЕФЕКТОВ ПЛЁНОК SiO<sub>2</sub> ХОЛЕСТЕРИЧЕСКИМИ ЖИДКИМИ КРИСТАЛЛАМИ****DETECTION OF DEFECTS OF SiO<sub>2</sub> FILMS BY CHOLESTERIC LIQUID CRYSTALS****С.И. Кучеев, Е.И. Омельченко, В.В. Ченцова**  
**S.I. Kucheev, E.I. Omelchenko, V.V. Chenzova**

Белгородский национальный исследовательский университет, Россия, 308015, г.Белгород, ул. Победы, 85

Belgorod National Research University, 85 Pobedy St, Belgorod, 308015, Russia

E-mail:kucheev@bsu.edu.ru

**Аннотация**

Экспериментально показано, что дефекты типа пор в диэлектрической пленке на кремнии могут быть обнаружены с помощью электрооптических эффектов, присущих холестерическим жидким кристаллам в стандартной жидкокристаллической ячейке. В постоянных электрических полях локальные утечки заряда через поры диэлектрической плёнки в жидком кристалле регистрируются появлением текстуры «масляные бороздки». Регистрация дефектов плёнки, рассеивающей свет конфокальной текстурой при действии на ячейку переменным напряжением с частотой, исключающей перенос ионов в жидкокристаллическом материале, требует предварительного действия постоянным напряжением. Область деформации поля директора после действия постоянным напряжением становится локальным источником начала роста конфокальной текстуры. Холестерико-нематический переход использован для обнаружения токов утечек через границу жидкий кристалл/кремний в порах диэлектрической плёнки. Из-за утечек, при соответствующем напряжении, приложенном к ячейке, в окрестности дефекта нарушается формирование обеднённого основными носителями заряда приповерхностного слоя в кремнии, что понижает в данном месте порог раскрутки холестерической спирали в гомеотропное состояние, тогда как над бездефектными участками плёнки, где имеет место обеднение поверхности кремния, наблюдается конфокальная текстура.

**Abstract**

It has been experimentally shown that pore-type defects in a dielectric film on silicon can be detected with the help of electro-optical effects inherent in cholesteric liquid crystals in a standard liquid crystal cell. In constant electric fields, local leakage of charge through the pores of a dielectric film in a liquid crystal is detected by the appearance of a texture of "oil grooves". The detection of film defects by a scattering light confocal texture when the cell is exposed to an alternating voltage with a frequency that excludes ion transport in a liquid crystal material requires a preliminary action by a constant voltage. The deformation of the director field after the action of a constant voltage becomes a local source of the beginning of the growth of the confocal texture. Cholesteric-nematic transition used to detect leakage currents across the liquid crystal/silicon interface in the pores of a dielectric film. Because of leaks, at the voltage applied to the cell, in the vicinity of the defect, the formation of the depleted layer by the main charge carriers is disrupted and the threshold for the untwisting of the cholesteric helix into the homeotrope state lowers here, whereas over the defect-free areas of the film, where the surface of silicon is depleted, a confocal texture is observed.

**Ключевые слова:** холестерик, дефект плёнки, обеднение кремния, МДП структура.**Keywords:** cholesteric, defect of film, depletion of silicon, MIS structure**Введение**

Тонкие диэлектрические плёнки являются неотъемлемым функциональным элементом полупроводниковых приборов. В МДП структурах плёнки выполняют (1) изолирующую функцию, благодаря которой электрическое поле затвора (полевой электрод), посредством эффекта поля, может изменять поверхностную проводимость в широких пределах от обогащения до инверсии и (2) роль среды для хранения заряда в энергонезависимых приборах памяти [1]. Поэтому к электрофизическим свойствам и качеству диэлектрических плёнок предъявляются высокие требования, одним из которых является отсутствие в плёнках дефектов типа сквозных или глухих (закрытых) пор. Сквозные поры вызывают электрические замыкания между полупроводником и металлическим затвором при его напылении. Утонченный окисел в глухих порах остается потенциально ненадежным и дающим отказ в жестких границах функционирования готовых микросхем. В основе методов контроля открытых пор диэлектрических пленок обычно лежит регистрация токов утечек через поры, например визуализация продуктов гидролиза воды в области повышенной плотности тока или электрохимическое экспонирование фотоматериалов в окрестности токов утечек с

