

Министерство образования и науки РФ
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
АМУРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
(ФГБОУ ВО «АмГУ»)

ФИЗИКА ПОВЕРХНОСТИ

Учебно-методическое пособие

для направления подготовки 03.03.02 – Физика и направле-
ния подготовки 03.04.01 – Прикладные математика и физика

Благовещенск 2024

*Рекомендовано
учебно-методическим советом университета*

*Рецензент:
Голубева И.А., доцент кафедры физики, канд. физ.-мат. наук*

Составители : Фомин Д.В., Поляков А.В.

Физика поверхности : учебно-методическое пособие / Амур. гос. ун-т., Ин-т компьютер. и инж. наук, Каф. физики – Благовещенск: АмГУ, 2024. – 66 с.

Учебно-методическое пособие «Физика поверхности» подготовлено для студентов бакалавриата направления подготовки 03.03.02 – «Физика» (профиль «Физика конденсированного состояния») и магистратуры для направления подготовки 03.04.01 – «Прикладные математика и физика» (профиль «Физика твердого тела»). Данное пособие будет интересно магистрантам при изучении дисциплины «Физика поверхности» и выполнении НИРМ, а также бакалаврам при выполнении НИРС на оборудовании лаборатории физики поверхности НОЦ им. К.Э. Циолковского АмГУ.

В пособии раскрываются теоретические аспекты метода электронной спектроскопии и спектроскопии характеристических потерь энергии электронами, большое внимание уделено экспериментальному оборудованию, подготовке образцов и источников, технике термического осаждения в вакууме и вопросам калибровки источников. В заключении даны подробные методические рекомендации по выполнению лабораторных и практических работ, уделено внимание технике безопасности при работе с научным оборудованием.

© Амурский государственный университет, 2024 г.

© Кафедра физики, 2024 г.

© Фомин Д.В., Поляков А.В., составление

1. МЕТОДЫ ЭЛЕКТРОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

1.1. Физические основы электронной оже-спектроскопии (ЭОС)

Метод ЭОС – один из наиболее известных методов изучения поверхности. Атом, имеющий вакансию на внутреннем уровне, может перейти в невозбужденное состояние либо с испусканием рентгеновского кванта, либо безрадиационным путем – с испусканием электрона. Такой безрадиационный переход впервые обнаружил в 1925 г. французский ученый Пьер Оже, в честь которого процесс и получил свое название. Термин «оже-процесс» связывается с любым возбуждением электрона, при котором возбуждающий электрон передает свою энергию вторичному электрону, так называемому оже-электрону. Конечное состояние атома при оже-процессе - атом с двумя вакансиями. Если одна из вакансий в конечном состоянии находится на том же уровне (подуровень может быть другой), что и вакансия, созданная первичным электронным пучком, безрадиационный переход носит название Костера-Кронига [1 - 6].

Метод оже-спектроскопии основан на изучении распределения оже-электронов по энергиям. Поскольку большая часть электронных уровней носит дискретный характер, метод дает информацию об энергетическом расположении уровней, а, следовательно, о химическом составе вещества. Измерение величины тока испускаемых оже-электронов позволяет в принципе производить не только качественные, но и количественные исследования, что делает метод электронной оже-спектроскопии пригодным для анализа элементного состава. Низкоэнергетические оже-электроны сильно поглощаются уже в одном монослое вещества и могут испускаться только из нескольких поверхностных слоев. Таким образом, метод оже-спектроскопии является методом анализа элементного состава тонкой приповерхностной области толщиной от 0,5 до 2,0 нм. Это свойство, а также быстрота получения информации, высокая чувствительность, возможность получения сведений обо всех элементах на поверхности при $Z > 2$, о состоянии и количестве этих элементов делают метод электронной оже-спектроскопии

весьма эффективным средством исследования. Поскольку оже-спектроскопия – двухэлектронная спектроскопия, полученные с ее помощью результаты значительно труднее интерпретировать, чем данные по одноэлектронной фотоэлектронной спектроскопии. Однако возможность исследования изменений в локальных плотностях состояний для атомов, вступающих на поверхности в химическую связь, компенсирует эти недостатки метода, который становится особенно эффективным, когда используется в совокупности с другими методами исследования поверхности: сканирующей туннельной микроскопией (СТМ), фотоэлектронной спектроскопией (ФЭС), дифракцией медленных электронов (ДМЭ), методом характеристических потерь энергии электронами (ХПЭЭ), электронной спектроскопией и др [1 - 6].

Со времени открытия эффекта Оже прошло много лет, однако состояние вакуумной техники, необходимой для получения спектров, низкая чувствительность метода не позволяли использовать оже-спектроскопию в полной мере до 1968 г., когда Харрис предложил метод дифференцирования кривых энергетического распределения $N(E)$. После этого электронная оже-спектроскопия стала развиваться весьма интенсивно, и уже в 70-х годах прошлого века были опубликованы многие работы, связанные с разными аспектами этого метода [2; 6].

На рисунке 1 показан фрагмент электронной структуры атома, в состав которого входят три электронных уровня, частично или полностью занятые электронами (на рисунке 1 они обозначены как K , L_1 , $L_{2,3}$). Если атом обстреливается ускоренными электронами, энергия которых выше потенциала ионизации уровня, то существует вероятность ионизации этого уровня, в результате чего на нем образуется вакансия (обозначена светлым кружком). Такое состояние энергетически невыгодно для атома, поэтому через некоторое время вакансия заполняется за счет перехода электрона с вышележащего уровня, например, L_1 . При этом выделяется энергия, равная разности энергий связи электрона на уровнях K и L_1 . В дальнейшем процесс может идти двумя путями: либо будет испущен рентгеновский фотон, либо эта энергия безызлучательным способом будет передана другому электрону, находящемуся, например, на уровне $L_{2,3}$. Если этой энергии

будет достаточно, то произойдет ионизация уровня $L_{2,3}$, в результате чего будет испущен электрон. Реализация второй возможности – это собственно оже-процесс, а эмитируемый электрон – оже-электрон [1 - 6].

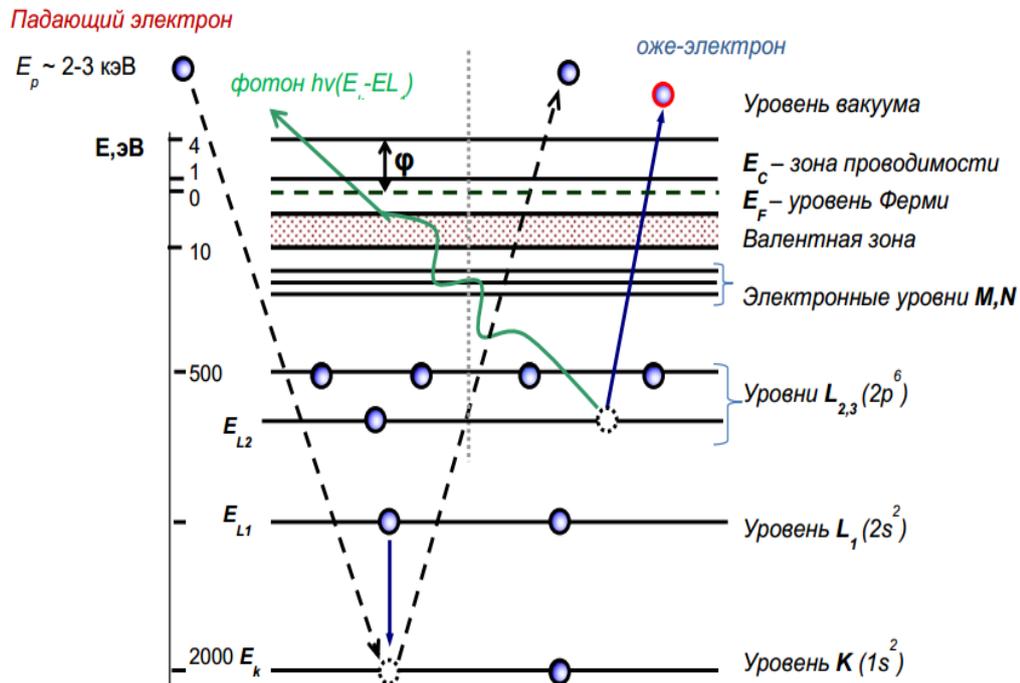


Рис. 1. Процесс ионизация атомов внешним излучением, в результате которого может испущен рентгеновский фотон или образован оже-электрон [2]

Электрон, представленный на рисунке 1, испускается в вакуум с энергией:

$$E_A = E_K - E_{L_1} - E_{L_2} - U(L_1, L_2) , \quad (1)$$

где слагаемое U учитывает, что в конечном состоянии атом оказывается дважды ионизованным в результате образования вакансий на уровнях L_1 и L_2 . Он учитывает увеличение энергии связи L_2 - электрона, когда удален L_1 -электрон и L_1 – электрона при наличии вакансии на уровне L_2 . Точное вычисление слагаемого $U(L_1, L_2)$ затруднено, однако часто используют эмпирическое соотношение, достаточно хорошо согласующееся с экспериментальными результатами [2; 6].

Приближенное значение энергии E_{ABC} оже-перехода ABC в атоме с атомным номером Z было получено эмпирически Чангом и Дженкинсом:

$$E_{ABC}(Z) = E_A(Z) - 0.5[E_B(Z+1)] - 0.5[E_C(Z) + E_C(Z+1)] , \quad (2)$$

где $E_i(Z)$ и $E_i(Z+1)$ – энергия связи i -уровней в элементе с атомным номером Z и $Z+1$ соответственно [2; 6].

Более приемлемым с физической точки зрения выражением для энергии оже - перехода является:

$$E_{ABC} = E_A - E_B - E_C(BC : x) + R_x^{внутр} + R_x^{внеш} , \quad (3)$$

где $F(BC : x)$ – энергия взаимодействия между дырками B и C в конечном атомном состоянии; R_x – энергия релаксации. Она возникает вследствие дополнительного экранирования атомного остова, если на нем находится дырка и обусловлена притяжением или релаксацией внешних электронных уровней к этому остову. Член $R_x^{внутр}$ есть энергия внутриатомной релаксации (в изолированном атоме). В области ионизированного атома появляется член $R_x^{внеш}$, он называется энергией вне атомной релаксации. Значения, полученные по формуле (2) являются более точными. Значения пиков для дифференциального и интегрального преобразования не совпадают и поэтому, когда говорят об энергии пика оже - перехода, то подразумевается дифференциальный спектр [2; 6].

1.2. Регистрация оже-электронов

В области энергий, в которой находятся оже-электроны, существует большое количество неупругорассеянных первичных электронов, которые образуют сплошной спектр, являющийся фоном, на котором приходится выделять оже-электроны. Ток неупругорассеянных электронов на несколько порядков превышает ток оже-электронов, поэтому возникает обычная труднорешаемая задача выделения полезного сигнала на уровне большого фона [2; 6].

Эта задача впервые была решена в 1962 году Л.А. Харрисом, после чего и начался период бурного развития оже-электронной спектроскопии. Харрис предложил продифференцировать спектр $N(E)$, то есть превратить его в dN/dE , в результате чего фон практически исчезает, а на месте слабого оже-сигнала колоколообразной формы появляется интенсивный двухполярный пик с амплитудой A (рис. 2, б), который легко может быть зарегистрирован. При этом дифференцирование осуществляется электрическими методами непосредственно в процессе записи спектра [2; 6].

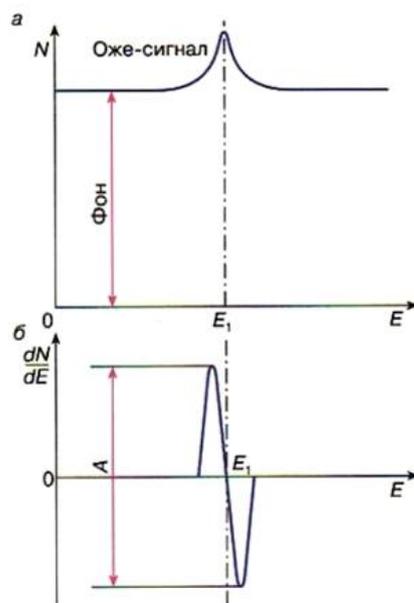


Рис.2. Участок энергетического спектра вторичных электронов:
 а – до дифференцирования, $N(E)$, б – после дифференцирования, $\frac{dN}{dE}(E)$ [2]

1.3. Глубина выхода оже-электронов

Главным преимуществом ЭОС по сравнению с многими другими методами является очень малая глубина анализа, что делает эту методику пригодной для исследования поверхности. В свою очередь, глубина анализа определяется длиной свободного пробега электронов в твердом теле в смысле неупругих взаимодействий. Понятно, почему это так. Если зародившийся в твердом теле оже-электрон при движении к поверхности испытает хоть одно неупругое взаимодействие (например, совершит ионизацию атома), то он потеряет часть энергии и не будет зарегистрирован в интересующем нас месте энергетического спектра вторичных электронов, который формируется при бомбардировке твердого тела ускоренными электронами. То есть оже-электроны, рожденные на глубине большей, чем длина свободного пробега, не будут нести информацию о нахождении атомов данного сорта. Длина свободного пробега в сильной степени зависит от скорости движения, а, следовательно, и от энергии электронов. Обычно исследуются оже-электроны с энергиями от нескольких десятков электрон-вольт до нескольких килоэлектрон-вольт. Во всех материалах длина свободного пробега (а, следовательно, и глубина анализа) таких электронов не превышает 2-3 нм, то есть величины, сопоставимой с периодом кристаллической решетки твердого

тела. При этом львиная доля информации поступает с глубины от 0,5 до 1,0 нм, что и делает ЭОС уникальным методом исследования поверхности [2; 6].

1.4. Оже-анализ

Испускаемые оже-электроны имеют хорошо определенную кинетическую энергию, которая прямо связана с положением уровней в атоме, поэтому по энергетическому положению оже-пика можно идентифицировать этот атом. Энергии оже-переходов известны для всех атомов (кроме водорода и гелия) сведены в таблицы или представлены графически как на рисунке 3 [1; 2; 5; 6; 7].

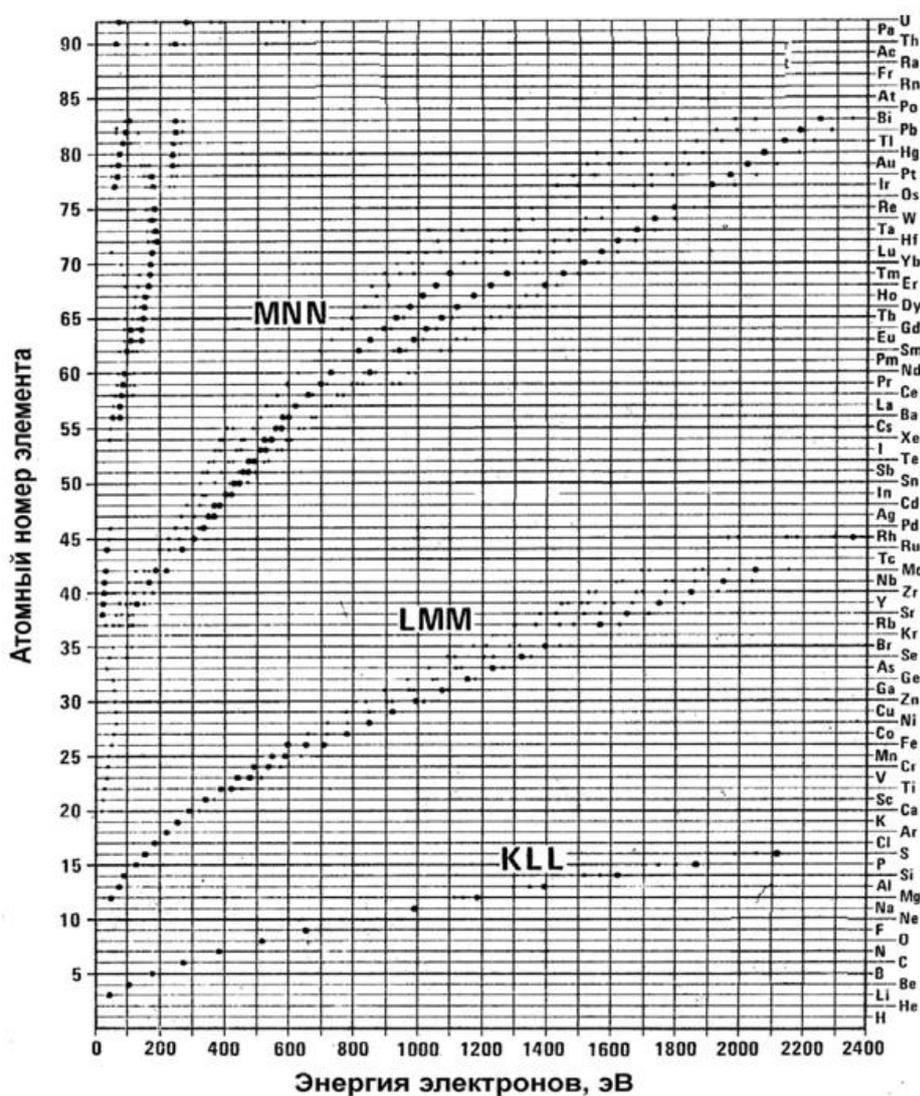


Рис.3. Основные энергии оже-электронов для разных элементов, используемые для качественного анализа. Указаны три основных серии: *KLL*, *LMM* и *MNN*. Черными точками показано положение наиболее интенсивных пиков, серым — области в которых наблюдаются менее интенсивные пики [7].

Изменение химического окружения атома меняет энергии связи электронов, вызывая *химические сдвиги*, и приводит к перераспределению электронной плотности состояний в валентной зоне [1; 2; 6].

