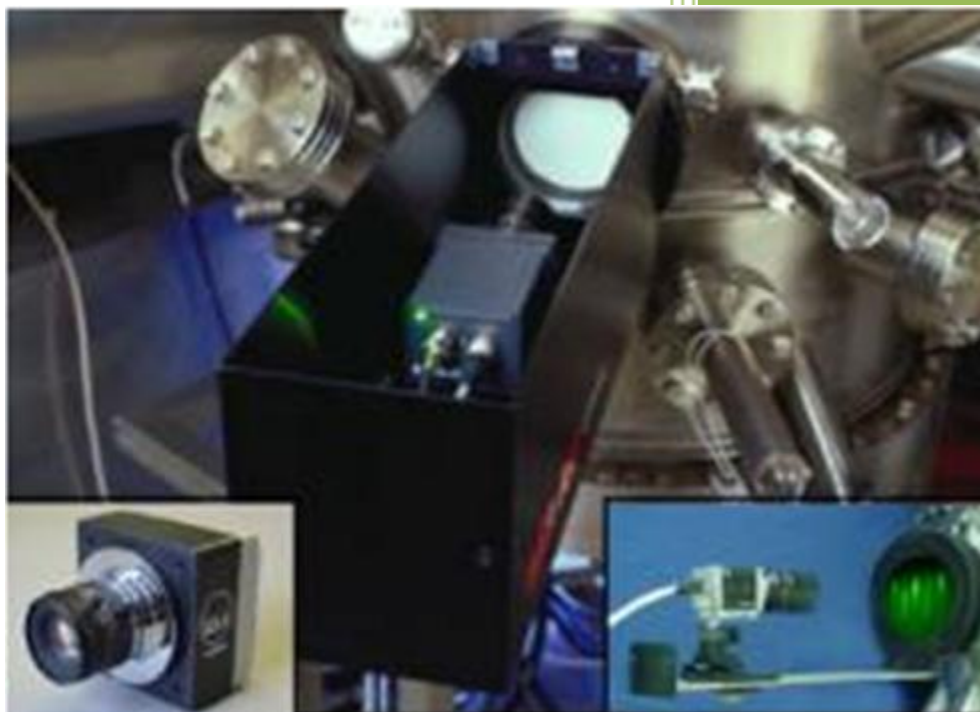




دانشگاه صنعتی شریف

Reflection high-energy electron diffraction

پراش الکترون های پر انرژی انعکاسی



Rahele Nikonam Mofrad

89205363

11/30/2011

مقدمه

(RHEED) یک تکنیک برای بررسی سطحی مواد کریستالی می باشد که نخستین بار همزمان با کشف پراش الکترونی، توسط Nishikawa و Kikuchi در سال (1928a,b) انجام گرفت.

به وسیله ی این سیستم که بر پایه ی پراش الکترون های پر انرژی بنا شده است، می توان تنها لایه ی سطحی نمونه ها را بررسی و آنالیز کرد و همین امر هم متمایز کننده ی این سیستم از سایر متدها می باشد.

برای مثال در میکروسکوپ الکترونی عبوری^۱ که متدی دیگر بر پایه ی پراش الکترون ها است، عمق نمونه ها به دلیل هندسه ی خاص دستگاه توسط الکترون های عبوری آنالیز می شوند. در پراش الکترون های کم انرژی^۲ (LEED) نیز که به سطح نمونه ها حساس است از تفرق الکترون های کم انرژی (در مقایسه با روش (RHEED) استفاده می شود.

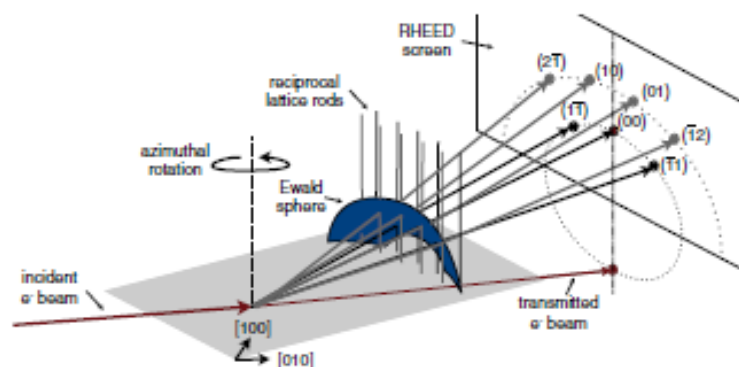
معرفی روش

در سیستم RHEED نیاز به یک منبع الکترونی (تفنگ الکترونی^۳)، یک صفحه ی آشکار ساز فلورسنتی (فوتولامین سنت^۴) و نمونه ای با سطح تمیز می باشد. همچنین در سیستم RHEED پیشرفته یک سری تجهیزات جانبی نیز افزوده می شود.

