

**НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ
імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»**

**Факультет електроніки
Кафедра мікроелектроніки**

До захисту допущено:

Завідувач кафедри

_____ Дмитро ТАТАРЧУК

«__» _____ 20__ р.

Дипломна робота

на здобуття ступеня бакалавра

за освітньо-професійною програмою «Мікро- та наноелектроніка»

спеціальності 176 «Мікро- та наносистемна техніка»

**на тему: «Сканувальна електронна мікроскопія для дослідження
епітаксійних плівок»**

Виконав:

студент IV курсу, групи ДП-02

Ковтун Богдан Юрійович _____

Керівник: доц.каф.МЕ, к.т.н., доц.,

Верцанова Олена Вікторівна _____

Консультант з нормоконтролю: доц.каф.МЕ, к.ф.-м.н., с.н.с.,

Свечніков Георгій Сергійович _____

Консультант з інформаційних питань: доц.каф.МЕ, к.т.н., доц.,

Діденко Юрій Вікторович _____

Рецензент: Посада, науковий ступінь, вчене звання,

Прізвище, ім'я, по батькові _____

Засвідчую, що у цій дипломній роботі
немає запозичень з праць інших авторів
без відповідних посилань.

Студент _____

Київ – 2024 року

**Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»**

Факультет електроніки

Кафедра мікроелектроніки

Рівень вищої освіти – перший (бакалаврський)

Спеціальність – 176 «Мікро- та наносистемна техніка»

Освітньо-професійна програма «Мікро- та наноелектроніка»

ЗАТВЕРДЖУЮ

Завідувач кафедри

_____ Дмитро ТАТАРЧУК

«__» _____ 20__ р.

ЗАВДАННЯ

на дипломну роботу студенту

Ковтуну Богдану Юрійовичу

1. Тема роботи «Сканувальна електронна мікроскопія для дослідження епітаксійних плівок», керівник роботи Верцанова Олена Вікторівна доц.каф.МЕ, к.т.н., доц., затверджені наказом по університету від «__» _____ 20__ р. № _____

2. Термін подання студентом роботи

3. Вихідні дані до роботи

1. Сканувальна електронна мікроскопія для дослідження епітаксійних плівок

4. Зміст роботи

1. Дефекти структури епітаксійних плівок та методи їх дослідження
2. Метод скануючої електронної мікроскопії для дослідження структури матеріалів
3. Метод EBSD, основи методу та приклади застосування

5. Перелік ілюстративного матеріалу (із зазначенням плакатів, презентацій тощо)

81 сторінка, 45 рисунків, 1 презентація

6. Консультанти розділів роботи*

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання видав	завдання прийняв

7. Дата видачі завдання _____

Календарний план

№ з/п	Назва етапів виконання дипломної роботи	Термін виконання етапів роботи	Відмітка про виконання
1	Визначення та узгодження теми ДР	13.03.2024	
2	Проведення літературного огляду	15.04.2024	
3	Дослідження дефектів епітаксійних плівок	29.04.2024	
4	Ознайомлення з методологією СЕМ	06.04.2024	
5	Огляд прикладів застосування СЕМ	10.04.2024	
6	Ознайомлення з методом EBSD, приклади застосування	19.05.2024	
7	Оформлення ДР	29.05.2024	

Студент

Богдан КОВТУН

Керівник

Олена ВЕРЦАНОВА

РЕФЕРАТ

Тема роботи: «Сканувальна електронна мікроскопія для дослідження епітаксійних плівок».

Об'єкт дослідження – сканувальна електронна мікроскопія.

Предмет дослідження – сканувальна електронна мікроскопія як метод дослідження епітаксійних плівок.

Мета роботи – дослідження сканувальної електронної мікроскопії як методу вивчення епітаксійних структур.

В роботі було здійснено аналіз скануючої електронної мікроскопії як методу дослідження епітаксійних структур, розглянуто проблематику дефектів епітаксійних структур та методи їх вивчення, описано склад скануючого електронного мікроскопа та можливості його застосування для дослідження матеріалів та структур, проаналізовано переваги СЕМ у сфері дослідження епітаксійних плівок, розглянуто метод EBSD та особливості його застосування у процесі дослідження епітаксійних плівок.

Встановлено, що скануюча електронна мікроскопія як метод пізнання епітаксійних структур дозволяє досліджувати морфологію матеріалів, здійснювати аналіз хімічного складу матеріалу, створювати нові каталізатори з заданими властивостями поверхні, досліджувати структури проміжних рядів між композиціями, вивчати процеси деформації матеріалів, контролювати якість матеріалів, здійснювати вимірювання лінійних розмірів елементів мікроструктур у матеріалах.

Ключові слова: скануюча електронна мікроскопія (СЕМ), епітаксія, епітаксійні плівки, дефекти структур епітаксієвих плівок, РЕМ, напівпровідник, напівпровідникова структура, метод EBSD.

Текстова частина дипломної роботи складає 81 сторінку, 45 рисунків та 21 позиція списку використаних джерел та літератури.

ABSTRACT

Theme of the work: ‘Scanning electron microscopy for the study of epitaxial films’.

The object of research is scanning electron microscopy.

Subject of research - scanning electron microscopy as a method of studying epitaxial films.

The purpose of the study is to investigate scanning electron microscopy as a method of studying epitaxial structures.

The paper analyses scanning electron microscopy as a method for studying epitaxial structures, considers the problems of defects in epitaxial structures and methods for their study, describes the composition of a scanning electron microscope and the possibilities of its use for studying materials and structures, analyses the advantages of SEM in the field of epitaxial film research, and considers the EBSD method and the peculiarities of its application in the process of studying epitaxial films.

It has been established that scanning electron microscopy as a method of studying epitaxial structures allows to investigate the morphology of materials, analyse the chemical composition of the material, create new catalysts with specified surface properties, study the structures of intermediate rows between compositions, study the deformation processes of materials, control the quality of materials, and measure the linear dimensions of microstructure elements in materials.

Key words: scanning electron microscopy (SEM), epitaxy, epitaxial films, defects in the structures of epitaxial films, SEM, semiconductor, semiconductor structure, EBSD method.

The text part of the thesis consists of 81 pages, 45 figures and 21 references.

ЗМІСТ

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ, СИМВОЛІВ, ОДИНИЦЬ, СКОРОЧЕНЬ І ТЕРМІНІВ.....	7
ВСТУП.....	8
РОЗДІЛ 1. ДЕФЕКТИ СТРУКТУРИ ЕПІТАКСІЙНИХ ПЛІВОК ТА МЕТОДИ ЇХ ДОСЛІДЖЕННЯ	10
1.1. Метод епітаксії та створення епітаксійних плівок.....	10
1.2. Дефекти структури епітаксійних плівок та методи їх дослідження.....	16
1.3. Висновки до першого розділу.....	25
РОЗДІЛ 2. МЕТОД СКАНУЮЧОЇ ЕЛЕКТРОННОЇ МІКРОСКОПІЇ ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ СТРУКТУРИ МАТЕРІАЛІВ.....	26
2.1. Скануюча електронна мікроскопія як метод дослідження структури матеріалів.....	26
2.2. Будова скануючого електронного мікроскопа.....	30
2.3. Переваги СЕМ в дослідженні епітаксійних плівок.....	39
2.4. Висновки до другого розділу.....	55
РОЗДІЛ 3. МЕТОД EBSD, ОСНОВИ МЕТОДУ ТА ПРИКЛАДИ ЗАСТОСУВАННЯ.....	57
3.1. Основи методу EBSD.....	57
3.2. Приклади застосування методу EBSD.....	65
3.3. Висновки до третього розділу.....	73
ВИСНОВКИ.....	74
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ ТА ЛІТЕРАТУРИ.....	77

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ, СИМВОЛІВ, ОДИНИЦЬ, СКОРОЧЕНЬ І ТЕРМІНІВ

SEM – скануюча електронна мікроскопія.

ПФЕ – парофазна епітаксія

РФЕ – рідиннофазна епітаксія

ТФЕ – твердофазна епітаксія

МПЕ – Молекулярно-променева (або молекулярно-пучкова) епітаксія

EBSD – метод дифракції зворотного розсіювання електронів

EBSP – Картина дифракції зворотного розсіювання електронів

EDS – енергодисперсійна спектрометрія

WDS – довжинохвильова дисперсійна спектрометрія

CVD – метод хімічного осадження з газової фази

HVPE – метод галогенідної епітаксії з газової фази

ALD – метод атомно-шарового осадження

PLD – метод імпульсно- лазерного осадження

Mist – CVD- метод туманно хімічного осадження з газової фази

MOCVD – метод металоорганічно хімічного осадження з газової фази

TEGa – триетилгалій

CSS – метод близькорозташованої сублімації

АСМ – атомно-силової мікроскопії

ВЕМ – вторинної електронної мікроскопії

СТМ – скануюючої тунельної мікроскопії

IPF – інверсна полюсна фігура

FIB – сфокусований іонний пучок

ВСТУП

Агресивна війна Росії проти України, яка триває з 2014 року, засвідчує, що ключовим фактором перемоги в сучасних умовах розвитку різних держав, поряд з мобілізаційною готовністю населення воюючої держави протистояти агресору, є технологічна перевага у сфері виробництва зброї і засобів захисту. Важливу роль при цьому відіграють напівпровідники, які застосовуються у різних видах зброї, від дронів до ракет далекої дальності.

У зв'язку з цим вже у перші місяці 2022 року союзники України ввели обмеження і санкції, які мали унеможливити експорт в Росію як державу-агресора різних видів напівпровідників. Обмеження щодо продажу мікропроцесорів і мікросхем були введені більшістю розвинутих держав світу, насамперед США, Нідерландами, Японією та Тайванем.

В умовах ведення війни сучасного типу для створення якісних електронних приладів необхідно використовувати високоякісні матеріали, які мають певні властивості, відповідно які залежать від хімічного складу, чистоти та якості матеріалу, технологій обробки та вирощування, тощо. Відтак дослідження якості структури епітаксійних плівок за допомогою методології скануюючої електронної мікроскопії є вкрай актуальною темою.

Актуальність дослідження епітаксійних плівок визначається цілим рядом причин. По-перше, зростання складності електронних пристроїв призводить до того, що сучасні електронні пристрої стають все більш складними та мініатюрними. Це вимагає епітаксійних плівок з усе більш високою якістю структури. По-друге, у різних галузях виробництва відбувається активна розробка нових матеріалів на основі епітаксійних плівок, які мають кращі характеристики, ніж традиційні матеріали. Дослідження структури цих нових матеріалів є вкрай важливим для їх вдосконалення та оптимізації. По-третє, Якість структури епітаксійних плівок може значно впливати на такі характеристики електронних пристроїв, як продуктивність, ефективність та

надійність. Подальше дослідження структури епітаксійних плівок може допомогти вдосконалити ці характеристики.

Методи дослідження епітаксійних плівок активно використовуються у сфері нанотехнологій і виробництва напівпровідників. На теперішньому етапі ці методи є чи не єдиним з доступних способів вирощування високоякісних кристалів для новітніх напівпровідників на основі таких матеріалів, як фосфід індію, нітрид галію, арсенід галію та кремній германій. Скануюча електронна мікроскопія (СЕМ) є одним із найпотужніших методів дослідження структури епітаксійних плівок. Це дозволяє візуалізувати такі дефекти плівки, як дислокації, границі зерен та пори. СЕМ також може використовуватися для вимірювання товщини плівки, її хімічного складу та морфології, дозволяє досліджувати механічні та електричні властивості плівок, та навіть спостерігати за ростом епітаксійної плівки в реальному часі.

У контексті практичної значущості дослідження епітаксійних плівок за допомогою СЕМ зауважимо, що вони призвели до значного прогресу в галузі електроніки. З розвитком цієї сфери розроблялися нові методи вирощування плівок з більш високою якістю структури, що допомогло вдосконалити характеристики електронних пристроїв і зробити їх більш доступними. Епітаксійні плівки активно використовуються у електрокардіостимуляторах, автомобільній електроніці, контролерах торговельних автоматів, детекторах радіації, при виробництві сонячних батарей та ін. [1]

Висновки і положення дипломної роботи були апробовані на ІХ Всеукраїнській науково-теоретичній конференції з міжнародною участю «Актуальні проблеми сучасної філософії та науки: виклики сьогодення» (16 травня 2024 р., Житомир). За її матеріалами було здійснено публікацію: Ковтун Б. Методи дослідження епітаксійних плівок у контексті технологічних викликів російсько-української війни. *Актуальні проблеми сучасної філософії та науки: виклики сьогодення: зб. наук. праць* / за ред. А. Р. Кобетяка та ін. Житомир: Видавн. центр ЖДУ імені Івана Франка, 2024. С.61-63.

РОЗДІЛ 1.

ДЕФЕКТИ СТРУКТУРИ ЕПІТАКСІЙНИХ ПЛІВОК ТА МЕТОДИ ЇХ ДОСЛІДЖЕННЯ

1.1. Метод епітаксії та створення епітаксійних плівок

Епітаксія – є процесом нарощення шарів речовини на підкладку(кристал), при якому кристалографічна орієнтація нарощуваного шару повторює орієнтацію кристалу підкладки. Епітаксія дозволяє отримувати тонкі, від 1 нм до 10 мкм однорідні моно-кристалічні шари, які називають епітаксіальними шарами, будь-якого типу провідності та будь-якого питомого опору. Даний процес широко використовується в технології створення напівпровідникових пристроїв і інтегральних мікросхем для створення високолегованих шарів на слабо легованих підкладках або на підкладках інших типів провідності. [2]

Розрізняють певні види епітаксії:

- Гетеро-епітаксію – це процес, коли підкладка та нарощуваний шар відрізняються за хімічним складом та кристалічною структурою. У цьому процесі існує кристало-хімічна взаємодія фаз, що зростаються, з утворенням перехідного епітаксійного шару. При збільшенні числа шарів гетеро - епітаксія змінюється гомо - епітаксією. [2]
- Гомо-епітаксію (авто епітаксію) – це процес, коли підкладка та нарощуваний шар однакові за хімічним складом або відрізняються лише домішковим складом. В даному процесі фізична межа між підкладкою та епітаксійним шаром відсутня, відмінність лише у змісті та типі домішкових атомів. [2]
- Хемо-епітаксія – це процес вирощування монокристалічного шару речовини, в результаті якого утворення нової фази відбувається при хімічній взаємодії речовини підкладки з речовиною, що надходять із зовнішнього середовища. [2]

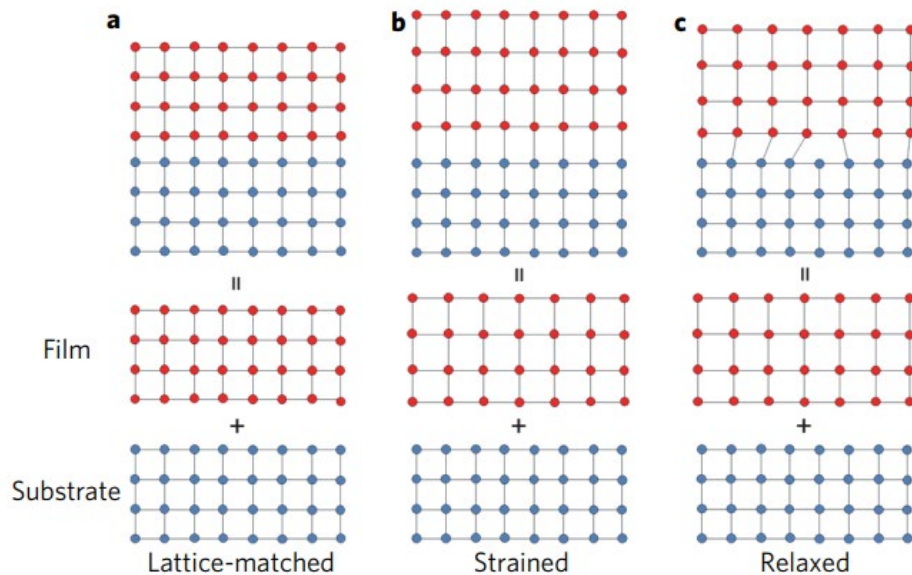


Рисунок 1.1 - Схематичне зображення епітаксійного росту. Ілюстрації (а) гетероепітаксійних структур з узгодженою ґраткою, (b) напруженої та (c) розслабленої (дислокація, що не відповідає ґратці) [3]

Одним з найважливіших застосувань епітаксії є процес формування прихованого шару в напівпровідникових інтегральних мікросхемах. Наявність прихованого шару дозволяє підвищити швидкодію біполярних транзисторів і всієї мікросхеми в цілому. Можлива також безперервна зміна ступеня легування епітаксійного шару в процесі його вирощування, що призводить до поступової зміни рівня легування по товщині шару. Цей метод використовується, зокрема, в виробництві напівпровідникових сонячних батарей з поліпшеними робочими характеристиками. [2]

Епітаксію можна класифікувати за типом фази матеріалу, що відкладається:

1. Парофазна епітаксія (ПФЕ) – це процес отримання епітаксiальних шарів напівпровідників шляхом осадження з паро-газової фази. Найбільш часто застосовується у технологіях кремнієвих, германієвих та арсенід-галлієвих напівпровідникових приборів та інтегральних схем. матеріал, що відкладається, знаходиться в газоподібній фазі. Зазвичай він подається у реакційну камеру у вигляді газу або пари. Цей газ або пара потім реагує на

поверхні підкладки, утворюючи епітаксійну плівку. ПФЕ є поширеним методом епітаксійного росту, який використовується для виробництва напівпровідників, таких як кремній, галій арсенід (GaAs) та нітрид галію (GaN). [4]

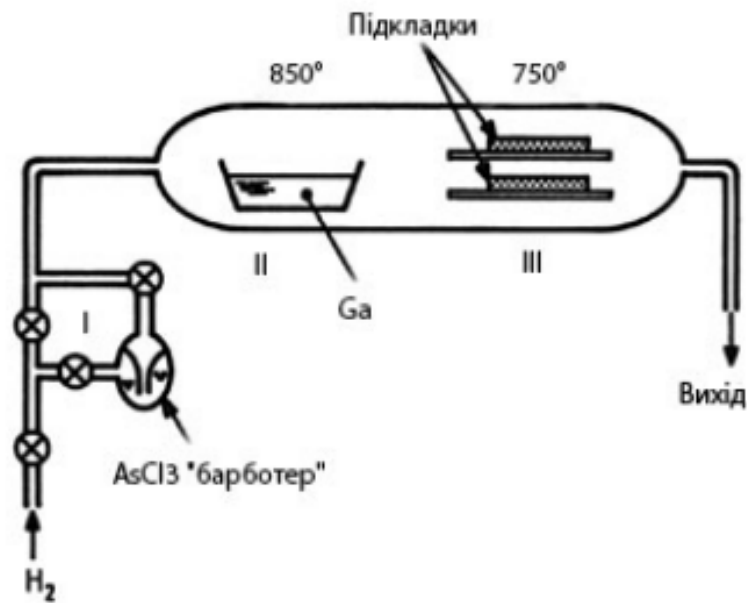
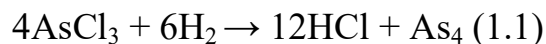
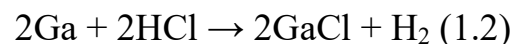


Рисунок 1.2 - Процес газофазної епітаксії [4]

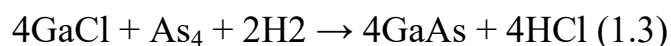
На рис. 1.2 представлена схема установки епітаксії GaAs в системі реагентів Ga – AsCl₃ – H₂. Реактор має три зони нагріву. На його вхід надходить суміш пара AsCl₃ з воднем, і в зоні I протікає реакція [4]:



У зоні II HCl із зони I взаємодіє з розплавом галію[4]:



У зоні III йде реакція синтезу GaAs і зростання епітаксійного шару[4]:



Зміна відношення тиску пари AsCl_3 і GaCl на вході в зону осадження епітаксійного шару дає можливість здійснювати як режим травлення підкладки, так і режим епітаксії з різною швидкістю росту [4].

2. У рідиннофазній епітаксії (РФЕ) матеріал, що відкладається, знаходиться в рідкій фазі. Зазвичай він розчиняється в розчині розплаву, який потім наноситься на поверхню підкладки. Таку фазу епітаксії використовують для отримання багатошарових з'єднань, таких як GaAs , CdSnP_2 , а також є основним способом отримання монокристалічного кремнію. Матеріал з розчину розплаву потім кристалізується на підкладці, утворюючи епітаксійну плівку. РФЕ є менш поширеним методом епітаксійного росту, ніж ПФЕ. В сучасній напівпровідниковій промисловості даний метод вже давно не використовується, зважаючи на складність контролю параметрів одержуваних плівок (товщина, однорідність товщини, значення стехіометричного коефіцієнта), їх відносно низької якості, малої продуктивності методу. [5]

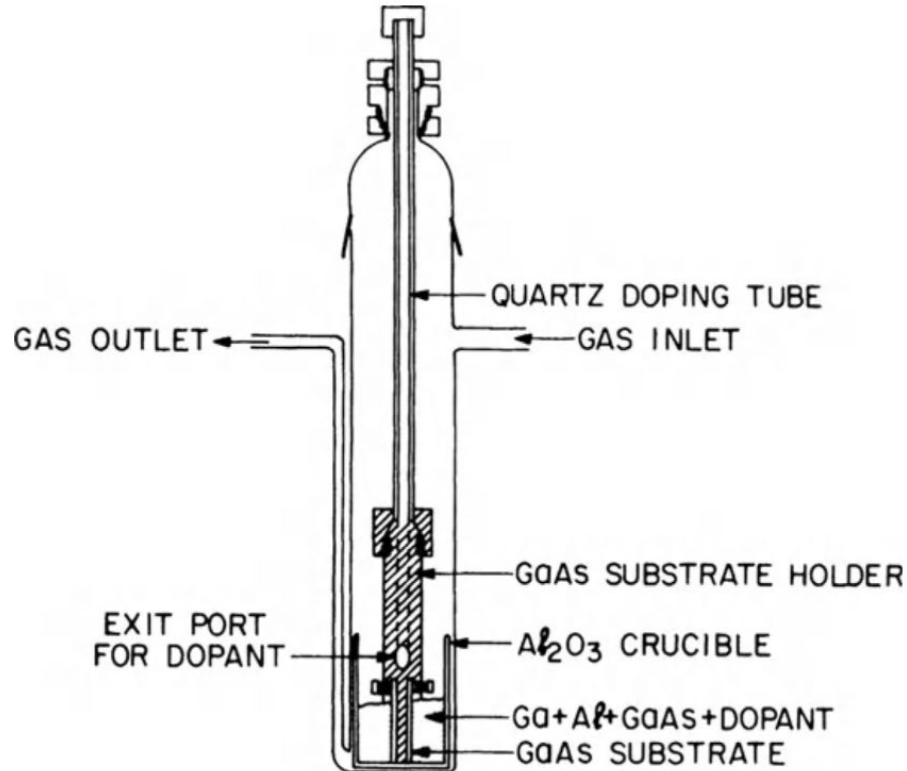


Рисунок 1.3 - Процес рідиннофазної епітаксії [5]

На рис. 1.3 показано схематичне зображення вертикального апарата РФЕ, пристрою з кількома контейнерами, зазвичай використовуваним для вирощування лазерів з подвійною гетероструктурою. Графітовий корпус має кілька резервуарів, кожен з яких містить насичений розчин, відповідний вирощуваному епітаксійному шару. [5] Підкладка поміщається в графітовий повзунок, що має канавку для утримання підтримання. Слайдер прикріплений до довгого стержня, який дозволяє оператору поза печі розміщувати підкладку під різними резервуарами. [5] Таким чином, на підкладці можна успішно виростити кілька епітаксійних шарів з різних матеріалів і бажаної товщини. Гідроген або гелій зазвичай використовуються в якості навколишнього газу в процесі вирощування. [5]

3. Твердофазна епітаксія (ТФЕ) – це процес у якому матеріал, що відкладається, знаходиться в твердій фазі. Зазвичай він використовується у вигляді тонкого плівкового або порошкоподібного матеріалу. Цей матеріал потім притискається до поверхні підкладки під тиском і високою температурою. Атоми з матеріалу, що відкладається, потім дифундують через інтерфейс між плівкою та підкладкою, утворюючи епітаксійну плівку. [6]

ТФЕ є менш поширеним методом епітаксійного росту, ніж ПФЕ та РФЕ, але він може використовуватися для виробництва плівок з унікальними властивостями, які неможливо отримати за допомогою інших методів. [6]

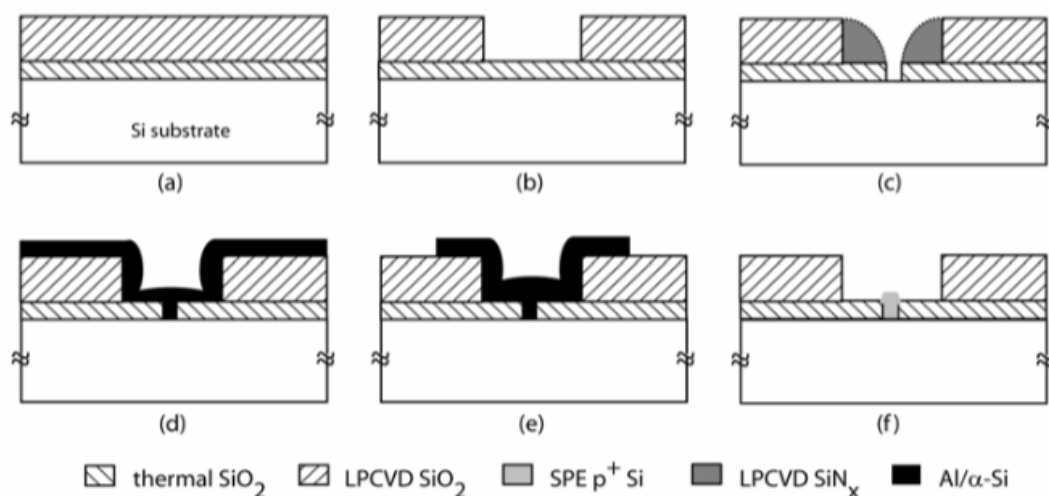


Рисунок 1.4 - Процес твердофазної епітаксії [6]

На рисунку 1.4 зображено послідовність твердофазної епітаксії:

- a) Окислення
- b) Визначення контактного вікна
- c) Утворення спейсера SiN_x
- d) Видалення спейсера та PVD осадження $\text{Al}/\alpha\text{-Si}$
- e) Визначення травлення $\text{Al}/\alpha\text{-Si}$
- f) обпалювання із транспортуванням $\alpha\text{-Si}$ через Al до поверхні c-Si.

