

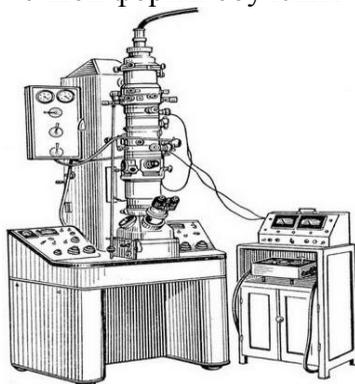
ФГБОУ ВО «Воронежский государственный
технический университет»

Кафедра полупроводниковой электроники
и наноэлектроники

-2015

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

к выполнению лабораторных работ № 1, 2 по дисциплине
«Наноэлектроника»
для студентов направления
11.03.04 «Электроника и наноэлектроника»
(профиль «Микроэлектроника и твердотельная электроника»)
очной формы обучения



Воронеж 2015

Составители: канд. техн. наук Н.Н. Кошелева,
д-р техн. наук А.В. Строгонов

УДК 621.382

Методические указания к выполнению лабораторных работ № 1, 2 по дисциплине «Наноэлектроника» для студентов направления 11.03.04 «Электроника и наноэлектроника» (профиль «Микроэлектроника и твердотельная электроника») очной формы обучения / ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический университет»; сост. Н.Н. Кошелева, А.В. Строгонов. Воронеж, 2015. 34 с.

В методические указания включены лабораторные работы по изучению принципа действия туннельного диода и по изучению электронного микроскопа. Рассмотрены принцип работы электронного микроскопа и примеры изображений дифрактограмм, обработка полученных изображений. Методические указания предназначены для студентов четвертого курса. Методические указания подготовлены в электронном виде в текстовом редакторе MS Word 2003 и содержатся в файле Мет.указ.№1-2.doc.

Табл. 2. Ил. 6. Библиогр.: 4 назв.

Рецензент канд. техн. наук, доц. Т.В. Свистова
Ответственный за выпуск зав. кафедрой
д-р физ.-мат. наук, проф. С.И. Рембеза

Издается по решению редакционно-издательского совета Воронежского государственного технического университета

© ФГБОУ ВО «Воронежский
государственный технический
университет», 2015

Лабораторная работа № 1

ТУННЕЛЬНЫЙ ЭФФЕКТ. ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЛЬТАМПЕРНОЙ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТУННЕЛЬНОГО ДИОДА

Цель работы: 1) изучение туннельного эффекта;
2) исследование вольтамперной характеристики туннельного диода;
3) построение энергетической диаграммы p - n -перехода.
Оборудование: установка для измерения вольтамперной характеристики туннельного диода.

1. ТЕОРЕТИЧЕСКОЕ ВВЕДЕНИЕ

1.1. Элементы теории туннельного эффекта

Рассмотрим поведение частицы при прохождении через потенциальный барьер. Пусть частица, движущаяся слева направо, встречает на своём пути потенциальный барьер высоты U_0 и ширины l . По классическим представлениям движение частицы будет таким:

- если энергия частицы будет больше высоты барьера ($E > U_0$), то частица беспрепятственно проходит над барьером;
- если же энергия частицы будет меньше высоты барьера ($E < U_0$), то частица отражается и летит в обратную сторону;
- сквозь барьер частица проникнуть не может.

Совершенно иначе поведение частицы по законам квантовой механики. Во-первых, даже при $E > U_0$ имеется отличная от нуля вероятность того, что частица отразится от потенциального барьера и полетит обратно. Во-вторых, при

$E < U_0$ имеется вероятность того, что частица проникнет «сквозь» барьер и окажется в области III. Такое поведение частицы описывается уравнением Шрёдингера:

$$\nabla^2 \psi + \frac{2m}{\hbar^2} (E - U) \psi = 0. \quad (1.1)$$

Здесь ψ - волновая функция микрочастицы. Уравнение Шрёдингера для области I и III будет одинаковым. Поэтому ограничимся рассмотрением областей I и II. Итак, уравнение Шрёдингера для области I примет вид:

$$\nabla^2 \psi_1 + \frac{2m}{\hbar^2} \psi_1 = 0, \quad (1.2)$$

введя обозначение:

$$k_1 = \frac{1}{\hbar} \sqrt{2mE}, \quad (1.3)$$

окончательно получим:

$$\nabla^2 \psi_1 + k_1^2 \psi_1 = 0. \quad (1.4)$$

Аналогично для области II:

$$\nabla^2 \psi_2 + k_2^2 \psi_2 = 0, \quad (1.5)$$

где $k_2 = \frac{1}{\hbar} \sqrt{2m(E - U)}$. Таким образом, получено характеристическое уравнение, общие решения которых имеют вид:

$$\psi_1 = A_1 e^{ik_1 x} + B_1 e^{-ik_1 x} \quad \text{при } x < 0, \quad (1.6)$$

$$\psi_2 = A_2 e^{ik_2 x} + B_2 e^{-ik_2 x} \quad \text{при } x > 0. \quad (1.7)$$

Слагаемое $A_1 e^{ik_1 x}$ соответствует волне, распространяющейся в области I в направлении оси x , A_1 - амплитуда этой волны. Слагаемое $B_1 e^{-ik_1 x}$ соответствует волне, распространяющейся в области I в направлении, противоположном x . Это волна, отраженная от барьера. B_1 - амплитуда этой волны.

Коэффициентом отражения называется отношение потока отраженных частиц к потоку падающих частиц

$$R = \frac{j_{\text{отраж}}}{j_{\text{пад}}} = \frac{|\psi_{\text{отраж}}|^2}{|\psi_{\text{пад}}|^2} = \frac{|B_2|^2}{|A_2|^2}. \quad (1.8)$$

Слагаемое $A_2 e^{ik_2 x}$ соответствует волне, распространяющейся в области II в направлении x . Слагаемое $B_2 e^{-ik_2 x}$ должно соответствовать отраженной волне, распространяющейся в области II. Так как такой волны нет, от B_2 следует положить равным нулю.

Коэффициент прозрачности представляет собой отношение $D = \frac{j_{\text{прош}}}{j_{\text{пад}}}$.

Для прямоугольного потенциального барьера имеем

$$D = \frac{j_{\text{прош}}}{j_{\text{пад}}} = \frac{|\psi_{\text{прош}}|^2}{|\psi_{\text{пад}}|^2} = \frac{|A_2|^2}{|A_1|^2}. \quad (1.9)$$

Для барьера, высота которого $U > E$, волновой вектор k_2 является мнимым. Положим его равным ik , где $k = \frac{1}{\hbar} \sqrt{2m(U - E)}$ является действительным числом. Тогда волновые функции ψ_1 и ψ_2 приобретут следующий вид:

$$\psi_1 = A_1 e^{ik_1 x} + B_1 e^{-ik_1 x}, \quad (1.10)$$

$$\psi_2 = A_2 e^{kx}. \quad (1.11)$$

Так как $A_2 \neq 0$, то значит, что имеется вероятность проникновения микрочастицы на некоторую глубину во вторую область. Эта вероятность пропорциональна квадрату модуля волновой функции ψ_2 . Наличие этой вероятности делает возможным прохождение микрочастиц сквозь потенциальный барьер конечной толщины a . Такое просачивание получило название туннельного эффекта.

