

Учреждение образования
«Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины»

В. В. СИДСКИЙ, А. В. СЕМЧЕНКО, В. В. ВАСЬКЕВИЧ

ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ТЕХНОЛОГИИ В МИКРО- И НАНОЭЛЕКТРОНИКЕ

Практическое пособие
для студентов специальности 1-39 03 01
«Электронные системы безопасности»

Гомель
ГГУ им. Ф. Скорины
2020

УДК 621.38(075.8)
ББК 32.86я73
С983

Рецензенты:
кандидат технических наук Н. Н. Федосенко;
кандидат технических наук А. А. Алексеенко

Рекомендовано к изданию научно-методическим советом
учреждения образования «Гомельский государственный
университет имени Франциска Скорины»

Сидский, В. В.

С983 Золь-гель технологии в микро- и нанoeлектронике :
практическое пособие / В. В. Сидский, А. В. Семченко,
В. В. Васькевич ; Гомельский гос. ун-т им. Ф. Скорины. – Гомель :
ГГУ им. Ф. Скорины, 2020. – 45 с.
ISBN 978-985-577-622-3

Практическое пособие по курсу «Золь-гель технологии в микро- и нанoeлектронике» включает пять лабораторных работ по базовым разделам курса, таким как физико-химические основы алкоксидного золь-гель процесса; особенности синтеза монокристаллических золь-гель материалов; реология золь-гель перехода; физико-химические особенности процесса сушки и спекания ксерогелей; золь-гель метод синтеза тонких пленок; электрофизические, оптические и структурные свойства золь-гель систем; особенности применения золь-гель систем в микро- и нанoeлектронике.

Адресовано студентам специальности 1-39 03 01 «Электронные системы безопасности».

УДК 621.38(075.8)
ББК 32.86я73

ISBN 978-985-577-622-3 © Сидский В. В., Семченко А. В.,
Васькевич В. В., 2020
© Учреждение образования «Гомельский
государственный университет
имени Франциска Скорины», 2020

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ТЕМА 1. Синтез монокристаллических материалов золь-гель методом	5
ТЕМА 2. Получение тонких золь-гель пленок для микро- и нано-электроники.....	13
ТЕМА 3. Измерение оптических постоянных диэлектриков с помощью лазерного эллипсометра.....	20
ТЕМА 4. Рентгеноструктурный анализ.....	26
ТЕМА 5. Исследование топографии поверхности золь-гель покрытий методом атомно-силовой микроскопии (АСМ).....	36

ВВЕДЕНИЕ

В связи с бурным развитием в последние несколько десятилетий ряда наукоемких отраслей промышленности возникла потребность в высококвалифицированных специалистах, обладающих знаниями в области свойств, синтеза, областей применения различных функциональных материалов, в том числе синтезированных золь-гель методом. Эти материалы могут быть синтезированы в виде стекол, керамик, тонкопленочных покрытий, порошков и могут применяться в современной электронике, микро- и наноэлектронике, волоконной оптике, других отраслях промышленности. Ведущие промышленные предприятия Республики Беларусь применяют золь-гель технологию в технологических процессах.

Золь-гель технология относится к нанотехнологиям. Золь-гель процесс – это технология синтеза материалов, в том числе наноматериалов, включающая получение золя с последующим переводом его в гель, т. е. в коллоидную систему, представляющую собой жидкую дисперсионную среду, заключенную в пространственную сетку, образованную соединившимися частицами дисперсной фазы. Используя золь-гель процесс, можно получать наночастицы, нанопористые материалы с регулируемым размером пор, тонкие наноразмерные пленки, а также формировать неорганико-органические и органико-неорганические композиты, размер фаз которых находится в нанодиапазоне. Особенно стоит отметить возможность получения золь-гель методом органико-неорганических гибридов, обладающих достоинствами как органических, так и неорганических материалов. Многие исследователи относят органико-неорганические материалы к новому поколению золь-гель материалов, появившемуся после поколения оксидных стекловидных и керамических материалов.