Епітаксійний Si можна спостерігати в контактних вікнах після видалення Al.

Вибір методу епітаксії залежить від бажаних властивостей плівки, доступних матеріалів та обладнання. [6]

4. Молекулярно-променева (або молекулярно-пучкова) епітаксія (МПЕ) є одним із різновидів газофазної епітаксії, придатним для нарощування тонких шарів будь-яких матеріалів – напівпровідників, металів чи діелектриків. За цього технологічного методу матеріал для росту епітаксійного шару доставляють на поверхню підкладки за рахунок молекулярних або атомарних пучків хімічних елементів, які формують термічним способом за допомогою так званих ефузійних комірок Кнудсена. За правильно вибраних співвідношень між параметрами ґратки підкладки і матеріалу, який наносять на неї, між інтенсивностями пучків, що падають, і температурою підкладки на її поверхні із адсорбованих атомів утворюється суцільна монокристалічна плівка, що росте шар за шаром і має заданий хімічний склад. Епітаксія є найуспішнішою, якщо параметри ґратки підкладки і шару, що росте, збігаються. Ріст кристалічного шару при МПЕ відбувається на чистій поверхні за повністю контрольованих умов надвисокого вакууму. [7]

Технологічний метод вирощування тонких епітаксійних шарів різних матеріалів МПЕ характеризують такі специфічні риси:

- незначні (близько 1 мкм/год) швидкості росту плівок;
- порівняно низькі (порівняно з ГФЕ) температури росту плівки;

- можливість різко переривати і поновлювати ріст плівки за рахунок використання механічних заслінок поблизу джерел потоків усіх компонентів;
- можливість керувати концентрацією домішок за допомогою введення в зручний спосіб додаткових джерел, які створюють необхідні молекулярні пучки;
- можливість аналізу хімічного складу плівки безпосередньо під час росту. [7]

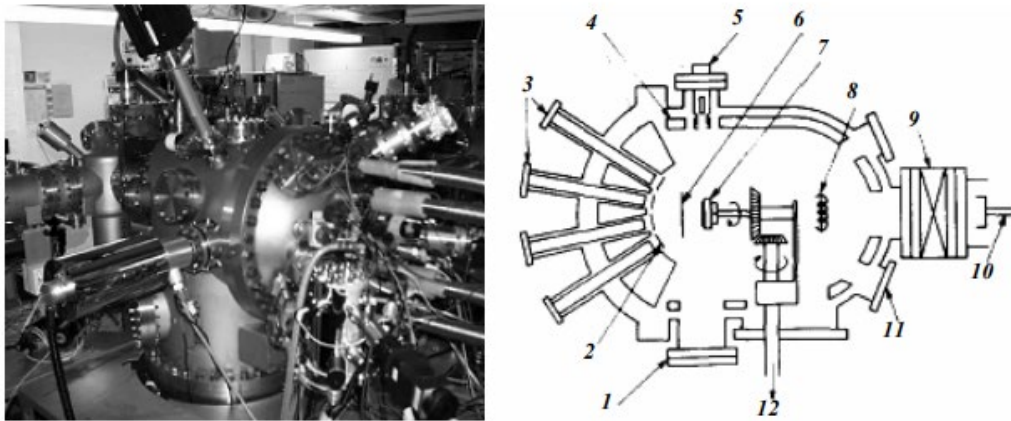


Рисунок 1.5 - Сучасна установка МПЕ: загальний вигляд (ліворуч) та її схема: 1 – флуоресцентний екран; 2 – заслінки ефузійних комірок; 3 – ефузійні комірки; 4 – екрани з азотним охолодженням; 5 – електронна гармата дифрактометра; 6 – основна заслінка; 7 – тримач підкладки, що може обертатися; 8 – іонізаційний індикатор; 9 – шлюзовий клапан; 10 – вакуумний шлюз для зміни зразків, наявність якого дає змогу змінювати підкладки, зберігаючи надвисокий вакуум; 11 – вікно огляду; 12 – вісь двигуна зі змінною кількістю обертів[7]

1.2. Дефекти структури епітаксійних плівок та методи їх дослідження

Епітаксія - це складна технологія, але вона є важливою для виробництва напівпровідників та інших тонкоплівкових матеріалів. Контроль дефектів структури епітаксійних плівок є важливою частиною цієї технології.

Дефекти структур епітаксійних плівок можуть значно впливати на їхні властивості та характеристики. Вплив дефектів структури на епітаксійні

плівки залежить від типу, концентрації та розташування. Деякі дефекти, такі як : дислокації, границі зерен, тріщини, впливають на міцність та твердість, які в свою чергу знижують якість та ефективність напівпровідників та інших тонкоплівних матеріалів. Також дефекти впливають на електропровідність, створюють шуми, змінюють модуль Юнга, який впливає на еластичні властивості плівки, можуть призводити до зміни прозорості плівки та її оптичних властивостей, тощо. [8]

Дислокації в епітаксійних плівках.

Дислокації є основними дефектами які зустрічаються в епітаксійних плівках. Такі вади зазвичай утворюються внаслідок механічних напружень, або під час процесу росту плівки. Дислокаціями є лінійні дефекти , які порушують регулярне розташування атомів у кристалічній ґратці. [8]

Джерелом утворення дислокацій є наявність домішок, поверхневих дефектів та забруднень, які впливають на якість та досконалість зростаючого шару в області поділу підкладки та епітаксійного шару. Кількість дислокацій збільшується від поверхні епітаксійного шару до межі поділу шару з підкладкою. [8]

Завдяки ретельній підготовці підкладки можна отримати епітаксійні шари з високою якістю кристалічної структури та низькою щільністю дислокацій. Це, в свою чергу, призводить до покращення механічних, електричних та оптичних властивостей епітаксійних плівок, що робить їх більш придатними для використання в електронних приладах та інших тонкоплівкових матеріалах. [8]



Рисунок 1.6. - Дислокації та ефекти укладання в епітаксійній плівці кремнію[8]

Приклад дислокацій в епітаксійному шарі кремнію показано на рис 1.6. Орієнтація плівки і більшість дислокацій розташовані у вигляді полгонізованих масивів звичних до площини ковзання. Дислокації були присутні спочатку на підкладці і продовжують поширюватись через плівку. Лінії та трикутні дефекти знаходяться на дефектах укладання. Інші дислокації виникають в області невідповідності, які можуть бути наслідком викривлень спотворень, або сторонніх домішок на поверхні підкладки. [8]

Дефекти упакування або укладання в епітаксійних плівках.

Для бездефектного зрощення монокристалічних епітаксійних плівок необхідні певні важливі умови, такі як: створення центрів кристалізації та об'єднання атомів, бічне зростання та інші. [8]

Дефект укладання виникає завдяки зміщенню одного або низки атомів, які в майбутньому процесі зростання епітаксійного шару зміщують сусідні шари атомів по всьому об'єму структури. [8]

При утворенні дефекту упаковування на епітаксійній плівці виникають плоскі фігури, які мають вид тетраедрів, квадратів, рівносторонніх або рівнобедрених трикутників, різного виду кутів, прямих ліній, незамкнених трикутників і квадратів. Іноді утворюються складні форми: комбінації трикутників і ліній, квадратів і ліній. В кінці кожної лінії є дислокація. [8]

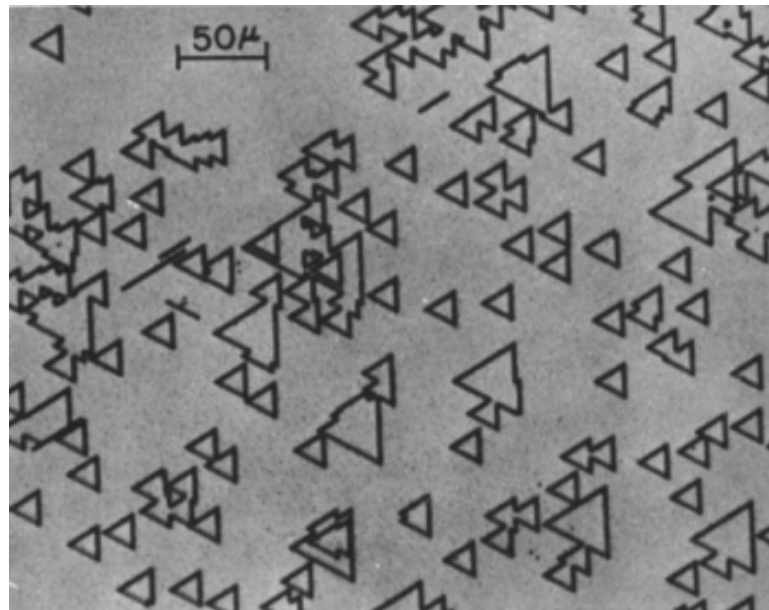


Рисунок 1.7 - Дефекти укладання тетраедрів, які виникають внаслідок переривчастого росту. Після першого осадження систему охолоджували до кімнатної температури, пізніше нагрівали для другого осадження[8]

Тетраедри дефектів укладання в епітаксійній плівці кремнію, які показані на Рисунку 1.7. утворюються на поверхні підкладки на лініях ковзання, мікроподряпинах, ділянках сегрегації нечистот, частинках і оксидах на поверхні підкладки, тощо. [8]

Причиною появи ліній ковзання є термічні пружні напруження, що виникають у процесі росту плівок через неоднорідний розподіл температури в шарі, що росте, за його товщиною і площею. При збільшенні температури, пружні напруги виявляються достатніми для генерації дислокацій і їх міграції, яка супроводжується пластичним перебігом кристала і утворенням ліній

ковзання. Якщо при пластичній деформації на поверхні підкладки виникають сходи́нки, то при нарощуванні епітаксійного шару на них можуть утворюватися дефекти упако́вування. При достатньо високих термічних напругах генерація і рух дислокацій, утворення ліній ковзання і дефектів упако́вування відбуваються протягом всього процесу нарощування. [8]

Трикутники є слідами тетраедрів на поверхні підкладки. Процес росту був проведений в 2 етапи окремого осадження, для того щоб дослідити зародження дефектів упако́вування на відносно ідеальній поверхні. Систему охолоджували до кімнатної температури після першого етапу осадження, а потім нагрівали для другого етапу. [8]

В результаті першого етапу росту, на поверхні підкладки були отримані великі трикутники з дефектами укладання, які знаходяться на тетраедрах. Менші тетраедри зароджуються на поверхні плівки після першого росту і ілюструють вплив забруднення під час охолодження. У цьому випадку на поверхні плівки зароджується більше тетраедрів, ніж на поверхні підкладки. [8]

Більшість тетраедрів, що перекриваються, зі збільшенням товщини плівки зливаються у великі багатогранники; деякі з них зберігають між собою дефект укладання, що вказує на те, що тетраедри мають протилежний тип, тобто один з них має внутрішні дефекти укладання, а інший - зовнішні дефекти укладання. Ймовірно, що тетраедри з дефектами укладання не зустрічаються в плівках, осаджених на чужорідні підкладки, через дуже високу швидкість зародження і високу густину дефектів, які зазвичай супроводжують цей тип росту. Тетраедри, які розташовані близько одне до одного, можуть бути занадто малими для виявлення, а перекриття багатьох з них призведе до утворення композитних дефектів, які не мають ніякого відношення до вихідних зародків. [8]

Зерна росту та дефекти гексаграми.

Зерна в епітаксійних структурах – це окремі кристалічні області з різною орієнтацією кристалічної решітки. Вони виникають внаслідок порушення

єдиного зростання епітаксійної плівки та утворюють так звані зернисті межі. [8]

Під час зростання епітаксійних шарів кремнію на кремнієвих підкладках часто виявляються макроскопічні зерна з дефектами гексаграми на їхніх вершинах. Приклади таких дефектів показано на Рисунку 1.8, з різним масштабуванням, де на (а) показано мале збільшення зерен, а (б) - їхні вершини. [8]

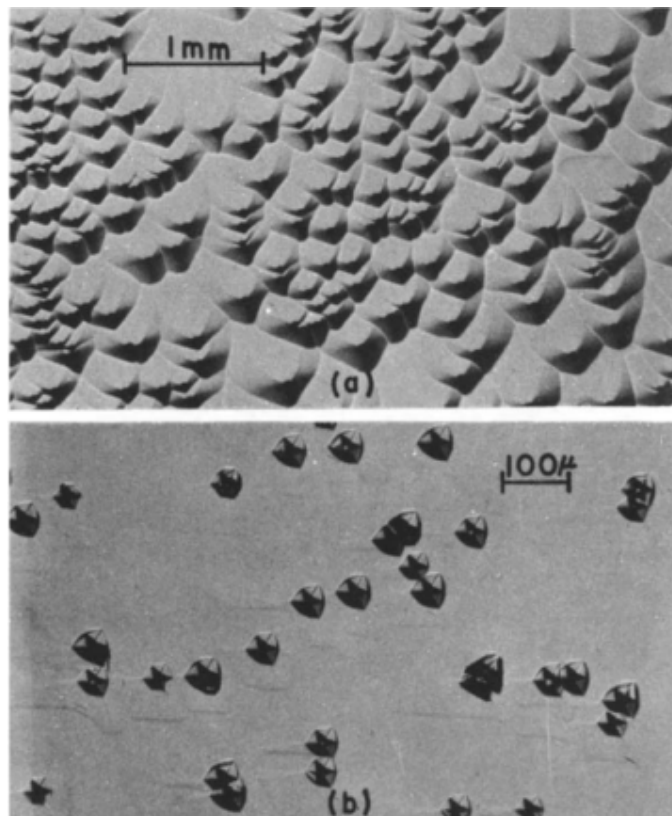


Рисунок 1.8 - Зерна росту на епітаксіальному кремнії; (а) показує мале збільшення зерен, та (б) показує збільшення їх вершин[8]

Гексаграма як правило, складається з трипірамідального горбка і тетраедра з дефектом укладання. Обидва зароджуються на поверхні підкладки і мають розміри, пропорційні товщині плівки. [8]

Приклади цих форм показано на Рисунку 1.9. Горби зазвичай складаються з трьох симетричних косих пірамід, проте в деяких випадках з підкладки проростають лише одна або дві піраміди. Три косі піраміди

зростаються разом шляхом осадження в межах кратера, як показано на малюнку. [8]

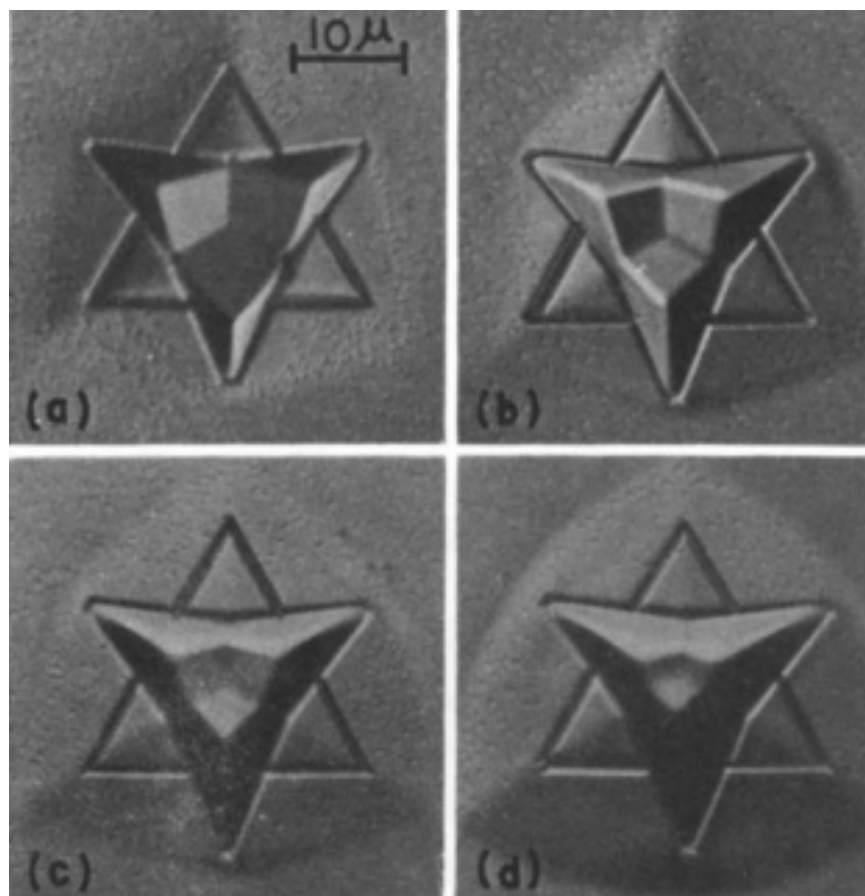


Рисунок 1.9 - Збільшене зображення гексаграмних дефектів, що складаються з трипірамідального бугра і тетрадера з дефектом укладання. Піраміди зростаються в пагорб шляхом осадження всередині кратера [8]

Таким чином, утворені горби набувають форми, показаної на Рисунку 1.9, і, як видно, тетраедри розломів нагромадження не завжди присутні або повні. Той, що в точці А, є повним, тоді як в точці В показує лише $\frac{2}{3}$, а в точці С - лише $\frac{1}{2}$ тетраедра розриву укладання. [8]

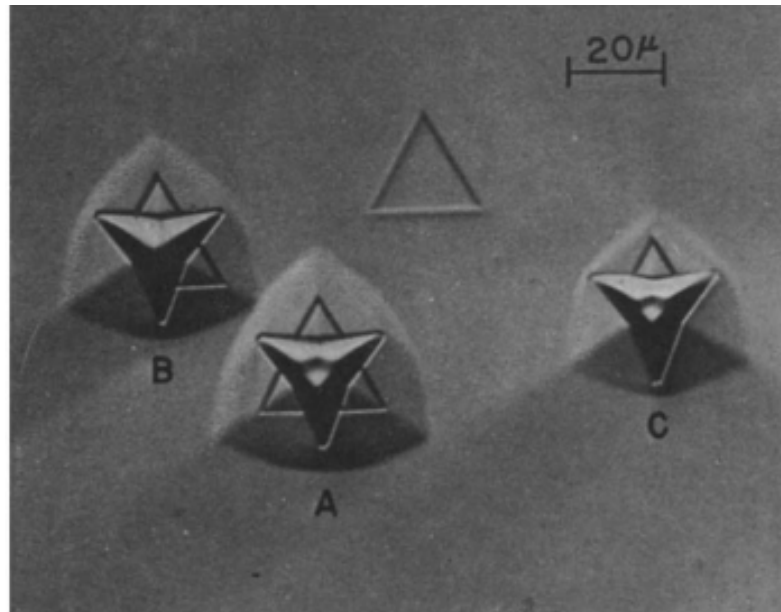


Рисунок 1.10 - Типові горби з різними ділянками розломів
нагромадження навколо них [8]

Аномальні ями.

У багатьох витравлених кремнієвих плівках з'являється висока щільність дрібних фонових ямок. Вони зустрічаються в плівках на високоомних, зонно-рафінованих, а також на матеріалі, вирощеному Чохральським n- і р-типу. Їх можна побачити під мікроскопом при звичайному прямому освітленні, але вони більш чіткі при освітленні темного поля і відносяться до домішок кластери. [8]

Приклади цього зростання, що містить тетраедри з дефектами упаковки та трипірамідні горби, показані на Рисунку. 1.11.