تفنگ الکترونی تولید کننده ی پرتو های الکترونی است که تحت زاویه ی بسیار کوچکی نسبت به سطح نمونه به آن برخورد کرده و پرتو های برخوردی، بوسیله ی اتم های سطحی نمونه تفرق می یابند و کسر جزئی از الکترونها پراشیده، در یک زاویه ی به خصوص با هم تفرق سازنده داشته و یک الگوی مشخصی را بر روی صفحه ی آشکار ساز که مقابل تفنگ الکترونی قرار دارد ایجاد می کنند.

از آنجایی که برخورد الکترون ها وابسته به موقعیت اتم ها در سطح نمونه ها است، الگوی پراش در صفحه ی آشکار ساز تابعی از ویژگی های سطحی نمونه می باشد.

در شکل زیر به صورت شماتیک نحوه ی عملکرد سیستم RHEED مشخص شده است.



¹ Transmission Electron Microscopy

² Low Energy Electron Diffraction

³ Electron Gun

⁴ Photoluminescent

تجهیزات مورد نیاز سیستم

- تفنگ الکترونی
- نمونه گیر
- دستگاه پمپ خلا
- منبع تولید میدان مغناطیسی یا الکتریکی
- صفحه فلورسنتی
- دوربین CCD

تفنگ الکترونی

مهمترین قسمت از تجهیزات سیستم RHEED تفنگ الکترونی می باشد که کنترل کننده ی وضوح الگوی بدست آمده است. در بیشتر سیستم های RHEED از فیلامنت تنگستنی در تفنگ الکترونی به عنوان اولین منبع الکترونی استفاده می شده است.

در این سیستم ها، از یک کاتد و آند برای تولید پرتو الکترونی استفاده می شود. کاتد فیلامنت تنگستنی بوده و آند الکترون را از نوک فیلامنت تنگستنی به سمت خود می کشد. بزرگی آند تعیین کننده ی انرژی الکترون برخوردی بوده و انتخاب آند وابسته به اطلاعات و خروجی مورد نظر است.

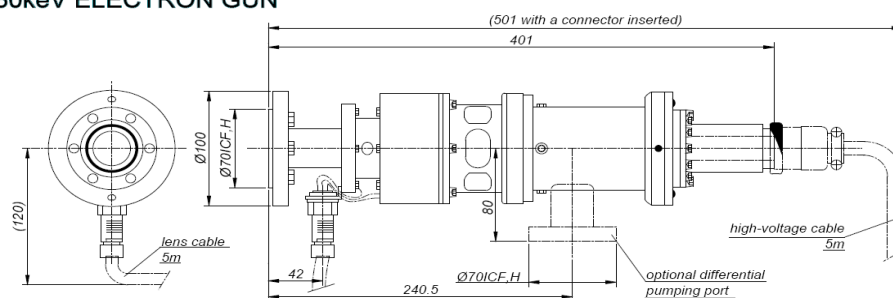
در زوایای بالای تابش الکترون به سطح نمونه، نفوذ الکترون ها ی پر انرژی به داخل سطوح باعث از بین بردن حساسیت دستگاه به سطح میشود. در بیشتر مواقع برای کرکتریزیشن سطح، تفنگ الکترونی در رنج 10-30 keV تنظیم می شود و یا به عبارتی ولتاژ اعمالی پرتو 10-30 keV می باشد (در منابعی ذکر شده 5-100 keV). زاویه ی تابش پرتو $1-2^\circ$ و جریان اعمالی نزدیک به 10-50 μA می باشد.

در بیشتر ست آپ های RHEED یک میدان مغناطیسی و یک میدان الکتریکی بر پرتوهای الکترونی برخوردی فوکوس می شود. در این سیستم ها یک الکتروود با بار منفی "Wehnet" بین فیلامنت کاتدی و آندی قرار می گیرد و یک میدان الکتریکی کوچک القا می کند که باعث فوکوس الکترون ها هنگام عبور از آند می شود.

یک منبع RHEED معمولاً فاصله کانونی برابر 50cm داشته پرتو در نزدیک ترین نقطه ی ممکن به آشکار ساز به نسبت سطح نمونه فوکوس می کند. بنابراین الگوی پراش بهترین وضوح را خواهد داشت. در شکل زیر تصویری شماتیک و واقعی تفنگ الکترونی دیده می شود.