последующим их проявлением стандартными фотографическими методами. Очевидно, что такие широко распространенные методы исследования электрофизических свойств пленок, как растровая электронная микроскопия, атомная силовая микроскопия, и ряд других, для обнаружения такого типа дефектов пленок малоэффективны. Получить этими методами информацию о распределении дефектов по большой площади, сравнимой с площадью кремниевых пластин, т. е. выполнить картирование пленки окисла на разных этапах изготовления микросхем, практически невозможно. Более того, для глухих пор методы, основанные на регистрации токов утечек в самой регистрируемой среде тоже становятся неэффективными. Для выявления глухих (закрытых) пор в таких случаях необходимо послойное травление исходного окисла для их вскрытия, что усложняет эти методы и переводит их из неразрушающих в разрушающие. Поэтому поиск неразрушающих экспресс методов контроля дефектности пленок для эффективного картирования на больших площадях остается актуальной задачей. К таким методам относится использование нематических жидких кристаллов [2, 3]. В основе метода лежит переориентация молекул нематика в окрестности дефекта пленки, что достаточно легко регистрируется оптическим микроскопом в поляризованном свете. Метод позволяет обнаруживать единичные дефекты с линейными размерами около 1 мкм на площади в несколько квадратных сантиметров [2, 3].

Холестерические жидкие кристаллы, по сравнению с нематиками, обладают расширенным набором электрооптических эффектов, поэтому потенциально могли бы быть регистрирующими средами с более функциональными возможностями в дефектоскопии пленок и подложек. В отличие от нематиков, для которых порог Фредерикса [4] практически не поддается управлению, в холестериках электрооптические эффекты, включая эффекты памяти, зависят от шага холестерической спирали, которая за счет изменения концентрации оптически активной добавки может изменяться в широких пределах [4]. Это позволяет подгонять пороги электрооптических эффектов к процессам, протекающим в полупроводнике или диэлектрической пленке. Другим важным свойством электрооптических эффектов в холестериках является возможность регистрировать их протекание неполяризованными оптическими микроскопами, что значительно удешевляет метод дефектоскопии. В предлагаемой работе рассмотрена возможность регистрации дефектов пленки окиси кремния на кремнии с помощью нескольких электрооптических эффектов, присущих холестерическому жидкому кристаллу.

### Эксперимент

Холестерические ячейки для контроля дефектности диэлектрической пленки представляли собой «сэндвич», в котором нижней подложкой служили образцы монокристаллического кремния с пленкой окиси кремния, в которой присутствовали дефекты типа сквозных пор. Верхним электродом служил прозрачный электрод окиси индия (ITO) на стекле. Для задания планарной ориентации холестерика, в которой ось холестерической спирали перпендикулярна поверхностям ячейки, поверхности пленки окиси кремния и ITO электрода покрывались полиимидной пленкой. В качестве холестерического жидкого кристалла, который заправлялся в капилляр между пленкой  $\text{SiO}_2$  и электродом ITO толщиной 20 мкм, выступала смесь нематического жидкого кристалла (жк 1289) и оптически активной добавки, структурная формула которой приведена в работе [5]. Шаг спирали определялся методом клина Кано и составлял около 6 мкм.

При прикладывании к вышеописанной жк ячейке постоянного напряжения с полярностью «–» U относительно кремниевой подложки в окрестности дефектов пленки окиси кремния происходит локальная деформация исходного поля директора. Деформация оптически выглядит как некоторое просветление, рис. 1а, похожее на деформацию поля директора ориентированного нематика, но с некоторым отличием. Деформация нематика, как известно, имеет вид симметричного «коноскопического креста» [6], тогда как в картине деформации холестерика имеет место замена двух диагональных светлых лепестков «креста» на затемненные, рис. 1а. На светлом фоне планарной текстуры холестерика визуальное проявление локальной деформации представляет собой малоконтрастную картинку, поэтому малоприспособна для целей дефектоскопии пленок. При выключении напряжения деформированное поле директора холестерика релаксирует в исходное состояние без проявления эффектов памяти.