Другие возможные применения ЭОС включают определение распределений данного элемента на поверхности и вглубь образца. Для получения распределения по поверхности снимается интенсивность оже-пика данного элемента как функция положения электронного пучка, который сканирует поверхность. Использование потока электронов в качестве первичного пучка имеет то преимущество, что он может быть сфокусирован, позволяя получать пространственное разрешение до 10 нм. Состав образца как функция глубины может быть определен, если сочетать ЭОС с ионным травлением образца. Интенсивность определенного пика снимается как функция времени распыления, после чего по интенсивностям пиков вычисляют состав, а время распыления пересчитывается в глубину [2; 6].

Хотя ЭОС принято считать неразрушающим методом, однако следует иметь в виду, что в некоторых случаях электронно-стимулированные процессы, такие как электронно-стимулированная десорбция или нагрев мишени, могут приводить к нежелательным побочным эффектам [1 - 6].

Количественный анализ. Электронная оже-спектроскопия позволяет проводить количественный химический анализ, то есть определять из измеренных интенсивностей оже-пиков концентрацию атомов данного сорта, присутствующих на поверхности. Для проведения количественного анализа методом ЭОС необходимо установить связь между током оже-электронов данного элемента и концентрацией этого элемента в поверхностной области. Ток оже-электронов, возникающих в результате оже-перехода WXY в элементе α можно записать в виде:

$$I_a(WXY) = \int_{\Omega} \int_{E_w, 0}^{E_p, \infty} I_p(E, Z) \sigma_a(E, E_w) N_a(Z) \gamma_a(WXY) \exp\left(-\frac{Z}{\lambda}\right) d\Omega dE dZ, \quad (4)$$

где Ω – возбуждаемый объем; E – энергия оже-электронов (распределение энергий оже-электронов Гауссово или Лоренцево); E_p и $I_p(E, Z)$ – энергия и плотность

возбуждающего потока первичных электронов; E_w – энергия внутреннего уровня W , $\sigma_a(E, E_w)$ – сечение ионизации внутреннего уровня W ; $N_a(Z)$ – атомная концентрация элемента a на глубине Z от поверхности; λ – глубина выхода оже-электронов, $\exp(-Z/\lambda)$ – вероятность выхода оже-электрона, $\gamma_a(WXY)$ – вероятность оже-перехода WXY . Для простоты предполагается двумерная однородность элементного состава в слоях, параллельных поверхности [2; 6].

Для дальнейшего уточнения можно предположить трехмерную однородность химического состава в области, где значительна вероятность выхода. Кроме того, имеет смысл разделить плотность возбуждающего потока на две компоненты: $I_p(E, Z) = I_p + I_B(E, Z)$, где I_p – первичный возбуждающий поток, $I_B(E, Z)$ – возбуждающий поток, вызванный рассеянными первичными электронами. Тогда можно написать:

$$I_a(WXY) = I_p T N_a \gamma_a(WXY) \sigma_a(E, E_w) \lambda (1 + R_b), \quad (5)$$

где R_b – коэффициент обратного рассеяния, а T – характеризует пропускание анализатора (светосилу) [2; 6].

Чтобы проводить количественный анализ на основе формулы (5), необходимо знать с требуемой точностью сечение ионизации, выход оже-электронов и коэффициент обратного рассеяния. Кроме того, нужно точно измерить абсолютные значения тока оже-электронов. Анализ усложняется и шероховатостью поверхности, которая обычно уменьшает выход оже-электронов по сравнению с гладкой поверхностью [2; 6].

Таким образом, представленное выражение (4) дает скорее представление о том, какие факторы дают вклад в интенсивность оже-сигнала, чем служит формулой, подходящей для практического применения [2; 6].

Тем не менее, существует ряд методов, которые делают возможным количественный анализ методом ЭОС.

Метод внешних эталонов. В этом методе оже-спектры исследуемого образца сравнивают со спектрами эталона, содержащего интересующий элемент с известной концентрацией. Концентрацию элемента a в исследуемом образце N_a^P

можно определить по концентрации этого элемента в эталоне N_a^S , пользуясь формулой (6):

$$\frac{N_a^P}{N_a^S} = \frac{I_a^P}{I_a^S} \frac{\lambda^S}{\lambda^P} \left(\frac{1 + R_B^S}{1 + R_B^P} \right). \quad (6)$$

Важным преимуществом такого метода является то, что не нужно знать сечение ионизации и выход оже-электронов, т.е. все сводится к относительным измерениям. Если состав исследуемого образца близок к составу эталона, то глубина выхода и коэффициент обратного рассеяния выпадают из формулы (6), и все сводится к измерению отношения токов. Очевидно, что все сказанное справедливо, если измерения с исследуемым и эталонным образцами проводятся в одинаковых условиях [2; 6].

Если образец и эталон различаются по составу, то нужно по возможности более точно учесть влияние матрицы на коэффициент обратного рассеяния и на глубину выхода. Кроме того, если из-за различий в матрице изменится форма оже-пика, то высота оже-пика в дифференцированном оже-спектре не может служить точной относительной мерой оже-тока [2; 6].

Коэффициент обратного рассеяния можно оценить, сравнив кривые зависимости выхода оже-электронов от E_p с теоретическими зависимостями сечения ионизации от E_p или с данными, характеризующими выход оже-электронов в зависимости от E_p для газов, ибо в случае газов коэффициент обратного рассеяния пренебрежимо мал. Коэффициент обратного рассеяния увеличивается с ростом плотности матрицы и энергии первичных электронов. При наличии данных о коэффициенте обратного рассеяния в форме $R_B(E_p, E_w, D)$, где D – массовая плотность матрицы, можно обеспечить достаточную точность для количественного анализа [2; 6].

Метод коэффициентов элементной чувствительности. Менее точным, но весьма ценным методом количественного анализа является метод, основанный на введении коэффициентов элементной чувствительности. Полагая, что для каждого элемента можно ввести определенный коэффициент чувствительности, атомную концентрацию элемента X записывают в виде:

$$N_x = \frac{I_x}{S_x \sum_{a=1}^N \frac{I_a}{S_a}}, \quad (7)$$

где S_a, S_x – коэффициенты относительной чувствительности к элементу a и x , соответственно [2; 6].

Очевидно, что, вводя коэффициенты чувствительности, не зависящие от матрицы, мы пренебрегаем изменением обратного рассеяния и глубины выхода в зависимости от материала, и, следовательно, метод, в общем, является полуквантитативным. Два преимущества такого метода – отсутствие эталонов и нечувствительность к шероховатости поверхности. Последнее объясняется тем, что все оже-пики одинаковым образом зависят от топографии поверхности [2; 6].

Метод учета коэффициентов выхода. Интенсивность линии интересующего элемента в этом методе относится не к суммарной интенсивности всех линий, наблюдаемых в оже-спектре, а к интенсивности линии эталона. Для каждого элемента можно ввести определенный коэффициент выхода D (зависящий от энергии первичного пучка и от матрицы). Коэффициентом выхода называется количество эмитированных оже-электронов в расчете на один первичный электрон. Атомная концентрация элемента X рассчитывается путем сравнения интенсивности его линии I_x с интенсивностью линии эталона I_{et} , измеренной в тех же условиях:

$$N_x = \frac{I_x}{D_x} \frac{I_{et}}{D_{et}}, \quad (8)$$

где D_x и D_{et} – коэффициенты выхода оже-электронов для исследуемого и эталона, соответственно. В качестве эталона в ЭОС обычно используется серебро (линия $MVV, E_m = 354 \text{ eV}$). Значения коэффициентов выхода для каждого элемента для разных значений E_p (энергии первичного пучка) приведены в справочниках [2; 6].

1.5. Физические основы спектроскопии характеристических потерь энергии электронами (СХПЭЭ)

СХПЭЭ основывается на измерении потерь энергии неупруго рассеянных электронов после облучения поверхности первичными электронами [2; 3; 8; 9].

Энергия потерь равна разности энергий падающих и рассеянных электронов.

В случае упругого рассеяния энергетические потери отсутствуют. Схема метода СХПЭЭ представлена на рисунке 4.

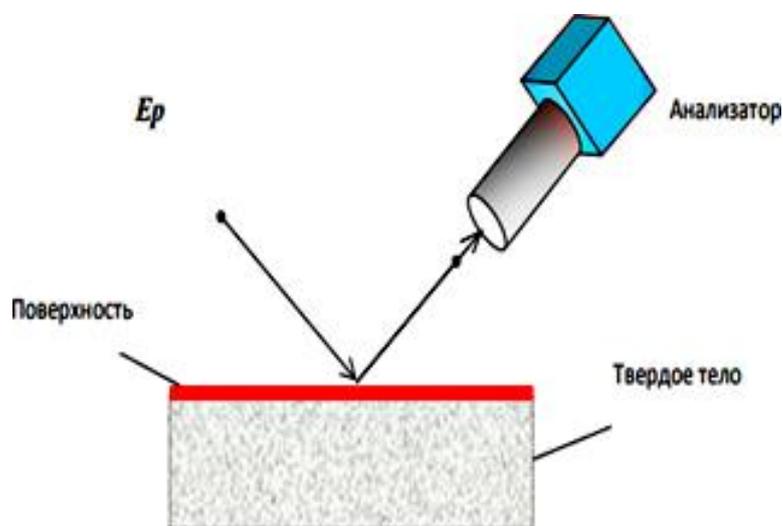


Рис. 4. Схема метода СХПЭЭ [2]

В результате взаимодействия падающих электронов с поверхностью исследуемого вещества, потери энергии обусловлены разнообразными процессами: возбуждение плазмонов зоны проводимости, поверхностных фононов, межзонных электронных переходов, поверхностных и объёмных плазмонов, глубоких уровней. Это связано с тем, что величина энергетических потерь находится в широком диапазоне энергий от 0,001 до 10000 эВ. Классификация методов СХПЭЭ приведена в таблице 1 [2; 3; 8; 9].

Таблица 1

Классификация методов СХПЭЭ

Диапазон энергетических потерь, эВ	Процессы, обусловленные потерями энергии	Вид СХПЭЭ	Энергия первичных электронов, эВ
0,001 – 1	Возбуждение плазмонов зоны проводимости и поверхностных фононов	СХПЭЭ высокого разрешения	до 20
1 – 100	Возбуждение межзонных электронных переходов, поверхностных и объёмных плазмонов	Обычная СХПЭЭ	100 – 500
100 – 10000	Возбуждение глубоких уровней	СХПЭЭ глубоких уровней	от 1000

Схема, иллюстрирующая полный спектр ХПЭЭ с основными механизмами энергетических потерь, представлена на рисунке 5.

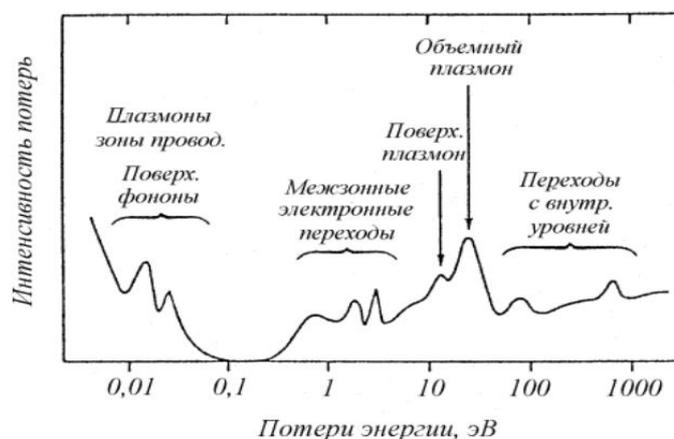


Рис. 5. Схема, иллюстрирующая полный спектр ХПЭЭ с основными механизмами энергетических потерь [8]

Из анализа таблицы 1 можно заключить, что наиболее распространёнными процессами, обусловленными потерями энергии, являются возбуждение межзонных электронных переходов, поверхностных и объёмных плазмонов. Это связано с тем, что для СХПЭЭ высокого разрешения используется низкоэнергетический пучок первичных электронов, а для СХПЭЭ глубоких уровней – высокоэнергетический. Для реализации этих методов требуется дорогостоящее оборудование [2; 3; 8; 9].

Возбуждение межзонных электронных переходов в полупроводниках и диэлектриках включает в себя переход электрона из заполненного состояния валентной зоны или заполненных поверхностных состояний в незаполненное состояние зоны проводимости. Плазмон – это квант колебаний электронной плотности (плазменных колебаний) в твердом теле. При прохождении электрона через вещество за счет сил кулоновского отталкивания образуется область положительного пространственного заряда вдоль траектории движения электрона, в результате чего возникают объёмные затухающие колебания, энергию которых можно оценить из модели почти свободных электронов. С классической точки зрения плазменная частота определяется осцилляциями валентных электронов в металле по отношению к положительно заряженным остовам атомов (рис. 6).

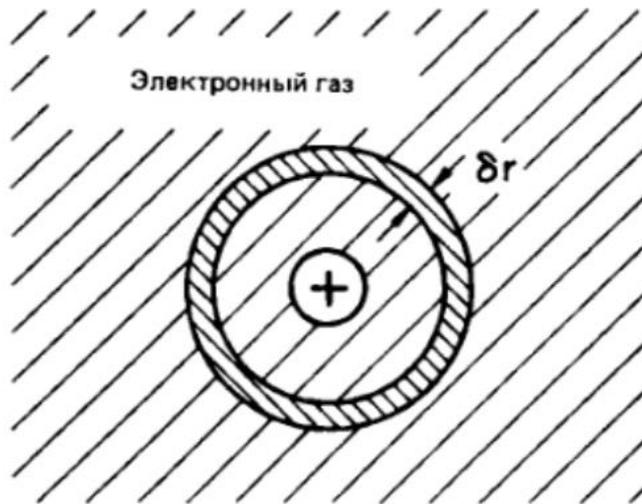


Рис. 6. Электронный газ из $\frac{4\pi r^3 n}{3}$ электронов вокруг

положительного остова испытывает радиальное сжатие δr [9]

Если газ в результате флуктуации смещается наружу из равновесного положения r на величину δr , то в сферической оболочке, содержащей $\delta n = 4\pi \cdot n \cdot r^2 \cdot \delta r$ электронов, возникает электрическое поле E , величина которого определяется по формуле (9):

$$E = \frac{e}{4\pi \cdot \varepsilon_0 \cdot r^2} \cdot \delta n = \frac{e \cdot n}{\varepsilon_0} \cdot \delta r, \quad (9)$$

где e – заряд электрона; n – концентрация электронов; ε_0 – электрическая постоянная [9].

На электроны начинает действовать сила F , препятствующая расширению, которая вычисляется по формуле (10):

$$F = - e \cdot E = - \frac{n \cdot e^2}{\varepsilon_0} \cdot \delta r, \quad (10)$$

где F – сила, действующая на электрон; E – напряженность электрического поля.

Частота гармонических осцилляций электронов под действием силы F :

$$\omega_p = - \left(\frac{F}{m \cdot \delta r} \right)^{1/2} = \left(\frac{n \cdot e^2}{m \cdot \varepsilon_0} \right)^{1/2}, \quad (11)$$

где ω_p и m – частота объемного плазмона и масса электрона соответственно [3; 9].

Соотношение (11) называется формулой Лэнгмюра. По данной формуле можно найти частоту (ω_p) и энергию объемного плазмона ($\hbar \omega_p$), зная величину n . Концентрацию валентных электронов можно найти, разделив их количество в элементарной ячейке на объем этой ячейки [3; 9].

Присутствие поверхности отражается в появлении поверхностного плазмона. Колебания этого плазмона локализованы на поверхности, и их амплитуда быстро затухает с глубиной. Для классического случая резкой границы между однородным электронным газом и вакуумом частота поверхностного и объемного плазмонов связаны соотношением (12):

$$\omega_{sp} = \frac{\omega_p}{\sqrt{2}}, \quad (12)$$

где ω_{sp} и ω_p – частота поверхностного и объемного плазмона соответственно [3].

Величина энергии первичных электронов не влияет на их энергетические потери в результате неупругого рассеяния. Значения энергетических потерь, связанных с конкретными процессами, зависят только от рода веществ. Именно поэтому эти энергетические потери являются характеристическими [2; 3; 9].

Максимумы на спектре ХПЭЭ располагаются в зависимости от энергии первичных электронов. При этом разность энергетических положений максимумов, связанных с потерями на неупругое и упругое рассеяние, остаётся постоянной даже при изменении энергии падающих электронов [2; 3; 9].

Анализ спектров ХПЭЭ, полученных в результате исследования образцов, заключается в идентификации вещества по энергетическому положению максимумов, соответствующим потерям энергии. По сдвигу пиков по энергиям можно определить, металлическими или полупроводниковыми свойствами обладает исследуемое вещество. Вычисление второй производной спектров ХПЭЭ по энергии значительно облегчает анализ спектров. Максимальная глубина исследования образцов – 5 нм [2; 3].

1.6. Анализаторы энергии электронов

Прибор для записи спектров называется *анализатором энергии электронов* или просто *энергоанализатором*. Цель анализатора выделить из всего спектра вторичных электронов только электроны с определенной энергией, называемой *энергией пропускания* [2; 6].

Запись энергетического спектра вторичных электронов является ключевым моментом любой электронной спектроскопии. В зависимости от задачи

спектры записываются либо в виде $N(E)$ (число электронов как функция энергии), либо в виде его первой или второй производных: $dN(E)/dE$ или $d^2N(E)/dE^2$ [6].

Энергией пропускания управляют с помощью напряжений, прикладываемых к электродам анализатора. Для получения всего спектра изменяют напряжения на электродах и записывают ток электронов как функцию энергии пропускания. В большинстве анализаторов для электронной спектроскопии используются электростатические силы. Они могут быть подразделены на два класса: *анализаторы задерживающего поля* и *анализаторы отклоняющего типа* [2; 6].

Анализаторы задерживающего поля (АЗП) функционируют путем отсекания электронов с энергией меньше, чем $E_0 = eV_0$, где V_0 – это напряжение, прикладываемое к задерживающему электроду (рис. 7, а).

