

ЦКП "Материаловедение и диагностика в передовых
технологиях" при ФТИ им. А.Ф. Иоффе

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА С ОБРАЗЦОМ

*Вводная часть к пособиям по лабораторным работам
РЭМ, РСМА, КЛ*

Оглавление:

Введение	3
Взаимодействие электронного пучка с твердым телом	3
Упругое рассеяние	3
Неупругое рассеяние	4
Вторичные явления	7
Область взаимодействия	9
Определение размеров области генерации	11
Контрольные вопросы	14
Приложение 1	15

Санкт-Петербург
2010

Введение

Большой класс экспериментальных методов основан на регистрации сигналов, возникающих в процессе облучения исследуемого объекта электронным пучком. Эти методы называют электронно-зондовыми. К ним относятся такие методы, как растровая электронная микроскопия (РЭМ), рентгеноспектральный микроанализ (РСМА), катодоллюминесценция (КЛ), оже-спектроскопия и др. Для корректной интерпретации получаемых данных необходимо понимание процессов взаимодействия электронов с исследуемыми объектами.

Взаимодействие электронного пучка с твердым телом

Характерная энергия электронов в пучке составляет $1 \div 50$ кэВ. Это означает, что электроны с такой энергией могут возбудить большое количество разнообразных процессов в объекте. Однако, за исключением специальных редких случаев (таких, как органические материалы) энергии налетающих электронов недостаточно для разрыва атомной связи или смещения атома. Поэтому электронно-зондовые методы относятся к неразрушающим методам анализа.

При взаимодействии с образцом электроны пучка претерпевают взаимодействия, которые можно разделить на упругие и неупругие. Для высокоэнергетических электронов выше вероятность рассеяться упруго, для низкоэнергетических электронов – неупруго.

Упругое рассеяние

При *упругом* рассеянии изменяется направление вектора скорости электрона, а ее величина и, следовательно, величина кинетической энергии фактически остается постоянной. Образцу при каждом акте упругого рассеяния передается энергия порядка 1 эВ, что пренебрежимо мало по сравнению с первоначальной энергией электронов в пучке (~ 1 кэВ). Угол отклонения от направления падения может принимать значения в пределах от 0° вплоть до 180° , но его наиболее вероятное значение составляет по порядку величины единицы градусов. Упругое рассеяние происходит в результате столкновений электронов высокой энергии с ядрами атомов, частично экранированных связанными электронами. В результате упругих взаимодействий электрон может покинуть образец. Такой электрон называется *отражённым*. Экспериментально установлено, что доля отраженных электронов может достигать 30% от изначального

количества электронов пучка. Электроны пучка, которые вылетают с поверхности образца в качестве отражённых электронов, имеют меньшую энергию, чем до взаимодействия, так как проходят некоторое расстояние внутри твёрдого тела и теряют энергию. Контраст изображения, полученный в режиме отражённых электронов в растровой электронной микроскопии позволяет извлекать полезную информацию о различии среднего атомного номера исследуемого объекта (Рис. 1, слева). Коэффициент отражения электронов прямо пропорционален атомному номеру матрицы, поэтому более светлые области на изображении соответствуют фазам с большим средним атомным номером.

Неупругое рассеяние

При *неупругих* взаимодействиях траектория электрона изменяется мало, при этом происходит передача энергии твёрдому телу. Неупругие взаимодействия происходят, в основном, между электронами пучка и электронами образца. Благодаря неупругим взаимодействиям возникают:

- *вторичные электроны*
- *непрерывное рентгеновское излучение*
- *характеристическое рентгеновское излучение*
- *оже-электроны*
- *колебания решётки (фононы)*
- *электронные колебания (плазмоны)*
- *электронно-дырочные пары*
- *катодоллюминесценция*