1.2. Вырожденные полупроводники

Полупроводники, идущие на изготовление большинства обычных полупроводниковых приборов, имеют концентрацию легирующих примесей порядка $10^{14} - 10^{18} \text{ см}^{-3}$. Дальнейшее повышение количества примеси приводит к качественным изменениям свойств полупроводниковых

материалов, которые необходимо рассмотреть. Знание свойств таких сильнолегированных материалов очень важно, потому что они служат основой для изготовления туннельных диодов.

В обычных полупроводниках атомы примеси, произвольно расположенные в исходном материале, достаточно удалены друг от друга, так что между собой не взаимодействуют. На энергетической диаграмме это отображается расположением отдельных, не расщепленных в зону энергетических уровней электронов примесных атомов. Вследствие локализованности этих уровней электроны, находящиеся на них, не могут перемещаться по кристаллу и участвовать, таким образом, в электропроводности.

По мере увеличения концентрации примесей расстояния между их атомами уменьшаются, что увеличивает взаимодействие между ними. Это приводит к расщеплению примесных уровней в примесную зону, которая может слиться с основной зоной (зонной проводимости для примесной зоны доноров или с валентной зоной для примесной зоны акцепторов). Такое слияние зон происходит при концентрациях примеси, превышающих, некоторое критическое значение. Так, для германия значение этой концентрации составляет около $2 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$, а для кремния — $6 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$.

Такие сильнолегированные полупроводники относятся к типу вырожденных, отличительной чертой которых является то, что уровень Ферми находится внутри либо зоны проводимости, либо валентной зоны.

Уровень Ферми — это уровень, соответствующий максимальной кинетической энергии электронов E_F при температуре $T = 0 \text{ K}$. Энергию, соответствующую этому уровню называют энергией Ферми. При абсолютном нуле температуры в полупроводнике все состояния с энергией $E \leq E_F$ заняты электронами, а состояния с $E > E_F$ — свободны.

Энергетическая диаграмма р-п-перехода, образованного вырожденным электронным и дырочным полупроводниками, показана на рис. 1. Так как уровни Ферми в обеих частях полупроводника в состоянии термодинамического равновесия должны сравняться, то выполнение этого условия приводит к перекрытию зон. Дно зоны проводимости электронной области получается ниже потолка валентной зоны дырочного полупроводника и, как видно из рис. 1, величина контактной разности потенциалов ϕ_k при контакте двух вырожденных полупроводников будет близка к ширине запрещенной зоны $E_g = (E_c - E_v)$ исходного материала [так как $(E_v - E_F) \ll E_g$, то $E_g \approx e \cdot \phi_k$]. Ширина р-п-перехода обратно пропорциональна концентрации примесей, и при концентрациях, соответствующих вырождению ($10^{19} - 10^{20} \text{ см}^{-3}$), ширина перехода получается порядка 100 \AA .

Перекрытие зон и чрезвычайно малая ширина перехода и приводят к возникновению туннельного эффекта и появлению аномалии в вольтамперной характеристике р-п-перехода, которая исследуется в этой работе.

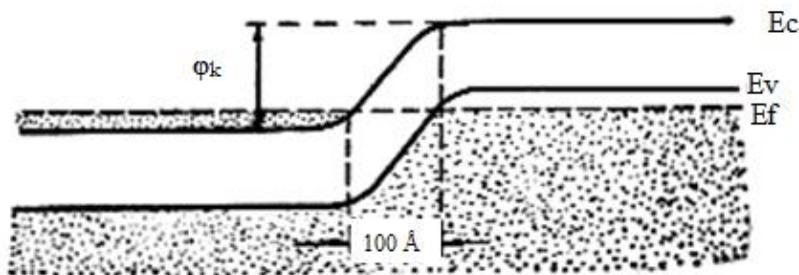


Рис. 1. Энергетическая диаграмма р-п-перехода, образованного вырожденным электронным и дырочным полупроводниками

1.3. Туннельный диод

Туннельным диодом называют полупроводниковый прибор, работа которого основана на квантовом эффекте туннелирования электронов через тонкий потенциальный барьер в области контакта двух полупроводников с различным типом проводимости. Впервые этот эффект на $p-n$ – переходе был изучен японским ученым Есаки. За работы по развитию методов туннельной спектроскопии Есаки в 1973 году разделил Нобелевскую премию с Жевером и Джозефсоном (за работы по исследованию эффектов туннелирования в сверхпроводниках).

Изготавливают туннельные диоды из сильнолегированных полупроводников, у которых уровень Ферми располагается в зоне проводимости в полупроводнике n -типа и в валентной зоне в полупроводнике p -типа. Такие полупроводники называются вырожденными.

Рассмотрим процессы, происходящие в туннельном диоде и поясним его вольт-амперную характеристику (рис. 2).

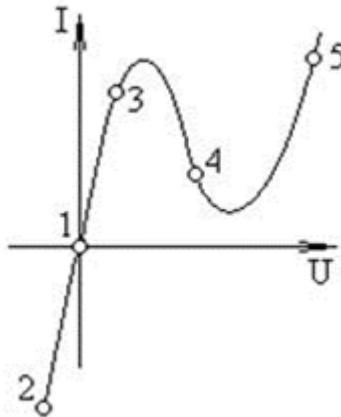


Рис. 2. Вольт-амперная характеристика туннельного диода

Процессы в туннельном диоде удобно рассматривать на энергетических диаграммах, показывающих уровни энергии валентной зоны и зоны проводимости в *n*- и *p*-областях. Вследствие возникновения контактной разности потенциалов в *n*-*p*-переходе границы всех зон в одной из областей сдвинуты относительно соответствующих зон другой области на высоту потенциального барьера, выраженную в электрон-вольтах.

На рис. 1 показана диаграмма *p*-*n*-перехода в вырожденных полупроводниках в состоянии термодинамического равновесия (внешнее электрическое поле отсутствует) при температурах вблизи абсолютного нуля.

Ширина области контакта l в вырожденном *p*-*n*-переходе настолько мала ($l < 10$ нм), что возможно туннелирование носителей через переход. Уровень Ферми постоянен вдоль перехода. В области *n*-типа электроны заполняют зону проводимости вплоть до уровня Ферми, в то время как состояния выше уровня Ферми в области *p*-типа заняты дырками. Число туннельных переходов электронов слева направо и справа налево одинаково, и ток через переход отсутствует (Состояние 1 на вольт-амперной характеристике туннельного диода).

При прямом напряжении ток в диоде обусловлен туннельным переходом электронов из зоны проводимости на свободные места в валентной зоне. Туннельные переходы происходят без рассеяния, то есть с сохранением энергии туннелирующей частицы.

На участке 3 при небольшом прямом напряжении напротив электронов зоны проводимости начинают появляться свободные места в валентной зоне при той же самой энергии. По мере роста напряжения число свободных мест возрастает и ток растет с ростом напряжения. Туннельный ток достигает максимума, когда все свободные

места в валентной зоне оказываются по энергии напротив энергетических уровней, занятых электронами в зоне проводимости. Затем, по мере роста прямого напряжения, число этих свободных мест начинает уменьшаться, поскольку по энергии напротив уровней, занятых электронами в зоне проводимости оказываются состояния в запрещенной зоне (энергетические уровни в идеальных полупроводниках в запрещенной зоне отсутствуют). На участке 4 туннельный ток уменьшается с ростом напряжения и превращается в ноль, когда запрещенная зона p^+ полупроводника будет находиться по энергии напротив уровней, занятых электронами в зоне проводимости.