30keV ELECTRON GUN



ویژگی های این تفنگ الکترونی که ساخت شرکت " RD R-DEC Co., Ltd " است:

Model Number	RDA-002G
Beam Spot Size	<90 μm dia.
Filament	0.1mm dia. Tungsten Wire (hairpin-shaped)
Wehnelt	Self Bias
Focus Lens	Air Core Solenoid Coil Lens
Deflection Lens	Troidal Coil Lens
Axial Alignment Mechanism	Alignment for Filament and Wehnelt
Insulation Voltage	DC 30 KV
Working Pressure	<10 ⁻⁶ torr~10 ⁻¹¹ torr/ 10 ⁻⁴ Pa~10 ⁻⁹ Pa
Max. Bakeout Temperature	200°C
Mounting Flange	ICF70 (2.75" O.D.)
Dimensions	100mm dia. x 401mm long (501mm long with a connector inserted)

آماده سازی سطح نمونه ها

برای بدست آوردن دیتاهای قابل اطمینان از آنالیز RHEED سطح نمونه ها باید بسیار تمیز باشد. زیرا وجود هر نوع آلودگی بر سطح نمونه ها باعث تداخل با پرتو های الکترونی و کاهش کیفیت الگوی RHEED می شود. کاربران سیستم RHEED معمولاً از دو تکنیک برای پاک سازی سطوح استفاده می کنند:

- در نمونه های کوچک پیش از شروع آنالیز RHEED یک شیار کوچکی⁵ بر سطح نمونه در محفظه ی تحت خلا ایجاد کرده و این سطح جدید گسترش یافته، مورد آنالیز قرار می گیرد.
- در نمونه های بزرگ و یا نمونه هایی که امکان شیار دادن آنها در آنالیز RHEED وجود ندارد سطح نمونه با یک لایه اکسید پسیو پوشش دهی شده و سپس تحت دما در محفظه ی خلا RHEED لایه ی اکسیدی از سطح نمونه پاک شده و سطح تمیز نمونه باقی می ماند.

خلا مورد نیاز

⁵ Cleave

با توجه به اینکه مولکول های گازی باعث پراش الکترونها می شوند و بر کیفیت تفنگ الکترونی اثر می گذارند آنالیز RHEED تحت خلا انجام می گیرد.

سیستم RHEED باید تحت فشار بسیار پایینی قرار گیرد تا از تفرق و پراش پرتو های الکترونی با مولکول های گازی در محفظه جلوگیری شود. که این شرایط با انرژی الکترونی 10KeV و فشار محفظه ی 10^{-5} mbar برابر است. در اصل فشار محفظه در این سیستم باید تا حد امکان کم باشد تا خلا بسیار زیاده ایجاد شده و پروسه بهینه شود. بنابراین شرایط خلا بسیار بالا یک عامل محدود کننده در آنالیز انواع مواد تحت این پروسه ی به شمار می آید.

پرده آشکار ساز

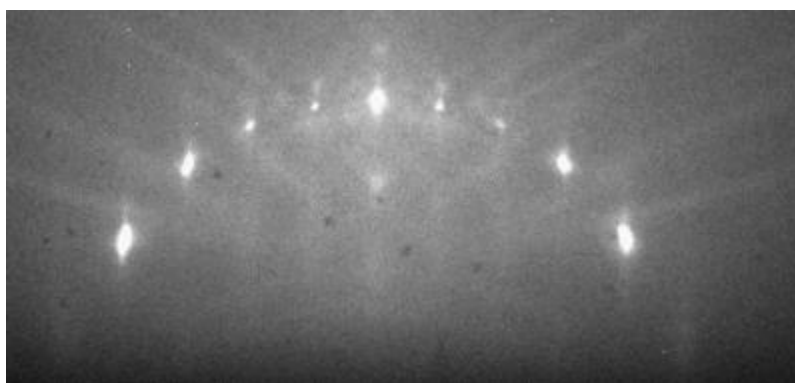
بیشتر از پرده ی فسفری که نمایشگر نور فوتنی است در آشکار ساز ها استفاده می شود. این آشکار ساز ها که در TEM هم به کار می روند به هنگام برخورد الکترون ها به سطح، نور سبز را به محیط نشر می کنند. این صفحات برای منظم کردن و شدت بخشیدن به الگوها مناسب هستند. سپس با استفاده از دوربین های CCD از الگوها عکس برداری شده و برای آنالیز دیجیتالی آماده می شوند.

تفرق سطحی

در سیستم RHEED تنها اتم های سطحی نمونه باعث شکل گیری الگوی پراش در صفحه ی نمایش می شوند. در واقع زاویه ی بسیار کوچک پرتو تابشی از نفوذ الکترون ها به بالک و کندن اتم های بالک و رسیدن آنها به سطح صفحه ی نمایش جلوگیری می کند.