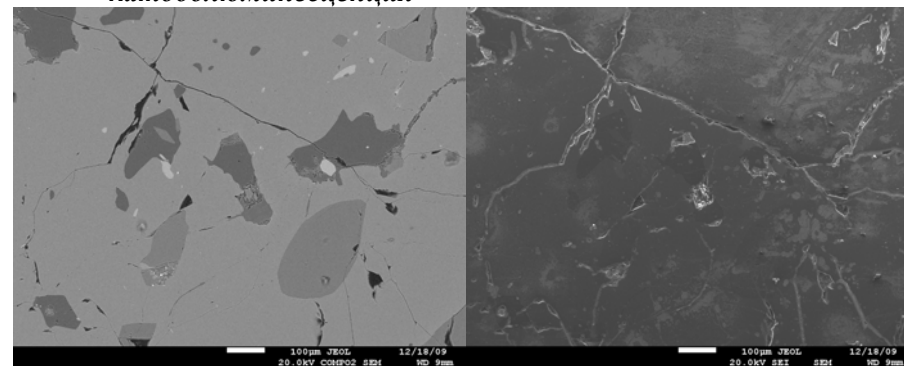


Рис. 1. Изображение, полученное на растровом электронном микроскопе в режиме отраженных электронов (слева) и вторичных электронов (справа).

Рассмотрим эти явления подробнее:

Взаимодействие электрона пучка с твёрдым телом может привести к высвобождению слабо связанных электронов зоны проводимости (т.н. медленных *вторичных электронов*). Вторичными принято называть электроны, обладающие энергией до 50 эВ. (Этот порог задан условно для того, чтобы различать вторичные и отражённые электроны.) Большая часть вторичных электронов имеет энергию $3 \div 5$ эВ. Распределение по энергии всех электронов, эмитированных с поверхности, приведено на Рис. 2.

Чтобы вылететь из твердого тела, вторичные электроны должны преодолеть поверхностный потенциальный барьер. Поэтому только вторичные электроны, находящиеся в тонком приповерхностном слое ($5 \div 50$ нм), могут покинуть образец. Следовательно, плотность и направление вторичных электронов зависит от рельефа поверхности. Регистрируя вторичные электроны можно получить информацию о топографическом контрасте в РЭМ (Рис. 1, справа). В режиме вторичных электронов достигается высокое пространственное разрешение, которое определяется диаметром электронного зонда и составляет величину 5 нм в серийно выпускаемых РЭМ.

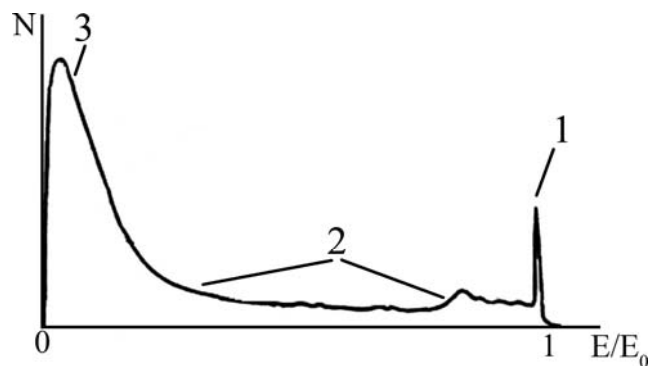


Рис. 2. Распределение по энергии электронов, эмитированных из мишени:

1 – отражённые электроны; 2 – неупруго отраженные электроны, 3 – вторичные электроны.

Электрон с высокой энергией претерпевает торможение в кулоновском поле атома. Потеря энергии электрона при таком торможении преобразуется в квант рентгеновского излучения, которое

называется *тормозным рентгеновским излучением*. Так как энергетические потери в процессе этого торможения могут принимать любые значения, то тормозное рентгеновское излучение образует непрерывный спектр с энергией от нуля до энергии электронов пучка (Рис. 3).