При дальнейшем росте прямого напряжения появляется компонента обычного диффузионного тока p - n перехода.

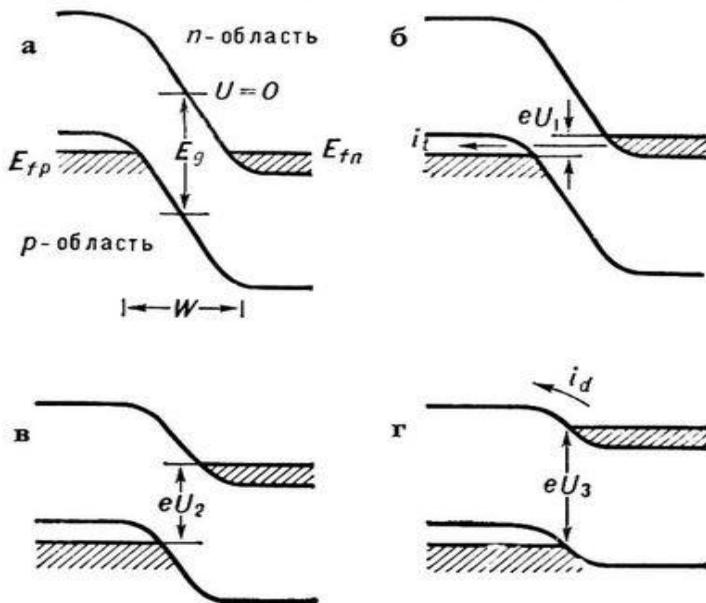


Рис. 3. Энергетические диаграммы электронно-дырочного перехода туннельного диода при различных напряжениях смещения ($0 < U_1 < U_2 < U_3$)

Работая на основных носителях, туннельные диоды значительно менее чувствительны к ионизирующему излучению по сравнению с обычными полупроводниковыми приборами. Это свойство крайне важно при проектировании аппаратуры, работающей в условиях повышенного фона ионизирующего излучения (бортовая аппаратура спутников, приборы автоматики ядерной энергетики и др.).

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ УСТАНОВКИ ДЛЯ СНЯТИЯ ВОЛЬТАМПЕРНОЙ ХАРАКТЕРИСТИКИ ДИОДОВ

В работе исследуются вольтамперная характеристика туннельного диода АИЗ01А (арсенид-галлиевый) и для сопоставления с ней вольтамперная характеристика выпрямительного плоскостного диода.

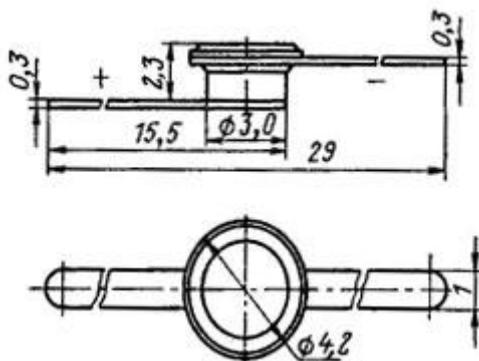


Рис. 4. Конструкция туннельного диода АИЗ01А

Исследование вольтамперных характеристик (ВАХ) полупроводниковых диодов различных типов проводится с помощью учебного лабораторного стенда LESO3.

Задание к работе:

2.1. Исследовать вольтамперные характеристики (ВАХ) диодов в прямом включении.

2.1.1. С помощью соединительных проводников собрать схему для исследования ВАХ диодов в прямом включении (рис. 5).

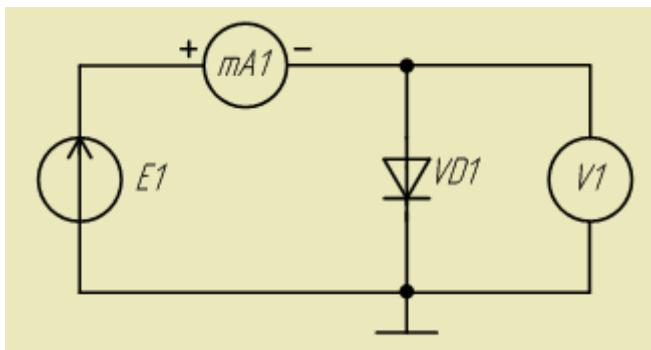


Рис. 5. Схема исследования ВАХ диодов в прямом включении

2.1.2. Установить диапазон регулирования источника E1 0..1 В. Выбрать на графике по вертикальной оси mA1, диапазон установит 0..10 мА. Выбрать на графике по горизонтальной оси V1, диапазон 0..1 В.

2.1.3. Сохранить график.

2.2. Туннельный диод (ТД) подключить в прямом направлении.

2.2.1. Установить диапазон регулирования источника E1 0..1 В. Выбрать на графике по вертикальной оси mA1, диапазон установит 0..10 мА. Выбрать на графике по горизонтальной оси V1, диапазон 0..1 В.

2.2.2. Сохранить график.

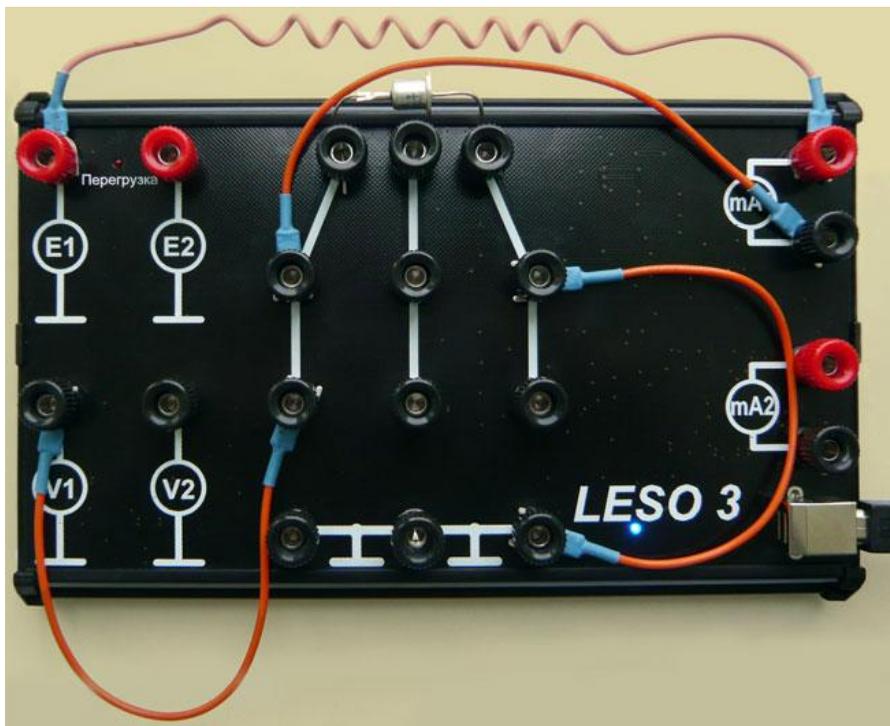


Рис. 6. Вид собранной на стенде схемы

3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

3.1. Оценить энергию Ферми в материале туннельного диода.

$$E_F - E_c = \frac{\hbar^2 \cdot (3\pi^2 n)^{3/2}}{2m^*}$$

При расчетах следует брать типичное значение концентрации электронов и дырок $n \sim 8 \cdot 10^{25} \text{ м}^{-3}$. В качестве эффективной массы электрона m^* можно взять обычную массу покоя электрона $m = 9,1 \cdot 10^{-31} \text{ кг}$.