Термин «золь-гель синтез» объединяет большую группу методов жидкофазного синтеза материалов из растворов, для которых характерен переход золя в гель. В последние десятилетия внимание исследователей приковано к материалам с фрактальной структурой, поскольку почти все некристаллические продукты золь-гель синтеза обладают именно такой структурой. Золь-гель процесс управляется посредством температуры, ультразвука, магнитного поля и других факторов внешнего воздействия. Целью данного курса является ознакомление студентов с основными закономерностями золь-гель процессов.

Задачи изучения дисциплины: изучить содержание курса, усвоить и осмыслить основные закономерности золь-гель процесса.

Изучение дисциплины «Золь-гель технологии в микро- и наноэлектронике» основывается на ранее полученных студентами знаниях по дисциплине «Физическая химия».

ТЕМА 1. СИНТЕЗ МОНОЛИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ

1. Основные представления о строении и свойствах стекла.
2. Золь-гель метод получения кварцевых стекол.

1. Основные представления о строении и свойствах стекла

1.1. Стеклообразное и кристаллическое состояние

Обычно понятие стеклообразное состояние определяется не просто как материал, а как некоторое особое состояние твердого тела, стеклообразное, противопоставляемое кристаллическому. Известно, что одно и то же вещество может быть газообразным, жидким и кристаллическим. Для каждого такого состояния характерна своя группа специфических признаков. Стекло же не может быть полностью отнесено по совокупности признаков ни к одному из них. Рассмотрим вещества, находящиеся в указанных агрегатных состояниях, с точки зрения взаимного расположения частиц (атомов, ионов, молекул), образующих вещество, и их взаимодействия между собой. При очень высоких температурах многие неорганические вещества существуют в виде газа. В газе частицы вещества располагаются и движутся хаотически. При понижении температуры газ конденсируется в жидкость, которая при дальнейшем снижении температуры кристаллизуется. В жидкостях и кристаллах частицы располагаются более компактно, между ними действуют значительные по величине силы, которые создают известную упорядоченность в расположении атомов или молекул: в кристаллах почти идеальную, в жидкостях – существенно менее полную. Основной особенностью кристаллов является то, что их можно получить путем повторения элементарной ячейки во всех трех направлениях. Элементарная ячейка состоит из некоторого числа атомов (ионов, молекул), строго определенным образом расположенных друг относительно друга. Такое повторение элементарной ячейки называют дальним порядком. Стеклообразное состояние – неравновесное по отношению к кристаллическому состоянию, которое может реализовываться при том же составе и при тех же внешних условиях. Отличие стекла от кристаллов состоит в отсутствии периодичности строения и дальнего порядка в структуре.

1.2. Структура стёкол

Согласно кристаллитной гипотезе стекло является химически однородным. Наряду с кристаллитной гипотезой получили развитие представления шведского ученого В. Захариасена, который на основе успехов кристаллохимии силикатов высказал предположение, что структура оксидных стекол не имеет строгого порядка и периодичности, как в кристаллах.

Для стекол, содержащих два или более компонентов, характерна химическая неоднородность. Так, при введении в SiO_2 оксида натрия в результате взаимодействия оксидов, несмотря на сохранение координации атомов кремния относительно кислорода, непрерывность кремнекислородной сетки нарушается за счет частичных обрывов связей Si-O-Si, соединяющих тетраэдры между собой.

Предельным случаем химически неоднородного стекла являются стекла ликвационной природы. При охлаждении ряда стеклообразующих расплавов образуются стекла, состоящие из стекол разного состава, отделенных друг от друга поверхностями раздела, как бы стекло в стекле. Одна составляющая структуры обогащена легко растворимыми компонентами стекла (щелочные оксиды, оксид бора) и является химически нестойкой, а другая – нерастворимыми (оксиды кремния и алюминия) и является химически стойкой.