Электрон, обладающий достаточно высокой энергией, при взаимодействии с атомом может вызвать освобождение сильно связанного электрона с внутренних оболочек, в результате чего атом оказывается ионизованным в высокоэнергетическом состоянии. Последующая релаксация этого возбуждённого состояния приводит к эмиссии *характеристического рентгеновского излучения* (Рис. 3). На этом явлении основан рентгеноспектральный микроанализ. Образовавшийся квант излучения может провзаимодействовать с электроном внешней оболочки, не покинув атома (внутреннее преобразование). При этом другой электрон с внешней оболочки покидает атом. Такие электроны называются *оже-электронами* (Рис. 4). Энергия таких оже-электронов составляет по порядку величины 100 эВ – 1 кэВ. Этот сигнал используется в оже-спектроскопии.

Значительная доля энергии, приносимой на образец электронным пучком, передаётся твёрдому телу в виде возбуждения *колебаний решётки – фононов* (нагрева образца). Если коэффициент теплопроводности образца достаточно высокий (большинство полупроводников), то образец нагревается незначительно – не более 10°C . В материалах с низкой теплопроводностью (или в тонких пленках на диэлектрических подложках) при высоких токах пучка (1 мкА) вследствие нагрева может происходить модификация микрообъёма образца (отжиг, изменение фазы, разрушение и т.д.). Нагрев в таких случаях может достигать от единиц до тысяч градусов. Однако при типовых режимах работы (токах зонда ~ 10 нА) изменение или разрушение исследуемого образца не наблюдается.

Возбуждение плазмонов. Электрон пучка может возбуждать волны в “электронном газе”, который существует между ионами в твёрдом теле. Это весьма вероятный процесс неупругого рассеяния. Характерное значение потери энергии электрона на возбуждении плазмона составляет по порядку величины 10-20 эВ.

При бомбардировке электронным пучком диэлектрика или полупроводника электрон валентной зоны может быть заброшен в

зону проводимости. Таким образом, образуется *электронно-дырочная пара*, которая может рекомбинировать. При этом энергия, будет излучена в виде кванта света. Это явление называется *катодоллюминесценцией*. Генерируемые кванты света будут лежать в ультрафиолетовом, видимом или инфра-красном диапазоне (см. Приложение 1). Однако, вклад в катодоллюминесценцию также могут вносить примесные уровни в запрещённой зоне, на которые произошел захват носителей заряда. Возможны процессы ступенчатой рекомбинации через примесные уровни, в том числе так называемые внутрицентровые переходы.

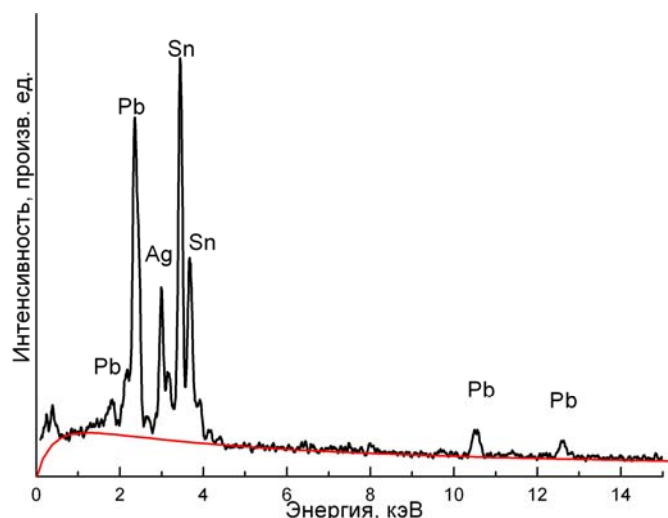


Рис. 3. Рентгеновский спектр, состоящий из узких линий (характеристическое излучение), налагающихся на непрерывный фон (тормозное излучение – плавная кривая).