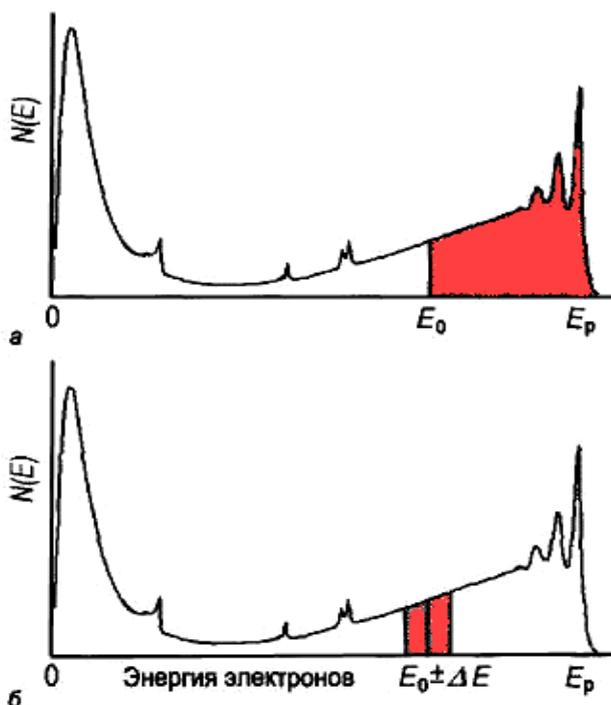


Рис. 7. Затемненная область на спектре вторичных электронов соответствует электронам, выделяемым: а – анализаторами задерживающего поля (все электроны с энергией выше E_0); б – анализаторами отклоняющего типа (электроны в пределах энергетического окна $E_0 \pm \Delta E$) [2].

В результате на коллектор поступает ток электронов, равный:

$$I(E) = \int_{E_0}^{\infty} N(E) dE . \quad (13)$$

В анализаторах отклоняющего типа регистрируются только электроны в пределах узкого энергетического окна (см. рис. 7, б). Выделение электронов происходит за счет использования геометрии, в которой только электроны с определенной энергией проходят по заданной траектории, ведущей к коллектору. Это достигается приложением электростатического поля поперек направления движения электронов. Для увеличения чувствительности анализаторов они разработаны таким образом, что все электроны, имеющие одинаковую энергию, но попадающие во входное отверстие анализатора под несколько различными углами, фокусируются на выходном отверстии анализатора [2; 6].

Наиболее распространенные анализаторы отклоняющего типа:

- «цилиндрическое зеркало»;
- концентрический полусферический анализатор;
- 127° - ный секторный цилиндрический анализатор [2; 6].

В анализаторе типа «цилиндрическое зеркало» (рис. 8, а) электроны, покидающие мишень, попадают в область между двумя концентрическими цилиндрами через конический кольцевой зазор. Когда к внешнему цилиндру приложен отрицательный потенциал V_a , а внутренний цилиндр заземлен, электроны в области между цилиндрами отклоняются, и только электроны с определенной энергией E_0 (энергией пропускания) проходят через выходное отверстие и попадают на электронный умножитель. Энергия пропускания E_0 пропорциональна V_a и определяется геометрией анализатора (отношение eV_a/E_0 обычно между 1 и 2). Для обеспечения фокусировки электронов положение образца и входного окна анализатора подстраивается так, чтобы угол входа электронов составлял $42^\circ 19'$. Анализатор типа «цилиндрическое зеркало» характеризуется высокой чувствительностью, но имеет скромное разрешение по энергии. Для увеличения разрешения используются *двухпролетные* анализаторы, состоящие из двух последовательно соединенных анализаторов. Анализаторы типа «цилиндрическое зеркало» широко используются в оже-спектроскопии [2; 6].

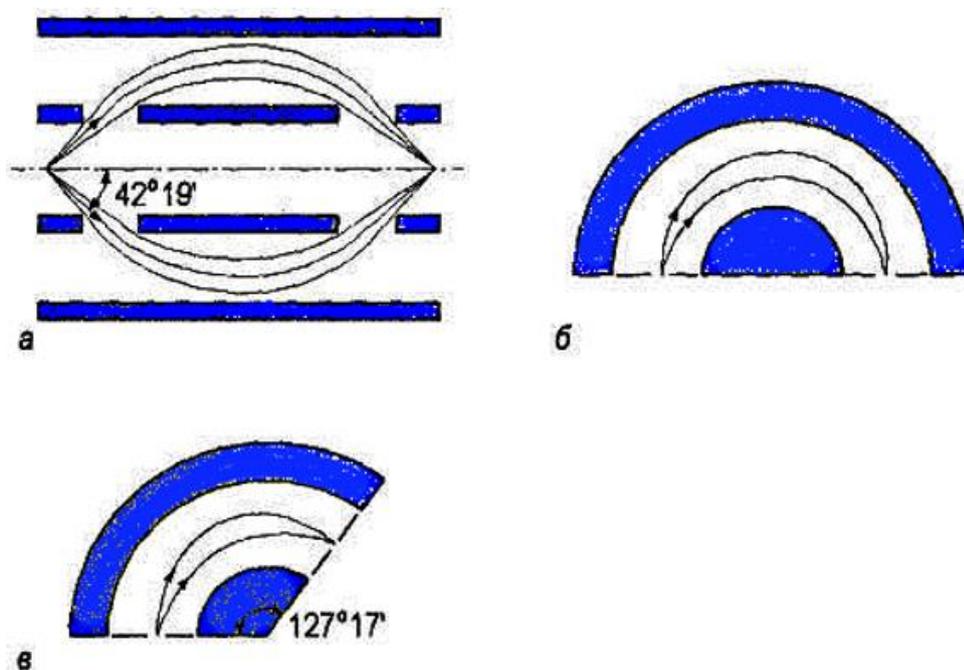


Рис. 8. Схематическое изображение основных анализаторов отклоняющего типа: а – анализатор типа «цилиндрическое зеркало»; б – концентрический полусферический анализатор; в – 127° -ный секторный цилиндрический анализатор. Во всех анализаторах внешние электроды находятся под отрицательным потенциалом по отношению к внутренним электродам [2].

Устройство *концентрического полусферического анализатора* схематически показано на рис. 8, б. Основные элементы анализатора - это две концентрические полусферы. Внешняя полусфера заряжена отрицательно по отношению к внутренней для того, чтобы создать электростатическое поле для уравнивания центробежной силы электронов при их движении по круговой траектории. Входное и выходное отверстия имеют форму круга. Эффективность полусферического анализатора связана с фокусировкой электронов, отклонившихся на угол 180° . Концентрические полусферические анализаторы широко используются в ФЭС и ЭОС, особенно когда требуются измерения с угловым разрешением [2; 6].

Принцип работы 127° -ного анализатора (рис. 8, в), называемого также *секторным цилиндрическим анализатором*, схож с принципом работы полусферического анализатора. В качестве электродов в нем используются два концентрических цилиндрических сектора с углом $127^\circ 17'$, для которого выполняется условие фокусировки электронов. 127° -ный анализатор характеризуется высоким

разрешением по энергии, но имеет не слишком высокую чувствительность. В основном он используется в измерениях СХПЭЭ высокого разрешения, причем и в виде монохроматора, и в виде энергоанализатора [2; 6].

Что касается разрешения по энергии, анализаторы отклоняющего типа могут быть использованы в двух режимах:

- режим постоянного значения $\Delta E/E$;
- режим постоянного значения ΔE [2; 6].

Режим постоянного значения $\Delta E/E$ используется, когда энергия пропускания E_0 сканируется изменением напряжения, прикладываемого к электродам. В этом случае ширина энергетического окна непрерывно увеличивается с ростом энергии, оставляя отношение $\Delta E/E$ неизменным. Величина $\Delta E/E$ в основном определяется угловыми размерами входного и выходного отверстий. Ток, измеряемый в режиме постоянного значения $\Delta E/E$, пропорционален $EN(E)$ [2; 6].

В режиме постоянного значения ΔE энергия пропускания электронов E_0 поддерживается постоянной, что обеспечивает постоянное разрешение ΔE . В этом случае спектр электронов непрерывно «перемещают» через фиксированное энергетическое окно ΔE , используя ускоряющее или замедляющее напряжение на входе анализатора [2; 6].

1.7. Энергоанализатор типа цилиндрическое зеркало

Наибольшее распространение, как уже говорилось выше, в ЭОС получил энергоанализатор типа цилиндрическое зеркало (АЦЗ). Изучим его подробнее. Анализатор этого типа состоит из двух коаксиальных полых металлических цилиндров (рис. 9). Во внутреннем цилиндре A имеются узкие прорезы S_1 и S_2 для прохождения входящих и выходящих электронов соответственно. К внешнему цилиндру B прикладывается отрицательный по отношению к внутреннему цилиндру потенциал V_{ab} . В пространстве между цилиндрами электростатическое поле изменяется обратно пропорционально радиусу r :

$$\mathcal{E}(r) = \frac{V_{ab}}{r \ln(r_b / r_a)} , \quad (14)$$

где r_a и r_b – соответственно радиусы внутреннего и внешнего цилиндров [2; 6].

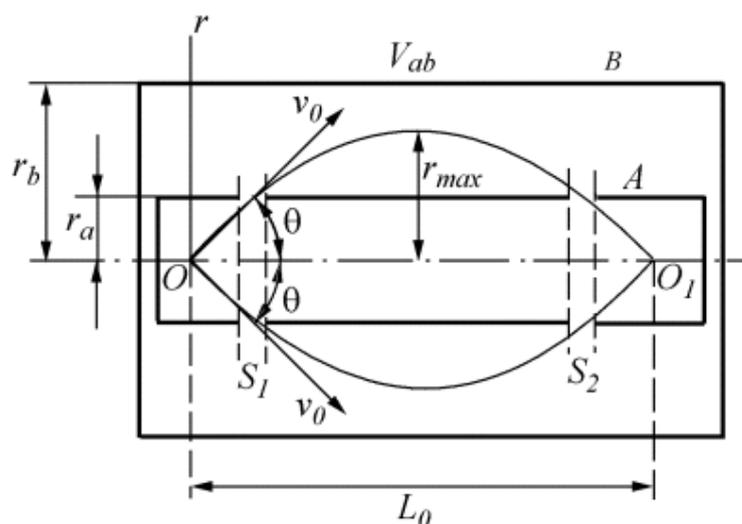


Рис. 9. Схема анализатора типа цилиндрическое зеркало [2]

Электроны, влетевшие в энергоанализатор от источника O с некоторой скоростью v_0 под углом влета θ , в результате отклонения от первоначальной траектории под действием электрического поля, будут двигаться по криволинейной траектории и сфокусируются на выходе в точке O_1 , в которой располагается коллектор электронов, например, электронный умножитель [2; 6].

Наилучшая фокусировка электронного пучка в АЦЗ достигается при угле влета электронов $\theta = 42^\circ 18,5'$. В этом случае расстояние между точками O и O_1 , т.е. между образцом и детектором электронов $L_0 = 6,12r_a$. Максимальное удаление электронов от оси анализатора $r_{max} \approx 0,3L_0$ [2; 6].

Важнейшей характеристикой энергоанализатора является его *разрешающая способность* R . В случае бесконечно узких входной и выходной щелей через энергоанализатор проходят лишь электроны со строго определенной энергией E_0 . При конечной ширине щелей S_1 и S_2 АЦЗ будет пропускать электроны с угловым разбросом $\pm \Delta\theta$ и энергетическим разбросом ΔE . Две группы электронов равной интенсивности с некоторой средней энергией E считаются разрешенными, если при их наложении результирующая кривая имеет минимум. Минимальное энергетическое расстояние между этими группами электронов ΔE_{min} при данном значении E и определяет разрешающую способность анализатора:

$$R = \frac{E}{\Delta E_{min}}. \quad (15)$$

Уменьшить ΔE_{min} можно уменьшением ширины щелей, однако при этом уменьшается чувствительность прибора, так как уменьшается доля электронов, достигающих детектора электронов. Пропускная способность анализатора, показывающая какая часть общего потока электронов, испускаемого источником, доходит до детектора, характеризуется *светосилой* энергоанализатора. Светосила определяется произведением площади сбора электронов на функцию пропускания энергоанализатора. Улучшить разрешающую способность анализатора без уменьшения его светосилы можно уменьшением энергии электронов E , влетающих в анализатор. С этой целью перед входной щелью анализатора ставят замедляющие электроны сетки или систему электронных линз [2; 6].

Величина, обратная разрешающей способности анализатора, $\rho = I/R$ называется *относительным разрешением* анализатора. Энергетическое расстояние ΔE_{min} в последней формуле часто называют *абсолютным разрешением* энергоанализатора. Для АЦЗ $\rho = 0,15 \dots 0,50 \%$ [2; 6].

Промышленные анализаторы, совмещающие высокую светосилу с достаточно хорошим разрешением, конструируют на базе *двухпролетного* АЦЗ, согласованным со сферическими сетками, осуществляющими предварительное торможение электронов. Двухпролетный анализатор, представляет собой два последовательных обычных АЦЗ. На рисунке 10 представлен электронный энергетический анализатор РНІ model 15-255g.

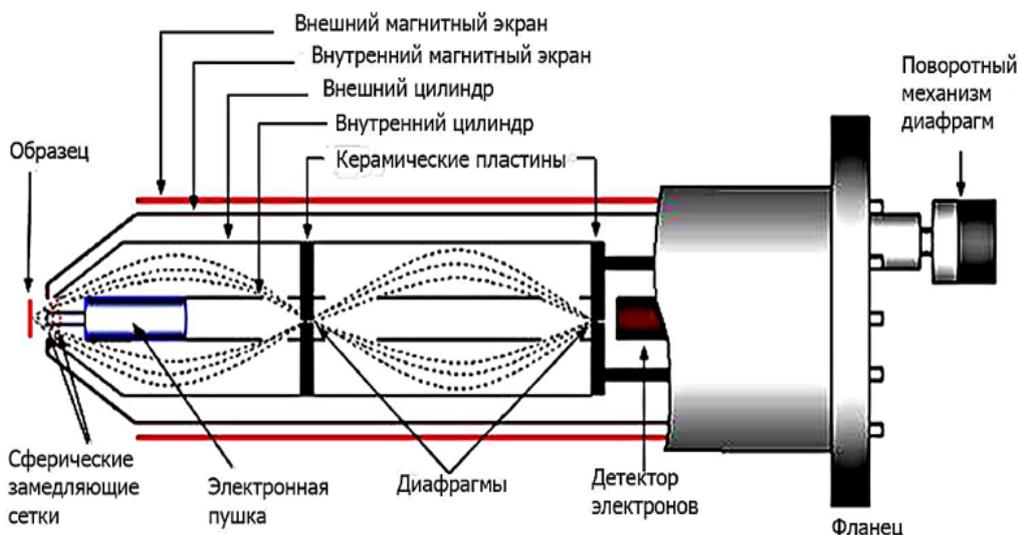


Рис. 10. Электронный энергоанализатор РНІ model 15-255g в разрезе [2]

Соотношение между энергией электронов E_0 , регистрируемых АЦЗ, и разностью потенциалов между внешним и внутренним цилиндрами V_{ab} определяется соотношением:

$$E_0 = \frac{eV_{ab}}{0.77 \ln(r_b / r_a)} , \quad (16)$$

где e – заряд электрона; V_{ab} – отрицательный по отношению к внутреннему цилиндру потенциал, прикладываемый к внешнему цилиндру; r_a и r_b – соответственно радиусы внутреннего и внешнего цилиндров [2; 6].

С помощью формулы, приведенной ниже, рассчитывается основная характеристика АЦЗ – его разрешение:

$$\frac{\Delta E}{E_0} = \frac{0.18\omega}{r_a} + 1.39(\Delta\alpha)^3 , \quad (17)$$

где ω – ширина щели равная для входа и выхода, r_a – внутренний радиус анализатора, угловая апертура $\Delta\alpha = 6^\circ$ [2; 6].

2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

2.1. Оборудование

Для исследования поверхности твердого тела на атомарном уровне, необходимо, чтобы на протяжении эксперимента состав поверхности оставался практически неизменным, т.е. поток молекул из окружающей газовой среды на поверхность должен быть очень мал, поэтому исследования методами ЭОС и СХПЭЭ проводят в сверхвысоковакуумной (СВВ) камере [2; 3; 6; 10 - 13]. На рисунке 11 показана в разрезе СВВ камера, оснащённая двухпролетным АЦЗ РНИ model 15-255g, с базовым давлением $1 \cdot 10^{-8}$ Па, лаборатории физики поверхности НОЦ им. К.Э. Циолковского АмГУ.