В случае дальнейшего увеличения напряжения в окрестности дефектов пленки наблюдается возникновение характерной для холестериков текстуры «масляные бороздки». «Масляные бороздки» образуются в области интенсивного потока жк материала в виде вытянутых петель, один край которых остается «закрепленным» в окрестности дефекта, а противоположная сторона потоками увлекается на периферию. Ионный поток от дефекта пленки через слой жк к плоскому электроду ITO можно рассматривать как своего рода электрогидродинамический насос, увлекающий жк материал. В центральной области фрагменты петель запутываются друг с другом вследствие



турбулентного движения жк материала и формируют плотное образование, рассеивающее свет, рис. 1b (стрелка 1). Отбрасываемые жк потоком на периферию «масляные бороздки» складываются друг с другом, образуя фрагменты, напоминающие текстуру «отпечатки пальцев», рис. 1b (стрелка 2). По мере действия напряжения область «масляных бороздок» приобретает некоторую выраженную кольцеобразную форму со стационарными границами. Наличие такой границы, по видимому, указывает на достижение равновесия между давлением потока жк материала, вытекающего из области дефекта и упругостью «масляных бороздок». При выключении напряжения в первую очередь релаксирует центральная область, а затем периферийная, соответствующая текстуре «отпечаткам пальцев». Релаксация заключается в исчезновении каждой «масляной бороздки» по отдельности вплоть до последней (рис. 1d, единичная «масляная бороздка»). Поскольку процесс релаксации длится несколько минут, то с точки зрения дефектоскопии больших площадей плёнок этот факт представляется преимуществом.