Вторичные явления

Процессы, происходящие при взаимодействии электронного пучка с твёрдым телом, могут быть причиной других физических явлений. Например, рентгеновское излучение поглощается образцом. *Поглощение* может в разы уменьшать интенсивность рентгеновского излучения, выходящего из образца. Интенсивность характеристического рентгеновского излучения, распростра-

няющегося в поглощающей среде, спадает с расстоянием по закону Бугера.

В веществе может также происходить неупругое рассеяние рентгеновского излучения, в результате которого происходит изменение энергии за счёт эффекта Комптона, при котором рентгеновское излучение взаимодействует со свободным электроном. Однако вероятность этого эффекта при данных энергиях настолько мала, что им можно пренебречь.

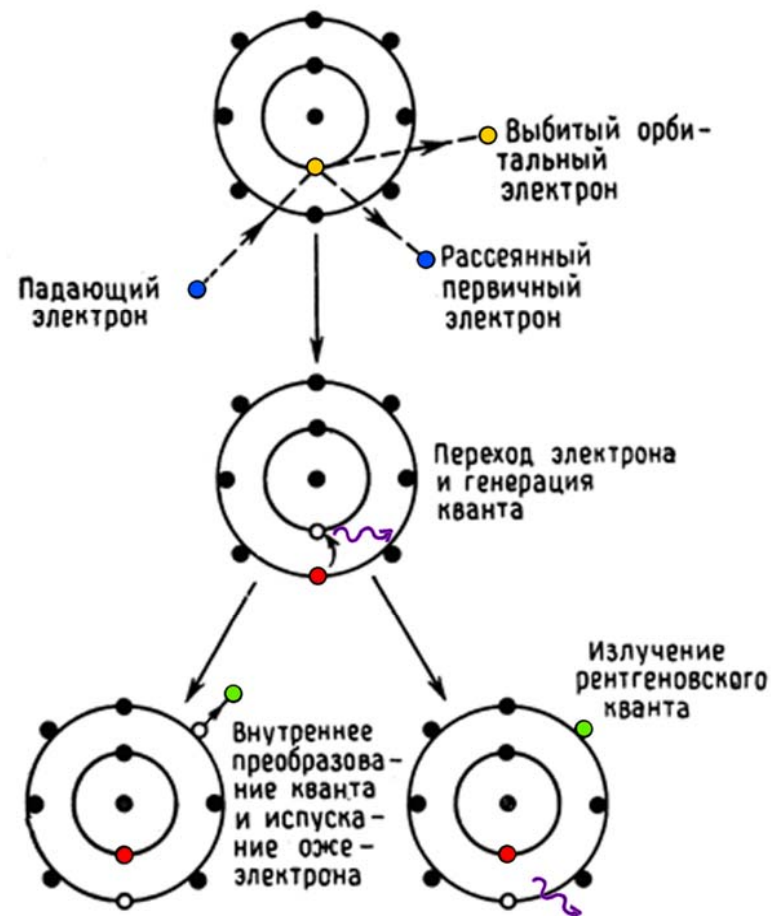


Рис. 4. Схема ионизации внутренней оболочки с последующим образованием оже-электрона или рентгеновского излучения.

Следует также упомянуть о **вторичном рентгеновском излучении (вторичной флуоресценции)**. Атомы вещества поглощая рентгеновское излучение оказываются в ионизованном возбужденном состоянии. Релаксируя, они испускают характеристическое излучение, которое называют вторичным (т.к. оно возникло под действием рентгеновского излучения, в отличие от первичного, которое обусловлено непосредственной электронной ионизацией). Вторичное рентгеновское излучение может возникать под действием как тормозного излучения, так и характеристического. Как правило, вклад тормозного излучения во вторичную флуоресценцию пренебрежимо мал.

Рассмотрим случай вторичной флуоресценции под действием характеристического излучения подробнее. Допустим, что в образце есть два элемента А и В с близкими значениями характеристических линий. Если энергия характеристического излучения элемента А превышает энергию поглощения элемента В, то возникнет вторичное излучение элемента В, обусловленное элементом А. Для возникновения значительного эффекта вторичной флуоресценции необходимо, чтобы линия элемента А хорошо поглощалась элементом В. На практике, такие ситуации встречаются довольно редко (Ni, Ka вызывает вторичную флуоресценцию Fe, Ka и др.).