کسری از پرتو های پراش الکترونی با توجه به خصوصیات موجیشان توسط اتم های سطحی نمونه پراش می یابند. با توجه به ساختار کریستالی نمونه ها، فواصل بین اتمی در سطح نمونه و طول موج پرتوهای الکترونی تابشی ، پرتو های پراشیده در زاویه ی خاصی از تابش تفرقی سازنده داشته و باعث تشکیل الگوهای خاص تفرق می شوند. این الگوهای پراش به شکل یک سری نوار⁶ می باشند که از روی فواصل بین این نوارها می توان به خصوصیات کریستالوگرافی سطح نمونه ها رسید.

در شکل زیر الگویی از پراش الکترون ها در سطح نمونه ی TiO_2 (۱۱۰) در سیستم RHEED دیده می شود. نقاط روشن نشان دهنده ی برخورد تعداد زیادی پرتو الکترونی به سطح پرده است.



دو نوع پراش در الگوی RHEED تاثیر گذار هستند:

⁶ Streak

برخی الکترون های برخوردی به سطح نمونه تولید پراش الاستیک و یا سینماتیکی می کنند.

اما پراش دینامیکی زمانی رخ می دهد که الکترون ها ضمن برخوردی که با سطح کریستال دارد پراش کرده و مقداری از انرژی خود را حین برخورد با نمونه از دست می دهند. این الکترون ها تولید نقاط پراش انرژی و یا حلقه ها را در الگوی RHEED می کنند.

تنوری های شکل گیری الگوی پراش در سیستم RHEED

با استفاده از کره ی ایوالد خصوصیات کریستالوگرافی سطح نمونه ها را مورد بررسی قرار می دهند. در ست آپ RHEED کره ی ایوالد نمایان گر شرایط مجاز تفرق برای پراش سینماتیکی الکترون ها است. الگوی پراش در صفحه ی نمایش وابسته به هندسه ی کره ی ایوالد است بنابراین کاربران این سیستم باید قادر به برقراری ارتباط بین هندسه و فاصله ی بین نقاط الگوی پراش با کره ی ایوالد باشند تا شبکه ی وارون⁷ سطح نمونه تعیین شود. به این ترتیب میتوان مستقیماً شبکه ی وارون نمونه را با الگوی پراش این سیستم، انرژی الکترون های برخوردی و فاصله

ی بین آشکار ساز و نمونه محاسبه کنند. فواصل بین شبکه ی وارون نیز از رابطه ی زیر بدست می آید: $a = \frac{2\pi}{d}$

کره ی ایوالد به مرکزیت نمونه و به شعاع $|K_0|$ رسم می شود. در صورتی که λ طول موج الکترون برخوردی باشد، $|K_0|$ (شعاع کره ی ایوالد یا اندازه ی بردار موج) مطابق فرمول زیر بدست می آید که با طول موج رابطه ی عکس دارد.

$$|K_0| = \frac{2\pi}{\lambda}$$

آنالیز کره ی ایوالد در این سیستم مشابه آنالیز بالک کریستال است. اما شبکه ی وارون در بررسی حجمی نمونه، سه بعدی است و در ارتباط با بررسی سطحی نمونه در این سیستم، دو بعدی است. زیرا در سیستم RHEED تنها تعداد کمی از لایه های سطحی نمونه منجر به پراش الکترونی شده و شرایط تفرق در ارتباط با بعد عمود بر سطح وجود ندارد پس در نتیجه ی نبود بعد سوم شرایط تفرق، شبکه ی وارون به شکل یک سری خطوط موازی عمود بر سطح نمونه گسترده می شوند.

شرایط تفرق زمانی برقرار می شود که خطوط شبکه ی وارون کره ی ایوالد را قطع کنند. بنابراین طبق رابطه ی زیر بزرگی برداری که از مرکز کره ی ایوالد به محل تلاقی این کره با شبکه ی وارون می رسد ($|k_i|$) برابر با بزرگی موج برخوردی ($|k_0|$) است.