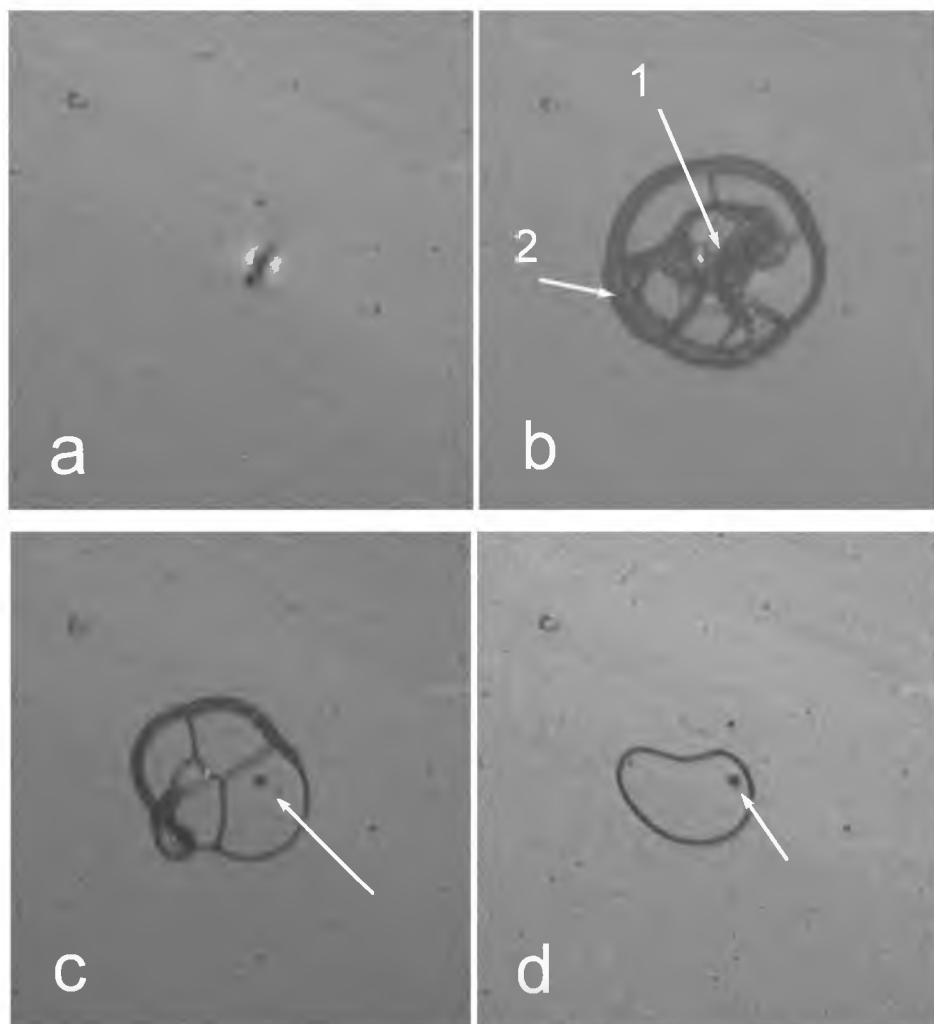


Рис. 1. Планарный холестерик в окрестности дефекта пленки окиси кремния. а – Деформация поля директора холестерика в окрестности дефекта пленки при действии постоянного напряжения.  $U = 7$  В. б – Рассеивающая свет текстура (1) и фрагменты текстуры «отпечатков пальцев» (2). Постоянное напряжение  $U = 13$  В. в, д – Релаксация области «масляных бороздок» в окрестности дефекта (отмечен стрелкам).  $U = 0$

Fig. 1. Planar cholesteric in the vicinity of a defect of a silicon oxide film. а – Deformation of the field of the director of the cholesteric in the vicinity of the defect of the film under the action of a constant voltage.  $U = 7$  V. б – Light-scattering texture (1) and fragments of the "fingerprints" texture (2). Constant voltage  $U = 13$  V. в, д – Relaxation of the "oil grooves" region in the vicinity of the defect (indicated with the arrows).  $U = 0$

Рассмотрим возможность использования других фаз холестерико-нематического перехода при действии на жк ячейку переменным напряжением. С целью исключения переноса носителей заряда в объеме жк материала используется переменное напряжение с частотой выше 1 кГц. В общем слу-



чае, независимо от конкретного вида холестерического жк, первым электрооптическим эффектом, который появляется по мере увеличения напряжения, является текстура «сетка» [4], которая представляет собой упругую двумерную деформацию исходной планарной текстуры холестерика. Текстура «сетка» не обладает памятью и быстро релаксирует к исходной планарной в случае выключения напряжения. Появление текстуры «сетка» при соответствующем пороговом напряжении начинается по всей жк ячейке и не локализуется в окрестности дефектов плёнки, поэтому служить для целей обнаружения дефектов не может. Текстура «сетка» является неустойчивой, поэтому при продолжении действия напряжения на её фоне начинает появляться текстура «отпечатков пальцев» переходящая в конфокальную текстуру. Физически появление этих текстур связано с опрокидыванием холестерической спирали из вертикального состояния, причем в конфокальной текстуре оси фрагментов холестерической спирали в отдельных доменах разбросаны по разным направлениям и в большей степени, чем в текстуре «отпечатки пальцев», поэтому демонстрирует большее рассеяние света и проявление эффекта памяти. Появление конфокальной текстуры зависит от величины отношения шага спирали к толщине слоя жк и величины превышения приложенного напряжения над порогом текстуры «сетка».