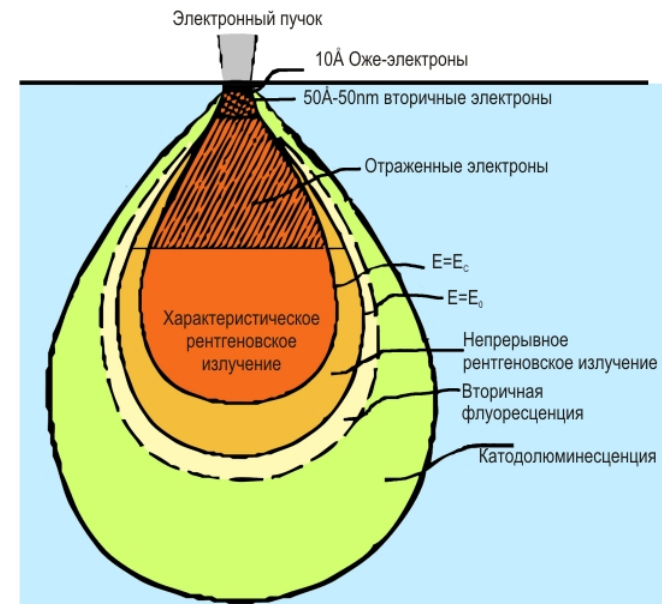


Рис. 5. Области генерации различных сигналов.

Область взаимодействия

Все явления, возникающие в процессе облучения твердого тела электронным пучком, происходят в так называемой области взаимодействия. Часто применяется также термин область генерации. Следует помнить, что эти термины принципиально отличаются.

Под **областью взаимодействия** электронного пучка с веществом принято понимать объем вещества, в котором электроны падающего на образец пучка теряют всю свою кинетическую энергию.

Область генерации называют объём, в котором происходит рассматриваемое явление (катодолуминесценция, рождение характеристического рентгеновского излучения и т.д.). Каждому явлению соответствует своя область генерации (Рис. 5). Области генерации для разных явлений отличаются друг от друга и от области взаимодействия по объёму и форме. Размеры области генерации какого-либо процесса определяются его энергией активации.

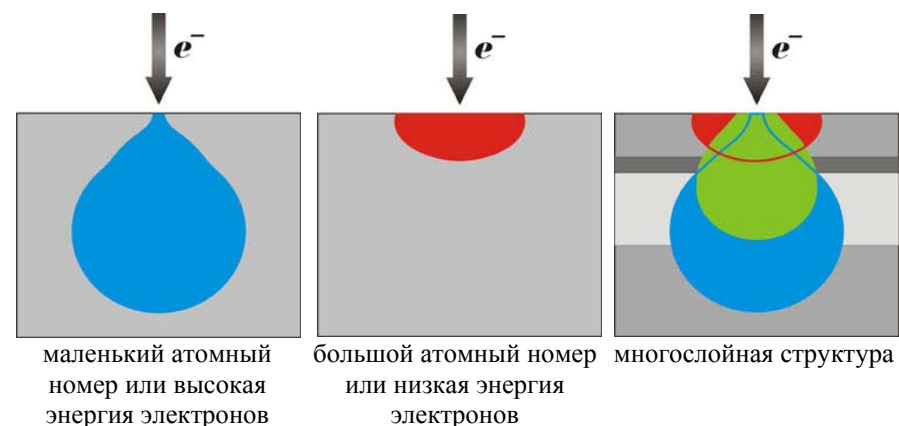


Рис. 6. Зависимость области взаимодействия от условий эксперимента.