3.2. Найти энергию E_m , соответствующую максимуму функции распределения электронов в зоне проводимости. Это можно сделать, исследовав на экстремум функцию. Этот анализ довольно трудоемок, поэтому здесь приводим сразу конечный результат:

$$E_F - E_m \approx 1,1kT$$

3.3. Оценить значения U_{\max} и U_{\min} вольт – амперной характеристики туннельного диода с помощью формул:

$$U_{\max} \approx \frac{\alpha(E_F - E_m)}{e},$$
$$U_{\min} \approx \frac{\alpha(E_F - E_c)}{e},$$

Значения коэффициента α принять равным $\alpha = 10$.

3.4. Используя типичные параметры для туннельного диода: ширина запрещенной зоны $E_g \approx 1,4 \text{ эВ}$, толщина перехода $a \approx 2 \text{ нм}$, площадь перехода $S \approx 10^{-3} \text{ см}^2$, оценить вероятность туннельного перехода электронов через потенциальный барьер. Энергию частицы принять равной $E = E_m - E_c = (E_F - E_c) - 1,1kT$.

Высоту барьера определить выражением $U = 2 \cdot (E_F - E_c) + E_g$.

Коэффициент прохождения определить выражением

$$D = 16 \frac{E}{U} \cdot \left(1 - \frac{E}{U}\right) \cdot \exp\left(-\frac{2a}{\hbar} \sqrt{2m(U-E)}\right).$$

3.5. Оценить ток в максимуме вольт – амперной характеристики туннельного диода по формуле

$$I_{max} = eSnD \sqrt{\frac{(E_m - E_c)}{2m}},$$

где S – площадь перехода, 10^{-7} м^2 .

3.6. По построенной вольтамперную характеристике туннельного диода определить величины U_{max} , U_{min} , I_{min} .

3.7. По полученным V_{max} , V_{min} , I_{max} оценить положение уровня Ферми относительно зоны проводимости

$$E_F - E_C = \frac{|e|V_{min}}{2},$$

3.8. положение максимума функции распределения электронов (дырок) относительно уровня Ферми

$$E_F - E_m = \frac{|e|V_{max}}{2}.$$

Сравнить полученное значение с рассчитанным по формуле.

3.9. Определить вероятность туннелирования электронов через p-n переход

$$D = \frac{I_{max}}{eSn \sqrt{\frac{(E_F - E_c) - (E_F - E_m)}{2m}}}$$

3.10. Результаты всех измерений, теоретических вычислений и экспериментальных данных занести в таблицы. Значение энергии в Дж для удобочитаемости результата следует перевести в эВ ($1\text{эВ}=1,6 \cdot 10^{-19} \text{ Дж}$):

	Теоретический расчет	Экспериментальный результат
$E_F - E_c$		
$E_F - E_m$		
U_{max}		
U_{min}		
D		
I_{max}		

4. ВОПРОСЫ ДЛЯ ДОПУСКА К РАБОТЕ

1. Сформулируйте цель работы.
2. Дать определение туннельного эффекта.
3. Какая величина называется вероятностью перехода?
4. Описать порядок снятия вольтамперной характеристики туннельного диода.
5. Описать порядок снятия вольтамперной характеристики выпрямительного диода.
6. Пояснить порядок обработки результатов измерений и построения энергетической диаграммы туннельного диода.

5. ВОПРОСЫ ДЛЯ ЗАЩИТЫ РАБОТЫ

1. Пояснить, используя соотношение Гейзенберга, прохождение микрочастицей потенциального барьера.
2. Пояснить квантовомеханическое толкование туннельного эффекта.
3. Записать формулу коэффициента прозрачности потенциального барьера.
4. Привести примеры явлений, в основе которых лежит туннелирование частиц.
5. Пояснить принцип действия туннельного диода.
6. Дать качественное описание вольтамперной характеристики туннельного диода.
7. Дать анализ полученных результатов.

Лабораторная работа № 2

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ПЛЕНОК ДИОКСИДА ОЛОВА С ПОМОЩЬЮ ЭЛЕКТРОННОГО ПРОСВЕЧИВАЮЩЕГО МИКРОСКОПА

Современная просвечивающая электронная микроскопия позволяет проводить всесторонние структурные и аналитические исследования материалов. Основой для изучения и идентификации структуры являются дифракционные картины и электронно-микроскопические изображения. При их получении основную роль играют электроны, прошедшие через тонкий образец исследуемого материала без потери энергии.

Для аналитических исследований, напротив, важными являются электроны, которые вступают в неупругие взаимодействия с атомами образца. Теряя энергию, они возбуждают колебания атомов кристаллической решетки (фононы) и плотности валентных электронов (плазмоны) или ионизируют внутренние атомные оболочки, обуславливая возникновение характеристического рентгеновского излучения. Измерение интенсивности этого излучения с помощью энергодисперсионного рентгеновского спектрометра позволяет определять состав в облучаемой электронным пучком области образца.

Для проведения исследований образец должен быть прозрачен для падающих электронов. Поэтому исходный объект утоняют до тонкой фольги, толщина которой в зависимости от используемого электронно-микроскопического метода изменяется от сотен до десяти и менее нанометров. Для ее приготовления приходится применять специальные приемы, поскольку такие характеристики утоненных образцов, как однородность по толщине или степень повреждения приповерхностного слоя,

могут оказывать существенное влияние на получение структурной информации, в частности, при проведении количественного анализа экспериментальных данных.

Тонкие фольги для исследований обычно приготавливают или в так называемой планарной проекции, или в геометрии поперечного сечения. В первом случае могут быть исследованы тонкие приповерхностные области либо, после стравливания поверхностного слоя, области, расположенные на определенной глубине. Образцы поперечного сечения позволяют получить наглядное представление о структуре как у поверхности, так и в глубине исследуемого объекта. Для их приготовления из объекта вырезаются (выкалываются) узкие полосы, которые утоняются и затем исследуются в электронном микроскопе в направлении, перпендикулярном поверхности объекта.

Для получения тонких фольг обычно используют химическое травление или комбинацию механического и ионного утонения. В первом методе удастся избежать аморфизации приповерхностного слоя, однако необходим подбор травителя в зависимости от материала образца. Его применимость ограничивается объектами, являющимися достаточно однородными по составу и структуре.

Второй метод является более универсальным и, в частности, нашел широкое применение для приготовления образцов поперечного сечения полупроводниковых структур. Он включает операции механической шлифовки и полировки, позволяющие получить фольги толщиной 20—30 мкм. Эти фольги затем помещаются в установку ионного травления и бомбардируются с одной или двух сторон ионами аргона с энергией 2-5 кэВ. Ионное утонение вызывает неизбежную аморфизацию приповерхностного слоя фольги, поэтому в особо критических случаях предпринимаются особые меры для минимизации ее влияния - в конце приготовления образца уменьшаются энергия иона и угол бомбардировки.