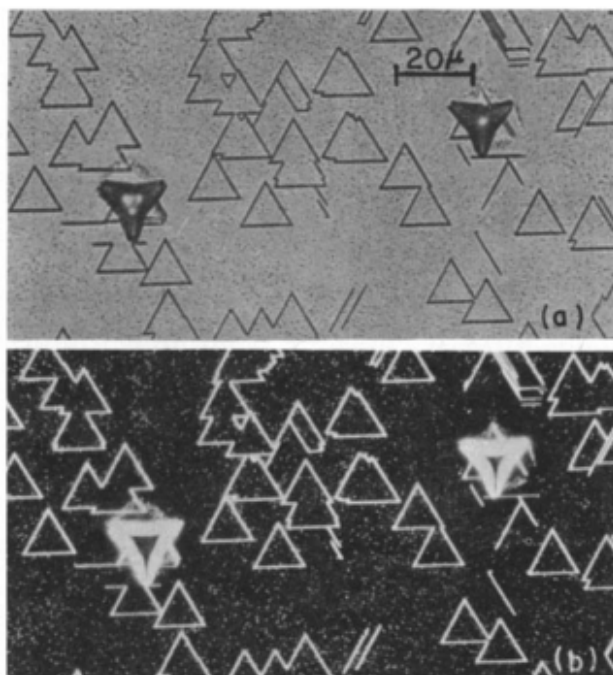


Рисунок 1.11 - Фонові ями в епітаксійному кремнії; (а) при звичайному прямому освітленні, (б) при освітленні в темному полі [8]

Області навколо горбів часто бідні на них. В інших випадках вони здаються більш щільними вздовж хребтів, що виходять з горбів. При більшому збільшенні в електронному мікроскопі вони демонструють відмінності, за якими їх легко відрізнити від дислокацій. Приклади таких виростів на показані на Рисунку 1.12. Як видно з ефектів тіні на дислокаціях (глибші ямки), вони мають плоске дно і мають глибину приблизно на порядок меншу, ніж у дислокацій. [8]

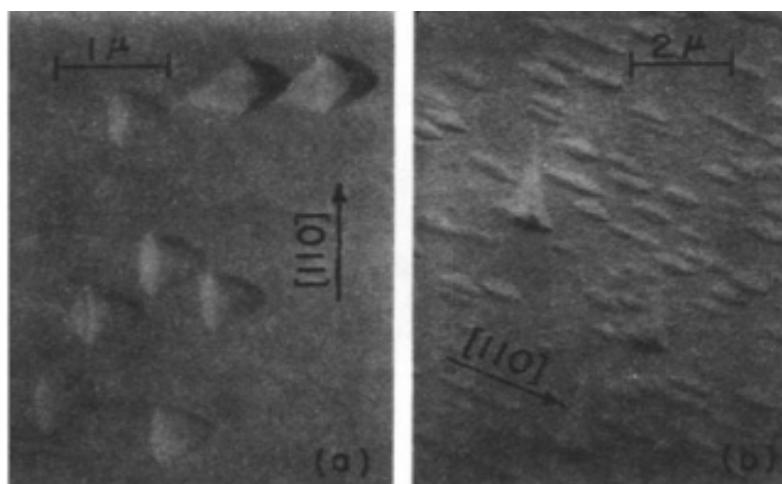


Рисунок 1.12 - Збільшене зображення фонових ямок (а), та (б) [8]

1.3. Висновки до першого розділу

Контроль дефектів структури епітаксійних плівок є важливою частиною виробництва напівпровідників та інших тонкоплівкових матеріалів. Дефекти структури можуть значно погіршити механічні, електричні та оптичні властивості плівок, що робить їх непридатними для використання в електронних приладах та інших пристроях.

Існує ряд методів, які можна використовувати для контролю дефектів структури епітаксійних плівок. Наприклад: використання високоякісних підкладок, тобто використовувати лише чисті підкладки та вільні від дефектів поверхні, що досягається за допомогою механічної обробки, хімічного очищення та травлення.

Важливим фактором при виготовленні епітаксійних плівок є оптимізація умов росту, контроль параметрів таких як: температура, тиск, швидкість нарощування та ін., використання методів пост-обробки(відпал, травлення, іонна імплантація, лазерна обробка, тощо), які можуть допомогти видалити дефекти, які утворилися під час росту, або змінити властивості плівки.

Контроль дефектів структури епітаксійних плівок є складним завданням, яке потребує ретельного контролю всіх етапів процесу вирощування та обробки. Завдяки застосуванню сучасних методів можна отримати високоякісні епітаксійні плівки з мінімальною кількістю дефектів, що робить їх цінними матеріалами для виробництва надійних та ефективних напівпровідникових приладів та інших тонкоплівкових матеріалів.

РОЗДІЛ 2.

МЕТОД СКАНУЮЧОЇ ЕЛЕКТРОННОЇ МІКРОСКОПІЇ ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ СТРУКТУРИ МАТЕРІАЛІВ

2.1. Скануюча електронна мікроскопія як метод дослідження структури матеріалів

У сучасному діджиталізованому світі, електронні пристрої, такі як: комп'ютери, мобільні телефони, та інші електронні пристрої є важливою частиною повсякденного життя. Дослідження структури матеріалів відіграє ключову роль в розвитку технологій виготовлення напівпровідників та тонкоплівкових матеріалів. Скануюча електронна мікроскопія є потужним інструментом з широким спектром методологій для характеристики мікроструктурних особливостей зразка від 100 нм до 100 мкм, який може використовуватися для дослідження структури матеріалів на різних стадіях їх виробництва та експлуатації. СЕМ дозволяє здійснювати візуалізацію та аналіз структури досліджуваних матеріалів та отримувати високороздільні зображення поверхні зразків включаючи їх морфологію, хімічний склад та кристалічну структуру, та дефекти матеріалів. [9]

Одночасне вивчення структури поверхні, концентраційного розподілення елементів і деяких фізичних властивостей матеріалів дозволяє встановити зв'язок між структурою і властивостями. Інформативність метода СЕМ набагато збільшується при одночасному проведенні локального хімічного аналізу за допомогою приставок рентгенівського спектрографа хвильової або енергетичної дисперсії. [10] Метод електронної мікроскопії є дуже ефективним методом у дослідження структури матеріалів, а іноді єдиним, який дозволяє отримати високоякісні зображення структур на мікро- та нанорівнях. [9-10]

На рисунку 2.1 зображено деякі типи мікроструктурних особливостей, які можна проаналізувати за допомогою електронної мікроскопії. З найвищою роздільною здатністю можна визначити розташування атомів у різних типах кристалічних структур. Аналіз агрегації атомів для формування кластерів, наночастинок, нанодротів і тонких плівок є ключовим внеском електронної мікроскопії в розвиток нанотехнологій. Матеріали рідко виготовляються так, як ви хотіли б, з дефектами, такими як дислокації, тріщини та шари поверхневого забруднення, які можна виявити за допомогою електронної мікроскопії. [11]

Коли розміри структур починають досягати >100 нм, починають розвиватися більш складні матеріали і структури. Деталі зернистої структури в полікристалічних металах і кераміці аналізуються за допомогою електронної мікроскопії протягом десятиліть. В останні 10 років спостерігається значне зростання в аналізі функціональних синтетичних матеріалів, таких як електронні пристрої, мікроелектромеханічні системи (МЕМС) та полімерні енергетичні матеріали. Аналіз м'яких матеріалів, біоматеріалів та біологічних зразків є паралельною сферою зростання, що підживлюється новим спектром екологічних мікроскопів, які можуть досліджувати м'які матеріали без швидкого руйнування. [11]

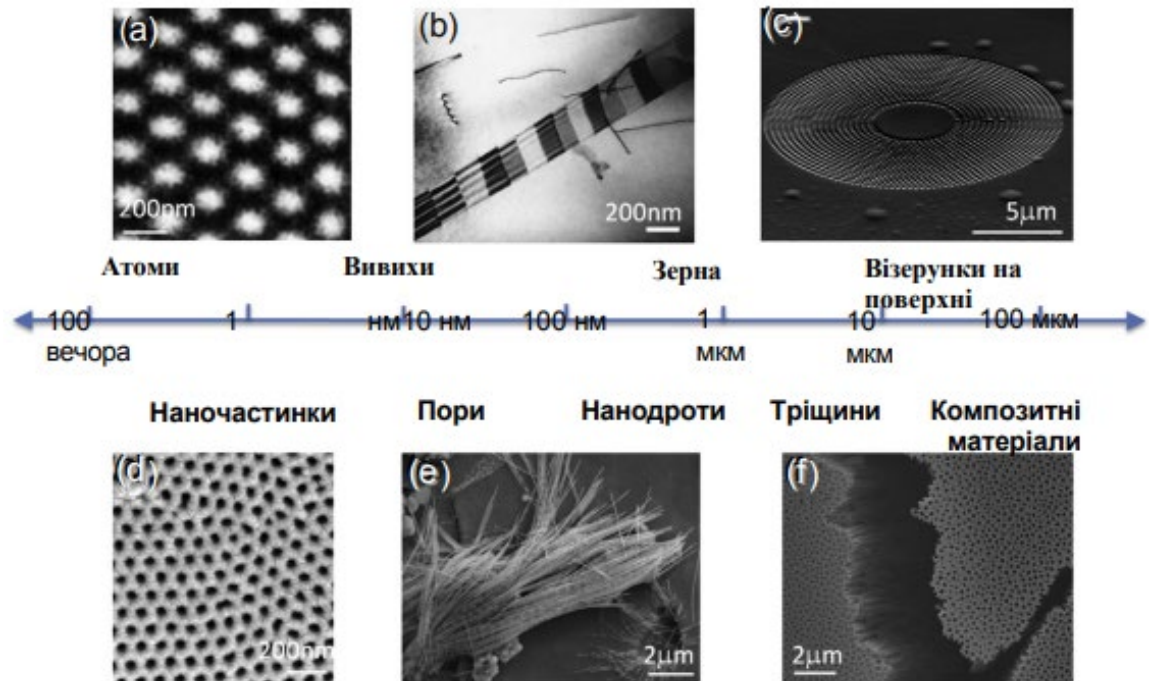


Рисунок 2.1 - Діапазон від нано- до мікроскопічних зображень, отриманих за допомогою СЕМ, дозволяє проводити різномасштабну кількісну оцінку мікроструктурних особливостей від атомів до складних мікроструктур. (а) Атоми в FeAl. (б) Кристалічні дефекти в TiAl. (с) Поверхневий візерунок Al. (д) Стовпчасті пори в Al₂O₃. (е) Нанодропи CoPt діаметром 50 нм. (ф) Злам тонкої плівки Al₂O₃[11]

Зображення в електронній мікроскопії формується шляхом збору сигналу, згенерованого взаємодією електронів зі зразком в різних точках зразка. Приклади електронно - мікроскопічних зображень, наведені на рис. 2.1, ілюструють складність мікроструктур, які можуть бути зображені за допомогою електронних мікроскопів, і складний контраст зображень у різних масштабах від атомного до макроскопічного, що виникає в результаті цього. Детальний аналіз контрастності зображень електронної мікроскопії може бути використаний для точної інтерпретації мікроструктури досліджуваного зразка, однак для розуміння даних може знадобитися час, терпіння, а іноді й чималі розумові здібності. [11]

Скануючий електронний мікроскоп – це прилад, який дозволяє отримувати зображення поверхні досліджуваного зразка, використовуючи сфокусований промінь електронів. При роботі СЕМ, електрони генеруються в електронній гарматі, а потім прискорюються і фокусуються, утворюючи потік електронів, який виходячи із зразка, використовуються для створення зображення. SEM - є інструмент для створення зображень, завдяки якому можливо отримати збільшений рисунок досліджуваного об'єкта приблизно від 10 до 300 000 разів. Шкала масштабування вказується на зображенні SEM, та використовується для обчислення розмірів і особливостей зображення. Сканувальні мікроскопи застосовуються як дослідницький інструмент в таких сферах як: фізика матеріалознавство, електроніці, нанотехнологіях, тощо. [12]

Основні завдання під час дослідження матеріалів за допомогою СЕМ:

1. Дослідження морфології матеріалів, вивчення шорсткості, тріщин, пор, виступів та інших дефектів поверхні з метою встановлення причин і їх усунення, аналіз топографії та мікрорельєфу матеріалу, дослідження текстури, вивчення розміру та форми та інших структурних елементів.
2. Аналіз хімічного складу, визначення елементного складу матеріалу за допомогою рентгеноспектрального аналізу, вивчення розподілу елементів по поверхні та в глибині матеріалу, ідентифікація хімічних сполук та фаз, дослідження дифузії та сегрегації елементів.
3. Створення нових каталізаторів із заданими властивостями поверхні (топографія і розміри пор носія і підложки), нових адсорбентів для очистки промислових викидів.
4. Дослідження структури проміжних шарів між композиціями, а також між основою (підкладкою) і покриттям;
5. Дослідження процесів деформації, рекристалізації, зв'язку структури матриці з дисперсними фазами в дисперсно – зміцнених матеріалах;

6. Контроль якості, виявлення дефектів та неоднорідностей в матеріалах, оцінка якості поверхні, контроль технологічних процесів виробництва, аналіз причин руйнування матеріалів.
7. 7.Вимірювання лінійних розмірів елементів мікроструктур в мікроелектронному виробництві. [10]

2.2. Будова скануючого електронного мікроскопа

Скануючий електронний мікроскоп (СЕМ) це прилад, який дозволяє отримувати зображення поверхні досліджуваного зразка з великою роздільною здатністю.

Принцип роботи СЕМ полягає у використанні пучка електронів для вивчення поверхні зразка. Як ми вже зазначали, під час роботи СЕМ, електрони генеруються в електронній гарматі, а потім прискорюються і фокусується, утворюючи потік електронів високої енергії. Цей пучок електронів направляється на поверхню проби, де він збуджує вторинні електрони. Потік вторинних електронів, що повертаються в СЕМ, збирається детектором, який транслює інформацію на комп'ютер. Детектори СЕМ зазвичай знаходяться на платформі, яка рухається по горизонтальній площині над поверхнею проби, що дає можливість сканувати області поверхні та збирати дані поступово, утворюючи зображення поверхні проби. З його допомогою можна отримати інформацію про внутрішню структуру зразка, зовнішню текстуру зразка, хімічний склад речовин, а також орієнтацію і розташування елементів, що входять до складу зразка. [13]

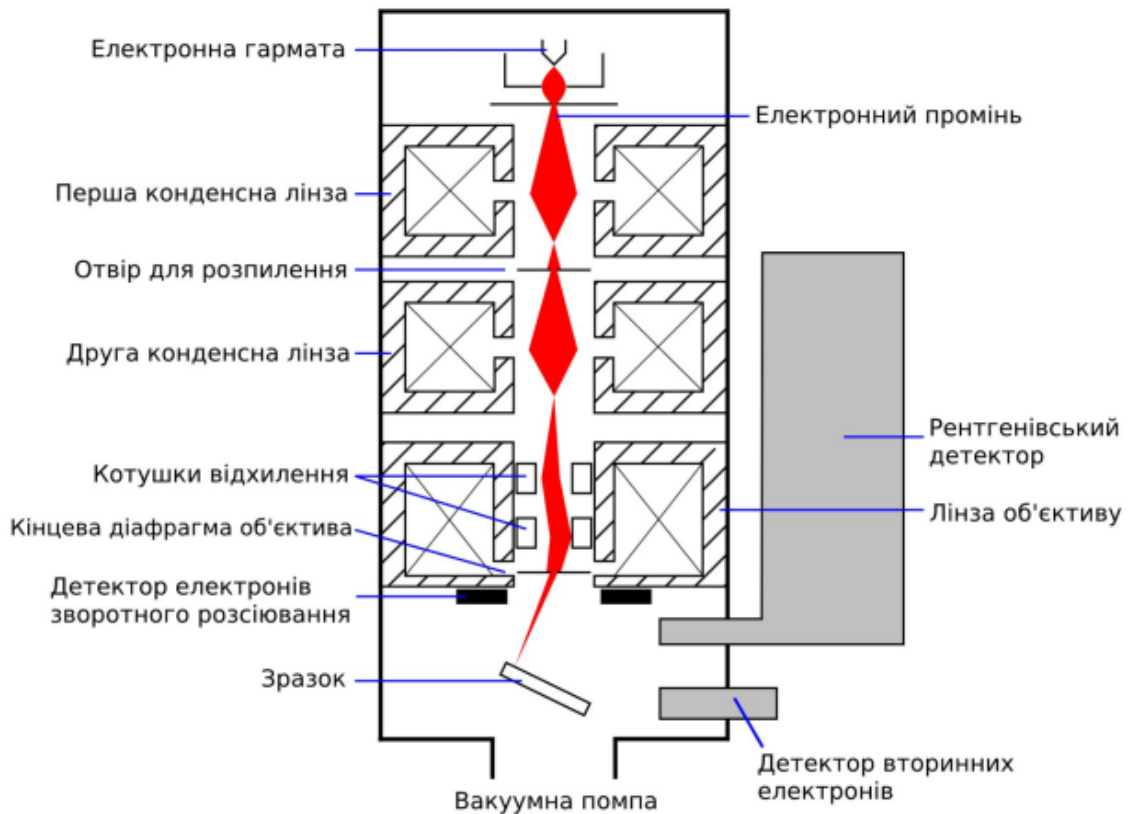


Рисунок 2.2 - Схематичне зображення скануючого електронного мікроскопа [14]

Для проведення досліджень через скануючий електронний мікроскоп необхідні наступні ключові компоненти [12]:

Джерело електронів. Електронна гармата виробляється в джерелі шляхом термоелектронного нагрівання. Потім ці електрони прискорюються до напруги 1-40 кВ і конденсуються у вузький пучок, який використовується для візуалізації та аналізу. Для зменшення проникнення електронів і досягнення кращої роздільної здатності зображень можна використовувати низьковольтний режим роботи СЕМ з напругою 1-5 кеВ. Існує 3 найпоширеніші типи джерел електронів: вольфрамова нитка, твердотільний кристал (гексаборид церію або гексаборид лантану), польова емісійна гармата. Електрони виробляються в джерелі шляхом термоелектронного нагрівання. Потім ці електрони прискорюються до напруги 1-40 кВ і конденсуються у вузький пучок, який використовується для візуалізації та аналізу. Існує 3 ключові типи

джерел електронів: вольфрамова нитка, твердотільний кристал (гексаборид церію або гексаборид лантану), польова емісійна гармата. [13]

Вольфрамова (W) електронна нитка складається з перевернутого V-подібного вольфрамового дроту довжиною близько 100 мкм, який нагрівається резистивним способом для вироблення електронів. Це найпростіший тип джерела електронів. [13]

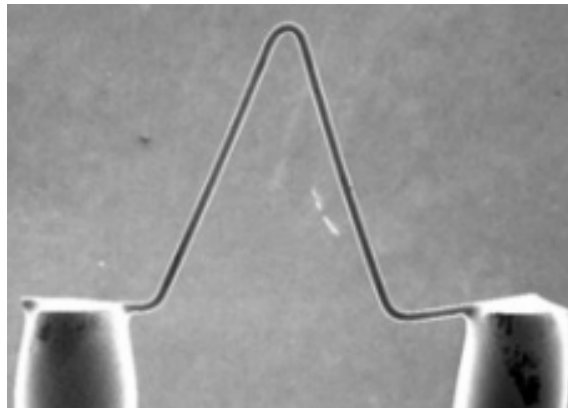


Рисунок 2.3 - Скануюче електронно-мікроскопічне зображення типової вольфрамової нитки [12]

Гексаборид лантану або гексаборид церію це термоелектронна емісійна гармата і є найпоширенішим джерелом високої яскравості. Це твердотільне 28 кристалічне джерело забезпечує приблизно в 5-10 разів більшу яскравість і набагато довший термін служби, ніж вольфрам. [12]

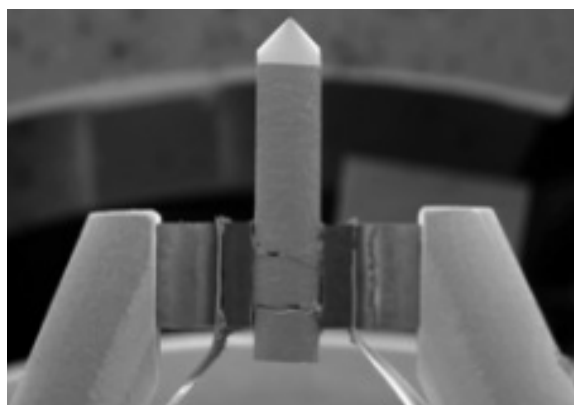


Рисунок 2.4 - Скануюче електронно-мікроскопічне зображення типового твердотілого кристалічного джерела електронів [12]

Польова емісійна гармата. Це вольфрамовий дріт з дуже гострим наконечником (менше 100 нм), який використовує польову електронну емісію для створення електронного пучка. Малий радіус наконечника покращує емісію та здатність фокусування. [13]

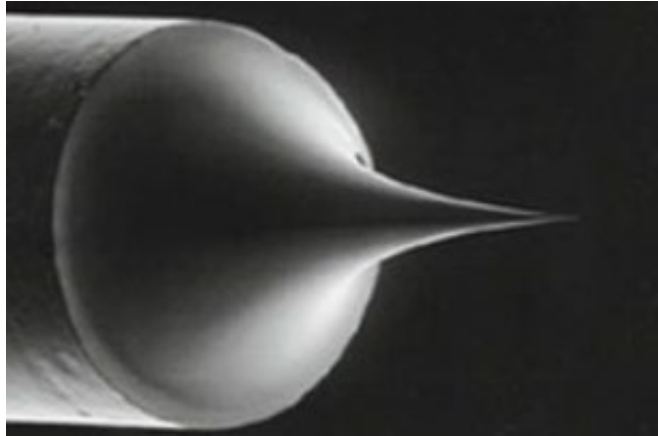


Рисунок 2.5 - Скануюче електронно-мікроскопічне зображення джерела електронів польової емісійної гармати [12]

Лінзи. Електромагнітні лінзи використовуються для фокусування електронів у пучок, регулювання астигматизму пучка, переміщення пучка по зразку і сканування пучка для створення зображень. У сучасних машинах користувач може запрограмувати різні схеми сканування, зокрема регулювати розміри сканування, швидкість сканування/час затримки плями і повторення схеми сканування. Ці параметри надають користувачеві високий ступінь контролю над процесом візуалізації, і досвідчений користувач може отримати зображення з роздільною здатністю в декілька нм. Чим вужчий промінь, тим меншу пляму він матиме при контакті з поверхнею, тому й існує термін "розмір плями". [15]

Скануюча котушка. Після того, як промінь сфокусовано, скануючі котушки використовуються для відхилення променя по осях X і Y таким чином, щоб він сканував поверхню зразка в растровому режимі. Камера для зразків. Зразки монтуються і поміщаються в камеру, яка вакуумується. Камера для зразків може включати в себе пристрої нахилу і обертання, виводи назовні,

температурні стадії, оптичні камери і безліч інших пристроїв для візуалізації зразка. [13]

Детектори. Коли електронний промінь взаємодіє зі зразком у скануючому електронному мікроскопі (СЕМ), відбувається багато подій. Загалом, для розрізнення вторинних електронів, розсіяних назад електронів або характеристичного рентгенівського випромінювання потрібні різні детектори. Залежно від прискорюючої напруги і щільності зразка, сигнали надходять з різної глибини проникнення. [12]

Після оже-електронів вторинні електрони виходять з наступної позиції за глибиною проникнення. Для отримання топографічного СЕМ-зображення використовується детектор вторинних електронів. Зображення детектора мають високу роздільну здатність, яка не залежить від матеріалу і отримується від непружно розсіяних електронів поблизу поверхні. Інформація про склад матеріалу не надається. [13]

Детектор зворотно-розсіяних електронів виявляє пружно розсіяні електрони. Ці електрони мають вищу енергію, ніж електрони від атомів під поверхнею зразка. Використання цього детектора дозволяє знизити рівень вакууму, зменшити вимоги до підготовки зразка і мінімізувати пошкодження пучка. [13]



Рисунок 2.6 - Схема детектора зворотно-розсіяних електронів для скануючої електронної мікроскопії [12]

Детектор зворотно-розсіяних електронів. У скануючій електронній мікроскопії зразки зображуються за допомогою сфокусованого електронного пучка, який раструється по поверхні. Зразки випромінюють різні типи електронів. Детектор зворотно-розсіяних електронів виявляє пружно розсіяні електрони. Ці електрони мають вищу енергію від атомів, що знаходяться під поверхнею зразка. Використання цього детектора дозволяє знизити рівень вакууму, зменшити вимоги до підготовки зразка і мінімізувати пошкодження пучка. [13]