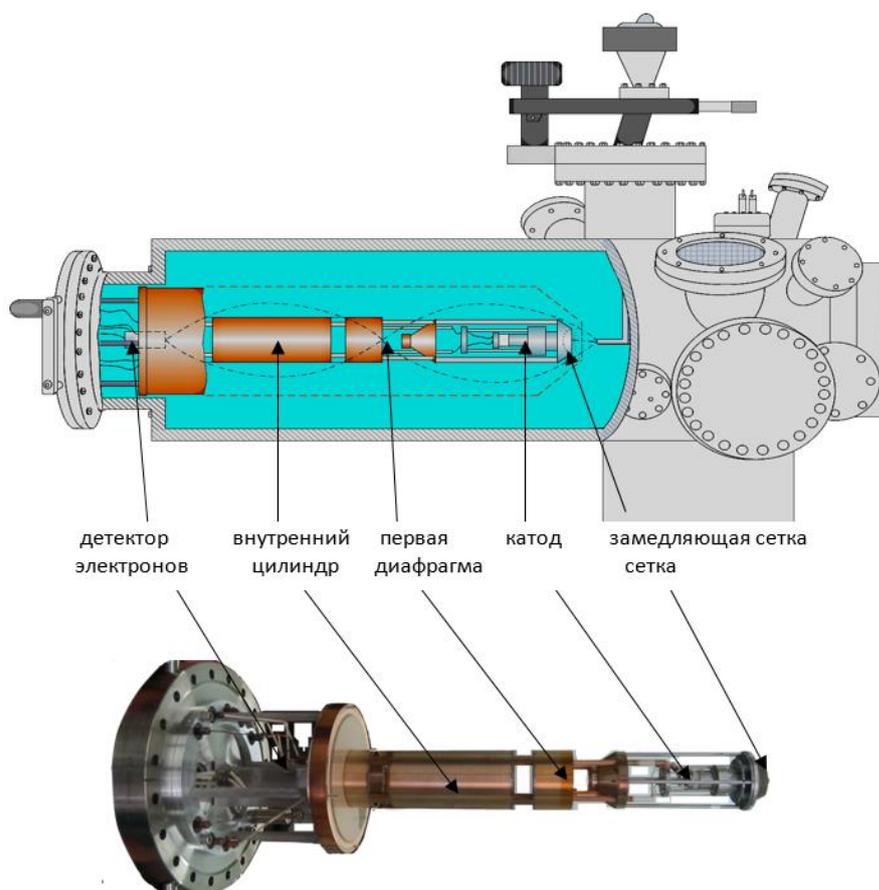


Рис. 11. Электронный энергетический анализатор РНИ model 15-255g: вид СВВ камеры в разрезе и ее фотография [2]

Помимо СВВ камеры, установка для проведения исследований методами ЭОС и СХПЭЭ включает в себя (рис. 12) систему откачки, вентили, оборудова-

ние для работы с образцом (системы загрузки и перемещения образца, термоисточники), вспомогательное оборудование (система электрического питания и управления, кварцевый датчик с измерителем толщины), а также оборудование для анализа поверхности [2; 6].



Рис. 12. Установка включает: 1 – СВВ камеру; элементы снаружи камеры (2 – вентили; 3 – ионный насос; 4 – откачной пост; 5 – измеритель толщины; 6 – трехкоординатный манипулятор; 11 – систему электропитания и управления, состоящую из коммутатора, источников переменного и постоянного тока; 12 – прибор РНІ-590, в состав которого входят блоки управления СВВ камерой и её оборудованием; 13 – энергоанализатор типа «цилиндрическое зеркало», извлечённый из СВВ камеры); элементы внутри камеры (7 – кварцевый датчик; 8 – образцы (пластины кремния); 9 – термоисточники; 10 – сопло энергоанализатора);

2.1.1. СВВ камера и система откачки

В состав прибора РН-590 входит измеритель давления, шкала которого приведена на рисунке 13.



Рис. 13. Шкала прибора для измерения давления в ионном насосе и в СВВ камере при откачке

Как определить давление в ионном насосе и в СВВ камере при откачке.

Шкала давления находится снизу и имеет значения от 10^{-9} до 10^{-4} Торр. Шкала разбита на области по 10^n (n принимает значения -9, -8, -7, -6, -5).

Давление в ионном насосе и в СВВ камере при откачке по стрелочному индикатору определяется следующим образом:

1. Если стрелка находится на границе между соседними областями, то область правее стрелки определяет порядок давления.

2. Далее следует определить множитель. Так, крайнее левое положение стрелки в выбранной области соответствует множителю 1. В зависимости от деления множитель может принимать значения 2,4,6,8.

3. Затем необходимо перевести полученное значение давления (в Торр) в единицы системы СИ (Па). Для удобства ниже представлена таблица 2.

В качестве примера рассмотрим шкалу, представленную на рисунке 10.

1. Стрелка находится внутри области 10^{-8} Торр.

2. Стрелка стоит на втором делении среди четырёх, находящихся после крайнего левого положения. Это деление соответствует множителю 4.

3. Исходя из этого, давление в камере составляет 4×10^{-8} Торр. После преобразования в единицы системы СИ получили давление $5,32 \times 10^{-6}$ Па.

Преобразования для наиболее распространенных единиц давления [2; 6]

Перевести	В	Умножить на
мбар	Па	100
мбар	Торр	0,75
Па	Мбар	0,01
Па	Торр	7.5×10^{-3}
Торр	Мбар	1,33
Торр	Па	133

Для создания сверхвысокого вакуума в приборе РН-590 используется двухуровневая система откачки (рис. 14). Поскольку переход от атмосферного давления (760 Торр $\sim 10^6$ Па) к сверхвысокому вакууму ($\sim 1,33 \times 10^{-7}$ Па) означает изменение давления на 13–14 порядков величины, что не может обеспечить ни один насос [2; 3; 6].

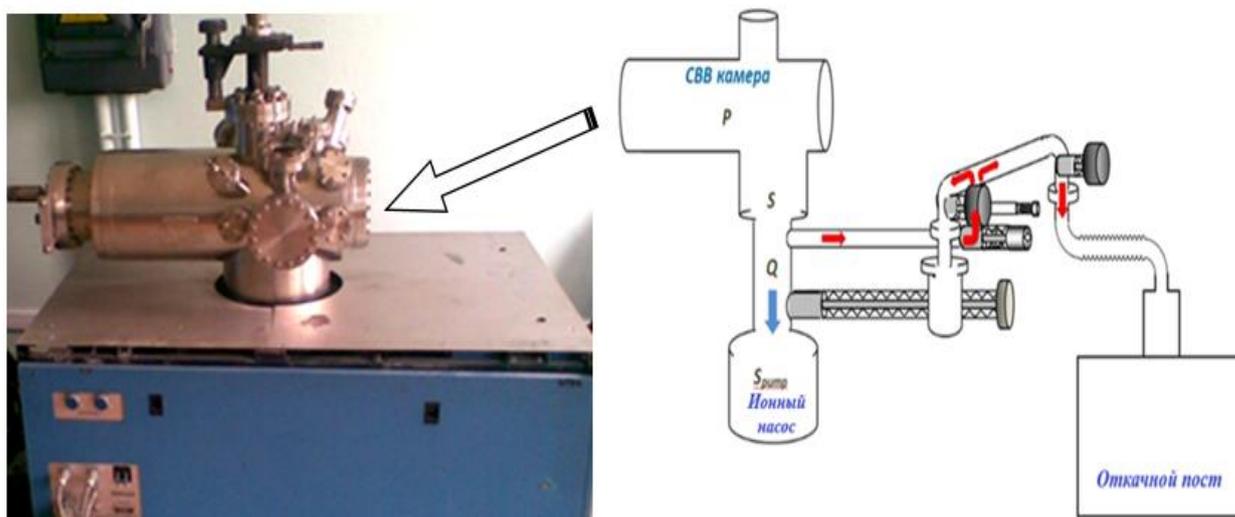


Рис. 14. Откачная система СВВ-камеры Varian 15-255g, включающая в себя откачной пост и ионный насос

На первом этапе откачки используется откачной пост (рис. 15 и 16). Он предназначен для откачки системы от атмосферного давления до давления величины $\sim 1,33 \times 10^{-4}$ гПа ($\sim 10^{-4}$ Торр).



Рис. 15. Фотография откачного поста PFEIFFER VACUUM Hi CUBE, в состав которого входят следующие компоненты: 1 – высоковакуумный турбомолекулярный насос HiPace 80; 2 – безмасляный форвакуумный мембранный насос MPV 015-02; 3 – система управления и электропитания; 4 – корпус.

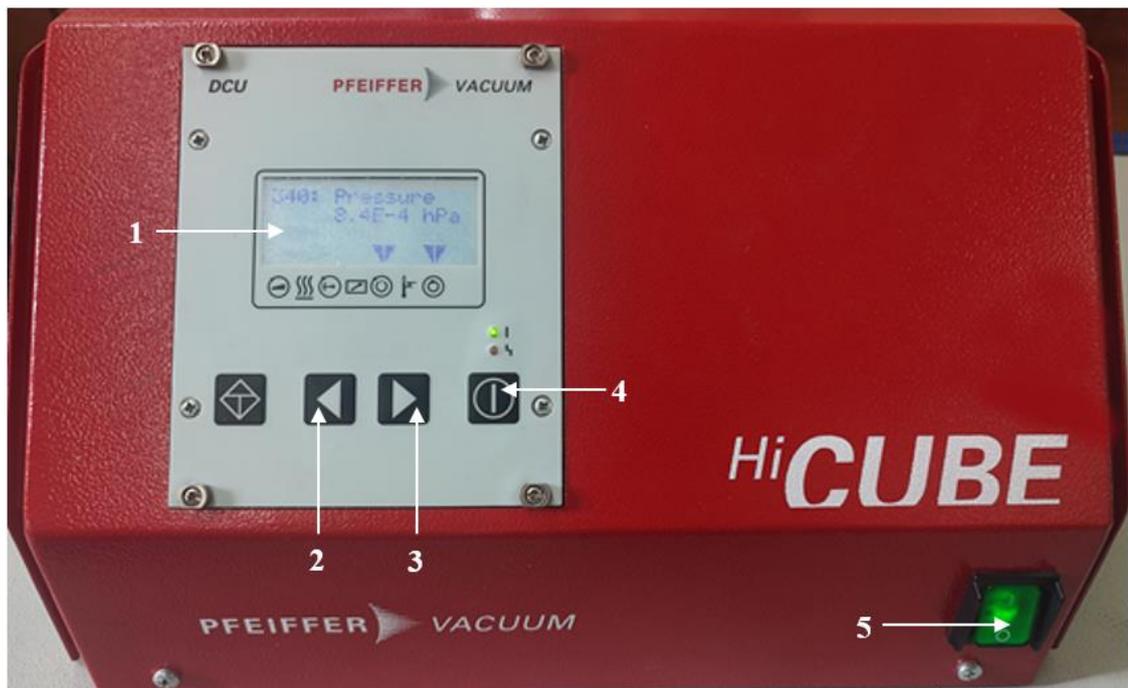


Рис. 16. Панель управления откачным постом и отображения его рабочих характеристик, включающая в себя следующие компоненты: 1 – дисплей; 2 и 3 – переключатели режимов работы и отображения рабочих характеристик откачного поста; 4 – кнопка для включения/выключения крыльчатки турбомолекулярного насоса; 5 – кнопка для включения/выключения откачного поста.

Для контроля давления (гПа) переключателями 2 и 3 выбирается нужный режим измерения № 340 «Pressure» (рис. 17, а), а частоты вращения крыльчатки турбомолекулярного насоса (об/мин) – № 398 «ActualSpd» (рис 17, б).



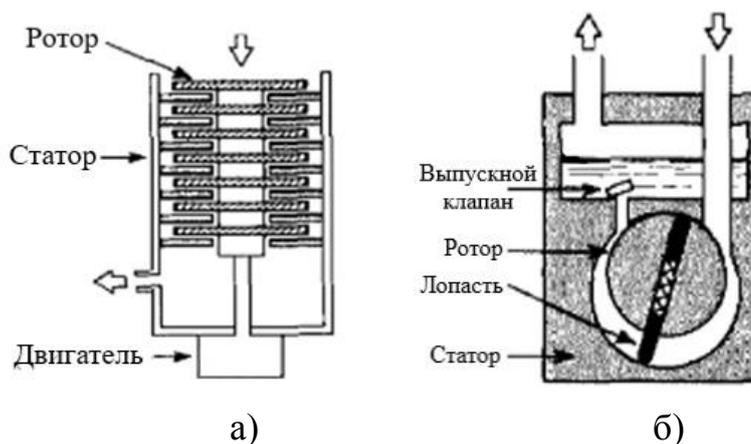
а)

б)

Рис. 17. Фотография, иллюстрирующая индикацию

а – давления в гПа; б – частоты вращения крыльчатки в об/мин

Турбомолекулярный насос работает в паре с форвакуумным насосом, поскольку турбомолекулярный насос не может самостоятельно откачивать вакуумную систему с атмосферного давления. Схемы, иллюстрирующие принцип работы турбомолекулярного и форвакуумного насосов, приведены на рисунке 18.



а)

б)

Рис. 18. Схемы, иллюстрирующие принцип работы насосов:

а – турбомолекулярного; б – форвакуумного [3]

Турбомолекулярный насос (рис. 18, а) содержит набор роторов с многочисленными лопастями (крыльчаткой), которые вращаются с очень большой скоростью (от 50000 до 100000 об/мин) и сметают молекулы откачиваемого газа в

направление выпуска, соединённого с линией предварительной откачки. Это происходит за счёт многократных столкновений молекул с лопастями ротора [3].

На выходе турбомолекулярный насос откачивается с помощью ротационного форвакуумного насоса. Принцип работы ротационного насоса продемонстрирован на рисунке 18, б. Откачиваемый газ попадает во входной порт и оказывается захваченным в объём между пластинами ротора и статором. Так как пластины прилегают к стенкам камеры достаточно герметично, в узкой части образуемого серповидного пространства рабочей камеры происходит сжатие газа, который затем выводится через выпускное отверстие [3].

На втором этапе откачки, после откачного поста, подключают ионный насос, который начинает работать при давлении не ниже $1,33 \times 10^{-2}$ Па ($\sim 10^{-4}$ Торр) и позволяет достигать уровня $1,33 \times 10^{-8}$ Па ($\sim 10^{-10}$ Торр). Блок питания и управления ионным насосом представлен на рисунке 19.



Рис. 19. Блок питания и управления ионным насосом: 1 и 2 – световые индикаторы напряжения питания сети (HIGH VOLTAGE) и режима запуска ионного насоса (START) соответственно; 3 – автомат отключения насоса; 4 – переключатель режимов работы насоса (START/RUN); 5 – стрелочный индикатор давления, тока и напряжения; 6 – галетный переключатель режимов измерения и отображения рабочих характеристик ионного насоса

Определение рабочих характеристик ионного насоса.

Давление в ионном насосе определяется по нижней шкале индикатора 5. Для этого с помощью галетного переключателя 6 выбирается режим «TORR» (полный алгоритм представлен на страницах 28 и 29).

Ток определяется по средней шкале индикатора 5. Для этого галетный переключатель 6 устанавливается на необходимый предел измерения тока (20 мкА, 200 мкА, 2 мА, 20 мА, 200 мА, 500 мА). Если при выборе какого-либо предела стрелка «зашкаливает», обязательно надо переключить на более высокий предел.

Напряжение определяется по верхней шкале индикатора 5. Для этого с помощью галетного переключателя 6 выбирается необходимый режим «5 KV».

Алгоритм запуска ионного насоса.

В случае, если ионный насос автоматически отключился (автомат 3 переключился в нижнее положение и не горит световой индикатор напряжения питания сети 1), то осуществить запуск насоса нужно следующим образом:

1. Переключить тумблер 4 в положение «START».
2. Установить галетный переключатель 6 в положение «5 KV».
3. Переключить автомат 3 в верхнее положение.

Если в течение 2-5 минут не устанавливается напряжение порядка 4 кВ и выше, то автомат 3 следует отключить и повторить процедуру (п. 1-3) через 10 минут при условии, что в СВВ камере давление $\sim 10^{-4}$ Торр).

4. Если высоковольтное напряжение установилось, переключить тумблер 4 в положение «RUN».

5. Установить галетный переключатель 6 в режим «TORR» для контроля давления.

Принцип работы ионного насоса продемонстрирован на рисунке 20.

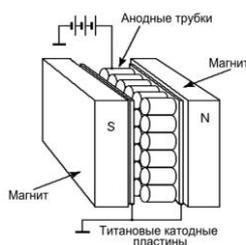


Рис. 20. Схема, иллюстрирующая принцип работы ионного насоса [3]

Базовая конфигурация ионного насоса включает в себя две пластины (катод), сделанные из титана и расположенные близко от открытых концов коротких трубок (анода) из нержавеющей стали. Параллельно осям трубок приложено сильное магнитное поле. Принцип откачки следующий: электроны испускаются с катодных пластин и движутся по винтовым траекториям внутри анодных трубок, вызывая ионизацию молекул газа. Ионизованные молекулы ускоряются электрическим полем (~ 5 кВ) и сталкиваются с катодом, распыляя при этом материал, из которого он сделан (титан). Распыленный титан покрывает поверхности трубок, катода и стенок насоса. В результате химической реакции молекулы газа связываются поверхностью [2; 3].

Вся работа в лаборатории фиксируется в журнале, в том числе при работе с откачной системой. Откачная система и вентили представлены на рисунке 21.



Рис. 21. Откачная система и вентили: 1 – клапан откачного поста; 2 – фланцы ISO-KF; 3 – гофра; 4 – малый клапан напуска; 5 – патрубков напуска; 6 – клапан СВВ камеры; 7 – клапан ионного насоса.

Порядок действий с насосами и вентилями при открывании СВВ камеры для замены образцов и/или источников, кварцевого датчика.

1. Закрывать клапан ионного насоса 7 с помощью гаечного ключа;
2. Открыть клапан СВВ камеры 6 (соединяющий ее с откачным постом) специальным четырехгранным ключом до первого витка резьбы;
3. Открыть малый клапан напуска 4 и через патрубок 5 напустить воздух в СВВ камеру (при наличии жидкого азота напустить его пары в камеру).

Порядок действий с насосами и вентилями при начале процедуры откачки газа из СВВ камеры после замены образцов и/или источников, кварцевого датчика:

1. Закрывать малый клапан напуска 4.
2. К СВВ камере через фланцы ISO-KF 2 с использованием гофры 3 присоединить откачной пост (рис. 21).
3. Открыть клапан откачного поста 1, включить откачной пост и по информации с его дисплея дождаться, когда частота вращения крыльчатки турбомолекулярного насоса достигнет значение от 80000 до 90000 об/мин (среднее время от 30 до 60 мин). Для контроля частоты вращения установить режим № 398 «ActualSpd». Если за указанное выше время частота вращения не достигнет указанного диапазона, необходимо провести дозатяжку соединений с целью устранения течи и повторить процедуру.
4. После достижения давления $\sim 10^{-4}$ гПа (контролируется в режиме дисплея № 340 «Pressure») закрыть клапан откачного поста 1, затем клапан СВВ камеры 6.
5. Выключить откачной пост.
6. Медленно открыть клапан ионного насоса 7, контролируя давление в его камере по прибору (рис. 19), не допуская резкого его возрастания (до 10^{-5} Торр).