Электронный микроскоп, прибор для наблюдения увеличенного (до 10^6 раз) изображения объектов, в котором вместо световых лучей используются пучки электронов, ускоренных до больших энергий (30—200 кэВ и более) в условиях глубокого вакуума.

Схема просвечивающего электронного микроскопа показана на рис. 1.1. В качестве источника электронов в электронной пушке, создающей пучок с энергией, превышающей 100 кэВ, используются катоды, изготовленные из вольфрама или гексоборида лантана (LaB_6) и испускающие электроны вследствие явления термоэлектронной эмиссии. Катоды из LaB_6 по сравнению с катодами из W обеспечивают более высокий ток пучка и меньший разброс в энергии вылетающих из пушки электронов. Однако еще меньший энергетический разброс, большую плотность тока и высокую когерентность электронного пучка позволяют получить источники с полевой эмиссией электронов.

Осветительная система микроскопа включает две, иногда три линзы и позволяет варьировать освещение образца в широких пределах - от широкого, почти параллельного падающего пучка до сфокусированного электронного зонда с поперечными размерами менее одного нанометра.

Столик и держатели образца в современном электронном микроскопе позволяют не только менять ориентацию исследуемого объекта относительно электронного пучка, но и проводить *in situ* наблюдения изменений структуры образца, вызываемых его нагревом или охлаждением, приложением механических напряжений и т.д.

Объективная линза является одной из основных линз оптической системы микроскопа. Она определяет предел разрешения получаемых электронно - микроскопических изображений. Система увеличения микроскопа состоит из блоков промежуточных и проекционных линз,

обеспечивающих вместе с объективной линзой возможность получения изображений с коэффициентом увеличения до 10^6 раз.

Получаемые в электронном микроскопе изображения и дифракционные картины могут визуально наблюдаться на флуоресцентном экране и регистрироваться на фотопленку или фотопластины. В последнее время все чаще используют электронную систему записи получаемой информации, основанную на использовании ПЗС-матриц (ПЗС — приборы с зарядовой связью). Эти системы обеспечивают запись электронно-микроскопических изображений и дифракционных картин в оцифрованном виде, что позволяет проводить их последующую математическую обработку.

Для проведения аналитических исследований с колонной электронного микроскопа сопрягаются энергодисперсионный рентгеновский спектрометр и спектрометр энергетических потерь быстрых электронов. Детектор рентгеновского спектрометра располагают над образцом, и он улавливает рентгеновское излучение, возникающее при неупругом рассеянии электронов в образце. Спектрометр энергетических потерь позволяет фильтровать прошедшие через образец электроны по величине потерянной энергии и количественно измерять их интенсивность.

При рассмотрении режимов работы электронного микроскопа будем для определенности считать, что образец является кристаллом. После рассеяния падающего параллельного пучка электронов в таком образце возникает проходящий и совокупность дифрагированных пучков, направления распространения которых определяются условиями Лауэ. После прохождения через объективную линзу эти пучки формируют дифракционную картину исследуемого образца в задней фокальной плоскости линзы и изображение в плоскости, сопряженной с его выходной поверхностью.

Если система формирования изображения настроена так, что с экраном микроскопа сопряжена задняя фокальная плоскость объективной линзы, то на нем наблюдается дифракционная картина (электронограмма), которая для кристаллов представляет собой совокупность отдельно расположенных пятен (рефлексов). Если же с флуоресцентным экраном сопрягается плоскость изображения объективной линзы, то на нем наблюдается увеличенное электронно-микроскопическое изображение исследуемого образца.

Используя объективную диафрагму, которая располагается в задней фокальной плоскости объективной линзы, можно из рассеянного электронного потока выделить прошедший или один из дифрагированных пучков. Если выбирается прошедший пучок, то на экране микроскопа формируется светлопольное изображение. Интенсивность в каждой его точке зависит от рассеяния электронов в пределах достаточно малой (размером в единицы нанометра) вертикальной колонки образца. Если рассеивающая способность образца при переходе от одних колонок к другим является различной из-за структурных неоднородностей, наличия дефектов и т.д., то на светлопольном изображении возникает контраст, который называют дифракционным. Выделяя с помощью объективной диафрагмы один из дифрагированных пучков, получают темнопольное изображение с дифракционным контрастом. Для уменьшения искажений, возникающих вследствие несовершенства оптической системы микроскопа, падающий пучок при этом наклоняют так, чтобы представляющий интерес дифрагированный пучок распространялся вдоль оптической оси микроскопа.

В режиме получения дифракционных картин имеется возможность наблюдать на экране микроскопа результат рассеяния электронов не только от всей освещенной области

образца, но и от выделенного ее участка. Для этого используют селекторную диафрагму, которая располагается в плоскости изображения объективной линзы. С ее помощью в режиме получения изображений выбирается представляющий интерес участок образца. Переход затем к наблюдению дифракционной картины, можно сформировать на экране микроскопа дифракционную картину от этого участка.

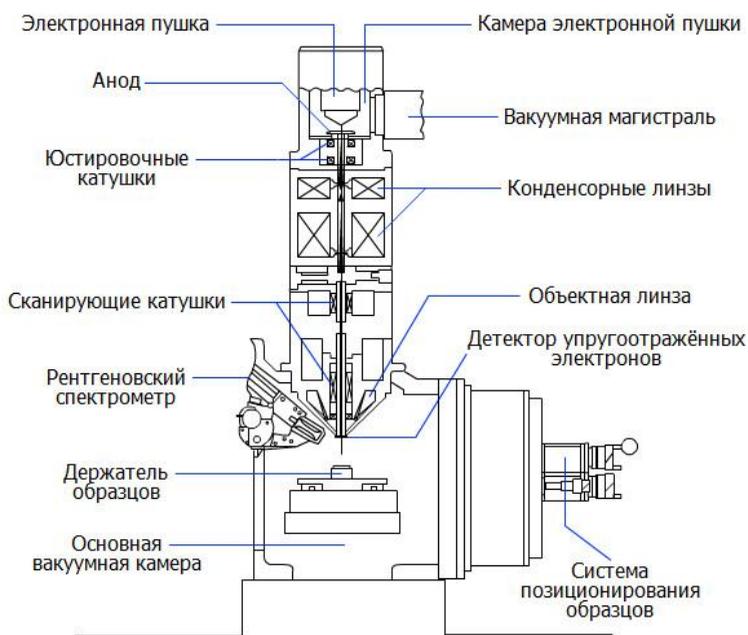


Рис. 1. Схема просвечивающего электронного микроскопа

Еще одной возможностью получения дифракционных картин является использование сходящегося электронного пучка. Его поперечные размеры на входной поверхности образца могут быть менее одного нанометра, а угловая расходимость достигать нескольких градусов. Достоинство дифракционных картин в сходящемся пучке состоит в том,

что они, несмотря на сложность их анализа, позволяют получать разнообразную информацию о структуре образца: определять точечную и пространственную группы симметрии, измерять параметр решетки с высокой точностью и т.д.