Кількість і напрямок розсіяних електронів залежить від складу і топографії зразка. Контрастність зображення зворотно-розсіяних електронів залежить від багатьох факторів, включаючи атомний номер матеріалу зразка, напругу прискорення первинного пучка і кут (нахил) зразка по відношенню до первинного пучка. Матеріали з елементами, що мають більший атомний номер, дають більше розсіяних електронів, ніж елементи з меншим атомним номером. [12]

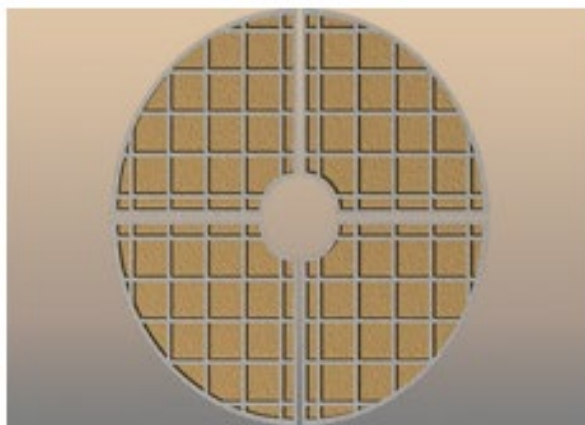


Рисунок 2.7 - Схема чотирьохквартантного детектора зворотно-розсіяних електронів [12]

Детектор вторинних електронів. Детектор вторинних електронів для скануючої електронної мікроскопії пропонує зображення з роздільною здатністю, що не залежить від матеріалу. Зображення детектора вторинних електронів використовує непружно розсіяні електрони поблизу поверхні зразка для отримання топографічної інформації. [13]

Підготовка зразків. Ретельна підготовка зразків є ключем до якісної електронної мікроскопії, і кілька додаткових годин, витрачених на оптимізацію підготовки та очищення зразків, можуть заощадити дні даремно витраченого часу на мікроскопію та аналіз зображень. По суті, брудні зразки призводять до того, що на СЕМ-зображеннях видно поверхневі забруднення. [11]

Не існує єдиного надійного способу підготовки зразків, але належна практика передбачає зберігання зразків у чистому середовищі, наприклад, у герметичних коробках, сушильних шафах і вакуумних упаковках. Вплив води/вологості можна зменшити, використовуючи висушувальні середовища або зберігаючи зразки у вакуумних камерах. Зразки із забруднених середовищ, таких як олія, водні розчини або повітря, можна систематично очищати за допомогою таких методів, як замочування в розчинниках і ультразвукове перемішування. Важливо, щоб з усіма очищеними зразками згодом працювали в рукавичках. Очищені, непровідні або погано провідні зразки зазвичай потребують покриття ультратонким покриттям, яке слугує для відведення накопиченого поверхневого електростатичного заряду. Придатними

матеріалами для покриття зазвичай є вуглець, золото і платина, для яких існує цілий ряд приладів для нанесення покриттів. Електростатичний заряд виникає через різницю у вхідному струмі (негативно заряджені первинні електрони) і вихідному струмі (кількість переданих первинних електронів). Зарядження викликає некаліброване відхилення вхідного електронного пучка, і його необхідно мінімізувати. [11]

Для СЕМ можна використовувати зразки діаметром від 3 до 20 см в залежності від встановленого в камері столика для зразків. Зазвичай столик моторизований, а іноді і керований комп'ютером, з 3 - 5 ступенями свободи руху. Режими лінійного переміщення (x , y , z), нахилу і обертання можуть бути використані для зміни положення зразка відносно вхідного електронного пучка. Для великих або грубих зразків діапазон нахилу і переміщення вгору (вісь z) може бути обмежений, оскільки жоден рух столика не повинен призводити до зіткнення з найнижчою частиною кінцевого електронного об'єктива (полюсною частиною об'єктива). Маневреність столика важлива для отримання зображень різних ділянок зразка під різними кутами нахилу, що дозволяє оптимізувати зібрані сигнали. Кріплення зразка до столика є гнучким, оскільки існує широкий вибір тримачів зразків, часто у вигляді плоских металевих дисків, які називаються заглушками для зразків . Важливими критеріями при встановленні зразка є надійна фіксація (особливо при дослідженні під великим нахилом), хороший електронний контакт між тримачем зразка і столиком (для запобігання накопичення електростатичного заряду), а також вертикальне позиціонування для забезпечення оптимального фокусного діапазону електронного пучка. [11]

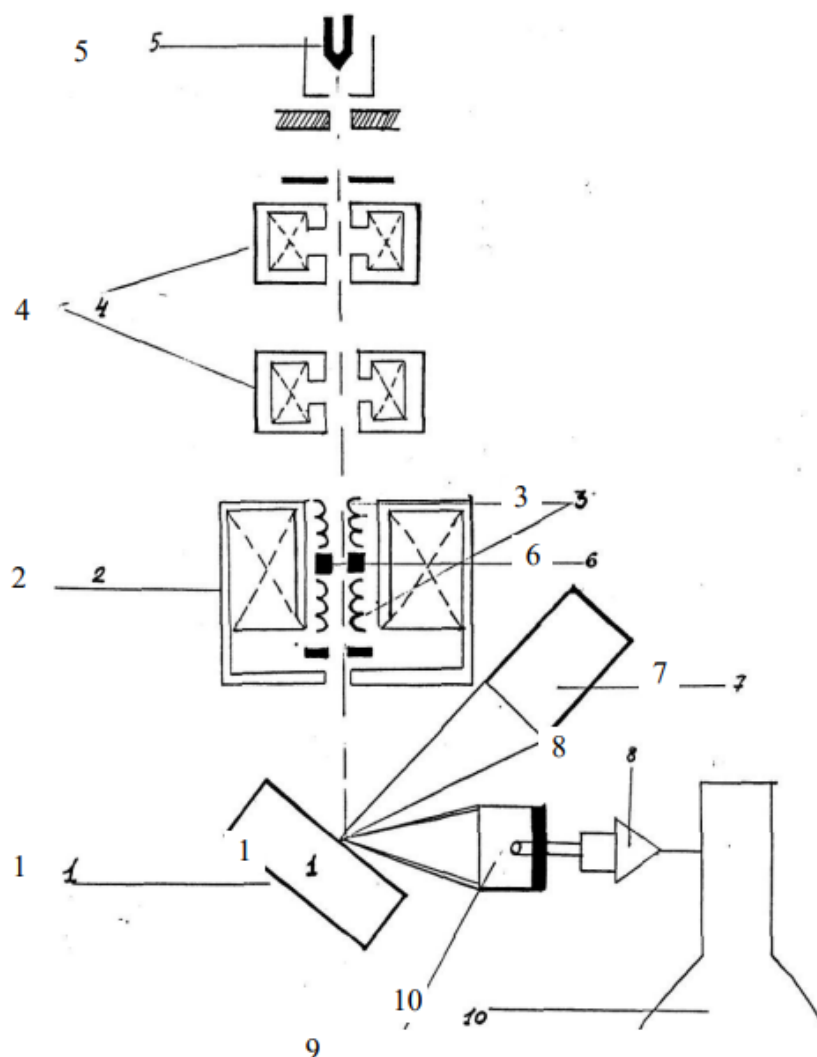


Рисунок 2.8 - Схема електронного мікроскопу РЕМ – 100у: 1 – зразок; 2 – 4 електромагнітні лінзи; 3 – котушка відхиляюча; 5 – катод; 6 – стигматор; 7 – детектор рентгенівського випромінювання; 8 – підсилювач фотопомножувача; 9 – детектор вторинних електронів; 10 – електронно – променева трубка [10]



Рисунок 2.9 - Електронний мікроскоп PEM – 100у [10]

2.3. Переваги СЕМ в дослідженні епітаксійних плівок

Скануюча електронна мікроскопія є незамінним інструментом для дослідження епітаксійних плівок. Даний метод дає змогу візуалізувати структуру плівок з дуже високою роздільною здатністю, завдяки чому можливо аналізувати такі деталі, як дослідження морфології матеріалів, аналіз

хімічного складу, вивчення шорсткості, тріщин, пор, виступів та інших дефектів поверхні з метою встановлення причин і їх усунення, аналіз топографії та мікрорельєфу матеріалу, дослідження текстури, вивчення розміру та форми та інших структурних елементів, вивчення розподілу елементів по поверхні та в глибині матеріалу, тощо. [15;16]

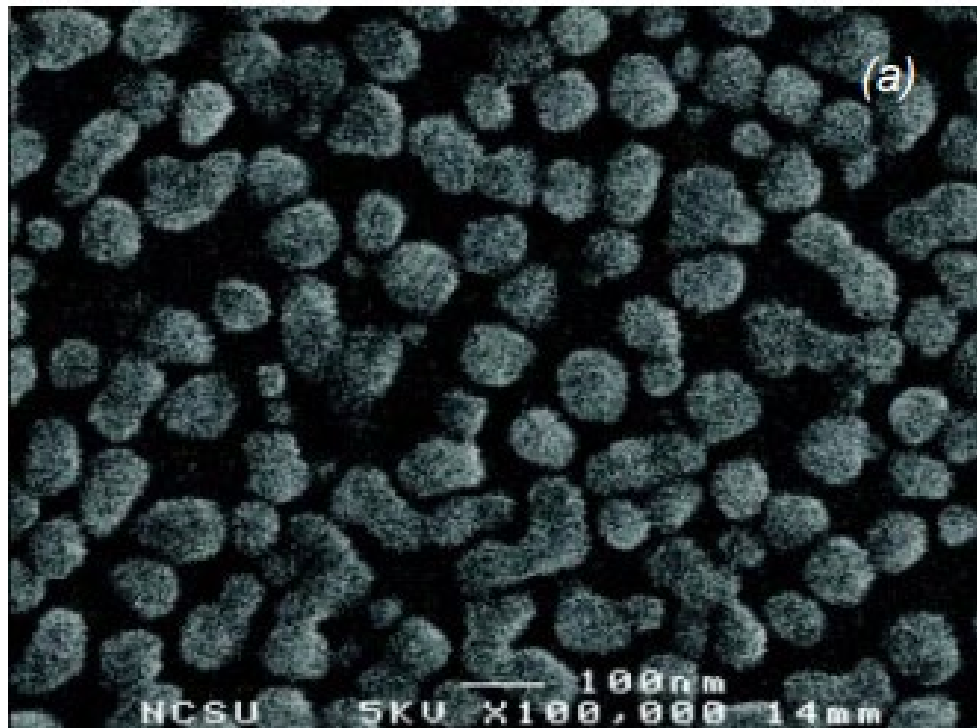


Рисунок 2.10 - СЕМ зображення міцної тонкої плівки полікремнію
100,000x[15;16]

Загальне застосування дослідження поверхні тонких плівок за допомогою СЕМ полягає у визначенні змін морфології при зміні параметрів осадження, таких як температура, тиск, час тощо. На рисунку 2.10 показано СЕМ зображення тонкої плівки полікремнію при збільшенні у 100,000 разів. [15;16]

За допомогою СЕМ можна отримати зображення зміни структури поверхні на великій площі (наприклад, кілька міліметрів). Це зображення є прикладом "шорстких" полікремнієвих плівок, які використовуються як конденсатори в пристроях пам'яті. [16]

Шорсткість цих плівок збільшує площу поверхні, що дозволяє утримувати більше заряду без збільшення бічних розмірів конденсаторів на мікросхемах. [16]

Важливу роль в дослідженні тонких плівок відіграє інтерпретація тонких перепадів висоти. На СЕМ-зображенні зміна нахилу може призвести до збільшення емісії електронів з поверхні зразка, що спричиняє більшу інтенсивність на зображенні. [16]

Однак іноді буває складновизначити, чи є об'єкт нахиленим вгору або вниз. Наприклад, на зображенні СЕМ на рисунку ба дуже важковизначити, чи є маленькі круглі структури нерівностями або ямками, навіть якщо нахилити столик для зразка в СЕМ. Єдиний інший варіант – розрізати зразок через одну з цих особливостей і подивитися на зразок у поперечному перерізі, що буде виглядати наступним чином нудним і трудомістким. Ця інформація була використана при дослідженні механізмів росту GaP на Si під час хіміко-променевого епітаксійного осадження. Визначення того, чи були ці особливості невеликими нерівностями чи западинами, змінило б посіб осадження для отримання епітаксійної плівки GaP. [16]

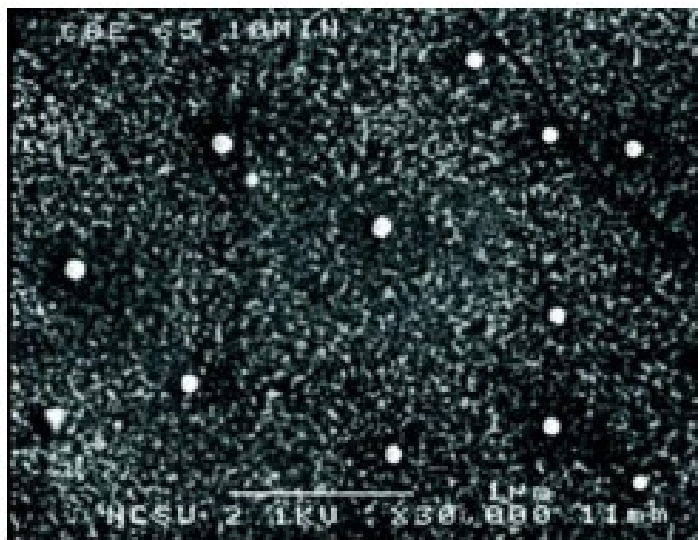


Рисунок 2.11 - (а) СЕМ зображення частково покритого GaP Si після осадження хіміко-променевою епітаксією протягом 10 хвилин. 30,000x [16]

Обробка напівпровідників зазвичай вимагає вимірювання структур з високим співвідношенням сторін, таких як канавки і наскрізні отвори. За допомогою РЕМ ці структури зазвичай вимірюють у поперечному перерізі, розрізаючи пластину і отримуючи зображення зразка з торця, щоб визначити розміри структури. Типовий приклад цього показано на рисунку 2.12. (б) [16]

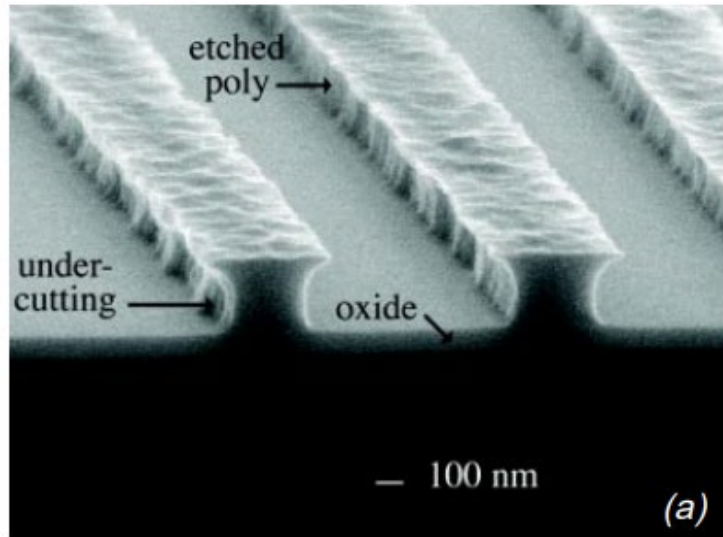


Рисунок 2.12 - (б) Поперечний переріз СЕМ – зображення ліній полікремнію, який показує підрізання внаслідок реактивного іонного травлення. Масштаб = 100 нм [16]

Хоча вимірювання за допомогою СЕМ є руйнівним для зразка, можливість зображення підрізів цих ліній є корисним застосуванням.

Однією з ключових переваг СЕМ перед іншими видами мікроскопії є велика глибина різкості. Ця здатність дозволяє отримувати зображення дуже шорстких поверхонь з міліметровою вертикальною інформацією в межах одного зображення. Зображення СЕМ нетканого поліетиленоксидного волокна можна побачити на рисунку 2.13. Глибина різкості і малий розмір променя дозволяють отримувати зображення волокон, розташованих далеко під верхнім шаром. Ця здатність також дозволяє вимірювати дуже шорсткі поверхні на великих поперечних площах. [16]

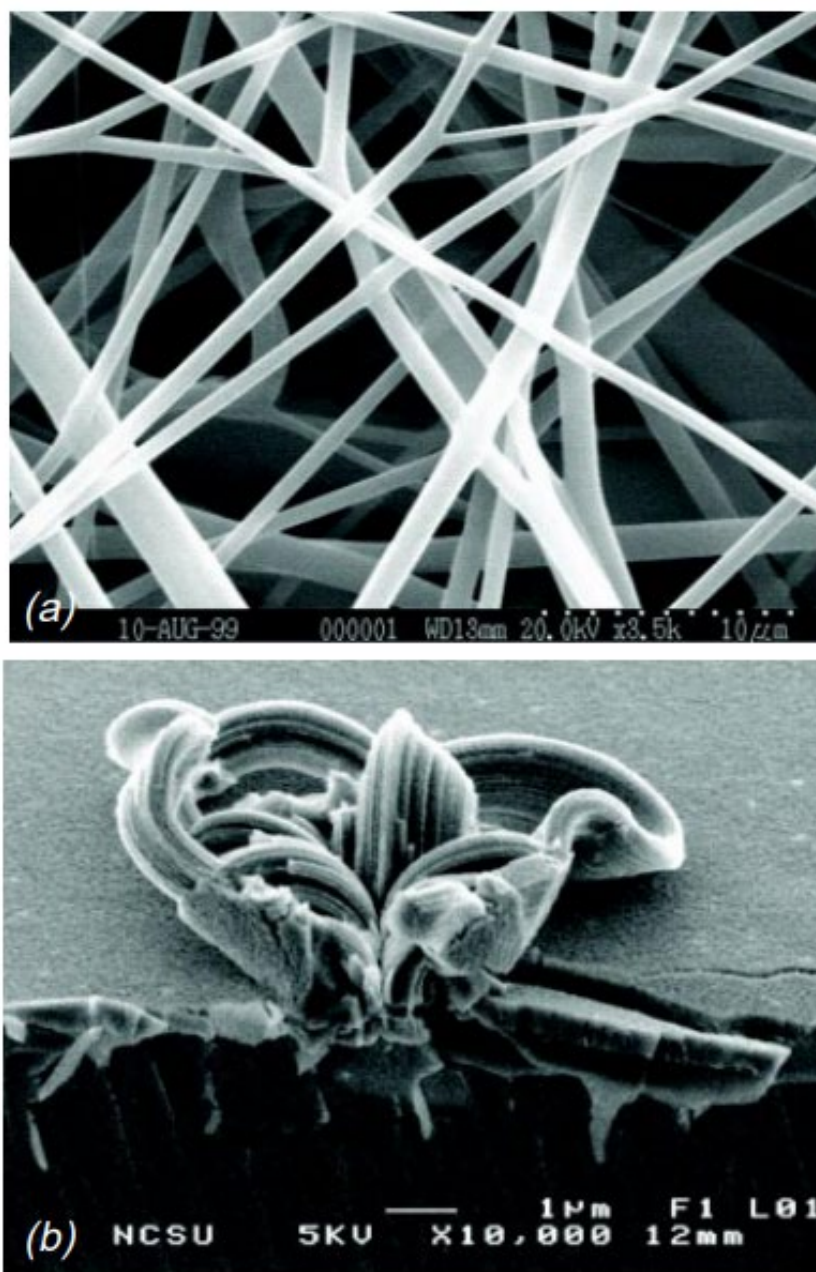


Рисунок 2.13 - (a) Зображення СЕМ зразка нетканого текстилю з поліетиленоксидних волокон. Велика глибина різкості СЕМ дає змогу отримати зображення волокон, які знаходяться на 10 мкм нижче верхнього шару волокон. Масштаб = 10 мкм; (b) СЕМ-зображення кристала Y_2O_3 . Масштаб = 1 мкм [16]

Для сканування ділянок, висота яких варіює від 5 до 10 мкм, СЕМ буде краще підходити для аналізу. Інший приклад складної тривимірної структури поверхні можна побачити на рисунку 2.13. Звивистий тривимірний кристал

оксиду Y_2O_3 , що росте з відносно плоского тонкого шару Y_2O_3 плівку на підкладці Si легко зображені в СЕМ (Рис. 2.13 (b)). [16]

Поряд із вторинною електронною емісією, яка використовується для формування морфологічного зображення поверхні в СЕМ, низка інших сигналів випромінюється в результаті попадання електронного променя на поверхню. Кожен із цих сигналів несе інформацію про зразок, яка дає підказки щодо його складу. [16]

Двома сигналами, які найчастіше використовуються для дослідження складу, є рентгенівські промені та електрони, розсіяні назад. Рентгенівські сигнали зазвичай використовуються для забезпечення елементного аналізу шляхом приєднання енергодисперсійного спектрометра (EDS) або довжинохвильового дисперсійного спектрометра (WDS) до системи SEM. Рентгенівське випромінювання є результатом непружного розсіювання між електронами пучка та електронами атомів зразка. [16]

Ця взаємодія призводить до викиду електрона внутрішньої оболонки з атома, утворюючи вакансію, яка заповнюється електроном зовнішньої оболонки. Цей стрибок із зовнішньої оболонки на внутрішню призводить до зміни енергії, яка створює рентгенівський або оже-електрон. Випромінюване рентгенівське проміння має енергію, рівну цій зміні. Потім рентгенівські промені детектуються або літєвим дрейфованим кремнієвим детектором для системи EDS, або газовим пропорційним лічильником для системи WDS. Типовий рентгенівський спектр, зібраний за допомогою системи EDS, показаний на малюнку рисунку 2.14. [16]

Зворотне розсіювання електронів є результатом розсіювання електронів променя поза зразком. У цьому випадку електрони падаючого пучка зазнають низки подій розсіювання всередині зразка, під час яких втрачається дуже мало енергії, що дозволяє цим електронам проникнути набагато глибше в зразок, ніж вторинні електрони, і все одно вийти з поверхні зразка, щоб бути виявленим. [16]

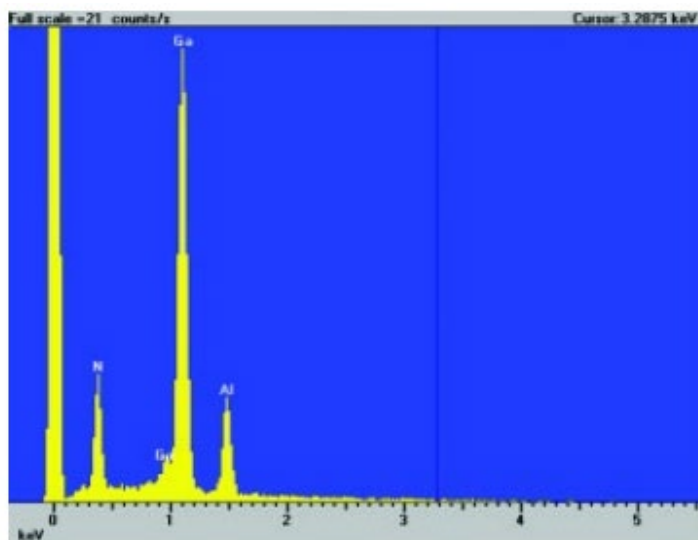


Рисунок 2.14 - EDS рентгенівський спектр тонкої плівки AlGaIn на підкладці SiC, що демонструє наявність N, Ga та Al [16]