2.1.2. Система управления дегазацией СВВ камеры

После достижения в камере давления $\sim 1,33 \times 10^{-5}$ Па (10^{-7} Торр), на неё устанавливается термокороб (рис. 22) и осуществляется прогрев СВВ камеры не менее 6 часов до получения давления $1,33 \times 10^{-7}$ Па ($\sim 10^{-9}$ Торр).



Рис. 22. Система управления дегазацией СВВ камеры

Порядок включения системы управления дегазацией СВВ камеры Varian.

1. Установить термокороб 4 на стол 6.
2. Присоединить к термокоробу 4 кабели 5.
3. Последовательно переключить тумблеры 1 и 2 в положение «ON», после чего на таймере 3 с помощью рукоятки установить время не менее 6 часов.
4. Переключить автомат 7 в рабочий режим.

Контроль давления в камере ионного насоса в процессе дегазации осуществляется с использованием стрелочного индикатора 5, входящего в состав системы питания и управления ионным насосом (рис. 19), по методике, указанной на странице 28.

Важно в процессе контроля давления следить за показаниями стрелки и записывать в журнал их не реже, чем через каждые 15-20 минут. При достижении давления порядка 10^{-6} Торр, нужно отключить нагревательные тэны короба, отключив автомат 7 (рис. 22), для остывания СВВ камеры.

Если спустя некоторое время (от 30 до 60 минут) давление, благодаря работе ионного насоса и остыванию СВВ камеры, достигает значения $\sim 10^{-7}$ Торр, можно продолжить процесс дегазации, включив тэны короба.

При завершении дегазации необходимо полностью выключить систему, отключив автомат 7, а тумблеры 1 и 2 перевести в нижнее положение (рис. 22).

Если результат дегазации не был достигнут, то она повторяется, как правило, на следующий день.

2.1.3. Оборудование для дегазации источников и образцов, находящихся внутри СВВ камеры

После дегазации СВВ камеры осуществляется дегазация источников (термоячеек) и образцов (отжиг пластин кремния). В процессе дегазации необходимо контролировать давление в ионном насосе и СВВ камере. Дегазация термоячеек проводится прогревом с помощью источника постоянного тока. Для отжига используется функциональная электрическая схема, представленная на рисунке 23.

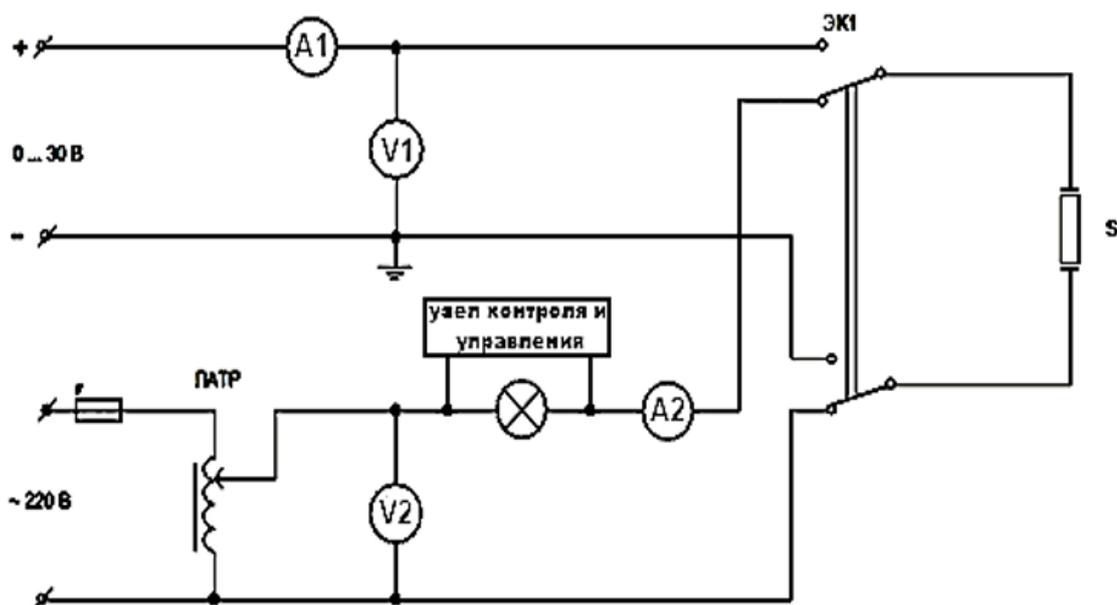


Рис. 23. Принципиальная электрическая схема для отжига кремния

Для дегазации кремния необходимо предварительно провести его электрический пробой, а затем переключить кремний с источника переменного тока на источник постоянного тока. Пробой осуществляется с помощью коммутирующего устройства 2 (рис. 24). Это устройство позволяет автоматизировать данный процесс.

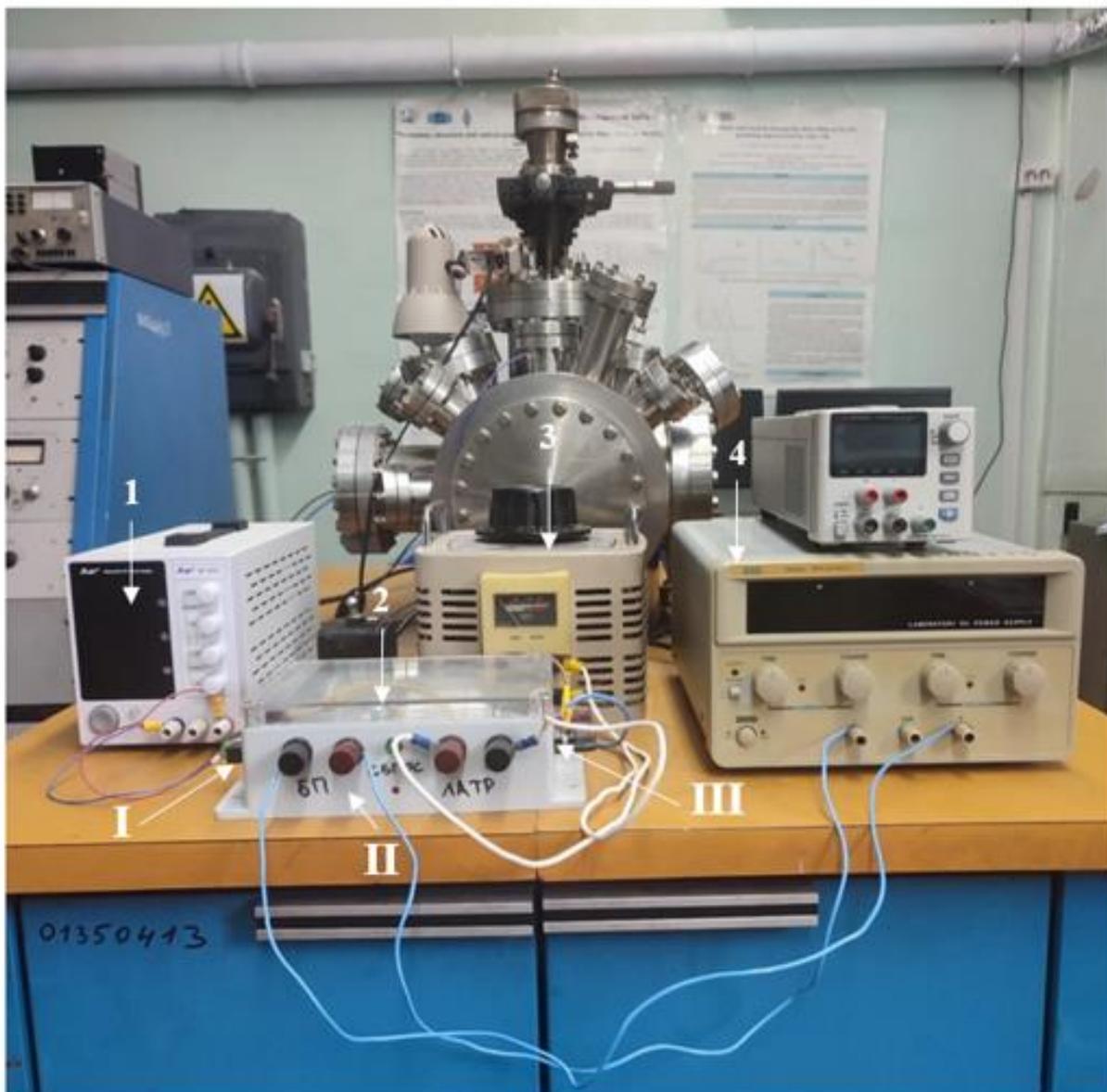


Рис. 24. Устройство автоматического переключения кремниевой нагрузки, а также вспомогательное оборудование

Клеммы для подключения источников питания и нагрузки (кремния), разъёмы для питания располагаются с трёх сторон устройства 2 (рис. 24):

Со стороны I подключается напряжение +5В (для питания устройства переключения) от источника питания 1. Там же расположен тумблер ВКЛ/ВЫКЛ.

Со стороны II подключаются источник переменного тока (ЛАТР 3) и источник постоянного тока 4. Там же располагается кнопка сброса, используемая после завершения работы с переключающим устройством 2.

На стороне III располагаются клеммы для подключения нагрузки Si.

Порядок работы с устройством (рис. 24):

1. Присоединить источники питания и кремниевую нагрузку к клеммам и разъёмам.
2. Включить источник питания 1, установив на его выходе напряжение 5В и начальное значение тока ~ 200 мА.
3. Включить источник постоянного тока 4 и установить на его выходе напряжение от 20 до 30 В. Установить начальное значение тока, повернув рукоятку грубой настройки значения тока на 30°.
4. Подключить к сети электропитания ЛАТР 3.
5. Включить переключающее устройство 2.
6. Нажать кнопку СБРОС.
7. Вращать рукоятку ЛАТРа 3 по часовой стрелке до тех пор, пока не загорится лампочка (выступающая в роли индикатора пробоя и шунта) и не произойдет автоматическое переключение на источник постоянного тока 4. Убедиться в успешности переключения нагрузки по наличию числового значения тока на дисплее источника постоянного тока 4.
8. Вернуть рукоятку ЛАТРа 3 в положение 0В, вращая её против часовой стрелки, и отключить ЛАТР.
9. После завершения работы с устройством и вспомогательным оборудованием отключить его.

2.1.4. Оборудование для исследования образцов методами ЭОС и СХПЭЭ

Для определения элементного состава образцов их исследование часто проводится методом ЭОС. Прибором, используемым в лаборатории физики поверхности НОЦ им. К.Э. Циолковского АмГУ для ЭОС и СХПЭЭ, является РНІ Model 590 (рис. 25), выпущенный компанией Physical Electronics Industries Inc. USA. В его состав входит СВВ камера, оснащённая электронным энергетическим анализатором типа «цилиндрическое зеркало» Model 15-255g [2; 6].



Рис. 25. В состав прибора PHI-590 входят: 1 – мониторы на основе электронно-лучевой трубки (MONITOR TEKTRONIX); 2 – прибор для измерения давления в СВВ камере (GAUGE CONTROLLER Model JBA12AS); 3 – прибор контроля дегазации СВВ камеры (T.C. GAUGE/OVEN CONTROL PHI Model 20-105); 4 – источник питания (POWER INTERLOCK PHI Model 18-030); 5 – блок питания и управления ионным насосом (PE BOOSTIVAC CONTROL); 6 – задающий генератор; 7 – усилитель оже-сигнала (LOCK-IN ANALYZER Model 5204); 8 – системный контроллер ЭОС/СХПЭЭ, определяющий скорость развертки (ESCA/AUGER SYSTEM CONTROL PHI Model 11-055); 9 – контроллер электронной пушки (ELECTRON GUN CONTROL PHI Model 11-010); 10 – контроллер модуляции (ANALYZER CONTROL PHI Model 20-805); 11 – электронный умножитель (ELECTRON MULTIPLIER SUPPLY PHI Model 20-075); 12 - СВВ камера с АЦЗ.

2.2. Подготовка образцов

Перед помещением внутрь СВВ камеры образцы должны проходить двух-стадийную процедуру очистки в различных смесях химических растворов при определённом соотношении компонентов смеси по объёму (табл. 3).

Таблица 3

Перечень стадий первого этапа очистки подложек и источника Si

Стадия	Химические растворы	Соотношение по объёму	t, мин.	T, °C
1	Смесь дистиллированной воды, аммиачной воды и перекиси водорода	5:1:1	20	80
2	Смесь дистиллированной воды, соляной кислоты и перекиси водорода	6:1:1	20	80

После выполнения двух стадий очистки в химических растворах образец необходимо полоскать в изопропиловом спирте. Однако все эти процедуры обеспечивают только предварительную очистку образца, так как финальная подготовка атомарно чистой поверхности может быть проведена только внутри СВВ-камеры. К методам получения атомарно чистой поверхности in-situ (рис. 26) относят скол, прогрев, химическую обработку и ионное травление [2; 3; 6].

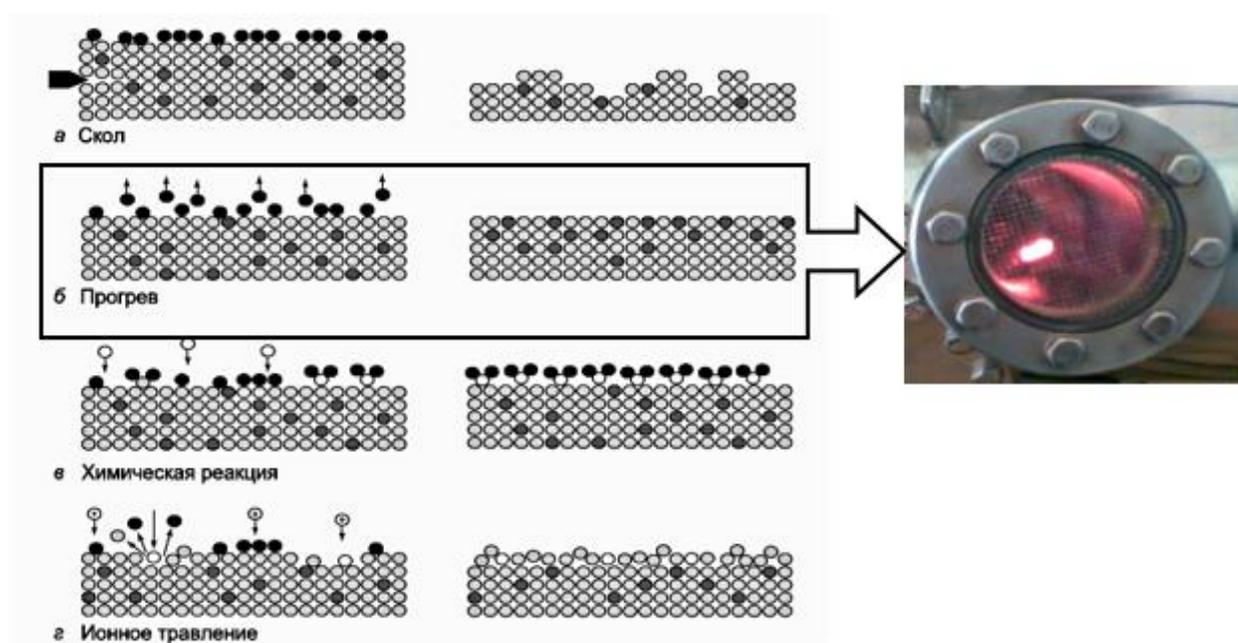


Рис. 26. Наиболее часто используемые методы получения атомарно чистой поверхности in-situ [2]

В лаборатории физики поверхности НОЦ им. К.Э. Циолковского АмГУ подложки образцов очищаются *прогревом* путем пропускания электрического тока через образец (рис. 26). Основное требование состоит в том, чтобы адсорбированные примеси и/или поверхностные оксиды испарялись при температурах ниже точки плавления исследуемого материала. Это выполняется для металлов и полупроводников типа *Si*. Однако тепловая обработка имеет следующие недостатки: отжиг может приводить к перераспределению примесей в объеме образца или даже к их сегрегации на поверхность. Некоторые примеси (например, углерод) могут образовывать очень прочные соединения с материалом образца и, следовательно, с трудом могут быть полностью удалены с поверхности. Поэтому отжиг, например, *Si*, необходимо выполнять строго по методике: длительное прогревание при температуре $T_{Si} = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ (в течение 1 ч), затем при температуре $T_{Si} = 1250\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 3 с три раза [2; 6].

Величина постоянного тока, соответствующая определённой температуре, определяется по экспериментально составленной таблице (excel файл «Расчёт тока через образец») (рис. 27 и 28).