Основные особенности дифракции электронов

1. Электроны рассеиваются электростатическим потенциалом кристаллической решетки, в то время как рентгеновские лучи рассеиваются электронами атомов.

2. Электроны сильнее взаимодействуют с веществом, чем рентгеновские лучи. За силу взаимодействия можно принять отношение интенсивности когерентно рассеянного луча к интенсивности начального. Это отношение зависит от квадрата атомной амплитуды. Атомные амплитуды составляют 10^{-11} см и 10^{-8} см соответственно для рентгеновских и электронных волн, таким образом, отношение для электронов будет на шесть порядков больше, чем для рентгеновских волн. Именно большая сила взаимодействия позволяет наблюдать электронную дифракцию на флюоресцирующем экране, экспозиции в электронографии составляют несколько секунд. Эта особенность обуславливает и более высокую чувствительность электронографии по сравнению с рентгенографией: малые порции вещества можно зарегистрировать с помощью электронографического метода. Однако это накладывает определенные ограничения на толщину образца: она должна быть не более 10^{-5} см.

3. Малая длина волны электронов. Согласно гипотезе де-Бройля длина волны электронов:

$$\lambda = \frac{h}{mV}$$

где h - постоянная Планка,
 m - масса электрона,
 e - заряд электрона,
 V – скорость электрона, зависит от величины
ускоряющего потенциала U .

Обратная решетка. Условия дифракции коротковолнового излучения на кристалле

Важную роль в теории дифракции на кристалле как рентгеновских, так и электронных волн играет понятие обратной решетки.

В курсе «Кристаллография» понятие обратной решетки формализовано и вводится через векторы элементарных трансляций \mathbf{a} , \mathbf{b} , \mathbf{c} прямой решетки [1].

$$\mathbf{a}^* = \frac{[\mathbf{bc}]}{V}, \quad \mathbf{b}^* = \frac{[\mathbf{ac}]}{V}, \quad \mathbf{c}^* = \frac{[\mathbf{ab}]}{V},$$

где $V = (\mathbf{a}[\mathbf{bc}])$ – объем параллелепипеда, построенного на этих трансляциях.

Вектора \mathbf{a}^* , \mathbf{b}^* , \mathbf{c}^* называются базисными векторами обратной решетки в отличие от базисных векторов \mathbf{a} , \mathbf{b} , \mathbf{c} прямой решетки.

Построив на векторах \mathbf{a}^* , \mathbf{b}^* , \mathbf{c}^* с общим началом координат (000) множество векторов вида:

$$\mathbf{H}_{hkl} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*,$$

где h , k , l – целые числа, получим решетку, которую называют обратной. \mathbf{H}_{hkl} – вектор обратной решетки, hkl – узлы обратной решетки, (000) – начальный узел обратной решетки.

Между прямой и обратной решетками можно установить следующие соответствия:

1. $(\mathbf{a}\mathbf{a}^*) = (\mathbf{b}\mathbf{b}^*) = (\mathbf{c}\mathbf{c}^*) = 1$

2. произведения типа $(\mathbf{a}^* \mathbf{b}) = (\mathbf{a}^* \mathbf{c}) = (\mathbf{ab}^*) = (\mathbf{ac}^*) = (\mathbf{bc}^*) = (\mathbf{b}^* \mathbf{c}) = 0$, что означает, что разноименные векторы прямой и обратной решетки взаимно перпендикулярны.

3. Объем элементарной ячейки равен смешанному произведению осевых векторов.

$$(\mathbf{a}[\mathbf{bc}]) = V,$$

$$\mathbf{a}^* = \frac{[\mathbf{bc}]}{V}; \quad \mathbf{b}^* = \frac{[\mathbf{ca}]}{V}, \quad \mathbf{c}^* = \frac{[\mathbf{ab}]}{V}, \quad \mathbf{a} = \frac{[\mathbf{b}^* \mathbf{c}^*]}{V^*}, \quad \mathbf{b} = \frac{[\mathbf{c}^* \mathbf{a}^*]}{V^*}, \quad \mathbf{c} = \frac{[\mathbf{a}^* \mathbf{b}^*]}{V^*}$$

4. Вектор обратной решетки \mathbf{H}_{hkl} перпендикулярен к плоскости (hkl) прямой решетки и по своей абсолютной величине обратно пропорционален межплоскостному расстоянию d_{hkl} .

$$|\mathbf{H}_{hkl}| = \frac{1}{d_{hkl}}$$

На рис. 2 представлена геометрическая интерпретация условия дифракции в свете обратной решетки и сферы отражения для рентгеновских лучей, когда последняя имеет заметную кривизну.

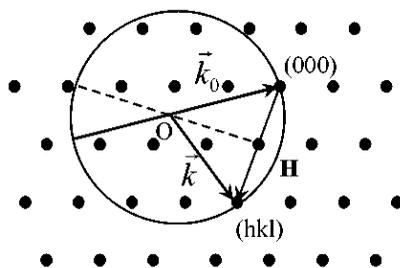


Рис. 2

В электронографии, учитывая, что длина волны на два порядка меньше длин волн рентгеновских лучей, радиус сферы отражения велик и с достаточной степенью точности участок сферы отражения, соответствующий малому

интервалу углов Вульфа-Брэгга можно считать плоским (рис. 2).

Таким образом, электронограмма является плоским сечением обратной решетки, проведенным через начальный узел (000) перпендикулярно падающему пучку в определенном масштабе.

Это определение применимо для всех типов электронограмм и существенно упрощает рассмотрение их геометрии.

Основная формула электрографии

На рис. 3 представлена схема дифракции в приборе (электронографе или электронном микроскопе, когда он работает в режиме электронографа) «а» и в обратной решетке «б».

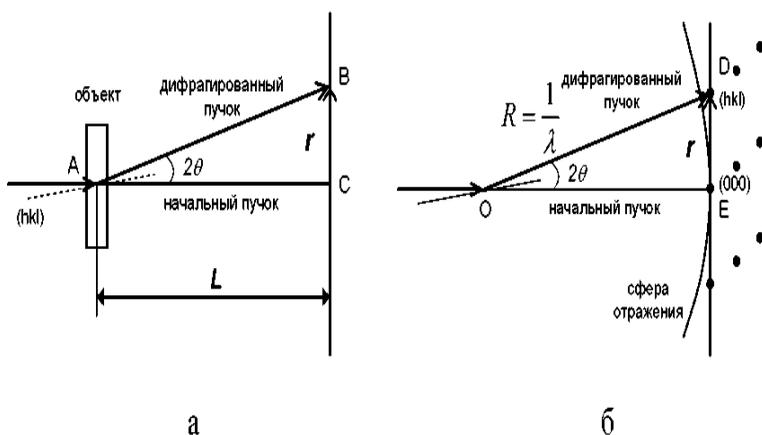


Рис. 3

L - расстояние от объекта до фотопластины.

r - расстояние на фотопластине от следа начального пучка до дифрагированного.

(hkl) - индексы отражающей плоскости.

θ - угол Вульфа - Брэгга.

\mathbf{H}_{hkl} - вектор обратной решетки.

