

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «НОВОСИБИРСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Физический факультет

Кафедра общей физики

Жидков Кирилл Евгеньевич

КУРСОВАЯ РАБОТА

Контроль роста кристаллов по дифракции быстрых электронов

Электромагнитный практикум, 2 курс, группа №19307

Научный руководитель:

к.ф.-м.н. Д.В. Ищенко

Оценка научного руководителя

«_____» _____ 20__ г.

Преподаватель практикума

Е.И. Солдаткина

Оценка преподавателя практикума

«_____» _____ 20__ г.

Куратор практикума:

к.т.н. В.Т. Астрелин

Итоговая оценка

«_____» _____ 20__ г.

Новосибирск 2020

Контроль роста кристаллов по дифракции быстрых электронов

Аннотация

Целью данной работы являлось получение дифракционных картин молекулярно-лучевой эпитаксии BiSbTeSe_2 на подложку из монокристалла кремния (111) при разных температурах подложки, скоростях роста. Эксперимент проводился на установке МЛЭ «Ангара». Во время роста на люминесцентном экране наблюдались дифракционные картины, полученные в результате попадания на экран электронов, диффразирующих с поверхности исследуемого образца. Полученные картины фотографировались на камеру телефона. Получены картины для монокристалла кремния, монокристалла BiSbTeSe_2 . Также получены картины от аморфной поверхности BiSbTeSe_2 . Было показано при какой температуре и скорости роста соединение BiSbTeSe_2 растёт на подложке как монокристалл.

Ключевые слова: дифракция быстрых электронов, молекулярно-лучевая эпитаксия, дифракционные картины.

Оглавление

1. Введение	4
2. Теоретическая часть	4
3. Экспериментальная часть	7
3.1 Описание установки	7
3.2 Результаты	8
4. Вывод	12
5. Литература	12

1. Введение

Дифракция быстрых электронов – один из наиболее интересных методов контроля роста при молекулярно-лучевой эпитаксии. Он позволяет изучать поверхность образца в реальном времени. Цель данной работы – получить дифракционные картины для подложки из кремния и для выращенных поверхностей BiSbTeSe_2 , охарактеризовать их, определить тип полученной поверхности: аморфная или кристаллическая.

2. Теоретическая часть

Общая теория о МЛЭ

Молекулярно-лучевая эпитаксия – это процесс контролируемого роста материала на подложке, с возможностью контроля роста в реальном времени. Процесс роста проходит при сверхвысоком вакууме. В ходе роста испаряемое вещество переносится на подложку из кремния. Камера, в которой происходит рост сделана из нержавеющей стали. В камере находятся: источники, которые наполнены шихтой (испаряемым веществом), заслонки, которые перекрывают поток молекулярных пучков, держатель для подложки, печь для нагрева держателя, оборудование для контроля за параметрами: термопары для контроля температур источника и подложки, электронные пушка и экран для исследования поверхности методом дифракции быстрых электронов, кварцевый датчик для измерения скорости роста.

Источник состоит из тигля и испаряемого вещества в нём. При нагреве пучки вещества попадают на подложку. Из-за высокого вакуума в камере, молекулы попадают прямо на подложку, не сталкиваясь с другими молекулами. Источник имеет заслонку, закрывая которую можно перекрывать поток вещества. Внутри источника закреплена термопара, с помощью которой контролируется температура источника. Источник нагревается танталовой нитью, на

которую подается ток. Вокруг источника установлены криопанели, охлаждаемые водой, которые охлаждают попадающие на них пучки испаряемого вещества.

Держатель подложки может вращаться, чтобы получать дифракционные картины для разных азимутальных направлений. Подложка – это монокристалл кремния (111).

Оборудование для контроля за процессом роста – это термопары для измерения температуры подложки и испаряемого вещества, электронная пушка и экран для контроля за структурой поверхности методом дифракции быстрых электронов, кварцевый датчик для измерения скорости роста вещества.