Ширина	5,5	mm
Толщина	0,4	mm
Тнач.	100	
Ткон.	1500	
Tstep	5	

Расчёт величин		
t	ii	i
373	0,574821	0,000694
378	0,590335	0,000802
383	0,606056	0,000924
388	0,621983	0,00106
393	0,638117	0,001212
398	0,654457	0,001382
403	0,671004	0,001572
408	0,687758	0,001782
413	0,704718	0,002015

Рис. 27. Таблица ввода данных

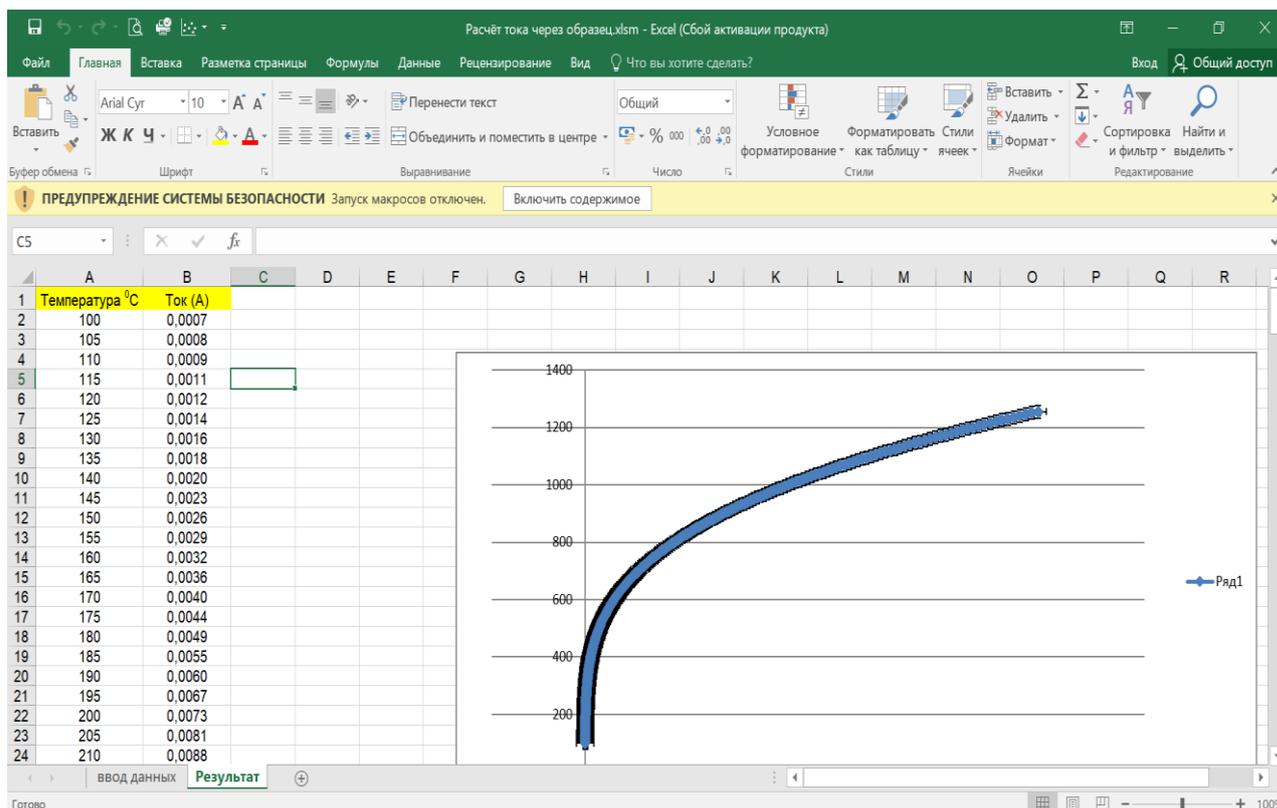


Рис. 28. Таблица, отображающая зависимость величины тока от температуры

На странице «Ввод данных» нужно вписать значения ширины и толщины образца, предварительно измеренных штангенциркулем, в ячейки В1 и В2 соответственно (рис. 27). Затем при входе на страницу «Результат» появляется таблица, отображающая зависимость величины тока от температуры (рис. 28). С её использованием определяют ток, который нужно пропускать через образец для достижения заданной температуры.

Дегазация Si (при его высоком удельном сопротивлении) на первом этапе осуществляется за счёт его электрического пробоя, достигаемого увеличением переменного напряжения, прикладываемаемого к пластине кремния путём использования ЛАТРа. На втором этапе дегазации происходит переключение Si с источника переменного тока на источник постоянного тока, после чего задаётся нужное значение тока. Данный процесс осуществляется с использованием оборудования, представленного на рисунке 24. Алгоритм приведён на стр. 38-39.

Образцы Si вырезают из промышленно изготавливаемых пластин диаметром 80, 100, 150, 200 мм и толщиной от 200 до 400 мкм. Пластины имеют марки-

ровку, например, *350 КДБ 10 (111)*, что означает: 350 – толщина пластины составляет 350 мкм; КДБ – кремниевая (К) подложка дырочной (Д) проводимости, легированная бором (Б); 10 – с удельным объемным сопротивлением 10 Ом · см, и, (111) – индексами Миллера, указывающими на ориентацию пластины в плоскости 111 [2; 6].

2.3. Техника термического осаждения в вакууме

На образцах Si в лаборатории физики поверхности НОЦ им. К.Э. Циолковского АмГУ получают пленки силицидов металлов одним из распространенных методов напыления в вакууме – термическим испарением или сублимацией материалов (при этом речь идет, как правило, о твердофазной или реактивной эпитаксиях).

Если вещество нагреть до достаточно высокой температуры, некоторые атомы или молекулы приобретают достаточно энергии для того, чтобы разорвать химические связи и покинуть вещество. Жидкости испаряются, а твердые вещества сублимируют. Используя соотношение (18), можно записать выражение для потока I атомов или молекул на подложку, расположенную на расстоянии L от источника напыления, в виде:

$$I = \frac{p(T)A}{\pi L^2 \sqrt{2\pi m k_b T}}, \quad (18)$$

где $p(T)$ – это равновесное давление паров напыляемого материала при температуре T ; A – площадь, с которой происходит испарение или сублимация [2; 6].

Чтобы получить скорости напыления от 0,1 до 1 МС/мин. на расстоянии $L = 10$ см и с площади $A = 0,5$ см², требуется равновесное давление паров порядка $\sim 1,33 \cdot 10^{-3}$ Па ($\sim 10^{-5}$ Торр) [2; 6].

Какая должна быть температура источника, чтобы иметь такое давление паров, можно оценить по графикам равновесных давлений паров, представленных на рисунке 29. Либо по таблице 4, в которой представлены данные для давлений насыщенных паров металлов [2; 6].

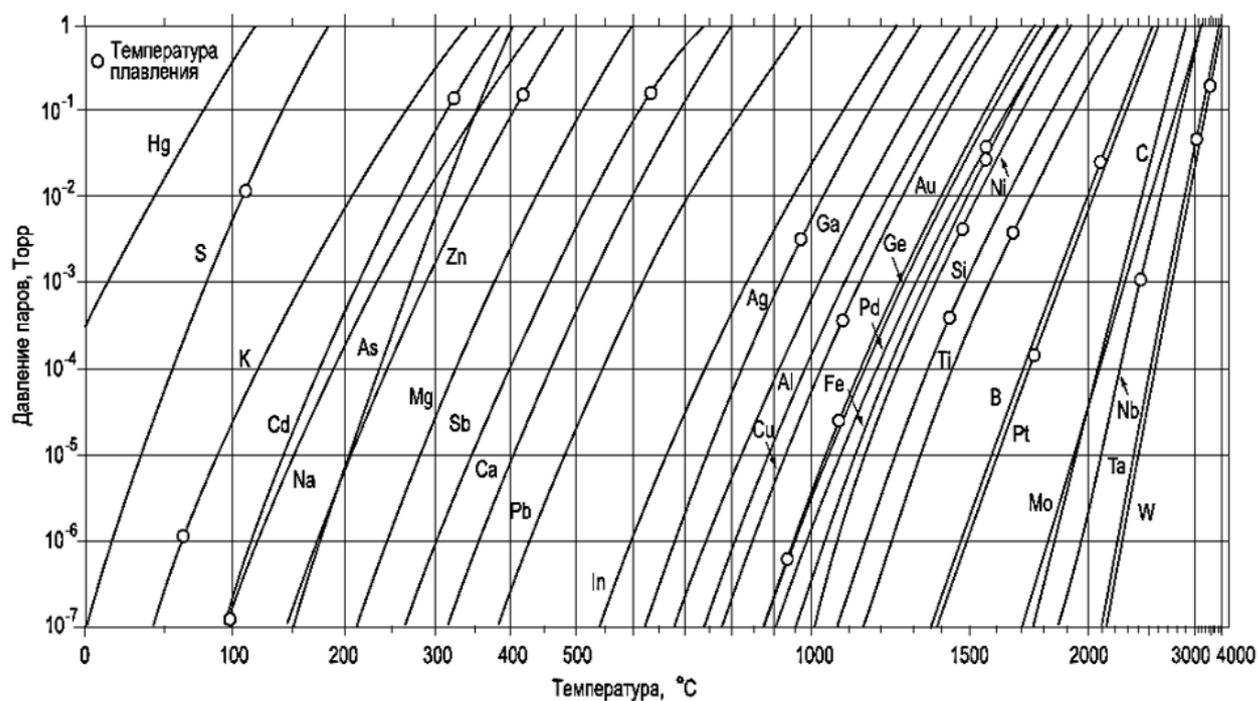


Рис. 29. График равновесных давлений паров химических элементов [2]

Таблица 4

Давление насыщенного пара различных металлов [2; 6]

Металл	Точка Плавления (К)	Температура, К, при указанном давлении пара (Па)				
		$p = 1,13 \cdot 10^{-9}$	$p = 1,13 \cdot 10^{-8}$	$p = 1,13 \cdot 10^{-7}$	$p = 1,13 \cdot 10^{-6}$	$p = 1,13 \cdot 10^{-5}$
Серебро	1234	721	759	800	847	899
Алюминий	932	815	800	806	958	1015
Золото	1336	915	964	1020	1080	1150
Барий	983	450	480	510	545	583
Бериллий	1556	832	878	925	980	1035
Кальций	1123	470	495	524	555	590
Кадмий	594	293	310	328	347	368
Церий	1077	1050	1110	1175	1245	1325
Кобальт	1768	1020	1070	1130	1195	1265
Хром	2176	960	1010	1055	1110	1175
Цезий	302	213	226	241	257	274
Медь	1357	855	895	915	995	1060
Железо	1809	1000	1050	1105	1165	1230
Ртуть	234	170	180	190	201	214

В рассмотренной выше экспериментальной установке для проведения ростовых экспериментов используются различные источники напыления. Ниже представлены (рис. 30) наиболее распространенные типы простых источников. По существу, они представляют собой открытые нагреватели без радиационных или изолирующих экранов и без каких-либо средств уменьшения температурных градиентов. Они изготавливаются из фольги (лодочки и трубки) или проволоки (спирали и корзинки) тугоплавких металлов, и нагреваются прямым пропуском электрического тока через них. Основной недостаток этих источников — это то, что они не обеспечивают стабильной скорости напыления [2; 3; 6].

Спираль и корзинки. Они делаются из одной или нескольких скрученных вольфрамовых проволок. Обычно они выгнуты в виде латинской буквы «V» (рис. 30, а). Небольшой кусочек напыляемого материала наплавляется на проволоку. Для увеличения количества материала, а, следовательно, и времени работы источника используются источники в форме корзинки (рис. 30, б). Материал, испаряемый из спирали или корзинки, должен смачивать вольфрамовую проволоку, но не реагировать с ней. В противном случае используют керамический тигель, на который навита проволочная спираль (рис. 30, в).

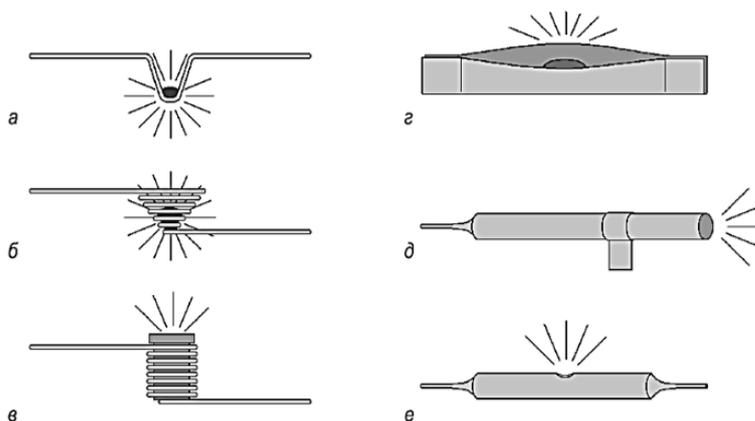


Рис. 30. Простые источники напыления: а – спираль «V»-образной формы; б – корзинка; в – корзинка с тиглем; г – лодочка; д – открытая и е – закрытая трубочки [2]

Лодочки и трубки. Вольфрамовые, танталовые и молибденовые фольги — тоже подходящий материал для изготовления простых термических источников. Наиболее распространенные формы — лодочки (рис. 30, г) и трубки. У трубок

один конец может быть открытым (рис. 30, д), либо оба конца закрыты, а напыление ведется из небольшого отверстия в середине трубки (рис. 30, е). Очевидно, что трубки дают более направленный пучок по сравнению с лодочками. На рисунке 31 приведена фотография закрытой танталовой трубочки из СВВ-камеры лаборатории физики поверхности НОЦ АмГУ [2; 6].

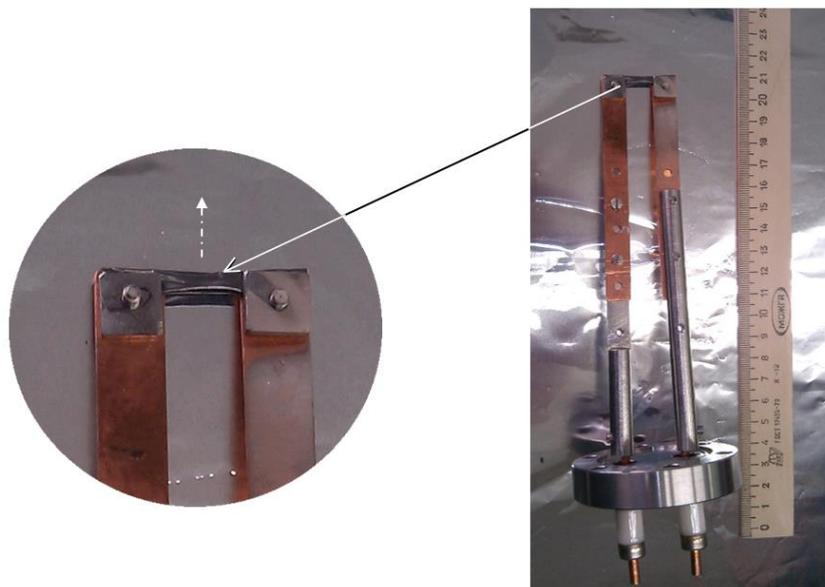


Рис. 31. Закрытая трубочка на фланце с токовводами

Сублимационные источники. Некоторые материалы вроде Fe и Si имеют достаточно высокое давление паров при температурах заметно ниже точки плавления и могут сублимироваться. В этом случае проволоку или брусок, сделанные из этих материалов, можно нагревать, пропуская через них электрический ток [6].

2.4. Калибровка источников

После того как образцы и источники были загружены в камеру и прошли дегазацию, необходимо провести калибровку источников. Заключается она в определении скорости осаждения вещества из источника на кварцевый датчик (резонатор). В таком датчике используют пьезоэлектрические свойства кварца. Резонатор представляет собой тонкую пластину кварца, к обеим поверхностям которой подведены электрические контакты. Такой резонатор включается в электронную схему генератора. Приложение переменного электрического поля приводит к возникновению колебаний кварцевой пластины по толщине. Резонансная частота этих колебаний обратно пропорциональна толщине пластины. С

изменением толщины пластины, по мере осаждения на нее вещества из источника, резонансная частота изменяется. Это изменение регистрируется относительно частоты эталонного генератора. В лаборатории физики поверхности НОЦ им. К.Э. Циолковского АмГУ для определения толщины пленок используют USB контроллер компании Sycon Instruments (рис. 32) [6].



а)

б)

Рис. 32. USB контроллер Sycon Instruments для измерения толщины пленок: а - в отключенном состоянии; б – подключённый к кварцевому датчику, находящемуся в СВВ камере (б)

Калибровка источника проводится следующим образом:

1. Вначале необходимо с помощью трехкоординаторного манипулятора (рис. 33) задать положение кварцевого датчика (который закреплен на одной оси с образцом), при котором он повернут от калибруемого источника [6].



Ручьятки управления положением образца и кварцевого датчика

Рис. 33. Вид сверху на трехкоординатный манипулятор.

2. Затем необходимо подключить прибор к компьютеру с помощью USB-кабеля и запустить программу *Sycon STM Instruments Interface* (рис. 34) [6].

4. Нажать кнопку «new gun» и выбрать материал калибруемого источника из предлагаемого списка (рис. 36). После чего нажать кнопку «pause» (она же «resume»), «zero timer», «zero film thk» и «clear graphs» для очистки программы от старых данных [6].

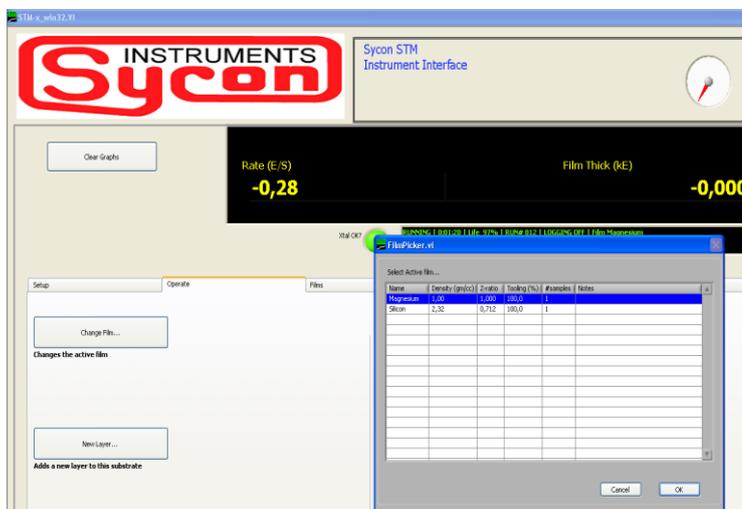


Рис. 36. Выбор материала в программе *Sycon STM Instruments Interface*

5. Затем следует нажать кнопку «resume» и подождать, когда график разностной частоты, запускаемый вкладкой «frequency graph» (рис. 37), перейдет в горизонтальную линию (время прогрева и стабилизации работы прибора). После чего вновь нажать кнопки «pause», «zero timer», «zero film thk» и «clear graphs» для очистки программы от ненужных данных [6].