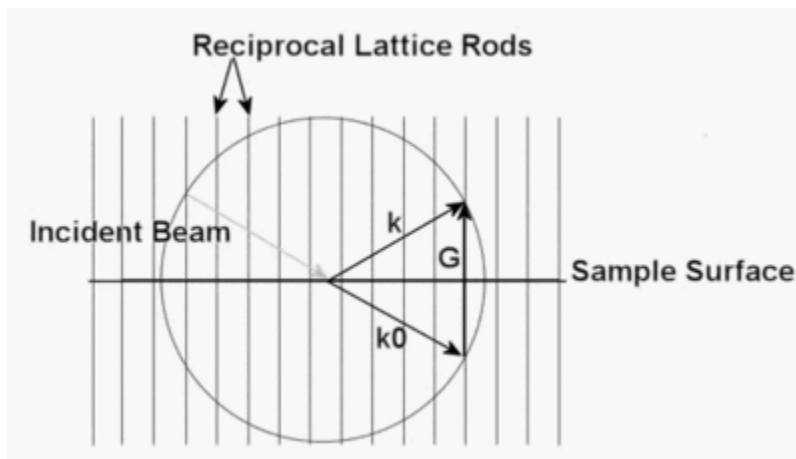
$$|k_0| = |k_i|$$

بردار G نیز طبق رابطه ی زیر برآیند این دو بردار می باشد که برای تعیین صفحات نامعین کریستالی در سطح نمونه مفید است.

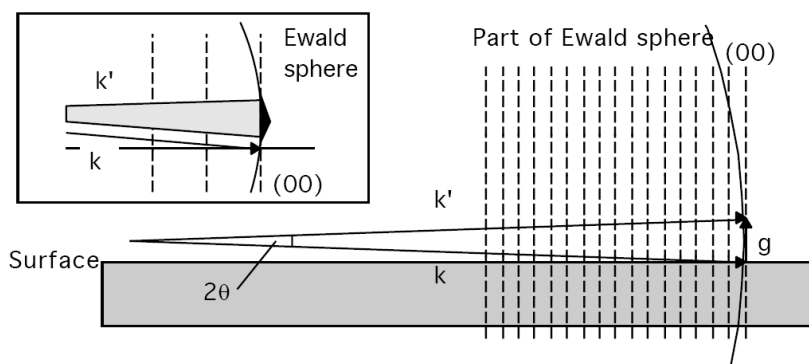
$$G = k_i - k_0$$

شکل زیر نمایشگر بردارهای مذکور در کره ی ایوالد است.

⁷ Reciprocal Lattice

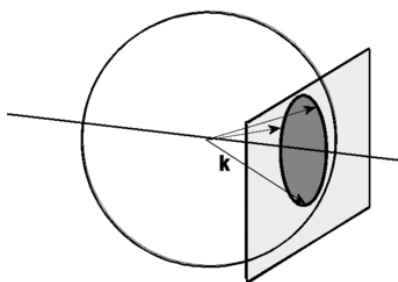


شکل زیر قسمتی از کره ی ایوالد با زاویه ی برخورد 2° را نشان می دهد.



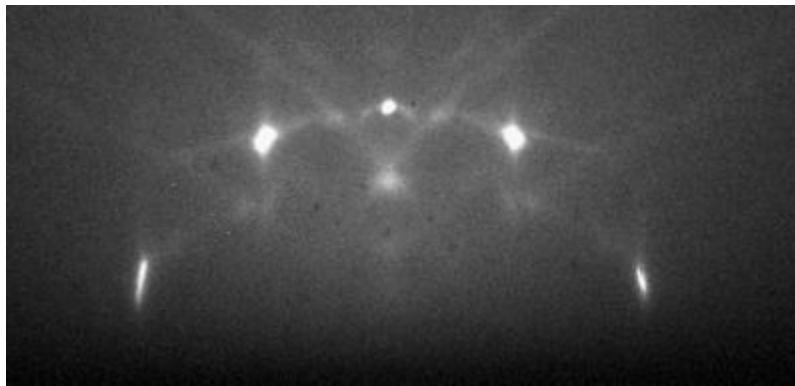
اساس روش با سیستم LEED یکی است اما اگر K بردار موج در سیستم RHEED باشد ، تنها طول بردار موج در این سیستم بیشتر است.

شعاع کره ایوالد بسیار بزرگتر از فاصله ی بین خطوط در شبکه ی وارون است که این به دلیل کوچکی طول موج پرتو الکترونی و انرژی بالای موج است. خطوط شبکه ی وارون کره ی ایوالد را در یک سری صفحاتی قطع می کنند که این امر به علت موازی بودن این خطوط با هم و صفحه ی نمایش است. به این ترتیب کره ی ایوالد تعداد زیادی از خطوط شبکه را قطع می کند که مطابق شکل زیرمقطع برخورد صفحات با کره ی ایوالد به شکل یک سری حلقه هایی معروف به "Laue Circles" می باشند.