Появление и рост конфокальной («отпечатков пальцев») текстуры начинается в окрестности неоднородностей ориентации исходной планарной текстуры холестерика. В качестве примера такой неоднородности ориентации можно привести границу воздушного пузырька в слое планарного холестерика. Рис. 2а демонстрирует, что происходит после включения переменного напряжения. Хорошо видно, что от границы пузырька (рис. 2а, нижний левый угол стрелка 2) по текстуре «сетка» наблюдается рост сильно рассеивающей конфокальной текстуры. Дефект пленки из-за микроскопических размеров не является источником неоднородности исходной холестерической спирали, поэтому затравочным местом для начала роста конфокальной текстуры служить не может. Однако локализовать появление, и соответственно, рост конфокальной текстуры в окрестности дефекта при действии переменного напряжения можно, создав предварительно деформацию (неоднородность) в холестерике в данном месте. Это можно осуществить за счет кратковременного включения постоянного напряжения, при котором в области дефекта появится деформация поля директора, описанная выше (рис. 2б).

После переключения на переменное напряжение конфокальная текстура начинает расти в окрестности дефекта пленки, рис. 2с, на фоне текстуры «сетка». Из-за эффекта памяти регистрация области, охваченной конфокальной текстурой, может осуществляться несколько минут после выключения действующего напряжения (рис. 2д), при этом текстура «сетка», как указывалось выше, на участках не охваченных конфокальной текстурой релаксирует в планарную текстуру (Р, рис. 2д) практически без задержки и, следовательно, не мешает регистрации дефектов. Отметим, что влияние деформации холестерика, которая была вызвана действием постоянного напряжения, сохраняется в течении 30-40 секунд после выключения постоянного напряжения. Это указывает на скрытую напряженность в холестерической спирали, возможно, связанную с накопленным ионным зарядом в жк слое в окрестности дефекта плёнки. Отметим, что величина постоянного напряжения, необходимого для минимальной деформации холестерика в окрестности дефекта с целью зарождения конфокальной текстуры при действии переменным напряжением значительно меньше напряжения образования «масляных бороздок». Поэтому загрязнение (неизбежное) продуктами электрохимического разложения жк материала на поверхности пленки при визуализации дефектов конфокальной текстурой будет меньшее, чем при их обнаружении методом «масляных бороздок».

Третьей по счету, при увеличении напряжения приложенного к холестерической ячейке, идет фаза раскрутки холестерической спирали. Для холестерика с большим шагом спирали корреляции между месторасположением дефектов плёнки и появлением участков гомеотропной ориентации установить затруднительно из-за размытых границ областей холестерика в нематическом состоянии. Однако при варьировании шага спирали, что равносильно варьированию порогового напряжения раскрутки холестерической спирали, появляется другая возможность обнаружения как открытых, так и, возможно, глухих пор плёнок окиси кремния на кремнии. Такая возможность уже не базируется на регистрации эффектов, связанных с протеканием ионных токов в самом жк материале, а связана с процессами возникновения и нарушения обедненного (инверсного) приповерхностного слоя в кремнии. В случае формирования обеднённого слоя в кремнии [1], общая емкость последовательно соединенных емкостей обедненного слоя и плёнки диэлектрика меньше емкости соответствующей только плёнки диэлектрика. В окрестности дефекта плёнки из-за утечки заряда в полупроводник, обедненный слой не формируется, следовательно, емкость этого участка больше соседних бездефектных участков, где обеднённый слой в кремнии образуется. Поэтому в окрестности дефекта на слой жк будет падать большее напряжение, чем на жк на участках безде-



фектной пленки. Подгонкой шага спирали можно добиться ситуации, когда при соответствующем напряжении, приложенном к ячейке, выполняются одновременно два условия: (1) на участках бездефектной плёнки в кремнии формируется обедненный слой и (2) достигается фаза конфокальной текстуры. В этом случае в окрестности дефектов пленки, где обеднение отсутствует, начинается следующая фаза холестерико-нематического перехода, а именно, переход из конфокальной в гомеотропную.