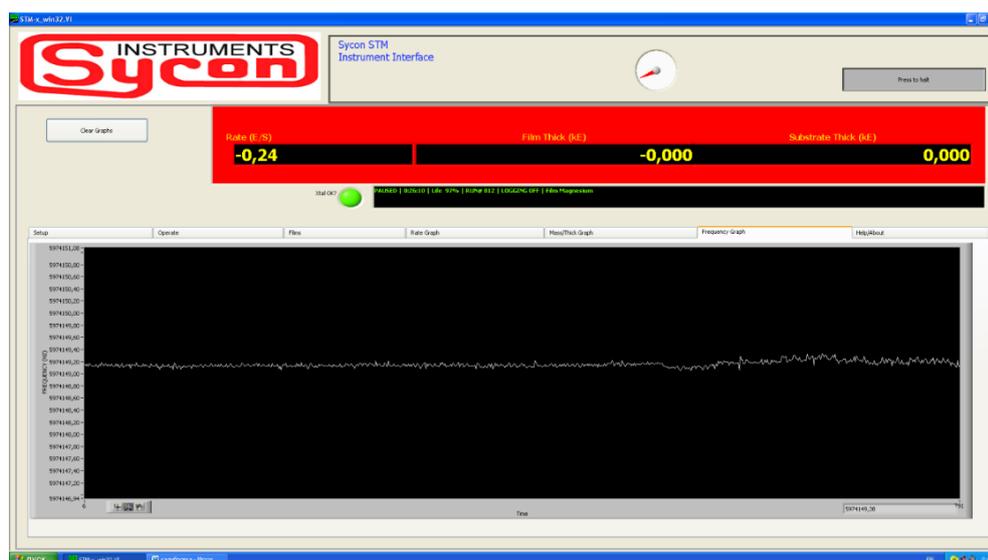


Рис. 37. График разностной частоты (эталонного генератора и генератора с подключенным к нему кварцевым датчиком) в программе *Sycon STM Instruments Interface*

Примечание: если в списке после нажатия «new run» не отображается необходимый материал источника, то нужно перейти во вкладку «film» нажать кнопку «edit film», а в новом окне нажать кнопку «materials...» и выбрать из расширенного списка нужный материал. Затем нажать кнопку «save» и повторить пункт 5 [6].

6. Следующий шаг – это включение источника постоянного тока, для прогрева термоячейки источника на требуемую величину, одновременно необходимо нажать кнопку «resume». По датчику давления ионного насоса определить, когда давление в СВВ камере перестанет изменяться (в зависимости от вещества это время может варьироваться от 1 минуты до получаса). Затем, с помощью трехкоординаторного манипулятора установить кварцевый датчик напротив источника (использовать координаты, записанные в журнале по проведению экспериментов). Процессы, связанные с перемещением, как кварцевого датчика, так и образца, необходимо контролировать через смотровое окно на одном из фланцев СВВ камеры (рис. 38). Далее, зная время, за которое произошло осаждение вещества, нетрудно определить скорость осаждения [6].

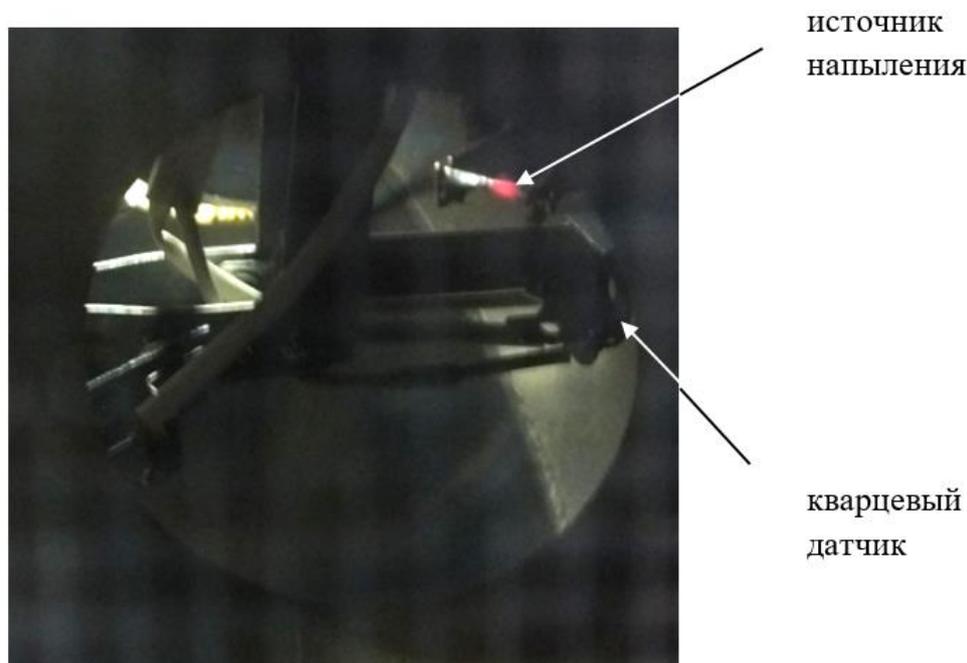


Рис. 38. Вид через смотровое окно СВВ камеры на кварцевый датчик и источник напыления

Примечание: на графике разностной частоты (в программе *Sycon STM Instruments Interface*) должна появиться устойчивая линия вниз. Если такой линии нет, то необходимо отвернуть кварцевый датчик от источника и увеличить силу тока, пропускаемого через источник, на значение от 0.1 до 0.5 А. Затем повторить пункт 4 до появления наклонной линии (рис. 39) [6].



Рис. 39. График разностной частоты, представляющий собой наклонную линию

7. После окончания осаждения вещества необходимо отвернуть кварцевый датчик от источника и плавно уменьшить силу протекающего через источник тока до нуля. Затем дать остыть кварцевому датчику. В зависимости от напыляемого вещества время его охлаждения может составлять от 5 до 30 минут. На информационном табло программы *Sycon STM Instruments Interface* отобразится толщина напыленной пленки [6].

Внимание: толщина пленки в программе измеряется в кило-ангстремах (необходимо перевести ее в нанометры). Для вычисления скорости необходимо данную толщину разделить на время осаждения [6].

Пункты с 3 по 7 необходимо повторить минимум три раза, а затем взять среднее значение этих скоростей [6].

Примечание: уменьшение скорости примерно на 0,5 нм/мин и больше свидетельствует либо о плохо дегазированном источнике, либо о нестабильности контакта токоввода с напыляемым веществом. Для получения стабильной скорости необходимо более качественно дегазировать источник. Если скорость напыления все равно уменьшается, то необходимо проводить калибровки во время напыления пленки на образец и делать соответствующие поправки на время. Во время всех этапов калибровки необходимо контролировать давление в СВВ камере, не допуская его изменения до величины порядка 10^{-5} Торр [6].

3. Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ

3.1 Настройки энергоанализатора

Перед тем, как включать энергоанализатор, нужно подсоединить соответствующие кабели. Для этого на каждом кабеле и самой камере (рис. 40) имеются обозначения.

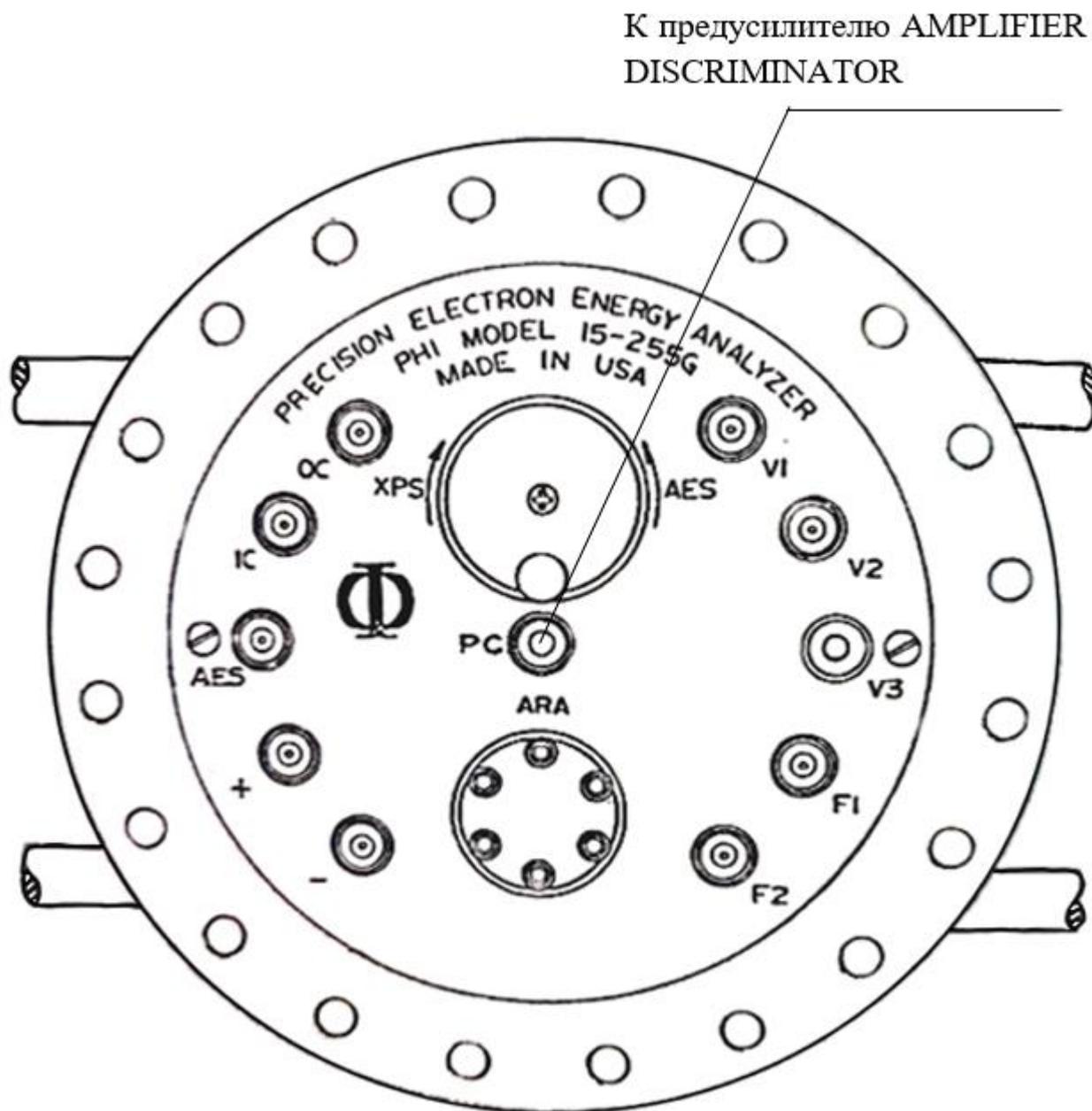


Рис. 40. Вид соединительной панели энергоанализатора PHI Model 15-255G

При снятии спектров оже-электронов и ХПЭЭ необходимо уделить внимание настройкам прибора РНІ model 590 (рис. 41):



Рис. 41. Устройство управления энергоанализатором в составе прибора РНІ-590

Порядок включения энергоанализатора (рис. 41) для выполнения лабораторной или практической работы.

1. Включить электронный умножитель (ELECTRON MULTIPLIER SUPPLY PHI Model 20-075), переключив тумблер 1 в положение «ON». Затем нажать красную кнопку 2 «HIGH VOLTAGE». После данных операций необходимо по вольтметру 3 убедиться, что значение напряжения лежит в пределах ~ 2 кВ.

2. Включить контроллер модуляции (ANALYZER CONTROL PHI Model 20-805), переключив тумблер 4 в положение «ON».

3. Включить контроллер электронной пушки (ELECTRON GUN CONTROL PHI Model 11-010), переключив тумблер 5 в положение «ON». Затем нажать красную кнопку 6 «ON».

3.1. В случае проведения исследований методом ЭОС, с помощью галетного переключателя 8 установить значение ускоряющего напряжения ~ 2 кВ (отслеживая его значение на вольтметре 9). Данная величина напряжения соответствует энергии пучка электронов ~ 2 кэВ.

3.2. В случае же проведения исследований методом СХПЭЭ, с помощью рукоятки 7 установить значение ускоряющего напряжения $\sim 0,3$ кВ (отслеживая его значение на вольтметре 9). Данная величина напряжения соответствует энергии пучка электронов $\sim 0,3$ кэВ.

4. Прогреть катод пушки. Для этого выставить на регуляторе тока 10 по его шкале 3,5 деления. Затем, плавно вращая его рукоятку, довести до 6,5 делений, таким образом увеличить ток, протекающий через катод, до его номинального значения: 3А. Отслеживать прогрев катода можно косвенно по значению тока эмиссии, отображаемому амперметром 11. В рабочем положении (катодный ток ~ 3 А после прогрева катода) эмиссионный ток составляет $\sim 0,2$ мА. При превышении этого значения следует уменьшить ток, протекающий через катод. Следует помнить об инерционности процесса нагрева катода и не форсировать события, т.е. выполнять прогрев и отключение плавно в течение нескольких минут.

5. Включить системный контроллер ЭОС/СХПЭЭ, определяющий скорость развёртки сигнала (ESCA/AUGER SYSTEM CONTROL PHI Model 11-055),

переключив тумблер 12 в положение «ON». Процесс развёртки можно отслеживать с использованием дисплея 13.

6. Включить усилитель сигнала, поступающий от энергоанализатора, (LOCK-IN ANALYZER Model 5204), переключив кнопку 16 в положение «ON».

6.1. В случае проведения исследований методом ЭОС, с помощью галетного переключателя 14, установить усиление принимаемого сигнала 100 мВ, а в случае СХПЭЭ – 250 мВ.

6.2. Установить кнопку 15: при проведении исследований методом ЭОС – отжатое состояние, при СХПЭЭ – нажатое.

7. К LOCK-IN ANALYZER подключен аналого-цифровой преобразователь (конвертор) 17, который необходимо подсоединить через кабель USB к компьютеру. Сигнал от LOCK-IN ANALYZER через конвертор 17 поступает на USB-порт в компьютер с уже установленной программой AESGraph (рис. 42).

Остальные блоки прибора PHI model 590 уже настроены на оптимальный режим работы и при выполнении лабораторной или практической работы их перестраивать не нужно.

Примечание: при исследовании образца методами ЭОС, СХПЭЭ один из токовводов (расположенных на фланце), к которому подключается образец, должен быть заземлён путём соединения проводником с корпусом СВВ камеры.

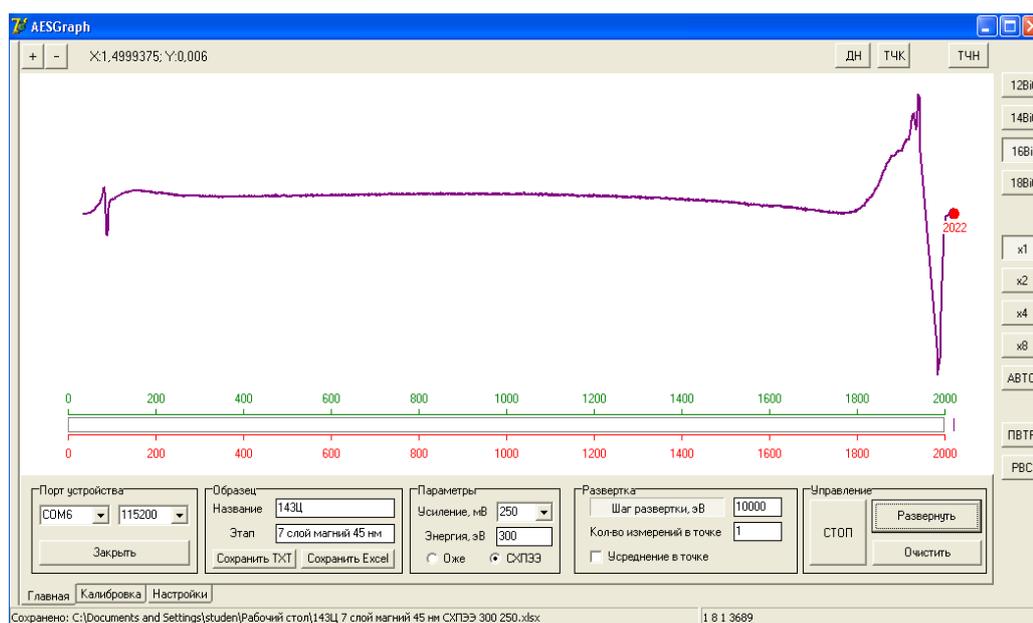


Рис. 42. Интерфейс программы AESGraph

Интерфейс программы AESGraph (рис. 42) включает в себя следующие элементы:

I. Поле для построения спектров.

II. Окна: «Главная», «Калибровка», «Настройки».

С окном «Главная» связаны элементы:

1. Кнопки управления:

1.1. «+» и «-» (настройка диапазона измерения кинетической энергии оже-электронов (ЭОС) или энергетических потерь (СХПЭЭ));

1.2. «12bit», «14bit», «16bit», «18bit» (разрешающая способность АЦП (бит/изм.));

1.3. «x1», «x2», «x4», «x8», «АВТО» (усиление входного сигнала);

1.4. «ДН» / «НЧ» (выбор фона поля для построения спектров: дневной / ночной);

1.5. «ТЧК» (построение точечного спектра);

Если эта кнопка отжата, то построение спектра происходит в виде сплошной линии, если нажата – в виде точечной.