Характеристическое рентгеновское излучение генерируется в значительной части области взаимодействия. Но глубина генерации

меньше глубины проникновения электронов, т.к. для ионизации внутренней оболочки атома требуется значительная энергия, сопоставимая с энергией электронного пучка. Электроны, обладающие несколько меньшей энергией способны, тем не менее, проходить в образце значительные расстояния и генерировать другие сигналы (Рис. 5).

Область взаимодействия может иметь разную геометрическую форму. Форма в основном зависит от энергии электронов, среднего атомного номера вещества и угла падения пучка. Обычно, в эксперименте используется нормальное падение электронного пучка на образец.

Чем меньше атомный номер и чем больше энергия электронов, тем глубже электроны проникают в образец и тем меньше они отклоняются от первоначальной траектории. (При высокой энергии упругое рассеяние менее вероятно, чем неупругое.) Затем, потеряв энергию, они начинают отклоняться под большими углами. Таким образом, при маленьком среднем атомном номере образца и высокой энергии электронов область взаимодействия формой напоминает грушу (Рис. 6). В противоположном случае (большой средний атомный номер и малая энергия) область взаимодействия имеет форму полусферы (Рис. 6).

Если изучаемый образец представляет собой не массивный однородный слой, а многослойную структуру, то может происходить одновременное возбуждение нескольких слоев, расположенных на различной глубине. Изменение энергии электронного пучка в эксперименте позволяет изучать многослойные структуры по глубине, то есть измерять интенсивность сигналов (например, катодолюминесценции или характеристического рентгеновского излучения), связанных с различными слоями, в зависимости от глубины проникновения электронов в материале. (Рис. 6).

Определение размеров области генерации

Как было показано выше, определение размеров области генерации может быть принципиально важным в случае изучения многослойных структур или тонких пленок. В данном параграфе мы рассмотрим, каковы характерные размеры области, из которой получается сигнал для рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) и катодолюминесценции (КЛ). По порядку величины размеры области

генерации этих сигналов могут варьироваться от десяти нанометров до нескольких микрон в зависимости от энергии электронного пучка, плотности образца, его среднего атомного номера.

В общем случае, электронные траектории рассчитываются, используя математические методы моделирования (т.н. метод Монте-Карло). При таком расчете продвижение электрона в мишени рассчитывается проходящим как бы ступенчатым образом. Длина шага обычно принимается равной средней длине свободного пробега между актами рассеяния. На каждом шаге выбирается угол рассеяния, соответствующий типу столкновения (упругому или неупругому). Выбор типа столкновения и величины угла рассеяния определяются случайными числами (отсюда и название метода), чтобы создать распределение актов рассеяния, подобное поведению реального электрона. Электронная траектория прослеживается до тех пор, пока энергия не уменьшится до фиксированной пороговой энергии (при которой интересующие исследователя процессы не могут происходить). Отдельная траектория не представляет полного взаимодействия электрон – твердое тело, поэтому для достижения статистической достоверности рассчитывается большое число траекторий (~10 000).

Однако на практике для оценки максимальных размеров области генерации часто используют приближенные формулы. В частности, для определения максимального пробега R электрона с энергией E_0 в материале со средним атомным номером Z , средним атомным весом A и плотностью ρ используется формула Канайя-Окаямы:

$$R(\text{мкм}) = 0.0276 \frac{AZ^{-8/9}}{\rho(\text{г/см}^3)} E_0^{5/3} (\text{кэВ}) \quad (1)$$

Эту формулу можно использовать для оценки максимальной глубины, с которой происходит генерация катодолюминесценции, так как размер области генерации катодолюминесценции близок к максимальному пробегу электрона (см. Рис. 5).

Но в этой формуле не учитывается диффузия электронно-дырочных пар, и в некоторых случаях область генерации катодолюминесценции будет значительно выше. Например, в слоях GaAs высокого структурного совершенства диффузионная длина может составлять ~1 мкм. В таком случае, даже при возбуждении области толщиной

~ 100 нм глубина генерации катодолюминесценции будет составлять ~ 1 мкм.