Электронная пушка, используемая для дифракции быстрых электронов, состоит из катода, испускающего электроны, двух линз – обычной и магнитной, цилиндра Венельта. [1]

Цилиндр Венельта – полый цилиндр, в который помещен катод. Изменяя потенциал на цилиндре относительно катода, можно изменять интенсивность луча электронов.

На катод подается высокое напряжение, изменяя которое можно регулировать энергию испускаемых электронов. Анодом является первая линза. Эта линза представляет собой незаряженную диафрагму. После прохождения через диафрагму, луч электронов сужается до диаметра диафрагмы. Для того чтобы дополнительно сфокусировать луч, используется магнитная линза.

Магнитная линза состоит из нескольких электромагнитов, расположенных в вершинах правильного n -угольника, с центром в точке, через которую проходит луч электронов. Эти электромагниты создают сильное магнитное поле в небольшой области и тем самым отталкивают электроны к центру луча. Таким образом луч дополнительно фокусируется.

После неё сфокусированный луч электронов выходит из пушки и достигает своей цели.

Дифракция быстрых электронов

С помощью дифракции быстрых электронов можно наблюдать за формированием кристаллической решетки наносимого материала в реальном времени. Сфокусированный луч из электронов с энергией около 10-25 кэВ падает на изучаемую поверхность под углом 0.5-2.0 градуса [2]. Из-за малого угла падения электроны не попадают в глубину образца, дифракция происходит рядом с поверхностью. Таким образом, при исследовании поверхности методом дифракции быстрых электронов, только первые несколько слоёв вещества влияют на получаемую дифракционную картину.

Дифракционная картина чистого гладкого монокристалла представляет собой круги с яркими спектрами – круги Лауэ. При наличии дефектов кристаллической решетки, точки или линии наибольшей яркости размываются, увеличиваются в размерах. Для поликристалла дифракционная картина выглядит как множество кругов, имеющих общий центр, границы кругов нечеткие. Аморфное же тело не будет иметь ярко выраженного рисунка.

Для анализа полученной дифракционной картины строится сфера Эвальда, причем центр сферы находится в той же точке что и исследуемый образец. Сфера Эвальда – это сфера, которая позволяет найти дифракционные максимумы и их направления. Радиус сферы равен:

$$r = \frac{2\pi}{\lambda}$$

где λ – длина волны де Бройля.[3]

Для гладкой поверхности кристалла обратная решетка представляет собой множество прямых, перпендикулярных поверхности образца, так как об-

ратная решетка выглядит как множество точек на плоскости. Прямые в трёхмерном пространстве появляются из точек на плоской сетке поверхности образца.

Яркие спектры на экране соответствуют пересечению сферы Эвальда и прямых, описанных выше. Множества прямых образуют плоскости, параллельные экрану. Пересечение таких плоскостей со сферой Эвальда – это круги, которые отображаются на экране. Такие круги называются кругами Лауэ. Таким образом для чистой поверхности монокристалла картина ДБЭ выглядит как множество кругов Лауэ с общим центром. При этом из-за интерференции между электронами круги имеют точки наибольшей и наименьшей интенсивности.

Также можно судить об атомарной гладкости поверхности образца по дифракционной картине на экране. Как было сказано выше, для гладкой поверхности обратная решетка – это множество точек на плоскости. В пространстве же эти точки переходят в множество прямых, перпендикулярных поверхности образца. Таким образом изображение на экране от них это линии на кругах Лауэ. Если же поверхность не гладкая, то дифракция электронов происходит и на более глубоких слоях. Таким образом обратная решетка становится трёхмерной и состоит уже из множества точек в пространстве, которые и отображаются на экране как точки. Тогда основные критерии для изучения поверхности: наличие спектров, кругов Лауэ – поверхность имеет кристаллическую структуру, отсутствие – поверхность аморфна. Спектры имеют форму точек – поверхность не гладкая, точки переходят в линии – поверхность гладкая.