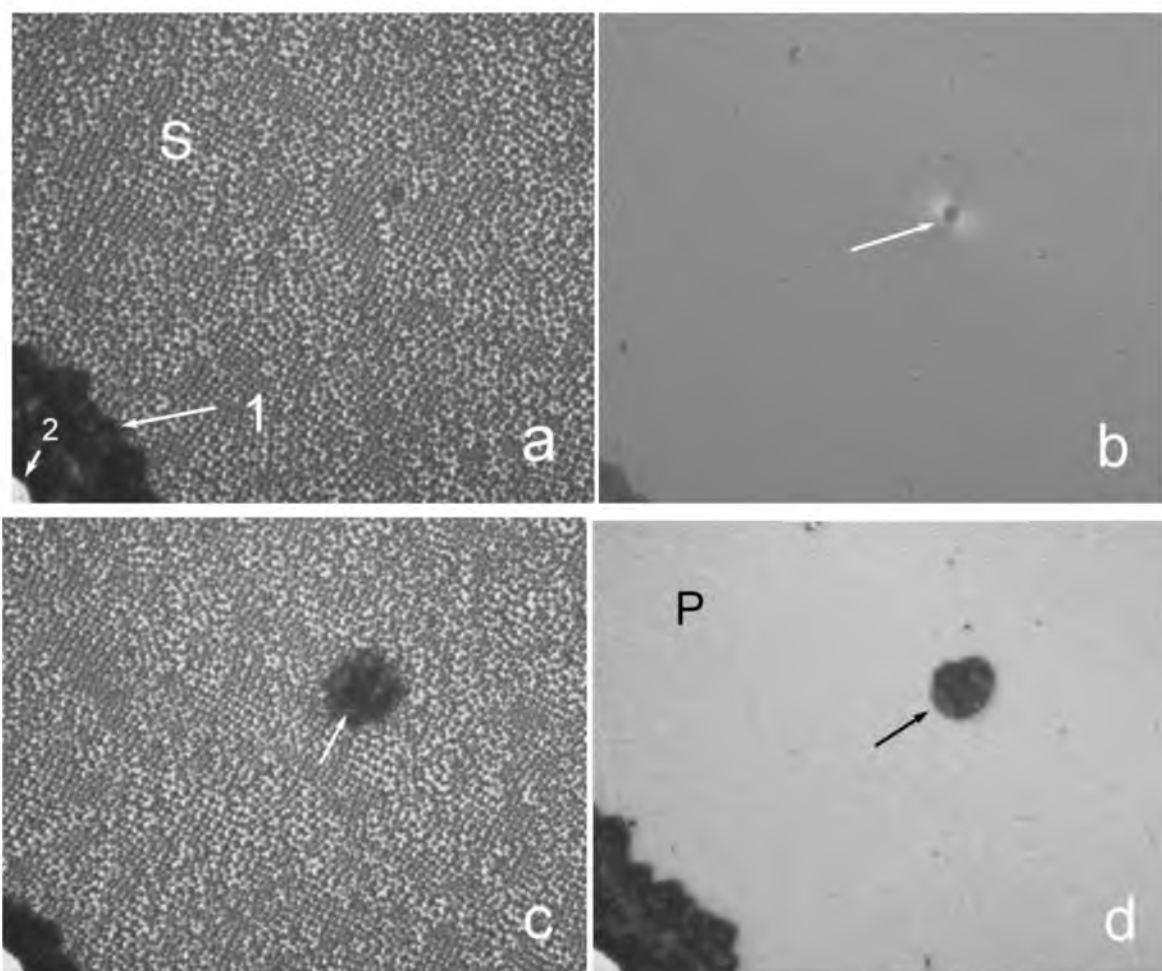


Рис. 2. Фазы холестерико-нематического перехода в окрестности дефекта диэлектрической плёнки. а – Рост конфокальной текстуры (стрелка 1) на фоне текстуры «сетка» (S) от границы воздушного пузырька (стрелка 2). Переменное напряжение 10 В. Частота 1 кГц. б – Деформация планарного холестерика в окрестности дефекта (отмечено стрелкой). Постоянное напряжение 6 В. в – Рост конфокальной текстуры в окрестности дефекта пленки (отмечено стрелкой). Переменное напряжение 10 В. Частота 1 кГц. д – Конфокальная текстура в окрестности дефекта (отмечено стрелкой). Релаксация в исходное состояние.  $U = 0$ . Поляриды на (а, с, д) параллельны, на (б) скрещены