Сферу отражения заменяют плоскостью, треугольники ABC и ODE подобны, отсюда:

$$\frac{|\mathbf{H}_{hkl}|}{1/\lambda} = \frac{r}{L} \qquad r = |\mathbf{H}_{hkl}| L \lambda$$

Из последней записи видно, что электронограмма представляет чение обратной решетки, проходящее через начальный узел (000), в масштабе $L\lambda$.

Используя свойство вектора обратной решетки

$$|\mathbf{H}_{hkl}| = \frac{1}{d_{hkl}},$$

где d_{hkl} – межплоскостное расстояние можно записать

$2rd_{hkl} = 2L\lambda$ - **основная формула электронографии.**

(На практике удобно измерять $2r$, поэтому вводят множитель 2). $2L\lambda$ является константой прибора при данной величине ускоряющего потенциала. Поскольку длина волны в электронографии строго не определена (зависит от ускоряющего потенциала, его стабилизации), то в случае точных измерений $2L\lambda$ вычисляется для каждой электронограммы. Это возможно благодаря использованию эталонного вещества с известным набором межплоскостных расстояний d_{hkl} . В качестве эталонов используются вещества: NaCl, MgO, NH₄Cl.

Типы электронограмм

В зависимости от характера съемки различают два вида электронограмм – электронограммы на прохождение – когда используемый объект просвечивается электронным лучом и электронограммы на отражение – когда электронный луч почти скользит вдоль исследуемой поверхности образца.

В том и другом случае в отражающее положение попадают атомные плоскости почти параллельные падающему пучку электронов.

Различают следующие типы электронограмм.

1. Электронограммы поликристалла – concentric rings are obtained from randomly oriented crystallites on a substrate (fig. 4).

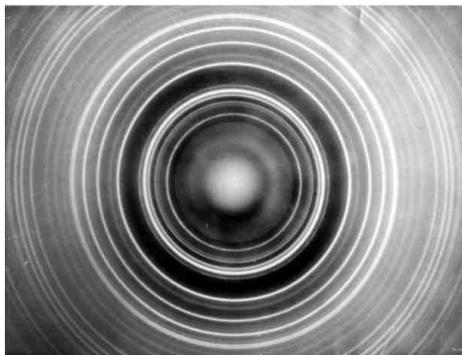


Рис. 4. Электронограмма поликристалла

2. Точечные электронограммы с рефлексами в виде пятен. Получаются от монокристаллов (рис.5).

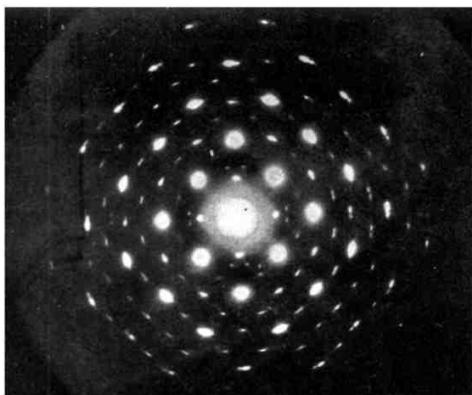


Рис. 5. Электронограмма от монокристалла

3. Электронограммы от текстур с рефlekсами в виде колец или дуг получаются от закономерно ориентированных на подложке кристалликов, у которых определенная грань параллельна подложке, но сами они беспорядочно распределены по азимуту (рис.6).

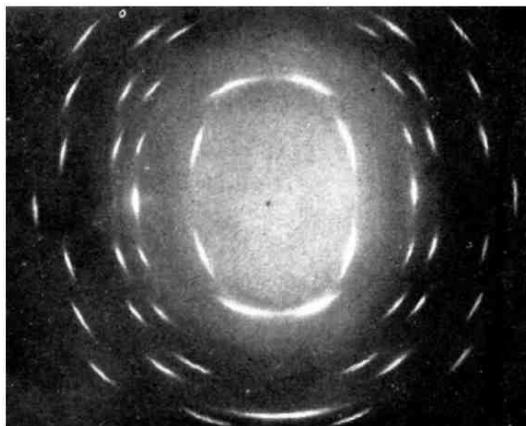


Рис. 6. Электронограмма от текстуры

4. Электронограммы с Кикучи – линиями получаются от совершенных монокристаллов с большим размером блоков и малой разориентацией (рис. 7).

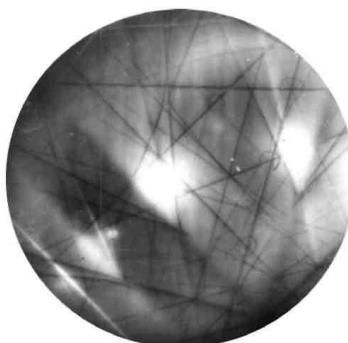


Рис. 7. Электронограммы с Кикучи линиями

Часто получаются электронограммы, являющиеся комбинацией выше перечисленных. Рассмотрим основные типы электронограмм, их геометрию, пользуясь понятием обратной решетки и определением электронограммы.

Электронограммы от поликристалла, их расшифровка и применение

Учитывая, что электронограмма - плоское сечение обратной решетки, необходимо выяснить какой геометрический образ будет иметь обратная решетка поликристалла. Он будет определяться характером упорядоченности расположения кристаллов в образце, и поскольку поликристалл представляет агрегат беспорядочно ориентированных кристалликов, его обратная решетка, в результате вращения обратной решетки монокристалла (трехмерная периодическая система точек – узлов hkl) вокруг узла (000) во всех направлениях, представляет систему концентрических сфер, вложенных друг в друга. Центр сфер – узел (000) .

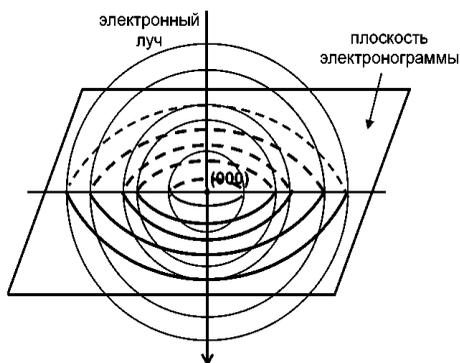


Рис. 8

Электроннограмма – сечение системы сфер плоскостью, проходящей через узел (000) и перпендикулярно падающему пучку, т.е. система концентрических окружностей. При изменении угла наклона образца к пучку электроннограмма не изменяется. Каждое кольцо электроннограммы соответствует определенному вектору обратной решетки H_{hkl} , который теряет все признаки пространственного расположения относительно других таких же векторов. Таким образом, электроннограмма поликристалла характеризуется набором H_{hkl} , т.е. набором межплоскостных расстояний $\{d_{hkl}\}$, присущих данной кристаллической решетке.

Электроннограммы поликристалла применяются как в структурном анализе (определение атомной структуры неизвестных кристаллов), так и в физическом материаловедении. Особенно информативным является их применение для тонких пленок.

Задачи, для решения которых используются электроннограммы поликристалла, таковы:

1. идентификация вещества, фазовый анализ. Решение этой задачи основано на том, что каждому веществу, фазе свойственен свой набор межплоскостных расстояний. Используя основную формулу электронографии определяют набор $\{d_{hkl}\}$ неизвестного вещества, и сравнивая его с табличными значениями, определяют вещество (фазу).