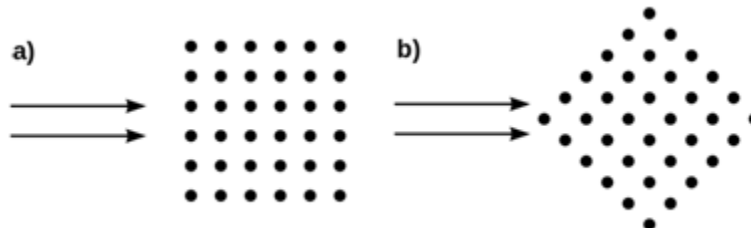
آنالیز پراش دینامیکی

پراش دینامیکی یا غیر الاستیک اطلاعات فراوانی در رابطه با نمونه فراهم می کند. روشنایی و شدت هر نقطه بر سطح آشکارساز وابسته به پراش دینامیکی است. بنابراین در آنالیز هایی که شدت اهمیت دارد این نوع پراش باید مورد توجه واقع شود. برخی الکترون های پراشیده غیر الاستیک در بالک نمونه نفوذ کرده و شرایط تفرق براگ را ایجاد می کنند. این الکترون های پراشیده ی غیر الاستیک باعث ایجاد الگوی پراش کیکوچی می شود. این الگو به شکل خطوطی است که در نقاط پراش روشن در الگوی پراش RHEED بهم می رسند. در شکل زیر الگوی پراش RHEED همراه با خطوط کیکوچی در نمونه ی TiO_2 (110) دیده می شود. این خطوط که بر دوایری به نام "Laue circles" منطبق هستند از مرکز الگو به شکل شعاعهایی روشن نشأت گرفته اند.



زاویه ی برخورد پرتو الکترونی به سطح نمونه

زاویه ی برخورد پرتو به سطح نمونه⁸ بر هندسه و شدت الگوی RHEED تاثیر گذار است. بیشتر سیستم های RHEED مجهز به یک نگهدارنده ی نمونه هستند که قادر به چرخاندن کریستال حول محور عمود بر سطح نمونه است. بنابراین کاربر این سیستم نمونه را حول محورش دوران می دهد تا شدت مناسبی از الگو را بدست بیاورد. برای این منظور معمولاً نمونه را تحت دو زاویه در سیستم قرار داده و اسکن می کنند. شکل زیر به طور شماتیک دو زاویه ی برخورد پرتو الکترونی به سطح نمونه را نشان داده است.



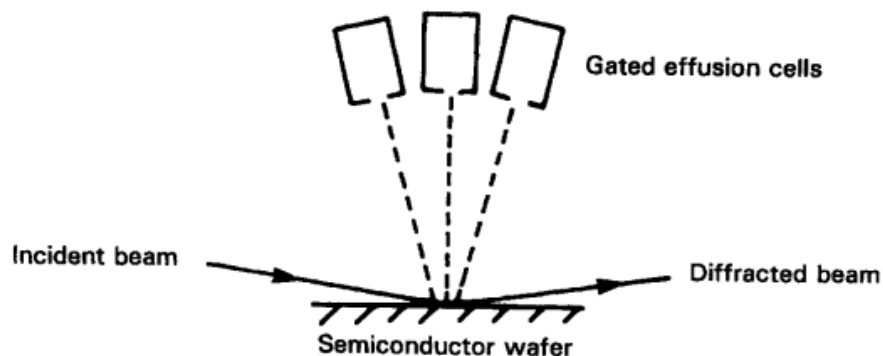
⁸ Azimuth Angles

کاربر این سیستم گاهی نمونه را حول محور عمودش چرخانیده تا به الگویی از پراش به نام "azimuthal plot" برسد. به این ترتیب با چرخاندن نمونه و تغییر زاویه ی برخوردی، شدت پرتوهای پراشیده تغییر می کند. بنابراین متخصصان سیستم RHEED با تغییر در شدت این پرتو ها و محاسبات تئوری می توانند مورفولوژی فیلم در حال رشد را شناسایی کنند. به این مدل وابستگی شدت پرتو های پراشیده به زاویه ی آزیموث می گویند.

کاربردها

با این تکنیک می توان رشد کریستالها را مشاهده کرده و ساختار کریستالی سطحیشان را بررسی کرد. برای مثال در رشد همبافته^۹ کمپلکس های اکسیدی به شکل لایه نازک، با کمک تکنیک RHEED می توان پارامتر شبکه، گروه فضایی^{۱۰}، موقعیت اتمی و ویژگی های سطحی لایه نازک را محاسبه کرد.