Fig. 2. Phases of a cholesteric – nematic transition in the vicinity of a defect in a dielectric film. а – Growth of the confocal texture (arrow 1) on the "grid" texture (S) from the boundary of the air bubble (arrow 2). The alternating voltage is 10 V. The frequency is 1 kHz. б – Deformation of the planar cholesteric in the vicinity of the defect (marked by an arrow). Constant voltage 6 V. в – Growth of the confocal texture in the vicinity of the defect of the film (marked with an arrow). The alternating voltage is 10 V. The frequency is 1 kHz. д – Confocal texture in the vicinity of the defect (marked by an arrow). Relaxation to the initial state.  $U = 0$ . The polaroids on (a, c, d) are parallel, on (b) they are crossed

Рис. 3 демонстрирует описанную выше ситуацию. В тех местах, где дефекты отсутствуют, хорошо наблюдается конфокальная текстура (С, рис. 3), а в тех местах, где есть дефекты плёнки (стрелка указывает на местоположение одного из дефектов), видны круглые области гомеотропной (Н) ориентации. Характерное отличие этого третьего варианта визуализации дефектов плёнки от вариантов визуализации нематиками [2, 3, 6] и двумя способами, описанными выше, заключается в том, что наблюдается большой диапазон размеров областей с гомеотропной ори-

ентацией, рис. 3. Принимая во внимание, что в основу механизма визуализации положен факт утечки носителей заряда из жк материала в приповерхностный обедненный слой, можно допустить, что такие утечки могут осуществляться не только благодаря непосредственному электрическому контакту жк/Si в открытых порах, но и за счет переноса носителей через тонкий диэлектрик в глухих порах, например, по туннельному механизму.

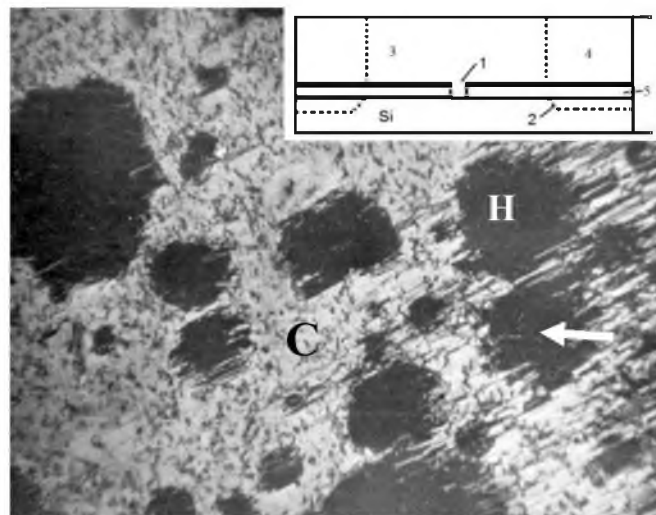


Рис. 3. Раскрутка холестерической спирали в гомеотропное состояние в окрестности дефектов плёнки окиси кремния. Переменное напряжение 54 В Частота 2 кГц. Толщина плёнки SiO<sub>2</sub> 0,1 мкм. Удельное сопротивление Si 4,5 Ом\*см. Концентрация оптически активной добавки ~ 14%. Вставка: Схематическое представление ХНП в окрестности дефекта плёнки (1), 2 – граница обеднения в кремнии, 4 – конфокальная текстура, 3 – гомеотропная текстура, 5 – плёнка SiO<sub>2</sub>

Fig. 3. Untwisting of a cholesteric helix into a homotropic state in the vicinity of defects in a silicon oxide film. Alternating voltage 54 V. Frequency 2 kHz. The thickness of the SiO<sub>2</sub> film is 0.1 μm. Specific resistance of Si is 4.5 Ohm \* cm. The concentration of the optically active additive is ~ 14%. Insert: Schematic representation of the ChNT in the vicinity of the defect of the film (1), 2 – the boundary of depletion in silicon, 4 – confocal texture, 3 – homeotropic texture, 5 – SiO<sub>2</sub> film