Для оценки максимальной глубины генерации кванта характеристического рентгеновского излучения с энергией возбуждения E_{KP} в рентгеноспектральном микроанализе можно использовать формулу

$$R(\text{мкм}) = 0.0276 \frac{AZ^{-8/9}}{\rho(\text{г/см}^3)} (E_0^{5/3} - E_{KP}^{5/3}) (\text{кэВ}) \quad (2)$$

Рассмотрим, для примера, эпитаксиальный слой InN (Рис. 7). Энергия возбуждения характеристической рентгеновской линии In, $L\alpha$ составляет 3.73 кэВ, а энергия возбуждения линии N, $K\alpha$ – 0.4 кэВ. Ясно, что при энергии электронного пучка $E_0 = 4 \text{кэВ}$ размер области генерации In, $L\alpha$ будет очень небольшим – ведь электрон с такой энергией может сгенерировать всего один квант с энергией 3.73 кэВ. А область генерации N, $K\alpha$ будет значительно больше, так как возможно и многократное рассеяние электрона в материале (а значит, и значительный пробег электрона вглубь образца), после которого произойдет акт генерации кванта N, $K\alpha$.

Из графика видно, что глубина генерации характеристической рентгеновской линии In, $L\alpha$ составляет ~ 25 нм, N, $K\alpha$ ~ 150 нм. Пробег электронов (и область генерации катодолюминесценции без учета диффузии) в соответствии с формулой (1) составляет ~ 200 нм.

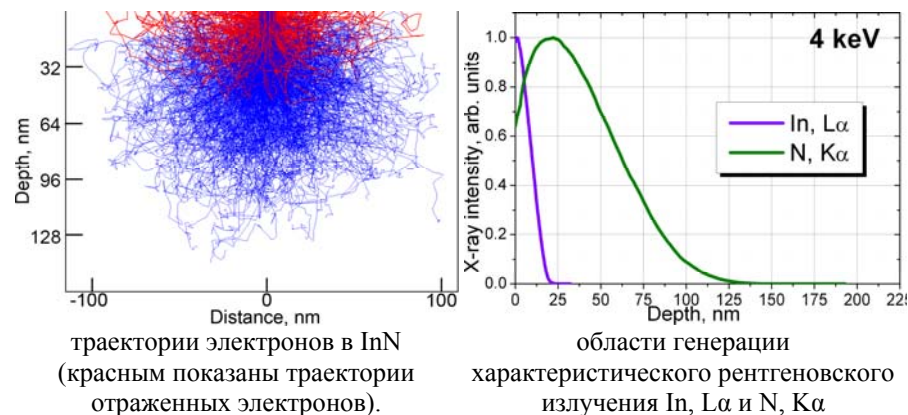


Рис. 7. Пример расчетов методом Монте-Карло (InN, $E_0 = 4 \text{кэВ}$).

Контрольные вопросы

1. Может ли под воздействием электронного пучка с энергией 50 кэВ происходить разрыв связи Ga-As в образце GaAs?
2. Какие явления происходят в твердом теле при облучении его электронным пучком?
3. Чем отличается режим получения изображения в обратно-отраженных электронах и во вторичных электронах в РЭМ?
4. Чем определяется разрешение растрового электронного микроскопа?
5. Что такое оже-электрон?
6. Каковы размеры области генерации характеристического рентгеновского излучения? От чего они зависят? Можно ли их изменять в эксперименте?
7. Существует ли разница между размерами области взаимодействия электронов с твердым телом и размерами области генерации катодолюминесценции в твердом теле?
8. Выведите формулу сопоставления энергии в электрон-вольтах и длины волны в ангстремах (уравнение Дуана-Хунта):

$$E(\text{эВ}) = \frac{12398.5}{\lambda(\text{Å})}$$

Приложение 1

Спектр электромагнитного излучения.