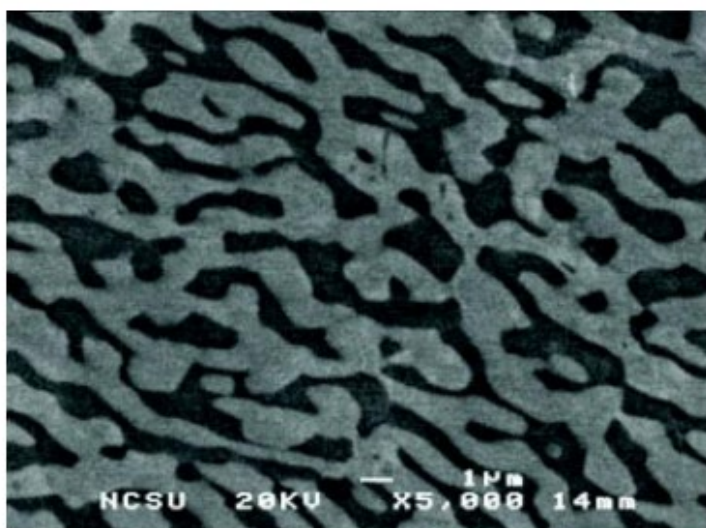


Рисунок 2.15 - Зображення СЕМ у зворотному розсіянні сплаву PbSn, що демонструє контраст, який базується на атомному номері двох компонентів. Яскравіші ділянки є багатими на Pb. 5,000x, масштаб = 1 мкм [16]

Встановлено, що відсоток електронів пучка, які стають зворотно розсіяними електронами, залежить від атомного номера матеріалу, що робить його корисним сигналом для аналізу складу матеріалу. Як тільки ці електрони виходять з поверхні, вони виявляються або детектором Еверхарт-Торнлі, або

твердотільним детектором. Приклад розсіяного зображення сплаву PbSn показано на малюнку 2.15. [16]

В останні роки, завдяки надзвичайно високому електричному полю пробою, відмінному пропусканню в УФ-області, високій термічній та хімічній стабільності, Ga_2O_3 привертає велику увагу в області оптоелектронних пристроїв, ультрафіолетових детекторів та газових сенсорів. Ga_2O_3 має п'ять кристалічних модифікацій: $\alpha, \beta, \gamma, \delta, \epsilon$ найстабільнішою з яких є $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$. Крім того, для плівкової епітаксії $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ прийнято кілька методів осадження, включаючи: хімічне осадження з газової фази (CVD), галогенідну епітаксію з газової фази (HVPE), атомно-шарове осадження (ALD), імпульсне лазерне осадження (PLD), молекулярно-променева епітаксія (MBE), туманне хімічне осадження з газової фази (Mist - CVD) та металоорганічне хімічне осадження з газової фази (MOCVD). За браком р-типу Ga_2O_3 , дуже актуальним є дослідження гетеропереходу $\text{n-Ga}_2\text{O}_3/\text{p-GaN}$, що вимагає високоякісного осадження плівок $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ на підкладку GaN. [17]

Плівки Ga_2O_3 вирощували на підкладках епі-GaN/сапфір у саморобній вертикальній MOCVD-системі низького тиску з тісно з'єднаним реактором у вигляді душової головки, товщина епішару GaN становила близько 1,9 мм. Усі підкладки були відполіровані з одного боку і нагрівалися радіочастотною індукцією. Перед вирощуванням підкладки послідовно очищали ацетоном, спиртом, деіонізованою водою, а потім сушили за допомогою N_2 . В якості прекурсорів галію і кисню використовували TEGa ($\text{Ga}(\text{C}_2\text{H}_5)_3$) і O_2 . Високочистий N_2 використовували як газ-носіє, що проходив через барботер TEGa для подачі парів TEGa в реактор, а температуру TEGa підтримували на рівні 24 °C. Епішар Ga_2O_3 вирощували при низькому тиску протягом 45 хв при різних температурах 600, 700 і 800 °C, відповідно. [17]

Морфологія плівок Ga_2O_3 , вирощених на підкладках епі-GaN/сапфір при різних температурах, також була проаналізована за допомогою SEM. [17]

Очевидно, що морфологія поверхні плівки змінюється з температурою. Як видно з рис. 3(а), на поверхні плівки з'являються деякі виступи, розмір

зерен невеликий, а кількість зерен обмежена. При підвищенні температури до 700 °C на поверхні з'являється багато зерен правильної форми з чітко окресленими межами (рис. 3 (б)). При підвищенні температури до 800 °C зерна починають зливатися у велику площу, а поверхня плівки стає набагато компактнішою і більш плоскою. На рис. 3 (b), (d) і (f) представлені СЕМ перерізи плівок β -Ga₂O₃, вирощених при різних температурах, що відповідають 600, 700 і 800 °C, відповідно. Межа між плівками і підкладками дуже чітка, а середні швидкості росту плівок становлять 13,36, 17,83 і 15,65 нм/хв для 600, 700 і 800 °C, відповідно. Зі збільшенням температури адсорбовані атоми мають високу кінетичну енергію та повинні мігрувати і зароджуватися, таким чином збільшуючи швидкість росту плівки. Однак при подальшому підвищенні температури швидкість розпаду β -Ga₂O₃ також збільшується і перевищує приріст швидкості росту, що призводить до зменшення швидкості росту. [17]

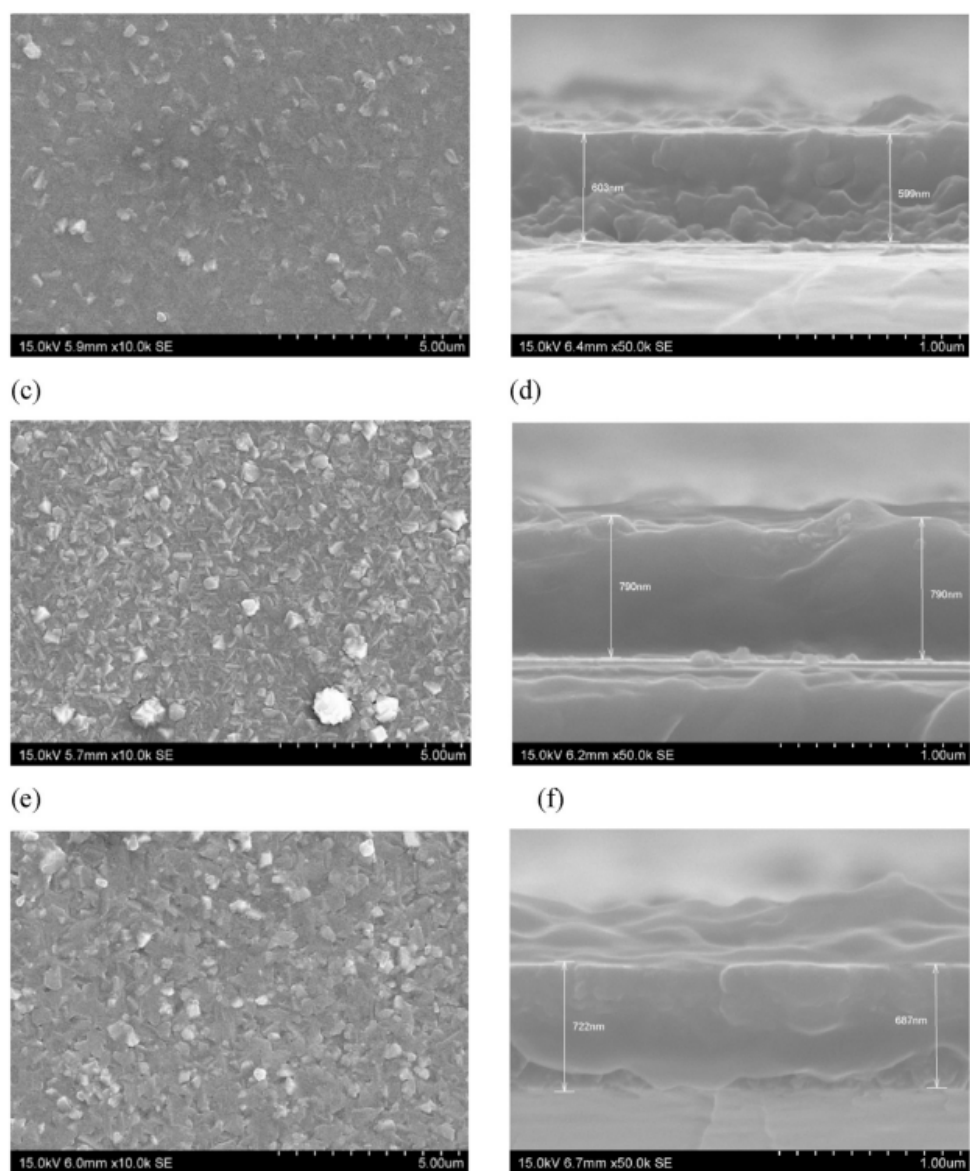


Рисунок 2.16 - Поперечні СЕМ-зображення плівок Ga_2O_3 , вирощених при температурах (а) 600 °С, (с) 700 °С та (е) 800 °С , поперечні СЕМ-зображення плівок Ga_2O_3 , вирощених при температурах (b) 600 °С , (d) 700 °С та (f) 800 °С [17]

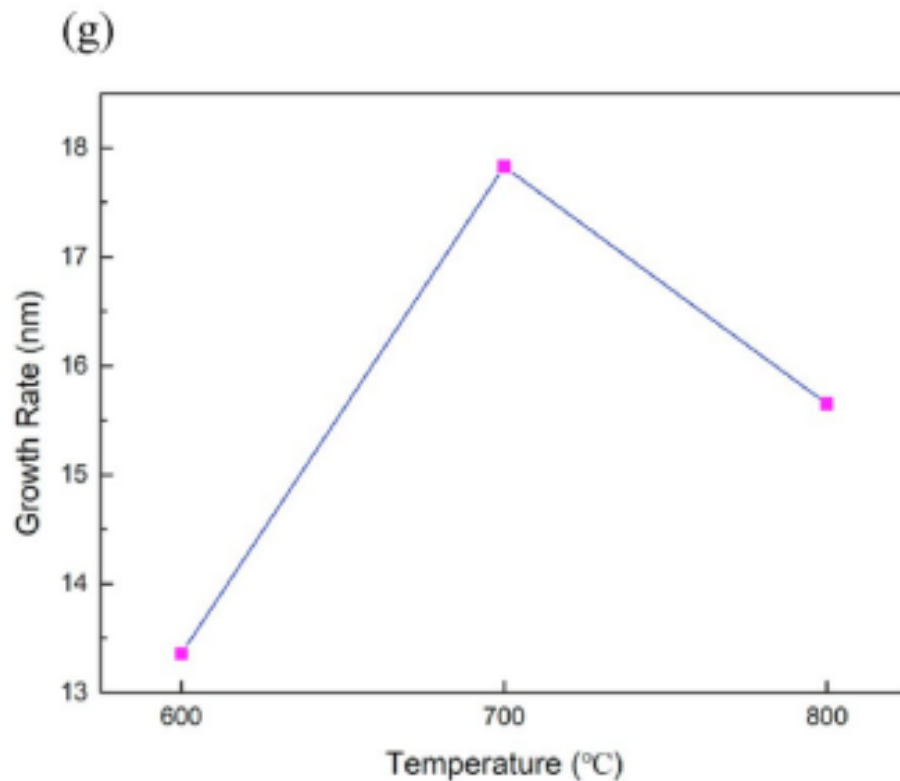


Рисунок 2.17 - (g) графік залежності швидкості росту плівок β -Ga₂O₃ від зміни температури вирощування [17]

Таким чином, β -Ga₂O₃ плівки вирощували на епі- GaN/сапфірі (0001) підкладок методом MOCVD низького тиску. Результати рентгеноструктурного аналізу показали, що були отримані плівки β -Ga₂O₃ з переважним ростом вздовж кристалічної площини, а якість кристалів покращувалася з ростом температури. Аналіз за допомогою СЕМ показав, що морфологія поверхні плівки суттєво змінювалася з підвищенням температури. Висока температура була більш придатною для коалесценції зерен, але швидкість осадження плівки зменшувалася при більш високих температурах росту. [17]

Потрійний напівпровідник CdZnTe привертає велику увагу завдяки своїм важливим застосуванням у детекторах ядерної радіації, сонячних елементах та підкладках для епітаксії HgCdTe. Епітаксійні товсті плівки CdZnTe широко вивчаються для виготовлення детекторів радіації великої площі, як перспективна альтернатива дорогим і обмеженим за розмірами

об'ємним кристалам CdZnTe. Епітаксійні плівки CdZnTe можна вирощувати методами молекулярно-променевої епітаксії (MBE), металоорганічного хімічного осадження з газової фази (MOCVD) та близькорозташованої сублімації (CSS). Серед цих методів, CSS є одним з економічних і поширених методів для великомасштабних застосувань завдяки швидкій швидкості росту, економічно ефективній роботі і високій ефективності використання матеріалу. Однак висока щільність дислокацій в епітаксійних плівках через невідповідність між епішаром і підкладкою призводить до високого темнового струму. Для використання в інфрачервоних пристроях потрібні епітаксійні плівки CdZnTe з щільністю дислокацій нижче 10^4 см^{-2} . Для зменшення дислокацій в епішарах зазвичай використовували такі методи, як осадження вибраної ділянки, введення буферного шару та багатоступеневе вирощування. Описані вище процеси оптимізації вимагають відповідного контролю процесу ранньої нуклеації та подальшого поширення дислокацій поблизу границі росту. [18]

Плівки CdZnTe вирощували у власноруч сконструйованій камері CSS. Як джерела використовували об'ємні полікристали $\text{Cd}_{0.9}\text{Zn}_{0.1}\text{Te}$, а як підкладки – GaAs розміром $12 \times 12 \text{ мм}^2$. Перед завантаженням у реактор підкладки знежирювали в ацетоні та етанолі під дією ультразвукової вібрації, а потім протравлювали при 60°C протягом 60 с у розчині $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O}$ (4:1:1), промивали в етанолі та сушили в чистому потоці N_2 для отримання чистої поверхні. Піч вакуумували до тиску $1 \times 10^{-1} \text{ Па}$ і заповнювали Ar. Відстань між джерелом і підкладкою підтримували на рівні 5 мм. Температура підкладки 350°C , температура джерела 710°C і тиск навколишнього середовища $1 \times 10^2 \text{ Па}$ були оптимізованими умовами росту для отримання високоякісних плівок CdZnTe. Плівки вирощували за таких умов протягом 27 с, 53 с і 80 с окремо, що є дуже короткими порівняно з повним часом росту. Ізольовані острівці з'являлися в плівці при часі росту 27 с. Для кращого розуміння поведінки росту острівців за різних умов росту температуру підкладки підвищували до 430°C або збільшували тиск навколишнього

середовища до 1×10^4 Па або 3×10^4 Па при часі росту від 27 с до 230 с. Було обрано та обговорено репрезентативні умови росту, наведені на рисунку 2.18. [18]

Зразки	Температура підкладки (°C)	Час росту (с)	Тиск навколишнього середовища (Па)	Середній вільний пробіг Cd (мм)
A1	350	27	1×10^2	4.4×10^{-1}
A2	430	53	1×10^2	4.4×10^{-1}
B1	350	230	1×10^4	4.4×10^{-3}
B2	350	230	3×10^4	1.5×10^{-3}
C1	430	230	3×10^4	1.5×10^{-3}

Рисунок 2.18 - Умови росту та середні довжини вільних пробігів молекул Cd для плівок $\text{Cd Zn}_{1-x}\text{Te}$ [18]

Температуру джерела підвищували з 540 °C до 710 °C за 430 с, а осадження починали, коли температура джерела досягала 540 °C, оскільки до цього осадження не спостерігалось. Морфологію поверхні та склад плівок аналізували за допомогою польового емісійного скануючого електронного мікроскопа (FE-SEM, Zeiss Supra- 55), а текстуру - за допомогою дифракції зворотного розсіяння електронів (EBSD). [18]

Вміст Zn, тобто x-значення осадженого $\text{Cd Zn}_{1-x}\text{Te}$ плівок, як показано на рисунку 2.19, знаходиться в діапазоні від 0,09 до 0,13, що є близьким до температури та тиск навколишнього середовища. У той час як внутрішня деформація і густина розміщення плівок A1, A2, B2 і C1, які знаходяться в діапазоні $(5,15-6,26) \times 10^{-3}$ і $(35,14- 68,30) \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$, відповідно, зменшуються зі збільшенням температури підкладки і навколишнього тиску внаслідок збільшення розміру доменів. Морфологія поверхні осаджених тонких плівок CdZnTe досліджена за допомогою растрової електронної мікроскопії, зображення представлені на рис. 2.21, 2.22 і 2.23. На рисунку 2.21 показано морфологію центральної частини плівок A1, A2, B1 і B2. Плівка A1

(рис. 2.21 (а)) вкрита шаром суцільних і однорідних острівців, що свідчить про швидкий процес нуклеації і відсутність чутливості до асиметрії поверхні GaAs. В той час як острівці в плівках A2, B1 і B2 (рис. 2.21 (b)-(d)) мають більші розміри порівняно з плівкою A1 і є менш компактними навіть при більшому часі вирощування. Розміри острівців плівок CdZnTe, оцінені за даними СЕМ у діапазоні 30-300 нм, значно більші, ніж розміри доменів, розраховані за допомогою рентгеноструктурного аналізу, а це означає, що кожен острівець складається з багатьох одиночних доменів. [18]

Зразки	a (Å)	D (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	$\delta \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$	Вміст Zn (значення x)	Співвідношення [Cd + Zn]/[Te]	Товщина (nm)	Шорсткість (nm)
A1	6.450	12.10	6.26	68.30	0.10	1.04	15.44	5.17
A2	6.424	13.91	5.43	51.68	0.13	1.02	35.67	12.80
B1	6.457	15.74	4.82	40.36	0.09	1.03	39.85	12.10
B2	6.454	14.75	5.14	45.96	0.09	1.04	42.96	14.00
C1	6.451	16.87	5.15	35.14	0.11	1.01	93.36	70.70

Рисунок 2.19 - Структурні, композиційні та морфологічні параметри плівок Cd Zn_{1-xx} Te[18]

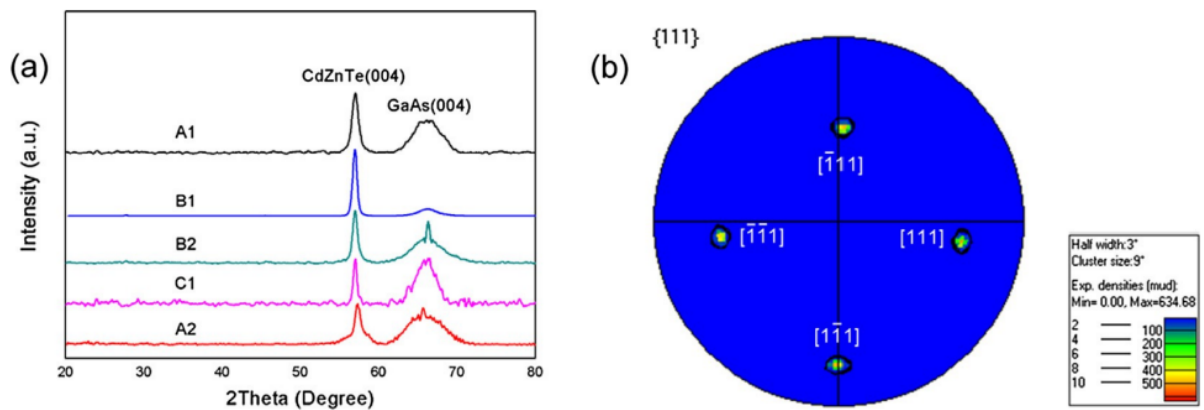


Рисунок 2.20 - Структурний аналіз на осаджених плівках (а) рентгенограми плівок A1, A2, B1, B2 і C1, (b) полюсна діаграма EBSD для плівки A1 [18]

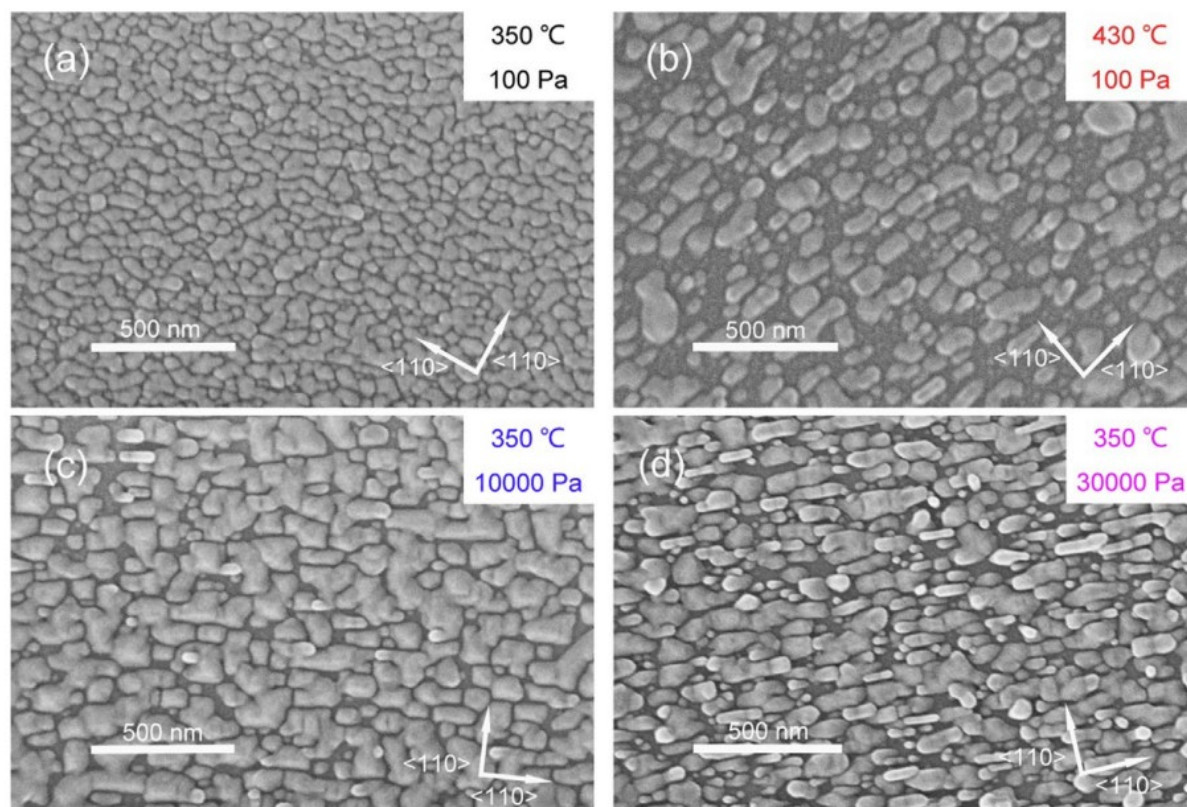


Рисунок 2.21 - СЕМ-зображення в центрі плівки для плівок (a) A1, (b) A2, (c) B1, (d) B2 [18]