### Выводы

Таким образом, в работе экспериментально показано, что обнаружение (детектирование) дефектов пленки окиси кремния типа открытых пор (допускается и глухих (закрытых)) может выполняться с помощью электрооптических эффектов, имеющих место в холестерических жидких кристаллах. В постоянных электрических полях в окрестности дефекта имеет место деформация поля директора, аналогичная деформации нематика, тогда как для более высоких напряжений, приложенных к холестерической ячейке, имеет место появление текстуры «масляные бороздки». Последняя зарождается потоком жк материала, который, в свою очередь, обусловлен ионным током через жк материал из поры к плоскому электроду. В переменных электрических полях с частотой, исключающей перенос ионов в жк материале, детектирование дефектов возможно при последовательном включении постоянного, а затем переменного напряжения. Кратковременное действие постоянным напряжением, величиной меньше зарождения «масляных бороздок», необходимо для создания начальной деформации холестерической спирали в окрестности дефекта, которая далее инициирует рождение конфокальной, хорошо рассеивающей свет текстуры при действии переменного напряжения. Вариация шага спирали холестерика и напряжения, приложенного к холестерической ячейке (МДП структура), приводит к формированию обедненного основными носителями заряда приповерхностного слоя в кремнии. В окрестности дефектов пленки окиси кремния из-за утечек носителей заряда из жк материала в приповерхностный слой кремния, обедненный слой в кремнии не образуется. Поэтому, благодаря разнице в емкостях (плёнки окиси кремния и последовательно соединенных плёнки окиси кремния с обедненным слоем в кремнии), при соответствующем напряжении над бездефектными участками плёнки окиси кремния наблюдается конфокальная рассеивающая свет текстура, а в окрестности дефектов плёнки – слабо рассеивающая свет гомеотропная текстура.



### Список литературы References

1. Muller R., Kamins T. 2003. Device electronics for integrated circuits. New York, Wiley: 530.
2. Gritsenko N.I., Kucheev S.I., Moshel N.V. 1990. Mol.Cryst.Liq.Cryst. 193: 43-46.
3. Невская Г.Е., Чигринов В.Г., Тихомиров И.В., Дзенис С.Ф., Береснев Г.А. 1989. Электрофизика структуры ЖК-Д-полупроводник. Известия АН СССР. сер. физ. 53(10): 2044-2058.  
Nevskaya G.E., Chigrinov V.G., Tikhomirov I.V., Dzenis S.F., Beresnev G.A. 1989. Electrophysics of LC-D-semiconductor structure. Izvestiya AN SSSR. iss. phys. 53(10): 2044-2058.
4. Блинов Л.М. 1978. Электро- и магнитооптика жидких кристаллов. М.: Наука: 384.  
Blinov L.M. 1978. Electro and magneto- optics of liquid crystal. M.: Nauka: 384.
5. Gritsenko M.I., Kucheev S.I., Litvin P.M., Tkach V.M., Yelshansky V.B. 2006. Micropatterning in bistable cholesteric device with Bragg's reflection. Semicond. Phys., Quant. Elect. & Optoelect. 9(2): 61-64.
6. Кучеев С.И., Малай Н.В., Тучина Ю.С. 2014. Визуализация потока нематика в окрестности дефекта диэлектрика в структуре Si/SiO<sub>2</sub>/нематик/электрод. Научные ведомости БелГУ, Серия Математика. Физика. 5 (176), вып. 34: 191-195.  
Kucheev S.I., Malai N.V., Tuchina Yu.S. 2011. Visualization of the nematic flow in the vicinity of a dielectric defect in the Si/SiO<sub>2</sub>/nematic/electrode structure. Belgorod State University Scientific Bulletin, Mathematics & Physics. 5 (176), iss. 34: 191-195.