Таблицы межплоскостных расстояний большого количества веществ приведены в справочнике по рентгеноструктурному анализу поликристалла М.И. Миркина.

ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

1. Провести идентификацию электронограмм поликристалла гидроксиапатита (рис. 9), изображенного. Для этого необходимо:

- измерить диаметр дифракционных колец;

- определить постоянную прибора $2L\lambda$;

- используя основную формулу электронографии $2rd_{hkl} = 2L\lambda$, определить d_{hkl} .

2. По электронограмме от поликристалла определить вещество по справочнику Миркина (рис. 10) или с помощью сайта Минкрисст.

Определение межплоскостных расстояний для неизвестного вещества

$2L\lambda =$ мм·Å						
Экспериментальные данные						
$2r$, мм						
d_{hkl} , Å						
hkl						
Данные из справочника Миркина для этого вещества						
d_{hkl} , Å						
hkl						

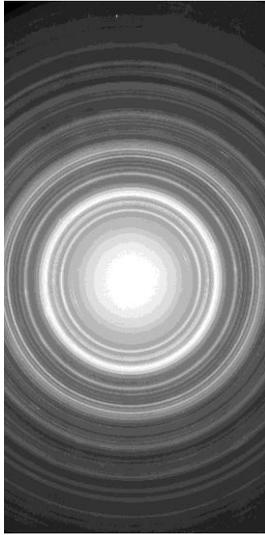


Рис. 9

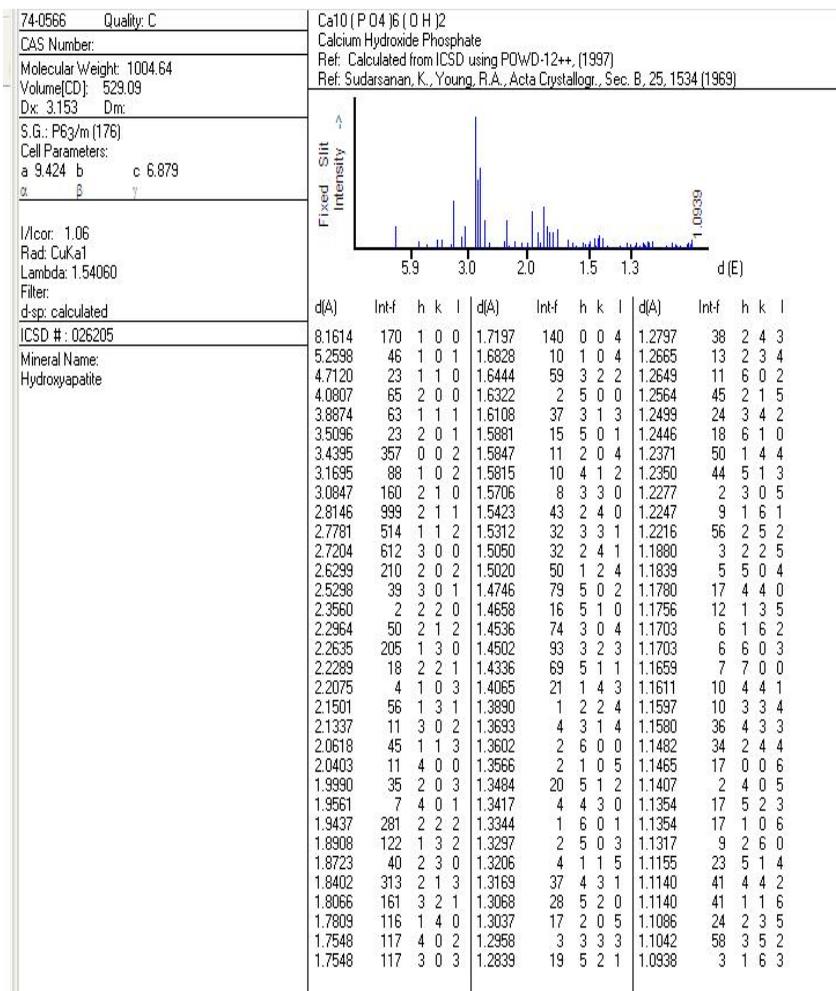


Рис. 10

Контрольные вопросы

1. Представление о дифракции в свете обратной решетки и сферы Эвальда.
2. Какие типы электронограмм вы знаете и какую информацию о строении объекта они представляют?
3. Объясните геометрию основных типов электронограмм (точечные, от текстуры, поликристалла) исходя из трактовки дифракции в свете обратной решетки и сферы Эвальда. Объясните правомочность замены сферы Эвальда плоскостью.
4. Вывод основной формулы электронографии.
5. Какие факторы влияют на образование точечных электронограмм? Объясните их влияние.
6. Классы симметрии точечных электронограмм. Где сложнее определить точечный класс симметрии: в рентгенографии или электронографии?
7. Правило индцирования точечных электронограмм для случаев, когда электронограмма соответствует координатной плоскости обратной решетки и не является таковой.
8. Объясните, почему точечная электронограмма соответствует отражению от определенной зоны плоскостей. Как определить ось зоны?
9. Правила построения эталонных точечных электронограмм.
10. Закономерности расположения рефлексов на электронограммах:
11. Как по электронограмме от прямых, косых текстур и электронограмме, полученной на отражение, определить тип оси текстуры
12. Расшифровка электронограмм от поликристалла.

Библиографический список

1. Вайншейн Б.К. Структурная электронография/Б.К. Вайншейн. 1956. М.: Изд. АН СССР. 314 с.
2. Электронная микроскопия тонких кристаллов/ П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон, Д. Пэшли, М. Уэллан. пер. с англ. под ред. Л.М. Утевского 1968. М.: Изд. Мир. 574 с.
3. Миркин Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов/ Л.И. Миркин. 1961. М.: Изд. Физ-мат. лит. 863 с.
4. Горелик С.С. Рентгенографический и электроннооптический анализ/ С.С. Горелик, Л.Н. Расторгуев, Ю.А. Скаков. М.: Изд. «Металлургия». 1970.

СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа № 1	
Лабораторная работа № 2	15

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

к выполнению лабораторных работ № 1, 2 по дисциплине
«Нанoeлектроника»
для студентов направления
11.03.04 «Электроника и нанoeлектроника»
(профиль «Микроэлектроника и твердотельная электроника»)
очной формы обучения

Составители:

Кошелева Наталья Николаевна
Строгонов Андрей Владимирович

В авторской редакции

Компьютерный набор Н.Н. Кошелевой

Подписано к изданию 26.11.2015
Уч.-изд. л. 2,1.

ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический
университет»
394026 Воронеж, Московский просп., 14

ФГБОУ ВО «Воронежский государственный
технический университет»

СПРАВОЧНИК МАГНИТНОГО ДИСКА
(кафедра полупроводниковой электроники и
нанoeлектроники)

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
к выполнению лабораторных работ № 1, 2 по дисциплине
«Нанoeлектроника»
для студентов направления
11.03.04 «Электроника и нанoeлектроника»
(профиль «Микрoeлектроника и твердотельная электроника»)
очной формы обучения

Составители Кошелева Наталья Николаевна,
Строгонов Андрей Владимирович

Мет.указ.№ 1-2.doc
(наименование файла)

Мбайт
(объем файла)

(объем)

уч.-изд.л.
(объем издания)