به دلیل ویژگی های خاص روش RHEED در مقایسه با روش LEED، این تکنیک در روش MBE^{۱۱} که یک پروسه برای شکل دهی لایه نازک بسیار با کیفیت و خالص تحت شرایط رشد خلا بالا است و نیز مطالعه ی رسوب شیمیایی فاز بخار فلز-ماده ی آلی^{۱۲} (MOCVD) مناسب است. همچنین از این روش در صنعت رشد نیمه هادی ها استفاده می شود. در شکل شماتیک زیر مزیت استفاده از تکنیک RHEED در مقایسه با تکنیک LEED در رشد MBE نیمه هادی ها نشان داده شده است. سلول ریزش گونه های رسوبی بر زیر لایه کاملا در مقابل نمونه قرار گرفته است در نتیجه LEED نمی تواند مورد استفاده قرار گیرد. اما در ارتباط با RHEED به واسطه ی زاویه ی کوچک پرتو برخوردی از این سیستم برای پوشش تمام سطح حین رشد می توان استفاده کرد.



برای مثال با استفاده از این سیستم می توان رشد لایه ای از یک ماده بر سطح ماده ی دیگر^{۱۳} را بررسی کرد. مانند رشد مولکولهای گالیم بر سطح (001) GaAs. در این مورد رشد از مد لایه لایه ای^{۱۴} تبعیت می کند. در اینجا نیمه هادی به شکل MBE رشد می کند. شکل زیر نمونه ای از نوسانات شدت یک تک نقطه در پروسه ی RHEED در طول رشد MBE را نشان میدهد.

⁹ Epitaxial Growth

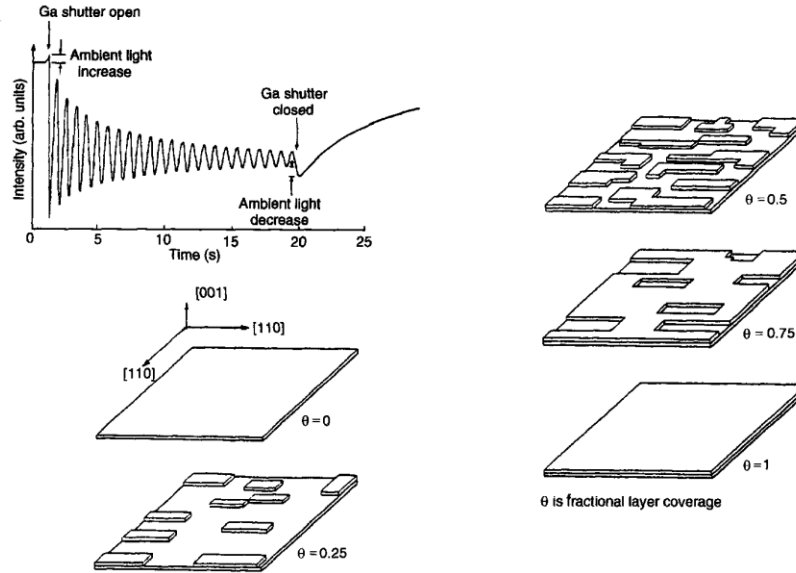
¹⁰ Space Group

¹¹ Molecular Beam Epitaxy

¹² Metal-organic Chemical Vapor Deposition

¹³ Epitaxy Growth

¹⁴ Franck-Van der Merwe growth mode



شدت هر یک از نقاط در الگوی RHEED با توجه به پوشش نسبی سطح در حال رشد لایه نازک تغییر میکند. در این شکل هر پیک نشان دهنده ی شکل گیری یک مونولیر جدید است. در حالی که درجه ی نظم هنگام شکل گیری یک مونولیر جدید در ماکسیمم خود قرار دارد نقاط در الگوی پراش ماکسیمم شدت را دارا می باشند. در این مثال هنگامی سطح رشد صاف است ($\theta=0,1$) ، شدت نوسانات ماکسیمم می باشد. در حالی که زمانی که سطح رشد کاملا نامنظم شده است ($\theta=0.5$)، شدت مینیمم می شود.

دوره ی نوسانات بسیار وابسته به نرخ رشد تک لایه ی Ga+As ، انرژی الکترونی، زاویه ی تابش و نوع ماده است. بنابراین محققان برای مشاهده ی رشد لایه ای قبل از استفاده از RHEED دیتاهای تجربی خود را گرفته و شدت نوسانات را با پوشش دهی فیلم مرتبط می کنند.

شدت کل نوسان با رشد لایه ها ی بیشتر کاهش می یابد. این به این علت است که پرتو الکترونی بر سطوح اصلی اولیه فوکوس می شوند و با رشد بیشتر لایه ها از حالت فوکوس خارج می شوند.