Варьирование химического состава стекол, режимов отжига и последующей обработки разными растворителями позволило получать пористые стекла с размером пор от нескольких десятков до 1000 ангстрем. Пористые стекла широко применяются как адсорбенты и как «молекулярные сита», которые пропускают мелкие молекулы и не пропускают более крупные. Молекулярные сита были использованы, например, при получении противогриппозных вакцин. При введении в поры каких-либо неорганических соединений и последующей термообработке при 1000–1200 °С получают разнообразнейшие материалы, называемые импрегнированными кварцоидами. Они представляют собой массивное, во многих случаях совершенно прозрачное стекло, в котором уже нет пор. Это стекло обладает особыми свойствами, определяемыми составом введенных в поры веществ.

2. Золь-гель метод получения кварцевых стекол

Термин кремнезем используется как краткое, удобное обозначение диоксида кремния во всех его кристаллических, аморфных, гидратированных и гидроксिलированных формах.

Золь – двухфазная система, состоящая из коллоидных частиц, распределенных в жидкости.

Коллоидные частицы представляют собой твердые частицы.

Золь кремнезема (кремнезоль, силиказоль) – коллоидно-кремнеземная система, состоящая из частиц SiO_2 коллоидного размера в жидкой среде.

Гель – взаимосвязанная твердая трехмерная сетка с порами субмикронного размера, заполненными жидкостью (гидрогель) или газом (ксерогель). Если жидкость в порах представляет собой воду, то используют термин аквагель, а в случае заполнения спиртом – алкогель.

Общий термин гель часто применяется к различным типам ультрапористых гелеобразных структур, а полученный путем гиперкритической сушки низкоплотный гель называют аэрогелем. Гель считается сухим, когда физически адсорбированная вода полностью удалена из его тела. Это происходит при температурах от 100 до 180 °С.

Высушенный гель еще содержит большое количество (до $6,6 \text{ нм}^{-2}$) хемисорбированных гидрогелевых групп (ОН) на поверхности пор. Термообработка гелей в интервале (500÷800 °С) приводит к десорбции гидроксидов с поверхности пор; такие гели называют стабилизированными гелями.

Термообработка гелей при повышенных температурах (800÷1200 °С) в значительной степени уменьшает число пор и их взаимосвязанность за счет механизма вязкого течения. Этот процесс называется уплотнением или спеканием. Пористый гель трансформируется в плотное или монолитное стекло, когда все поры исчезают.

Микроаморфный кремнезем подразделяется на два класса:

1. Пирогенный кремнезем (аэросил) представляет собой безводные аморфные частицы диоксида кремния, получаемые при высокой температуре методом окисления соединений кремния, таких как SiCl_4 , SiH_4 , SiHCl_3 и др., в парообразном состоянии в токе кислорода или углеводородном пламени.

2. Гидроксилированный микроаморфный кремнезем образуется на зародышах, формируемых из растворов мономера $\text{Si}(\text{OH})_4$ путем гидролиза органических соединений кремния (алкоксидный золь-гель процесс) или солей кремниевой кислоты.

Во время периода созревания (старения) геля, которое происходит в течение довольно длительного времени (от нескольких часов, до нескольких суток), продолжают процессы упрочнения сетки.

Сушка представляет собой сложный процесс удаления жидкости из тела геля за счет механизмов течения и испарения, при этом гель дает усадку и значительно увеличивает механическую прочность.

Золь-гель процесс, в данном случае, – краткое обозначение эволюции коллоидно-кремнеземной системы при фазовых переходах золь → гель →

монолитное твердое тело, в результате которого формируется стеклообразный материал – пористый, монолитный или композиционный.

Золь-гель технология – технология получения пористых или монолитных химических продуктов, в частности, на основе микроаморфных кремнеземов (стекло, ксерогелей, порошков, пленок или волокон).

В результате прямого золь-гель процесса образуется формованный стеклообразный материал – ксерогель, стекло или композит, сохраняющий форму литьевой изложницы в процессе эволюции от гидрогеля до стеклозаготовки и претерпевающий равномерную усадку по трем координатным осям. Рассмотрим подробнее этапы физико-химических процессов.