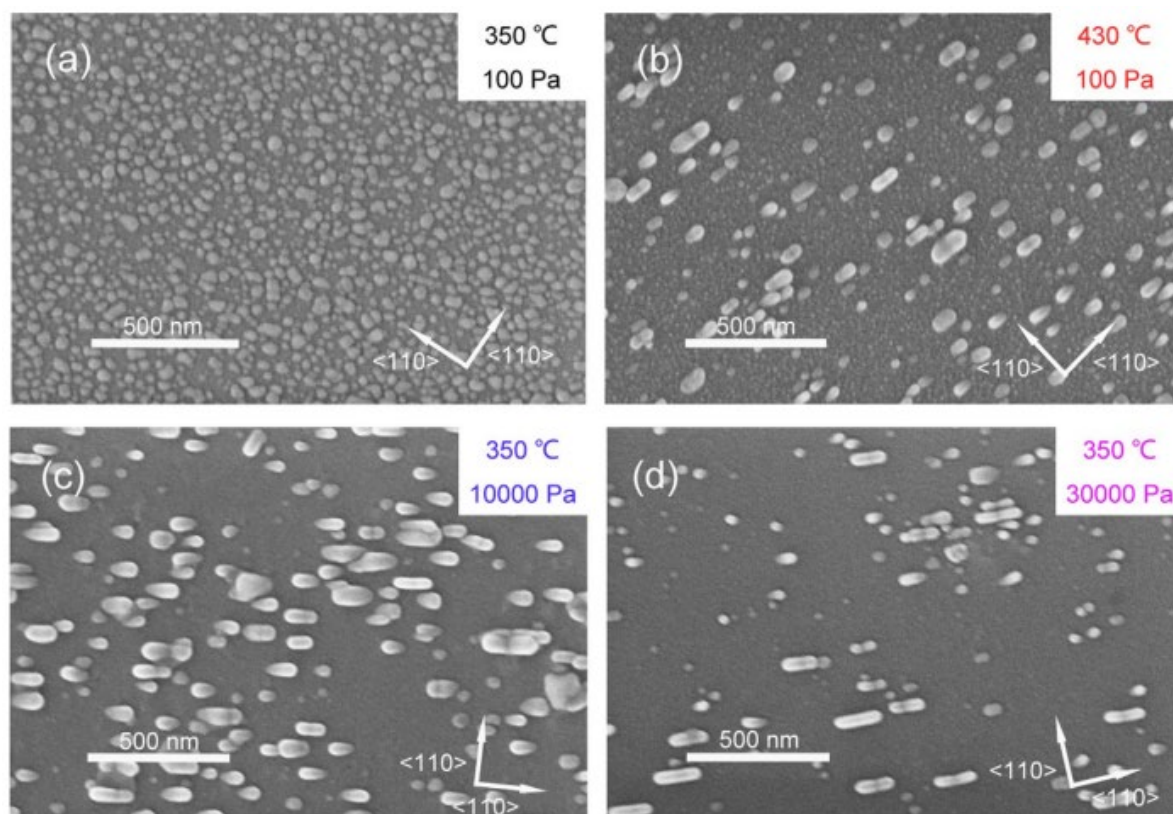


Рисунок 2.22 - СЕМ-зображення на краю плівки для плівок (a) A1, (b) A2, (c) B1, (d) B2 [18]

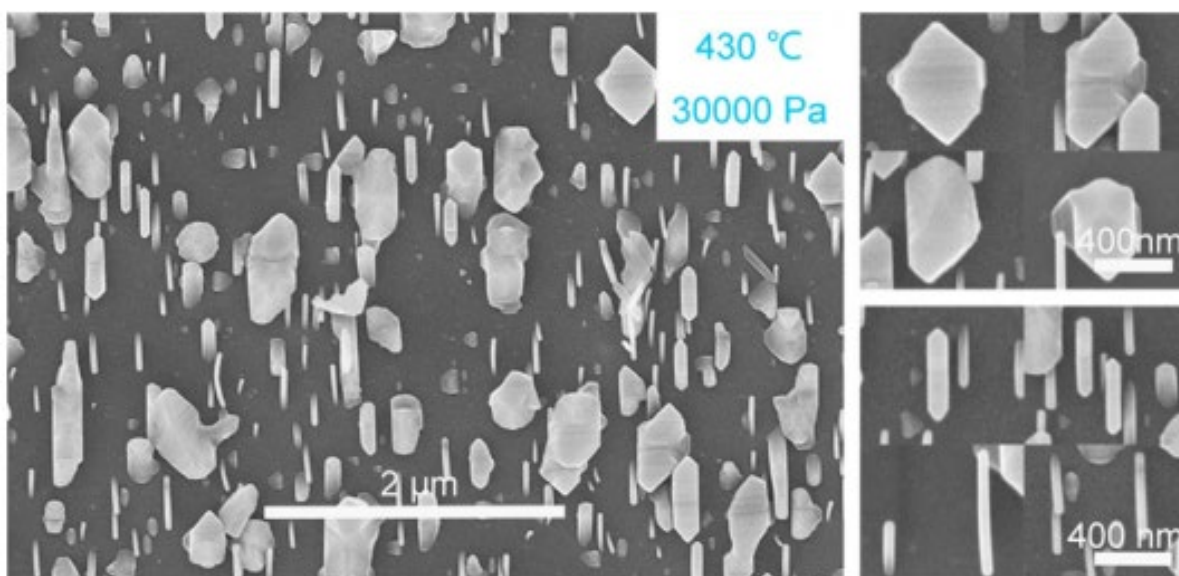


Рисунок 2.23 - СЕМ-зображення з центру плівки С1 [18]

При підвищенні температури підкладки до 430 °С і навколишнього тиску до 3×10^4 Па в центрі плівки С1 (рис. 2.23) утворюються окремі острівці, що пояснюється досить низькою швидкістю нуклеації. Ці острівці мають переважно полігональну форму з розмірами 300-700 нм або тонку смужкоподібну форму з шириною 50-80 нм. Більший розмір острівців полігональної форми вказує на більш ранню нуклеацію або швидкий ріст, тоді як тонкі смугасті острівці, швидше за все, утворюються внаслідок вторинної нуклеації між каналами. Коли дифузія і повторне випаровування атомів є достатньо високими за рахунок підвищення температури і навколишнього середовища, зародження на дефектній ділянці поверхні GaAs буде домінувати, оскільки дефектна ділянка діє як центр захоплення адатомів. В даному випадку дефектна ділянка поверхні GaAs, ймовірно, є нерівним місцем, що складається з високої щільності сходинок, відмінним від місця, де проходять звичайні нерівні сходинок. [18]

Ранні стадії росту епітаксійних плівок CdZnTe на підкладках GaAs, осаджених методом CSS, були досліджені з метою вивчення механізму росту. Розраховано середній розмір доменів, внутрішню деформацію та густину дислокацій у плівках і виявлено, що вони сильно залежать від температури підкладки та навколишнього тиску. Плівки, вирощені при 350 °С і тиску $1 \times$

10^2 Па, мають найкращу однорідну і гладку поверхню. При підвищенні температури підкладки до $430\text{ }^{\circ}\text{C}$ або тиску навколишнього середовища до 1×10^4 Па або 3×10^4 Па острівці стають менш скупченими. мають більшу шорсткість поверхні та демонструють переважний ріст вздовж одного з напрямків, що може бути наслідком великої невідповідності ґраток. Результати цього дослідження показують, що початкову мікроструктуру, морфологію та поведінку острівцевого росту епітаксійних плівок CdZnTe, вирощених за допомогою CSS, можна суттєво змінити, регулюючи температуру підкладки та умови навколишнього середовища. Зростання при достатньо низькій температурі підкладки і низькій температурі навколишнього середовища є більш вигідним для отримання рівномірного і гладкого початкового шару CdZnTe. [18]

2.4. Висновки до другого розділу

Скануюча електронна мікроскопія (SEM) допомагає здійснювати візуалізацію та вивчення структури досліджуваних матеріалів, на підставі отримання високороздільних зображень поверхні різних. Це дозволяє дослідити їх морфологічні особливості, хімічний склад, кристалічну структуру і можливі дефекти матеріалів. За умови одночасного проведення локальних хімічних аналізів через рентгенівський спектрографі хвильової або енергетичної дисперсії якісно зростає рівень інформативності означеного методу.

Метод SEM дозволяє сформувати зображення за допомогою збору сигналу, який генерується через взаємодію електронів зі зразком у різних точках зразка. При цьому електрони генеруються у електронній гарматі, після чого їм надається прискорення. Внаслідок цього вони фокусуються, утворюючи потік електронів, що використовується для створення зображення.

Скануюча електронна мікроскопія як метод пізнання дозволяє виконати такі завдання: 1) дослідити морфологію матеріалів; 2) здійснити аналіз хімічного складу матеріалу; 3) створювати нові каталізатори з заданими властивостями поверхні; 4) досліджувати структури проміжних рядів між композиціями; 5) вивчати процеси деформації матеріалів; 6) контролювати

якість матеріалів; 7) здійснювати вимірювання лінійних розмірів елементів мікроструктур у матеріалах.

Скануюча електронна мікроскопія дозволяє отримувати в результаті дослідження зображення зразків з великою роздільною здатністю. СЕМ за будовою складається з електронної гармати, конденсних лінз, відхиляючої котушки, катоду, стигма тора, детектора рентгенівського випромінювання, підсилювача фотопомножувача, детектора вторинних електронів, електронно-променевої трубки.

Під час дослідженням СЕМ кількість і спрямованість розсіяних електронів перебуває у залежності від складу і топографії досліджуваного зразка. А контрастність зображення може залежати від атомного номера матеріалу зразка, напруги прискорення висхідного пучка променів, кута (нахилу) зразка щодо висхідного пучка. Якість отриманих результатів на СЕМ залежить від дотримання чистоти експериментів і дослідження зразків. У процесі дослідження різних зразків ці умови можуть змінюватись. Однак існують загальні правила їх зберігання, насамперед у чистому середовищі, герметичних коробках, сушильних шафах і вакуумних упаковках.

СЕМ, порівняно з іншими методами дослідження епітаксійних плівок, має цілий ряд переваг: 1) дозволяє досліджувати матеріали з дуже високою роздільною здатністю, а точніше аналізувати дефекти, морфологію та інтерфейсні явища; 2) СЕМ відкриває можливості для науковця використовувати цілий ряд спеціалізованих методів, як-от атомно-силової мікроскопії (АСМ), вторинної електронної мікроскопії (ВЕМ), рентгенівської мікроскопії (ПМ), скануючої тунельної мікроскопії (СТМ); 3) використання СЕМ дозволяє зазвичай не руйнувати зразки досліджуваних матеріалів, що забезпечує можливість проведення доцільної кількості їх експериментальних досліджень; 4) СЕМ може використовуватись для встановлення кількісних параметрів досліджуваних зразків через вимірювання товщини, шорсткості, щільності та морфології епітаксійних плівок; 5) універсальність СЕМ дозволяє досліджувати широкий спектр матеріалів, як-от нанопровідники, метали, оксиди і кераміку.

РОЗДІЛ 3.

МЕТОД EBSD, ОСНОВИ МЕТОДУ ТА ПРИКЛАДИ ЗАСТОСУВАННЯ

3.1. Основи методу EBSD

Дифракція зворотного розсіювання електронів (EBSD) є потужним аналітичним методом, який дозволяє отримувати мікротекстурні дані матеріалів, такі як розміри зерен/субзерен, локальна деформація, орієнтація точка-точка, ідентифікація/розподіл фаз і аналіз текстури, головним чином в матеріалознавстві, геонауках та інженерії. Пробопідготовка таких структур є складним завданням, що іноді є основною причиною невдач аналізу. [19]

Ці дані в основному базуються на моделях Кікучі, які збираються в межах перших 100 нм від поверхні матеріалу і вимагають плоских і неушкоджених поверхонь: кристалічна решітка повинна бути чистою від забруднень або аморфних шарів і без деформацій; за винятком випадків, коли метою вимірювань є аналіз деформацій [20].

Хороша видимість і чіткість цих структур дозволяє судити про те, наскільки добре був підготовлений зразок, і є необхідною умовою для якісного аналізу. EBSD-спектрометри здебільшого поєднуються з СЕМ (растровий електронний мікроскоп), а іноді можуть бути інтегровані з енергодисперсійним рентгенівським спектрометром (EDS). [19]

Саме сильні сторони цього методу ускладнюють пробопідготовку, межі зерен, неоднорідні зернисті матеріали з різною твердістю, розмірами, орієнтацією і хімічним складом можуть бути надзвичайно складними і роблять процедури, деталі і протоколи пробопідготовки унікальними для кожного типу або групи зразків [20].

При розробці та вивченні нових матеріалів розуміння їхньої кристалічної структури грає вирішальне значення. Дифракція зворотного

розсіювання електронів (EBSD), також відома як дифракція Кікучі зворотного розсіювання (BKD), являє собою метод, який використовується для отримання точної кристалографічної інформації з об'ємних матеріалів, тонких плівок і наноструктур з високою роздільною здатністю (порядку 20 нм). Типові матеріали, які можна досліджувати за допомогою EBSD, включають метали, каміння, кераміку та напівпровідники. Метод дозволяє ідентифікувати окремі орієнтації зерен, межі зерен та ідентифікацію фаз. Він також використовується для вивчення таких процесів, як рекристалізація та зростання зерен, і є дуже потужним інструментом щодо полів деформації в кристалах. [19]

Картини EBSD були вперше виявлені Нішикова і Кікучі в 1928 як в режимі зворотного розсіювання, так і в режимі передачі, використовуючи електронно-чутливу плівку. У 1990-х роках були розроблені повністю автоматизовані системи EBSD в SEM. Можливість автоматично індексувати EBSD та відображати просторовий розподіл орієнтації кристалів призвела до того, що EBSD став гарною альтернативою рентгенівському аналізу текстури полюсними фігурами і, таким чином, відкрив нові горизонти у кількісному картуванні орієнтації та дослідження кордонів зерен. [19]

Експериментально EBSD проводять у сканувальному електронному мікроскопі (SEM), оснащеному EBSD-детектором. Комерційні EBSD-детектори складаються зі збуджуючого електронного променя, електронно-чутливого екрану (люмінофора або сцинтилятора), розташованого перед зразком, який зазвичай нахилений приблизно на 70° градусів по відношенні до горизонту (зазвичай це робиться шляхом нахилу столика РЕМ з тримачем зразка), що дозволяє більшій кількості електронів розсіюватися і вилітати в напрямку детектора. [19]

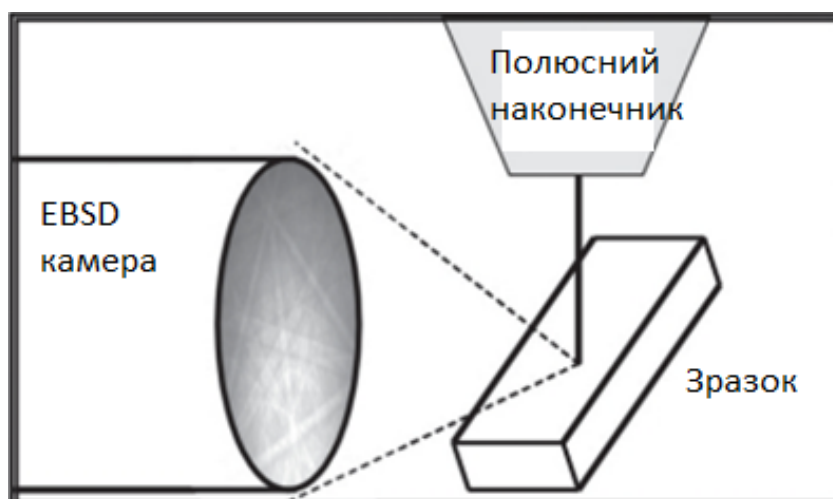


Рисунок 3.1 - Розміщення зразка в камері РЕМ відносно полюсного наконечника та фосфорного екрану [19]

Електрони розсіюються під поверхнею, згодом дифрагуючи між кристалографічними площинами. Дифраговані електрони, які конструктивно інтерферують, згідно з законом Брегга, утворюють картину, що складається з пересічних смуг (конусів Косселя). Кути дифракції мають малі значення 1 або 2 градуси, тому смуги виглядають на екрані як прямі лінії. Дифраговані картини зображуються шляхом розміщення люмінофорного екрану перед камерою EBSD впритул до зразка в камері СЕМ (рис. 3). Люмінофор в екрані взаємодіє з дифрагованими електронами і випромінює світло, придатне для запису камерою (сучасна камера оснащена мікросхемою з зарядовим зв'язком (ПЗЗ), а більш рання версія - відеокамерою з кремнієвою трубкою (SIT) для роботи в умовах низької освітленості). Цифрова камера використовується для отримання зображення дифракційної картини, утвореної розсіяними електронами, що падають на екран назад . [19]

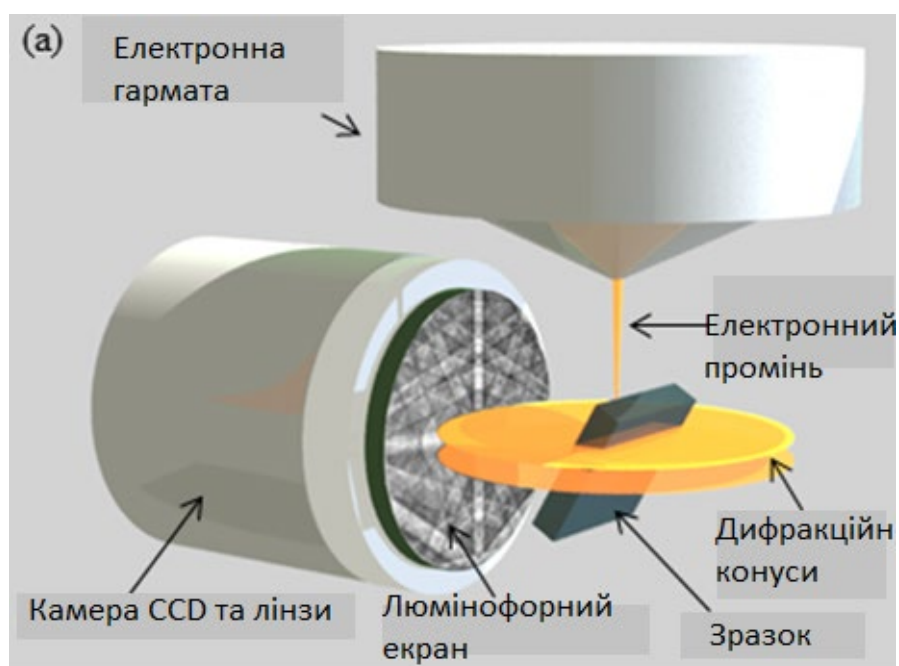


Рисунок 3.2 - Ілюстрація геометрії звичайного детектора EBSD[19]

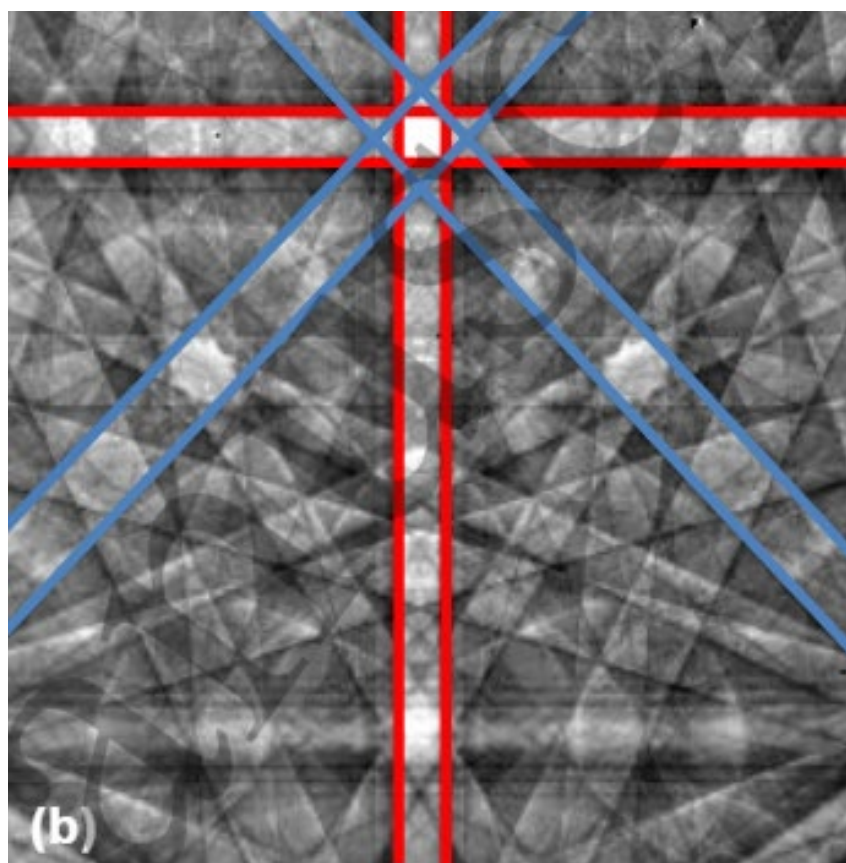


Рисунок 3.3 - (b) EBSP з Si, отриманий при енергії 20 кеВ з кутом збору 70°. Червоні та сині лінії окреслюють смуги Кікучі, що відповідають певним площинам [19]

Картина дифракції зворотного розсіювання електронів EBSD, показана на рис. 3.3 (b), отримана при 20 кеВ із зразка кремнію за допомогою прямого детектування електронів з енергетичним фільтром із кутом збору 70° . Детектування електронів дозволяє отримати високоякісні EBSD при низьких енергіях електронного пучка, отримання шаблону до 3 кеВ. Отримання карт EBSD при меншій енергії електронного пучка має призвести до вищої просторової роздільної здатності. [19]

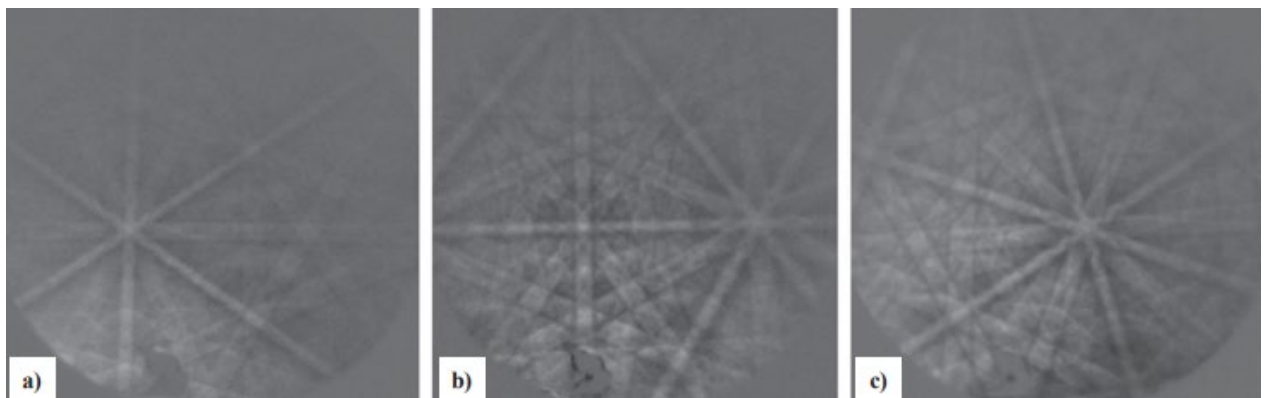


Рисунок 3.4 - Структури EBSD з: а) комерційно чистого алюмінію з кубічною структурою грань-центр (FCC), б) електротехнічної сталі (сплав Fe-Si) з кубічною структурою центр-центр (BCC), в) альфа-фази титану з гексагонально - щільноупакованою (HCP) структурою[21]