3. Экспериментальная часть

3.1 Описание установки

Эксперимент проводился на установке МЛЭ «Ангара». Для достижения необходимого вакуума используются 4 насоса: форвакуумный масляный

насос, цеолитовый насос, магниторазрядный насос НМТ-400, сублимационный насос.

Для поддержания постоянного вакуума используется насос НМТ-400. Перед напылением давление понижается до единиц 10^{-8} Па кратковременным использованием сублимационного насоса. Остаточное давление, когда установка не используется – 10^{-7} Па. Во время роста давление в камере поддерживается в диапазоне 10^{-6} – 10^{-7} Па. Источник испаряемого вещества – BiSbTeSe_2 . Это смесь висмута, сурьмы, теллура и селена.

3.2 Результаты

Были получены дифракционные картины роста BiSbTeSe_2 :

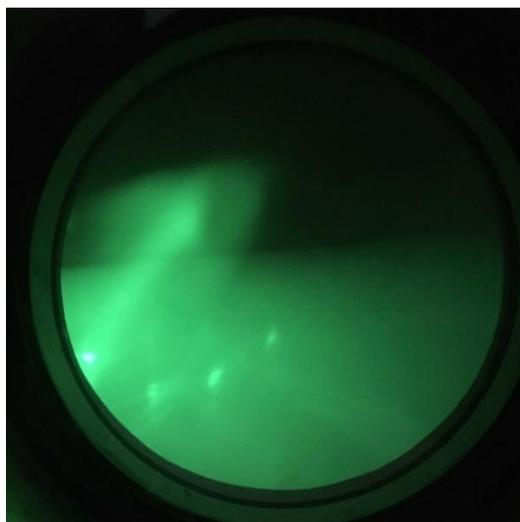


Рис. 1 ДБЭ чистого кремния

Рис. 1 это фото дифракционной картины от чистой кремниевой подложки. На дифракционной картине видны части кругов Лауэ. Спектры в форме линий – поверхность гладкая. Температура подложки и источника – около 250°C .

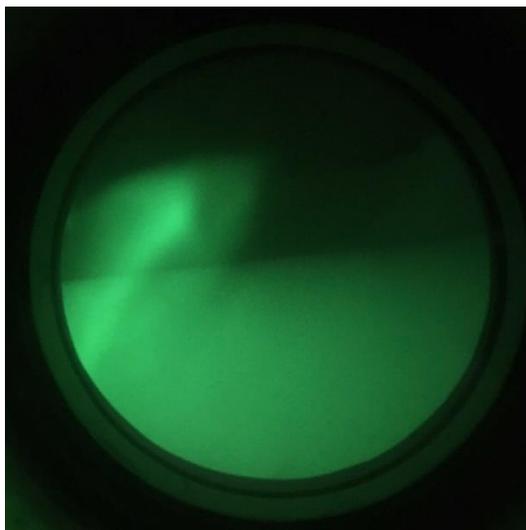


Рис 2. ДБЭ аморфной поверхности

На рис. 2 – дифракционная картина от поверхности в процессе роста BiSbTeSe_2 . Температура подложки и источника – около 250°C . Нет спектров, значит поверхность аморфная.