1.6. «ТЧН» / «ГРБ» (построение спектра в режиме ТОЧНО / ГРУБО, определяется количеством точек на спектре);

1.7. «ПВТР» (запуск режима повторной развёртки спектра);

1.8. «РВС» (запуск режима развёртки спектра в реверсивном режиме);

1.9. «Заккрыть» (отключение программы от порта устройства);

После нажатия этой кнопки сменится её название на «Открыть».

1.10. «Сохранить ТХТ», «Сохранить excel» (сохранение спектров в одном из двух форматов);

1.11. «Развернуть» (запуск развёртки спектра по энергиям);

1.12. «Очистить» (запуск очистки поля для построения спектров);

1.13. «СТОП» (фиксация развёртки в момент нажатия этой кнопки).

2. Поименованные области

2.1. Область «Порт устройства» содержит информацию о номере порта, посредством которого загружаются данные, и, скорости передачи данных.

2.2. Область «Образец» предназначена для ввода названия образца и этапа проведения эксперимента, а также содержит кнопки для сохранения информации в форматах txt и Excel.

2.3. Область «Параметры» используется для ввода значения энергии электронов, выбора величины усиления и метода исследования (ЭОС, СХПЭЭ).

2.4. Область «Развёртка» предназначена для выбора параметра развёртки (переключающая кнопка «Шаг развёртки, эВ» / «Количество измерений»), ввода значения выбранного параметра развёртки, количества измерений в точке, и позволяет использовать режим усреднения в точке в случае нескольких измерений.

2.5. С использованием кнопок «Развернуть», «Очистить» и «Стоп» области «Управление» можно управлять процессом построения спектров.

Окна «Калибровка» и «Настройки» в ходе лабораторной работы не используются, поскольку содержат уже необходимые настройки.

Порядок использования программы AESGraph.

1. Установить COM6 (слева) и 115200 (справа) в области «Порт устройства».

2. Установить необходимый диапазон измерения энергий с помощью «+» или «-»: 2000 эВ (при проведении исследований методом ЭОС), 500 эВ (при проведении исследований методом СХПЭЭ).

3. Установить режимы «16Bit» и «x1» (см. рис. 36).

4. Провести следующие манипуляции в области «Развёртка»:

4.1. Вписать «10000» (при проведении исследований методом ЭОС), «2000» (при проведении исследований методом СХПЭЭ) в верхнюю ячейку;

4.2. Вписать «1» (для обоих методов исследования) в ячейку возле «Колво измерений в точке».

5. Выбрать режим ОЖЕ (при проведении исследований методом ЭОС) или СХПЭЭ в области «Параметры».

5.1. Выбрать «100» (при проведении исследований методом ЭОС) и «250» (при проведении исследований методом СХПЭЭ) в ячейке «Усиление, мВ».

5.2. Вписать «300» (при проведении исследований методом СХПЭЭ) в ячейку «Энергия, эВ». В случае проведения исследований методом ЭОС данное окно не используется.

6. Ввести название образца и этапа проведения эксперимента в области «Образец» в соответствующие ячейки.

7. Нажать кнопку «Открыть» в области «Порт управления».

8. Нажать кнопку «Очистить», когда завершится развертка спектра.

9. Нажать кнопку «Развернуть» после очистки.

Примечание: в случае настройки спектрометра рекомендуется нажать кнопку «ПВТР» и установить режим «14bit». Когда спектр станет соответствовать ожидаемому, нужно отжать кнопку «ПВТР» и переключиться на режим «16bit».

10. Нажать кнопку «Сохранить TXT» или «Сохранить excel» в соответствии с необходимым форматом файла после завершения развёртки спектра.

Название файла при сохранении присваивается автоматически (в названии будет написано то, что задано в меню «Образец» и «Параметры»).

11. Нажать кнопку «Очистить» перед обработкой нового спектра.

3.2. Техника безопасности

1. Студенты (бакалавриата, специалитета или магистратуры), выполняющие работы в лаборатории, не имеют права приступать к работе без предварительного инструктажа по правилам безопасного её выполнения.

2. Максимальное ускоряющее напряжение электронной пушки (как и напряжение питания ионного насоса) достигает значений 5 кВ, поэтому студентам категорически запрещается производить какие-либо действия с кабелями, связывающими прибор РНІ model 590 с СВВ камерой.

3. Эксплуатацию сверхвысоковакуумного комплекса на основе прибора РНІ model 590 необходимо проводить в соответствии с ПТЭ (правилами технической эксплуатации) и ПТБ (правилами техники безопасности) для электроустановок потребителей напряжения свыше 1000 В.

4. При обнаружении дефектов в изоляции проводов, неисправностей пускателей, рубильников, штепселей, розеток, вилок и пр., а также заземления следует немедленно сообщить ответственному за проведение работы в лаборатории. Все неисправности электроприборов, электроарматуры, электросети и прочего электрооборудования должны устраняться только сотрудником, имеющим допуск к подобным работам. Студентам (бакалаврам, магистрантам) не разрешается включать и выключать электроприборы, без разрешения ответственного за проведение работы в лаборатории.

5. Перед началом работы студентам (бакалавриата, специалитета или магистратуры) необходимо изучить состав и принцип работы вакуумной системы, а также правила работы с вакуумной установкой.

3.3. Задание для выполнения лабораторной работы

3.3.1. Проведение исследований образца методами ЭОС и СХПЭЭ

1. Снять спектр оже-электронов образца Si до его высокотемпературной очистки (дегазации), согласно методике, описанной на стр. 56-60.

2. Выполнить высокотемпературную очистку кремниевого образца, серией из трех включений, длительностью по 3 секунды каждое (предварительно определив силу тока по таблицам, представленных на рисунках 27 и 28).

3. Снять спектр оже-электронов образца Si после его высокотемпературной очистки, согласно методике, описанной на стр. 56-60.

4. Снять спектр ХПЭЭ образца Si после его высокотемпературной очистки, согласно методике, описанной на стр. 56-60.

5. Провести калибровку источника осаждения по методике, описанной на стр. 47-53) и осадить плёнку толщиной 10 нм из этого источника.

6. Снять спектр оже-электронов тонкой плёнки.

7. Снять спектр ХПЭЭ тонкой плёнки.

3.3.2. Обработка полученных спектров

1. Объединить спектры оже-электронов до и после очистки образца Si, а также тонкой плёнки, сформированной на нём, на одном графике.

2. Объединить спектры ХПЭЭ после очистки образца Si, а также тонкой

плёнки, сформированной на нём, на одном графике.

3. Определить по спектрам оже-электронов энергии наиболее интенсивных обратных пиков и исходя из этого идентифицировать элементный состав поверхности образца Si и тонкой плёнки, а также уровни, с которых произошли оже-переходы, по атласу оже-спектров [7] (рис. 43).

4. Определить по спектрам ХПЭЭ энергии поверхностных и объёмных плазмонов образца Si после его дегазации и тонкой плёнки (рис. 44).

5. По смещению плазмонов оценить характер проводимости тонкой плёнки (металлический или полупроводниковый).

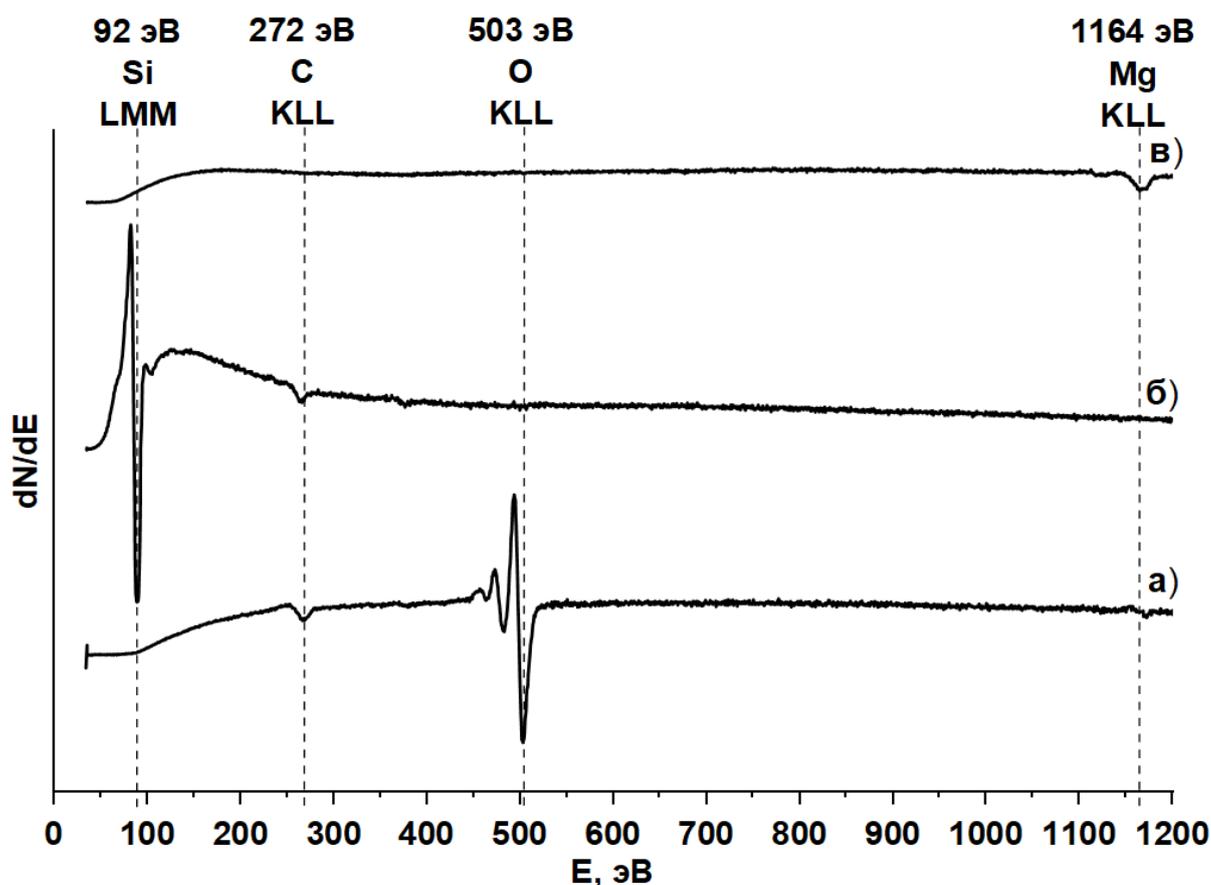


Рис. 43. Пример графика, содержащего спектры оже-электронов образца Si до (а) и после его дегазации (б), тонкой плёнки (в), полученные при энергии пучка электронов 2000 эВ и токе эмиссии 0,2 мА.

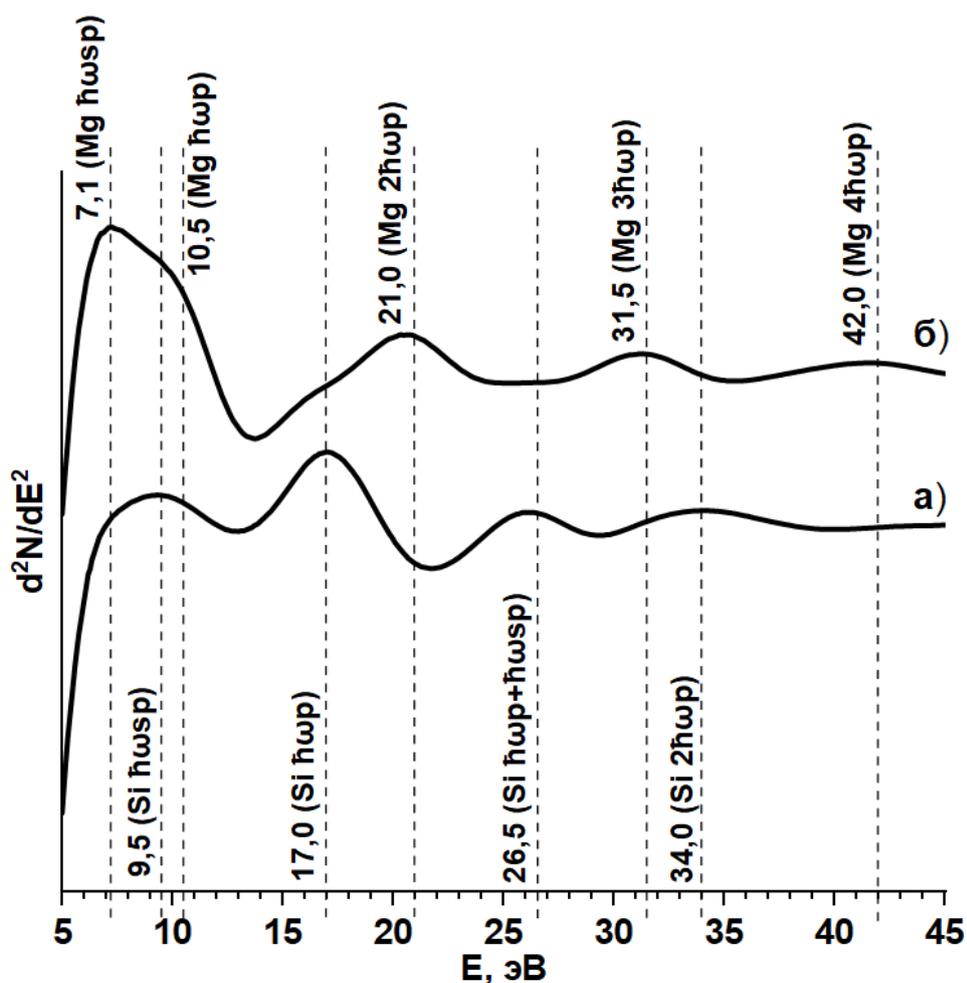


Рис. 44. Пример графика, содержащего спектры ХПЭЭ образца Si после его дегазации (а) и тонкой плёнки (б), полученные при энергии пучка электронов 300 эВ и токе эмиссии 0,2 мА.

Смещение плазмонов в сторону уменьшения энергии (рис. 44) свидетельствует о металлическом характере проводимости тонкой пленки.

6. Оформить отчёт по выполненной лабораторной работе.

Библиографический список

1. Еловигов, С.С. Оже-электронная спектроскопия: статья / С.С. Еловигов // Соровский образовательный журнал. – 2001. – Т.7. – № 2. – С. 82-88.
2. Фомин, Д.В. Экспериментальные методы физики твердого тела: учебное пособие / Д.В. Фомин. - М.; Берлин: Директ-Медиа, 2014. – 186 с.
3. Введение в физику поверхности / К. Оура [и др]. – М.: Наука, 2006. – 490 с.
4. Наноматериалы и нанотехнологии: монография / В.М. Анищик [и др.]. – Минск: Изд. Центр БГУ, 2008. – 375 с.
5. Анализ поверхности методами оже - и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии / Под ред. Бриггса Д. и Сиха М.П., пер. с англ. - М.: Мир, 1987. – 600 с.
6. Фомин, Д.В. Учебно-методическое пособие по выполнению расчетно-графической работы по теме: электронная оже-спектроскопия / Д.В. Фомин, В.Л. Дубов. – Благовещенск: Изд-во АмГУ, 2015. – 47 с.
7. Handbook of Auger Electron Spectroscopy. / JEOL, 1982, 200 P.
8. Luth H. Surfaces and Interfaces of Solids, Second Edition, Springer Verlag, Berlin Heidelberg, 1993. – 487 p.
9. Фельдман Л., Майер Д. Основы анализа поверхности и тонких пленок. – М.: Мир, 1989. – 564 с.
10. Вудраф Д. Делчар Т. Современные методы исследования поверхности: Пер. с англ. – М., Мир, 1989. – 564 с.
11. Лифшиц, В.Г. Спектры ХПЭЭ поверхностных фаз на кремнии / В.Г. Лифшиц, Ю.В. Луняков. – Владивосток: Дальнаука, 2004. – 315 с.
12. Лифшиц В.Г., Репинский С.М. / Процессы на поверхности твердых тел. Владивосток: Дальнаука, 2003. - 704 с.;
13. Технология тонких пленок (справочник). Под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. Нью-Йорк, 1970. Пер. с англ. Под ред. М.И. Елинсона, Г.Г. Смолко. т.1, М., «Сов. Радио», 1977, 664 с.

СОДЕРЖАНИЕ

1. Методы электронной спектроскопии	5
1.1. Физические основы электронной оже-спектроскопии (ЭОС)	5
1.2. Регистрация оже-электронов	8
1.3. Глубина выхода оже-электронов	9
1.4. Оже-анализ	10
1.5. Физические основы спектроскопии характеристических потерь электронами (СХПЭЭ)	14
1.6. Анализаторы энергии электронов	18
1.7. Энергоанализатор типа цилиндрическое зеркало	22
2. Методика эксперимента	26
2.1 Оборудование	28
2.1.1. СВВ камера и система откачки	28
2.1.2. Система управления дегазацией СВВ камеры	35
2.1.3. Оборудование для дегазации источников и образцов, на щихся внутри СВВ камеры	37
2.1.4. Оборудование для исследования образцов методами Э СХПЭЭ	39
2.2 Подготовка образцов	41
2.3 Техника термического осаждения в вакууме	44
2.4 Калибровка источников	47
3. Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ	54
3.1 Настройки энергоанализатора	54
3.2 Техника безопасности	61
3.3 Задание для выполнения лабораторной работы	62
3.3.1. Проведение исследований методами ЭОС и СХПЭЭ	62
3.3.2. Обработка полученных спектров	62
Библиографический список	64

Фомин Дмитрий Владимирович

Зам. директора по науке и инновациям, канд. физ.-мат. наук

Поляков Алексей Вячеславович

м.н.с. научно-образовательного центра АмГУ

Учебно-методическое пособие «Физика поверхности»

Изд-во АмГУ. Подписано к печати __.__.15. Формат 60x84/16. Усл.

печ. л. 3. Тираж ____. Заказ ____. Отпечатано в типографии АмГУ