На рис. 3.4 показано картини EBSD для трьох різних матеріалів з різною кристалічною структурою. Смоги на малюнку представляють площини відбиття в об'ємі дифракційного кристала. Отже, геометричне розташування смуг є функцією орієнтації дифракційної кристалічної решітки таким чином, що (а) симетрія кристалічної решітки відображається в картині, (б) ширина та інтенсивність смуг безпосередньо пов'язані з відстанню між атомами в кристалографічній площині і (в) кути між смугами безпосередньо пов'язані з кутами між кристалографічними площинами. На рис. 4 показано картини EBSD для трьох різних матеріалів з різною кристалічною структурою. [21]

Детальний опис інтенсивностей в EBSD можливий з використанням хвильового підходу Блоха в динамічній теорії дифракції електронів; однак геометрію EBSD можна описати в першому наближенні, розглядаючи кутове положення електронів, які були відображені за Брегг від площин решітки зразка кристала. Проникаючи в зразок, електрони падаючого пучка розсіюються як пружно, і непружно. Це створює джерело електронів, що розходиться, з широким діапазоном енергій. Пружно розсіяні електрони та квазіупруго розсіяні електрони (ті електрони, які втратили лише відносно невелику кількість енергії через розсіювання фононів або плазмонів) можуть рухатися таким чином, що їх енергія та напрямок задовольняють умові Бреґга: $2d\sin\theta = n\lambda$, для набору площин і піддаються дифракції, де d – відстань між площинами, θ – кут Бреґга, λ – довжина хвилі електрона, а n – порядок дифракції. [19]

Внаслідок циліндричної симетрії умови бреґівського відображення щодо нормалі до площини ґрат утворюються дифракційні конуси (конуси Косселя). Коли ці конуси перетинають люмінофорний екран, лінії Кікучі спостерігаються у гномонічній проекції, рис. 3.3. Лінії Кікучі виглядають майже прямими, оскільки конуси дуже пологі, тому що кут Бреґга θ має порядок 1° . Лінії Кікучі накладаються на дифузне тло, яке створюється переважно непружно розсіяними електронами з нижчою енергією, які були розсіяні по Бреґгу. Оскільки кожна смуга Кікучі (пара ліній Кікучі) ефективно прикріплена до площини, з якої сформована, діаграма EBSD забезпечує прямий вимірювання орієнтації зразка. Обертання кристала призведе до обертання EBSD; нахил кристала призведе до зсуву EBSD. EBSD, отримані з сітки точок зразка, можна використовувати для створення карти нахилу або обертання в цьому зразку. [20]

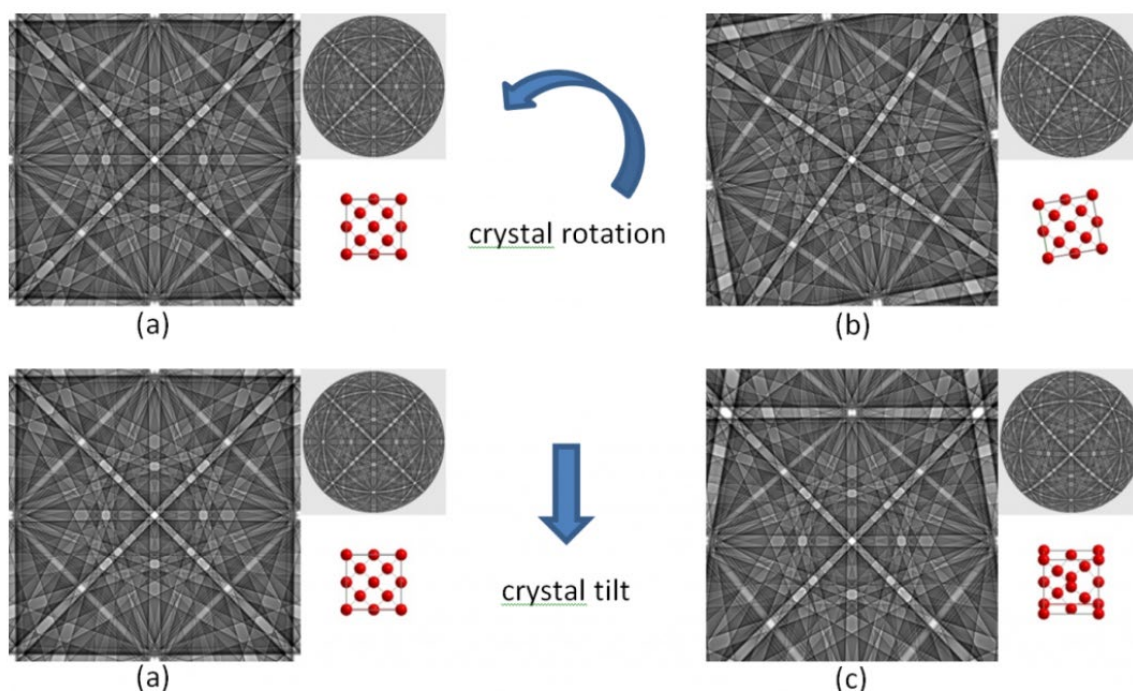


Рисунок 3.5 - Вплив обертання та нахилу монокристалічного кремнію на картину EBSD: (а) Si (100); (б) кристал, повернутий на 10° ; (в) кристал, нахилений на 10° . На вставці з правого боку кожного зображення показано тривимірний сферичний візерунок Кікучі та відповідні види кристалічної структури у реальному просторі. (Схеми були змодельовані з використанням пробної версії програмного забезпечення ESPRIT DynamicS компанії Bruker) [20]

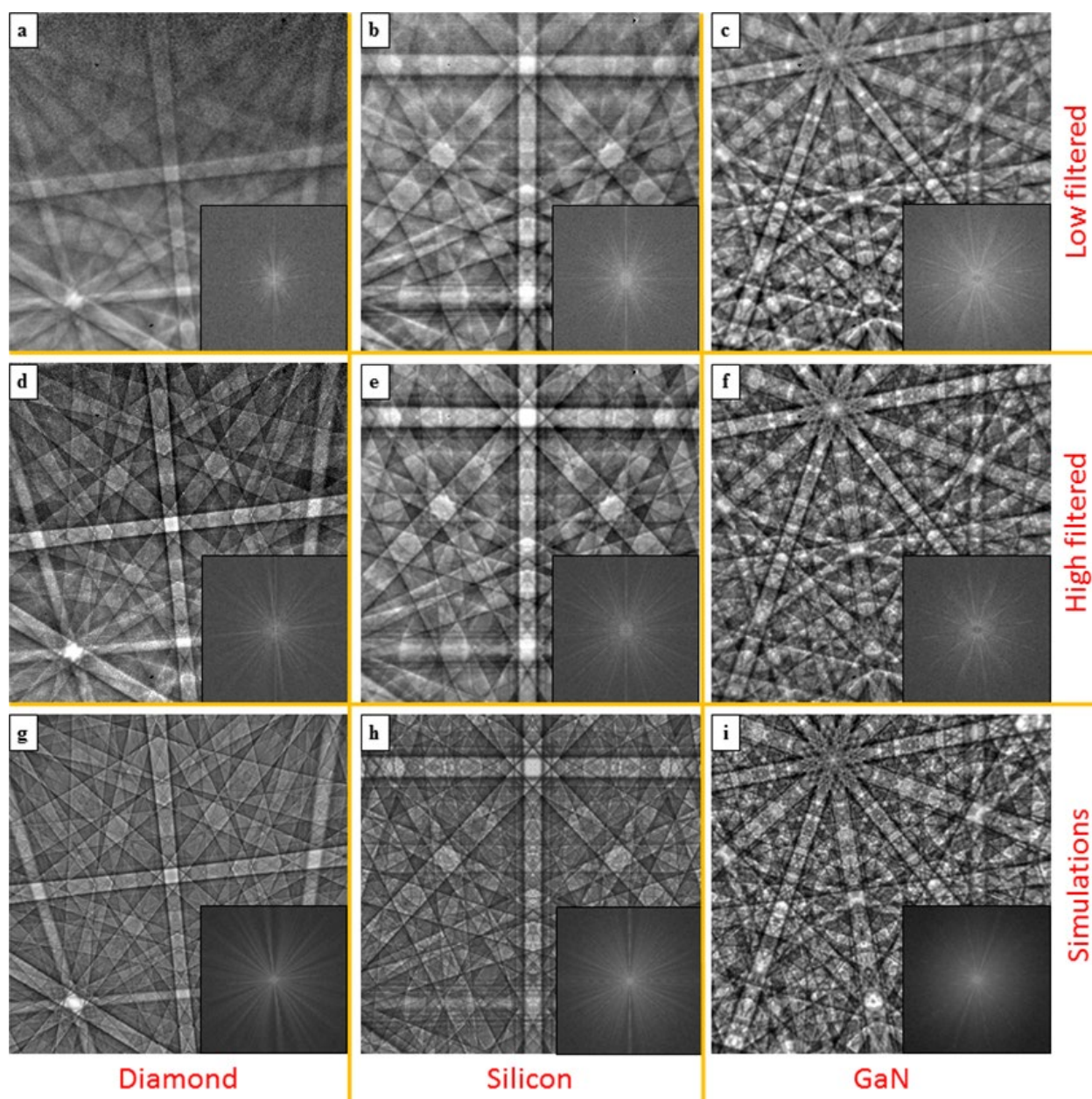


Рисунок 3.6 - Експериментальні та змодельовані EBSD з алмазу (a, d, g), Si (b, e, h) та GaN (c, f, i) для енергії падаючого пучка 20 кеВ та зондового струму ~ 10 нА. . (a-c) були отримані за допомогою фільтра високих частот 4,6 кеВ, (d-f) були отримані за допомогою фільтра високих частот 19,4 кеВ і (g-i) являють собою моделювання. Вставками є швидке двовимірне перетворення Фур'є кожного зображення [20]

3.2. Приклади застосування методу EBSD

За останні два десятиліття було проведено багато досліджень з використанням методу EBSD на різних матеріалах, спочатку в університетах і дослідницьких центрах, а останнім часом і в промисловості. Сьогодні, окрім постійного зростання дослідницької активності з використанням EBSD в усьому світі, цей метод також знаходить свій шлях до доповнення інших методів і сприяє більш детальній характеристиці мікроструктури та кращому розумінню властивостей матеріалів. Нижче наведено кілька таких прикладів. [20]

EBSD та наноіндентування

Зразок електротехнічної сталі спрямованого затвердіння (Fe з вмістом Si 3 мас. %) зі стовпчастою зернистою структурою деформували плоским деформаційним стисканням до істинної деформації 1,6 при кімнатній температурі, причому вісь стискання була паралельною до стовпчастої осі зерен. Після деформації поверхня стиснутого зразка (перпендикулярно до осі стиснення) була підготовлена для дослідження EBSD звичайним механічним шліфуванням і поліруванням з наступним фінальним вібраційним поліруванням (після вібраційного полірування чітко видно границі зерен в однофазному сплаві). Після зняття EBSD карти з високою роздільною здатністю (рис. 3.7a і 3.7c) деформований зразок загортали у фольгу з нержавіючої сталі і частково відпалювали при 620 °C протягом 30 хвилин у соляній ванні для отримання частково відпаленої структури (з відновленими ділянками і рекристалізованими зернами). Після відпалу поверхню повторно полірували і отримували нову карту EBSD з високою роздільною здатністю з того ж місця, щоб ідентифікувати і вибрати окремі рекристалізовані зерна і добре відновлені, але не рекристалізовані ділянки для наноіндентування за допомогою сферичного алмазного наконечника з радіусом 13,5 мкм (рис. 3.7b і 3.7d). На рис. 3.7a і 3.7b наведені карти інверсійної полюсної фігури (IPF) тієї ж області в деформованому і частково відпаленому стані. На картах IPF кожна окрема орієнтація кристалів забарвлена по-різному, а кольорове кодування

орієнтацій представлено у вигляді стандартного стереографічного трикутника (SST), показаного у вигляді вставки в правому нижньому куті зображення. SST є частиною функції геометричного відображення, яка проектує сферу на площину і показує сегмент сфери, обмежений точками (001), (101) і (111) кристалографічних полюсів, що охоплює всі кристалографічні орієнтації. На рис. 3.7a показані як первинні границі зерен, так і перехідні смуги, що утворилися під час деформації, а на рис. 3.7b - переважно рекристалізовані зерна, що утворилися поблизу та вздовж первинних границь зерен. [20]

Обведені кружком окремі рекристалізовані зерна і виділені квадратом добре відновлені ділянки були відібрані для наноіндентування і дослідження накопиченої енергії (збільшення густини дислокацій) після деформації і подальшого часткового відпалу. На рис. 3.7c і 3.7d наведено кольорові карти границь зерен однієї і тієї ж ділянки в деформованому і частково відпаленому стані, відповідно. На кольоровій карті границь зерен різні кольори відповідають різним діапазонам розорієнтації границь зерен, що показано у вигляді вставки в правому нижньому куті зображення. [20]

Межі зерен з розорієнтацією більше 15 градусів вважаються висококутовими границями зерен (HAGB) і позначаються наступним чином характеризуються як високорухливі границі зерен. На рис. 3.7c показано, що основні межі зерен є HAGB і що смуги деформації як у верхній лівій, так і в нижній лівій областях також мають характер HAGB (позначені синім кольором). Можна помітити, що в деформованому стані присутня велика частка границь зерен з низьким кутом нахилу (LAGB) з розорієнтацією менше 5 градусів (червоним кольором), що пов'язано з підвищеною щільністю дислокацій. На рисунку 3.7d показано, що після деформації рекристалізовані зерна в основному формуються в областях з великою кількістю HAGB. На двох додаткових вставках показано збільшені ділянки ГЦК з рекристалізованими зернами, відібраними для наноіндентування. Також можна помітити, що після парціального відпалу частка HAGB збільшилася (приблизно з 17% до 47%) в основному за рахунок зменшення частки LAGB

(приблизно з 61% до 39%). На основі наноіндентування було зроблено висновок, що щільність дислокацій у відновлених ділянках була на два порядки більшою, ніж у рекристалізованих зернах. Продемонстровані принципи характеристики кристалографічної текстури, розорієнтації границь зерен і щільності дислокацій були використані для розробки термомеханічної обробки електротехнічної сталі з бажаною текстурою і оптимальним розміром зерна. [20]

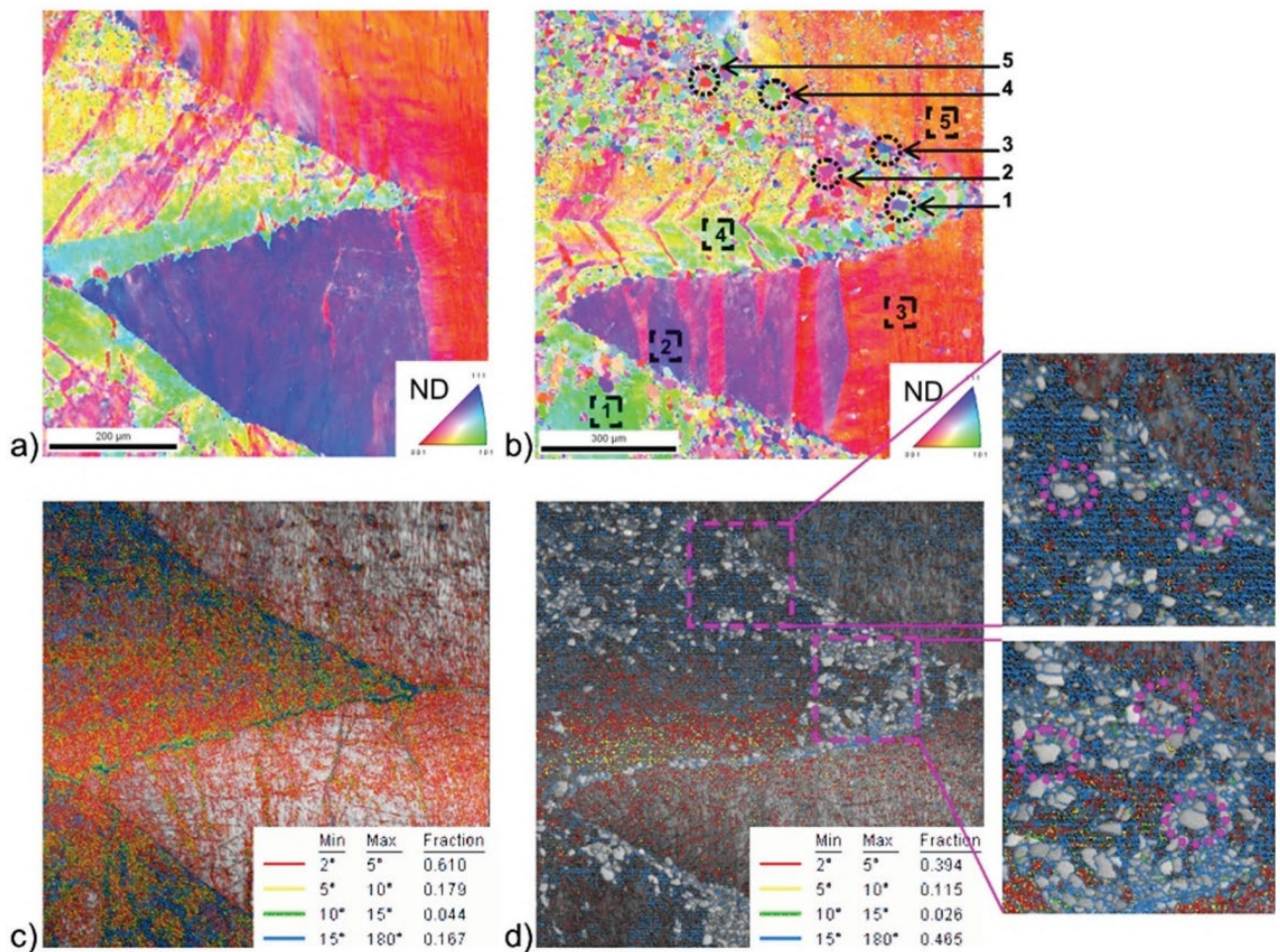


Рисунок 3.7 - Карти зворотної полюсної фігури (IPF) відносно нормального (ND) напрямку а) деформованого зразка, б) частково відпаленого зразка (з вибраними рекристалізованими зернами (обведено) і добре відновленими областями (в квадраті) для вимірювань наноіндентування) і межі зерен кольорові карти с) деформованого зразка, d) частково відпаленого зразка (зі вставками, що показують межі під високими кутами (понад 15 градусів пофарбовано в синій колір), що оточують вибрані рекристалізовані

зерна) для дослідження наноіндентацій. Характеризацію проводили на FEI/Phillips XL 30 FEG ESEM, оснащеному детектором TSL/EDAX Hikari EBSD і програмним забезпеченням TSL OIM 5.1. Зразок нахиляли на 70 градусів відносно горизонталі, а дані збирали при напрузі прискорення 20 кВ і робочій відстані 22 мм [20]

EBSD та енергодисперсійна спектроскопія.

Поєднання EBSD та енергодисперсійної спектроскопії (EDS) підвищує надійність визначення фазових відмінностей у багатофазних матеріалах і було використано для характеристики включень у титановому сплаві. Досліджено зразок титанового сплаву з множинними оксидними включеннями (рис. 3.8). Зображення містить кольорові кодовані (різними фазам присвоєно різний колір) фазові карти, диференційовані за допомогою традиційної EBSD з використанням лише кристалографічних даних (рис. 10a), EDS з використанням рентгенівських енергетичних даних для основних присутніх фаз - титану та оксиду алюмінію (рис. 3.8b і 3.8c, відповідно), а також комбінації методів EBSD та EDS (рис. 3.8d). [20;21]

Розбіжності в диференціації фаз між EBSD і EDS (при окремому використанні) досить очевидні (для деяких орієнтацій у великих включеннях EBSD не зміг належним чином диференціювати фазу титану і фазу алюмінію), але при поєднанні EBSD і EDS фази диференціюються набагато надійніше, включаючи присутні мінорні фази, які ідентифіковані як оксид ербію, а також моноклінний і тетрагональний оксиди цирконію. На додаток до визначення фаз (розташування і об'ємної частки) в мікроструктурі, відоме кристалографічне співвідношення між різними фазами на межі поділу фаз забезпечує більш повний опис мікроструктури. EBSD також може бути поєднаний з хвильовою дисперсійною спектроскопією (WDS). Більше того, при правильному налаштуванні PEM всі три методи (EBSD, EDS і WDS) можуть бути використані одночасно. [20]

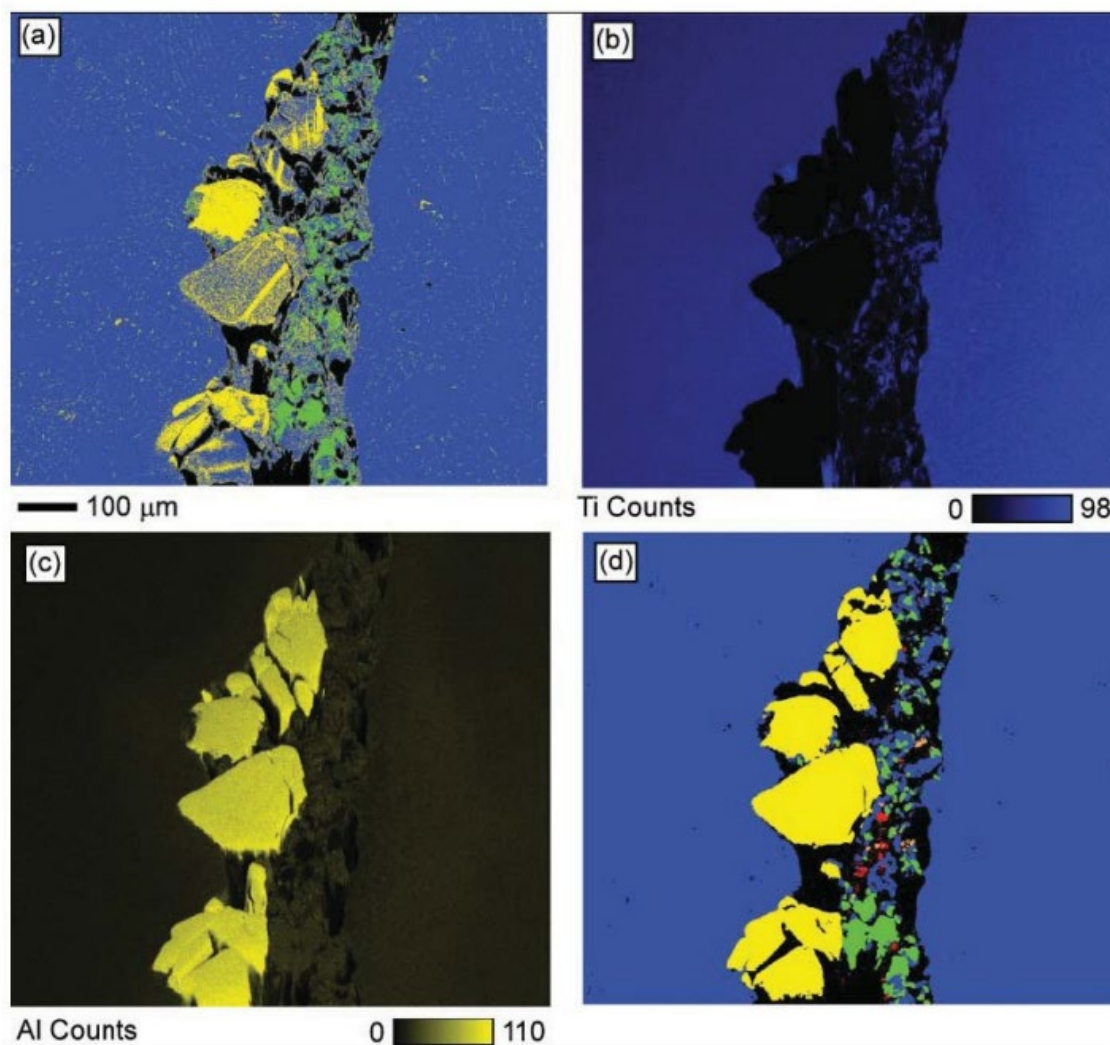


Рисунок 3.8 - Фазові карти для титанового сплаву з використанням а) звичайного EBSD, б) титанового EDS, в) алюмінієвого EDS і д) комбінованого EBSD з фільтром EDS. Фази позначені кольором: синій для титану, жовтий для оксиду алюмінію, зелений для оксиду ербію, червоний для моноклінного оксиду цирконію та помаранчевий для тетрагонального оксиду цирконію. З люб'язного дозволу John Wiley & Sons, Inc., Journal of Microscopy, "Phase differentiation". через комбінований EBSD і XEDS", 213 [3] (2004) 296-305, M.M. Nowell, S.I. Right, малюнок 6 [20]