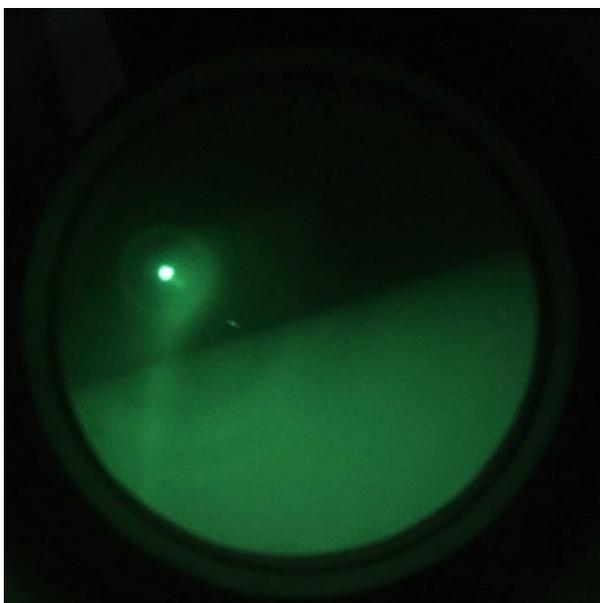


Рис. 3 ДБЭ поликристалла

Рис. 3 – через некоторое время после остановки процесса роста на поверхности заметен поликристалл со слабо выраженной структурой. Температура подложки и источника – около 250°C .



Рис. 4 ДБЭ до начала роста



Рис. 5 ДБЭ во время роста со скоростью 2.7 нм/мин

На рис. 4-5 изображена дифракция быстрых электронов до начала роста и в процессе роста. Рост производился при температуре подложки около 350°C. Источник испаряемого вещества – раствор BiSbTeSe_2 . На рис. 4 видны линии, по которым можно судить о наличии кристаллического слоя кремния. Спектры в виде линий – поверхность гладкая. После начала роста (рис. 5) полученный слой переходит в аморфный. При этом скорость роста – примерно 2.7 нм/мин.

Далее скорость роста была снижена и составила около 0.4 нм/мин. Полученные дифракционные картины до и во время роста изображены на рис. 6-7.



Рис. 6 ДБЭ до начала роста

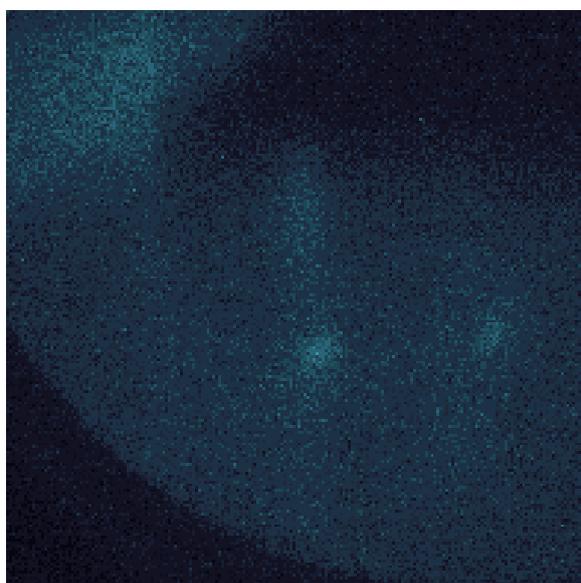


Рис. 7 ДБЭ в процессе роста со скоростью 0.4 нм/мин

При снижении скорости роста видно, что тип полученной поверхности сменился с аморфного на кристаллический. Об этом можно судить по наличию дифракционных максимумов на полученной картине. Температура подложки: 220°C.

4. Вывод

В ходе работы были получены дифракционные картины чистой подложки из кремния (1,1,1) и картины роста BiSbTeSe_2 . Для монокристалла, поликристалла и аморфного слоя испаряемого вещества. Было показано, что при температуре подложки 220°C и скорости роста 0.4 нм/мин – происходит кристаллический рост. При температуре подложки 350°C и скорости роста 2.7 нм/мин происходит рост аморфной поверхности.

5. Литература

1. Reflection High-Energy Electron Diffraction. Ayahiko Ichimiya, Philip I. Cohen. 2004г Cambridge, с. 16
2. Molecular Beam Epitaxy From Research to Mass Production. Chapter 1 - Molecular beam epitaxy: fundamentals, historical background and future prospects. Secondo Franchi, 2013г, с. 13
3. Физика дифракции. John. M. Cowley, перевод А. С. Авилова под редакцией З.Г. Пинсикера. 1979г. Мир. Москва, с. 118