نکات

- این آنالیز معمولا برای مطالعه ی ساختار فویل ها با ضخامت حدود $1\mu\text{m}$ تا 0.1 \AA می باشد.
- بسته به زمانی رشد یک بلور زمان آزمایش تعیین می شود.
- این سیستم به ناصافی سطوح (در مقیاس ۱۰-۱۰۰۰۰ آنگستروم) بسیار حساس است.
- هزینه ی دستگاه حدود \$160,000 است.
- هزینه ی آزمایش در دانشگاهی در کالیفرنیا € 132 است .
- حوزه های کاربرد این دستگاه در صنایع الکترونی ، نوری و تک بلور های نیمه رسانا برای منظور های خاص کاربرد دارد.
- خروجی این آنالیز می تواند به شکل تصویری از الگوی نقطه ای، پروفیلی از توزیع درخشندگی و یا شدت، طیف و یا عدد هم باشد.

سایر سیستم های RHEED:

• 1° RHEED-TRAXS

با استفاده از اشعه ی ایکس نشر یافته از نمونه در نتیجه ی تابش پرتو الکترونی، آنالیز ترکیب شیمیایی کریستال ها بدست می آید. در این آنالیز به علت زاویه ی تابش بسیار کوچک (کمتر از 5°) پرتو به حجم نمونه نفوذ نکرده و نشر اشعه ی ایکس تنها محدود به سطح کریستال است.

• MCP-RHEED

سیستمی است که پرتو الکترونی بوسیله ی 16 MCP تقویت می شود و بنابراین می توان از پرتو الکترونی با شدت کمتر استفاده کرد و به این ترتیب از میزان تخریب سطحی توسط پرتو های تابشی پر انرژی کاسته می شود. این روش برای رشد کریستال های عایق مانند فیلم های آلی و هالید های قلیایی که به آسانی توسط پرتو الکترونی تخریب می شوند مناسب است.

مزایا

- ساده بودن روش آنالیز
- تعیین ساختمان مولکولی مواد
- تعیین مورفولوژی سطحی لایه نازک
- تعیین ترکیب شیمیایی، آنالیز فازی و عنصری
- مناسب برای آنالیز انواع مواد فلزی مورد استفاده در نیمه هادی هایی مانند As, Al, Si, Ge, Ga ، مواد آلی و هالید های قلیایی

محدودیت ها

- محدود به مطالعه ی سطحی مواد
- محدودیت در آنالیز مواد مختلف
- نیاز به خلا بسیار بالا
-

سوالات

- خروجی آنالیز RHEED به چه شکلی است؟
- از مهمترین ویژگی های متمایز کننده ی این آنالیز با سایر روش های مبتنی بر پراش الکترون چه چیزی است؟
- اساس شکل گیری الگوی پراش در آنالیز RHEED به چه شکلی است؟
- مهمترین تفاوت در ارتباط با شبکه ی وارون در این سیستم با سیستم های بررسی حجمی چه چیزی است؟
- مزیت استفاده از MCP-RHEED در مقایسه با RHEED معمول چیست؟

¹⁵ Reflection High Energy Electron Diffraction - Total Reflection Angle X-ray Spectroscopy

¹⁶ Micro-Channel Plate

از شرکت های تولید کننده ی تجهیزات دستگاه

**30K eV RHEED E-GUN RDA-002G
CONTROL POWER SUPPLY RDA-004P**

Manufactured by " RD R-DEC Co., Ltd." Japan

Sole US Distributor:
LK Technologies
<http://www.lktech.com>
E-mail: Iktech@lktech.com
Tel: 812-332-4449 Fax: 812-332-4493

مزایای ذکر شده برای تفنگ الکترونی تولیدی این شرکت :
جعبه ی کنترل از راه دور برای تنظیم ولتاژ و جریان امکان مشاهده ی همزمان الگوی شکل گرفته بر صفحه و کنترل همزمان پارامتر ها را می دهد.
امکان تعویض فیلامنت و تنظیم پرتو تابشی به راحتی در این تفنگ الکترونی تعبیه شده است.
امکان تغییر ولتاژ بالا ، فیلامنت و مختصات xyz لنز وجود دارد.

منابع

**1)Reflection High Energy Electron Diffraction. Cambridge University Press:
Cambridge, UK**

Ayahiko Ichimiya, Nagoya University, Japan
Philip I. Cohen, University of Minnesota

2)Topical review,The structural analysis possibilities of reflection high energy electron diffraction

N J C Ingle, A Yuskas, R Wicks, M Paul and S Leung
Advanced Materials and Process Engineering Laboratory, University of British
Columbia, Vancouver, BC, Canada
E-mail: ingle@physics.ubc.ca
Published 18 March 2010
Online at stacks.iop.org/JPhysD/43/133001

3)Reflection High Energy Electron Diffraction, From Wikipedia