EBSD та атомно-силова мікроскопія

Атомно-силова мікроскопія (АСМ), метод з високою роздільною здатністю, була використана в поєднанні з EBSD для характеристики сегрегації рідкісноземельних елементів на межі зерен і її впливу на термічне канавкоутворення. Були досліджені зразки дрібнозернистого нелегованого та легovanого ітербієм оксид алюмінію (рис. 3.9). Було виявлено, що додавання домішок до алюмінію значно збільшує розмір канавок на границях зерен, а АСМ карти топографії поверхні показують більшу глибину термічних канавок вздовж границь зерен по всій площі карти (глибина канавок позначена кольоровою смужкою 150 нм у правій частині карт). [20;21]

Дані EBSD вказують на відсутність кореляції між сегрегацією елементів задньої землі на межі зерен і розорієнтацією зерен. Комбіновані методи EBSD і АСМ були також використані для дослідження анізотропії тривимірних властивостей в залежності від орієнтації зерен. Було виявлено, що поверхні зерен, близькі до площини (0001), зношуються з більшою швидкістю. Ефект зв'язної сегрегації зерен може бути використаний для контролю розміру зерен та покращення спіклівості, що в свою чергу покращує механічні властивості матеріалу. Сегрегація границь зерен також може мати негативний вплив і підвищувати сприйнятливості до окрихчення границь зерен, а збільшення розміру канавок на границях зерен при підвищеній температурі може зменшити напруження руйнування. В іншому дослідженні для вивчення мікроструктурних змін, індукованих опроміненням у карбіді титану-кремнію, використовували EBSD і АСМ, і результат показав, що індуковане опроміненням набрякання було анізотропним у досліджуваному матеріалі. [20]

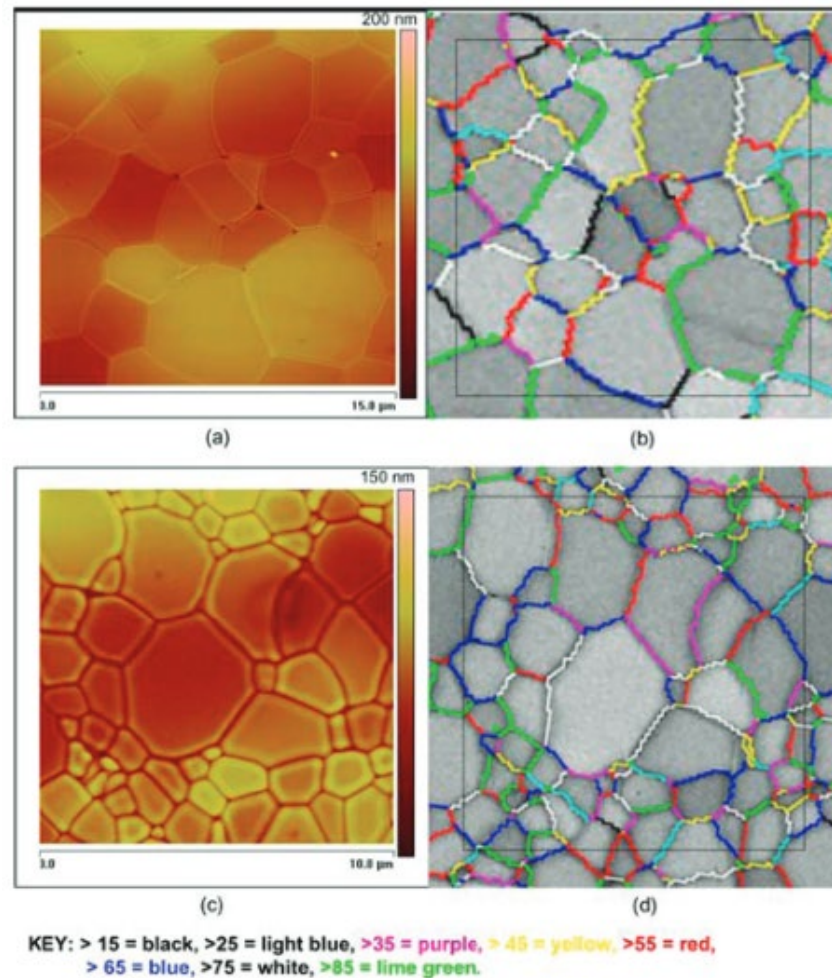


Рисунок 3.9 - Кольорові карти топографії поверхні (висота) за даними атомно-силової мікроскопії (АСМ) з нанометровою шкалою праворуч для а) нелегованого і с) легovanого ітербієм оксид алюмінію та відповідні карти розорієнтації границь зерен б) нелегованого і d) легovanого ітербієм оксид алюмінію, отримані з тієї самої ділянки, відповідно, з наведеними нижче кольоровими значеннями розорієнтації границь зерен[20]

EBSD та сфокусований іонний пучок

Сфокусований іонний пучок (FIB) в РЕМ дозволяє збирати дані про мікроструктуру з послідовних (паралельних) зрізів, які в подальшому можуть бути реконструйовані в тривимірну мікроструктуру. Наприклад, з одного підготовленого зрізу для дослідження границь зерен дані обмежуються слідом границі зерна (лінією перетину між площиною границі зерна і досліджуваною поверхнею), а кут між площиною границі зерна і досліджуваною площиною не може бути визначений. [20]

Для повної характеристики характеру границі зерна необхідна інформація про площину границі зерна, а послідовний зріз з відповідним вирівнюванням між зрізами дозволяє повністю ідентифікувати характер границі зерна, який визначається трьома параметрами розорієнтації решітки (двох зерен, які мають одну і ту ж границю зерна) і двома параметрами орієнтації площини границі зерна (відносно цих двох зерен). Двопроменева система FIB-SEM була використана для серійних перерізів, а зібрані дані EBSD на потрійних переходах (точка, де зустрічаються три лінії границь зерен) з декількох перерізів були використані для визначення площин границь зерен і вивчення характеристик границь зерен. [20]

Зразок дрібнозернистої нелегованої ітрію було охарактеризовано та реконструйовано тривимірну мікроструктуру ітрію показано на рис. 3.10. Виявлено, що полікристалічна ітрії має слабку анізотропію границь зерен, що може бути наслідком відсутності в кубічній структурі ітрію замкнутих упакованих площин. В іншому дослідженні характеру границь зерен дані EBSD були зібрані зі зразка магnezії з серійних зрізів, отриманих шляхом ручного полірування, що є трудомістким процесом. [20]

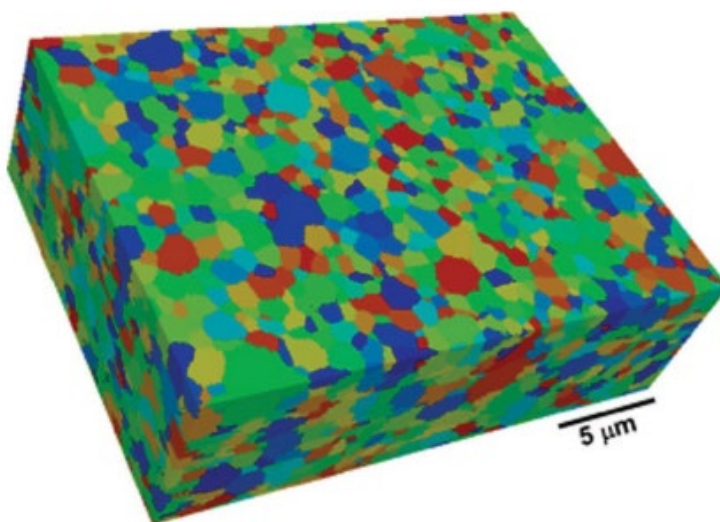


Рисунок 3.10 - Реконструйовані 43 зібрані та 280 нм серійні секції даних EBSD з нелегованого оксиду ітрію [20]

3.3. Висновки до третього розділу

Методологія EBSD в останні роки стала важливою частиною дослідження епітаксійних плівок. В її межах значна зросла швидкість збору і обробки даних, у діапазонів від декількох десятків точок за секунду до декількох сотень точок за секунду. Методологія EBSD з високим рівнем збору і обробки даних використовується, насамперед, у процесі вивчення еволюції мікроструктур і текстур матеріалів у процесах їх деформації, зокрема під час горіння, фазових перетворень під час переходу температур від нагрівання до охолодження, формуванні і поширенні тріщин під час навантаження або розвантаження.

Метод EBSD дозволяє прискорити збір інформації щодо морфології і структури матеріалів. Зокрема відкриває можливості за годину зібрати мільйон точок даних про матеріал. Ці дані є статистично значущими під час опису мікроструктур досліджуваних матеріалів, як-от морфології зерен, їх орієнтації, кореляції між різними зернами, розорієнтації зерен та розподілу їх меж. Зібрані у такий спосіб дані можна використовувати під час моделювання і симуляції еволюції мікроструктур різних досліджуваних матеріалів.

Універсальність методології EBSD у процесі дослідження матеріалів пов'язується з активним розвитком і впровадженням у сферу дослідження мікроскопії апаратного і програмного забезпечення. Доповнюючими до цієї методології є методи неруйнівного 3D-дослідження мікроструктури з високою якістю роздільної здатності, тривимірна рентгенівська дифракційна мікроскопія (3DXRD), що дає можливість швидкого картування мікроструктури матеріалів у масштабах декількох мікрометрів. Надзвичайно перспективним для використання є й нещодавно запропоноване орієнтаційне картування в ПЕМ (3D-OMiTEM) з просторовою роздільною здатністю порядку 1 нм, яке можна використовувати для дослідження нанокристалічних тонкоплівкових матеріалів.

ВИСНОВКИ

В результаті дослідження сформульовано декілька висновків, які виносяться на захист.

Контроль дефектів структури епітаксійних плівок в сучасних умовах є важливою частиною виробництва напівпровідників та інших тонкоплівкових матеріалів. При цьому дефекти структури можуть значно погіршити механічні, електричні та оптичні властивості плівок, що робить їх непридатними для використання в електронних приладах та інших пристроях.

На сьогодні розроблено ряд методів, які можна використовувати для контролю дефектів структури епітаксійних плівок. Зокрема, до них належить, насамперед, використання високоякісних підкладок, тобто використання лише чистих підкладок та вільних від дефектів поверхонь, що досягається за допомогою механічної обробки, хімічного очищення та травлення.

Важливим фактором при виготовленні епітаксійних плівок є оптимізація умов росту; контроль таких параметрів, як температура, тиск, швидкість нарощування та ін.; використання методів пост-обробки (відпал, травлення, іонна імплантація, лазерна обробка, тощо), які можуть допомогти видалити дефекти, що утворилися під час росту, або змінити властивості плівки.

Контроль дефектів структури епітаксійних плівок залишається складним завданням, яке потребує ретельного контролю всіх етапів процесу вирощування та обробки. Завдяки застосуванню сучасних методів можна отримати високоякісні епітаксійні плівки з мінімальною кількістю дефектів, що робить їх цінними матеріалами для виробництва надійних та ефективних напівпровідникових приладів та інших тонкоплівкових матеріалів.

Скануюча електронна мікроскопія (СЕМ) допомагає здійснювати візуалізацію та вивчення структури досліджуваних матеріалів на основі отримання високороздільних зображень поверхні. Це дозволяє дослідити їх морфологічні особливості, хімічний склад, кристалічну структуру і можливі дефекти матеріалів. За умови одночасного проведення локальних хімічних

аналізів через рентгенівський спектрографі хвильової або енергетичної дисперсії якісно зростає рівень інформативності означеного методу.

Метод СЕМ дозволяє сформувати зображення за допомогою збору сигналу, який генерується через взаємодію електронів зі зразком у різних точках зразка. При цьому електрони генеруються у електронній гарматі, після чого їм надається прискорення. Внаслідок цього вони фокусуються, утворюючи потік електронів, що використовується для створення зображення.

Скануюча електронна мікроскопія як метод пізнання дозволяє виконати такі дослідницькі завдання: 1) дослідити морфологію матеріалів; 2) здійснити аналіз хімічного складу матеріалу; 3) створювати нові каталізатори з заданими властивостями поверхні; 4) досліджувати структури проміжних рядів між композиціями; 5) вивчати процеси деформації матеріалів; 6) контролювати якість матеріалів; 7) здійснювати вимірювання лінійних розмірів елементів мікроструктур у матеріалах.

СЕМ за будовою складається з електронної гармати, конденсних лінз, відхиляючої котушки, катоду, стигма тора, детектора рентгенівського випромінювання, підсилювача фотопомножувача, детектора вторинних електронів, електронно-променевої трубки. СЕМ допомагає отримувати в результаті дослідження зображення зразків з великою роздільною здатністю. При цьому якість отриманих результатів на СЕМ залежить від дотримання чистоти експериментів і дослідження зразків. У процесі дослідження різних зразків ці умови можуть змінюватись.

СЕМ порівняно з іншими методами дослідження епітаксійних плівок має цілий ряд переваг: 1) дозволяє досліджувати матеріали з дуже високою роздільною здатністю, а точніше аналізувати дефекти, морфологію та інтерфейсні явища; 2) СЕМ відкриває можливості для науковця використовувати цілий ряд спеціалізованих методів, як-от атомно-силової мікроскопії (АСМ), вторинної електронної мікроскопії (ВЕМ), рентгенівської мікроскопії (ПМ), скануючої тунельної мікроскопії (СТМ); 3) використання СЕМ дозволяє зазвичай не руйнувати зразки досліджуваних матеріалів, що

забезпечує можливість проведення доцільної кількості їх експериментальних досліджень; 4) СЕМ може використовуватись для встановлення кількісних параметрів досліджуваних зразків через вимірювання товщини, шорсткості, щільності та морфології епітаксійних плівок; 5) універсальність СЕМ дозволяє досліджувати широкий спектр матеріалів, як-от нанопровідники, метали, оксиди і кераміку.

Методологія EBSD в останні роки стала важливою частиною дослідження епітаксійних плівок. В її межах значна зросла швидкість збору і обробки даних, у діапазоні від декількох десятків точок за секунду до декількох сотень точок за секунду. Методологія EBSD з високим рівнем збору і обробки даних використовується, насамперед, у процесі вивчення еволюції мікроструктур і текстур матеріалів у процесах їх деформації, зокрема під час горіння, фазових перетворень під час переходу температур від нагрівання до охолодження, формуванні і поширенні тріщин під час навантаження або розвантаження. Метод EBSD дозволяє прискорити збір інформації щодо морфології і структури матеріалів. Зокрема відкриває можливості за годину зібрати мільйон точок даних про матеріал. Ці дані є статистично значущими під час опису мікроструктур досліджуваних матеріалів, як-от морфології зерен, їх орієнтації, кореляції між різними зернами, розорієнтації зерен та розподілу їх меж. Зібрані у такий спосіб дані можна використовувати під час моделювання і симуляції еволюції мікроструктур різних досліджуваних матеріалів.

Універсальність методології EBSD у процесі дослідження матеріалів пов'язується з активним розвитком і впровадженням у сферу дослідження мікроскопії апаратного і програмного забезпечення. Доповнюючими до цієї методології є методи неруйнівного 3D-дослідження мікроструктури з високою якістю роздільної здатності, тривимірна рентгенівська дифракційна мікроскопія (3DXRD), що дає можливість швидкого картування мікроструктури матеріалів у масштабах декількох мікрометрів.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ ТА ЛІТЕРАТУРИ

1. Ковтун Б. Методи дослідження епітаксійних плівок у контексті технологічних викликів російсько-української війни. *Актуальні проблеми сучасної філософії та науки: виклики сьогодення: зб. наук. праць* / за ред. А. Р. Кобетяка та ін. Житомир: Видавничий центр ЖДУ імені Івана Франка, 2024. С.61-63.
2. Епітаксія та її особливості. Молекулярно-променева епітаксія та її застосування для виготовлення сучасних елементів інтегральних схем. URL: <https://studfile.net/preview/9297662/page:3/> (дата звернення: 15.04.2024).
3. Munshi M. Epitaxial growth of self-catalyzed GaAs nanowires by molecular beam epitaxy. *Thesis for the degree of Philosophiae Doctor*. Trondheim, May 2014. P.13-15. URL: https://www.researchgate.net/publication/325947021_Epitaxial_growth_of_self-catalyzed_GaAs_nanowires_by_molecular_beam_epitaxy/figures?lo=1 (дата звернення: 29.04.2024).
4. Іванкін В.А. Ефективність елементів фотовольтаїки на матеріалах АІІІВV. Дипломна робота на здобуття ступеня бакалавра. Київ, 2021. 56 с. URL: <https://ela.kpi.ua/server/api/core/bitstreams/dd9fa564-e253-4a70-8d2c-08f49d9d2bd9/content> (дата звернення: 19.04.2024).
5. LIQUID-PHASE EPITAXY. URL: <https://www.fiberoptics4sale.com/blogs/wave-optics/what-is-liquid-phase-epitaxy> (дата звернення: 02.05.2024).
6. Selective Solid-Phase Silicon Epitaxy of p+ Aluminum-Doped Contacts for Nanoscale Device/ Y.Civale . *IEEE TRANSACTIONS ON NANOTECHNOLOGY*, VOL. 6, NO. 2, MARCH 2007. P.196-200. URL: DOI: 10.1109/TNANO.2007.891826 (дата звернення: 23.04.2024).
7. Електронний підручник Основи наноелектроніки: у 2 кн. Кн.2 «Матеріали і наноелектронні технології: Підручник / Ю.І. Якименко, Д.М.Заячук, В. М. Співак, А.Т. Орлов, О. В. Богдан, В.М. Коваль. URL:

<http://www.fel.ntukpi.kiev.ua>. Київ: НТУУ «КПІ», 2016. 400 с. (дата звернення: 17.05.2024).

8. Mendelson S. Structural defects in epitaxial films – Role of surfaces in nucleation. *Materials Science and Engineering*. Volume 1, Issue 1, May 1966, P.42-64. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/0025541666900115> (дата звернення: 08.05.2024).

9. Vernon-Parry, K.D. Scanning electron microscopy: An introduction. *III-Vs Review*. Volume 13, Issue 4, Jul, P. 40-44. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S096112900080006X> (дата звернення: 15.04.2024).

10. Конспект лекцій з дисципліни «Контроль структури, елементного та фазового складу матеріалів» для здобувачів освітнього ступеня бакалавр за спеціальностями галузі знань 13 «Механічна інженерія» денної форми навчання [Електронний ресурс] / [Упоряд. : Т.І. Бутенко, С.О. Колінько., Ващенко В.А.]; М-во освіти і науки України, Черкас. держ. технол. ун-т. – Черкаси : ЧДТУ, 2021. 75 с. URL: <https://er.chdtu.edu.ua/bitstream/ChSTU/2942/1/%D0%9A%D0%BE%D0%BD%D1%82%D1%80%D0%BE%D0%BB%D1%8C%20%D1%81%D1%82%D1%80%D1%83%D0%BA%D1%82%D1%83%D1%80%D0%B8.pdf> (дата звернення: 19.04.2024).

11. Inkson B.J. Scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) for materials characterization. *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*. 2016, P. 17-43. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/B978008100040300002X> (дата звернення: 25.04.2024).

12. Components in a SEM. *Scanning Electron Microscopy. Nanoscience Instruments*. URL: <https://www.nanoscience.com/techniques/scanning-electron-microscopy/> (дата звернення: 22.04.2024).

13. Куліков Б.О. Електронна мікроскопія напівпровідникових структур. Дипломна робота на здобуття ступеня бакалавра. Київ, 2023. 52 с. URL: <https://ela.kpi.ua/items/84ee1cc2-55f8-467d-a029-75e0bb70af7c> (дата звернення: 25.04.2024).

14. Сканувальний електронний мікроскоп. URL: <http://surl.li/tubdn> (дата звернення: 23.04.2024).

15. Enhancing scanning electron microscopy imaging quality of weakly conductive samples through unsupervised learning./ X. Gao et al. *Scientific reports*. 2024. Issue 14, issue 1. URL: <https://doi.org/10.1038/s41598-024-57056-4> (дата звернення: 06.05.2024).

16. Russell P., Batchelor D., Thornton J. SEM and AFM: Complementary Techniques for High Resolution Surface Investigations. *Digital Instruments*. January 2021. URL: https://www.researchgate.net/publication/237459648_SEM_and_AFM_Complementary_Techniques_for_High_Resolution_Surface_Investigations (дата звернення: 25.04.2024).

17. Investigation of β -Ga₂O₃ thin films grown on epi-GaN/sapphire(0001) substrates by the low-pressure MOCVD method / T. Zhang et al. *Journal of alloys and compounds*. 2021. P. 859. URL: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157810> (дата звернення: 17.05.2024)

18. Nucleation and growth of islands of CdZnTe(0 0 1) epitaxial films on GaAs(0 0 1) substrates by sublimation at close range / K. Cao et al. *Journal of crystal growth*. 2018. Issue 498. P. 197–201. URL: <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2018.06.015> (дата звернення: 09.05.2024).

19. Stojakovic Dejan. Electron backscatter diffraction in materials characterization. *Processing and Application of Ceramics*. 2012. Vol. 6, no. 1 P. 1-13. DOI:10.2298/PAC1201001S. URL: https://www.researchgate.net/publication/268204367_Electron_backscatter_diffraction_in_materials_characterization (дата звернення: 06.05.2024).\

20. Electron backscatter diffraction (EBSD). 2020 Semiconductor Spectroscopy & Devices Group. URL: <https://ssd.phys.strath.ac.uk/techniques/scanning-electron-microscopy/electron-backscatter-diffraction-ebsd/> (дата звернення: 09.05.2024).

21. Structural and luminescence imaging and characterisation of semiconductors in the scanning electron microscope / C. Trager-Cowan et al. Semiconductor Science and Technology. 2020. Vol. 35, no. 5. P. 054001. URL: <https://doi.org/10.1088/1361-6641/ab75a5> (дата звернення: 09.04.2024).