2.1. Гидролиз и поликонденсация

Первая стадия золь-гель перехода – растворение исходных компонентов (алкоксидов металлов) с образованием гомогенных, водного или органических, растворов. Далее происходит гидролиз алкоксидов и поликонденсация продуктов реакции, приводящая к образованию золя, а затем коллоидной фазы. Реакция гидролиза может протекать при кислотном (HCl , HNO_3 , CH_3COOH) либо основном (NH_4OH) катализе, причем в результате получают разные продукты. Катализатор влияет не только на скорость гидролиза, но и на структуру продукта поликонденсации: в кислой среде образуются линейные полимеры, в щелочной – разветвленные кластеры.

Взаимосвязь процессов гидролиза и поликонденсации является характерной особенностью силикатных систем, не позволяющей точно зафиксировать переход золь–гель. Этот переход завершается, когда однофазная жидкость превращается в двухфазный гель, состоящий из твердой и жидкой фаз. Переход необратим и протекает без изменения объема, он проявляется в росте вязкости. Полагают, что при росте полимеров в растворе в результате реакции поликонденсации они соединяются в кластеры все большего размера, пока весь раствор не превратится в один кластер.

В соответствии с химической реакцией для полного гидролиза молекулы ТЭОС требуется 4 молекулы воды. Однако хорошо известно, что процесс гидролиза $(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_4\text{Si}$ проходит в четыре стадии, а на скорость гидролиза влияют многие факторы, в частности, наличие катализатора, температура, pH, концентрация растворителя и т. д.

2.2. Литье и гелеобразование

Литьевые формы изготавливают из гидрофобного материала, не взаимодействующего с компонентами коллоидно-кремнеземной системы: фторопласта, полистирола и подобных пластиков.

Переход золя в гель представляет собой многостадийный иерархический процесс, распространяющийся от атомно-молекулярного до макроскопического уровня. С точки зрения термодинамики он является сложным, неравновесным процессом, характеризующимся многокомпонентностью и многофазностью, совмещенностью явлений различной физико-химической природы. Он способен к самоорганизации и эволюции во времени.

Гелеобразование представляет собой синтез неорганической структурной сетки, протекающий в жидкости – коллоидном растворе, при комнатной или несколько повышенной температуре, а формирующееся твердое тело (двух- или многофазный гель) в отличие от твердых тел, возникающих при кристаллизации растворов или расплавов, имеет аморфную структурную сетку. Формирование геля носит сложный характер, обусловленный одновременным протеканием нескольких альтернативных процессов. Это агрегация частиц и обратный процесс – фрагментация агрегатов. При этом процесс агрегации складывается из двух типов взаимодействий: частица – кластер и кластер – кластер. Все эти процессы приводят к формированию аморфных гелевых структур, характеризующихся высокой неупорядоченностью.

Вопрос о механизме перехода золь-гель, о происходящих при этом механических процессах и структурных перестройках принадлежит к числу наиболее сложных и малоизученных. Этот переход завершается, когда золь превращается в двухфазный гель, состоящий из твердой и жидкой фаз, который может быть превращен в двухфазный ксерогель. Переход необратим, он протекает без изменения объема, проявляется в росте вязкости, но о нем нельзя достаточно определенно судить ни по значению вязкости, ни по изменению состава фаз, ни даже по исчезновению мономеров, поскольку не обнаружено корреляции между этими явлениями и временем гелеобразования.

Максимальная по времени устойчивость зольей с наиболее продолжительным периодом гелеобразования наблюдается примерно при рН 1,5-3, тогда как минимальная устойчивость зольей и быстро протекающий процесс образования геля наблюдается в области рН 5-6. Выше рН 7 гель вообще не образуется, так как в этом случае частицы кремнезема заряжаются и происходит только лишь их рост.

2.3. Созревание и сушка

Гидрогель может быть превращен в двухфазный ксерогель посредством сушки. Сушка геля, которая может проводиться как при комнатной температуре, так и при нагревании, приводит к удалению из него воды, спирта, органических остатков, что проявляется в уменьшении массы и объема (усадке) геля и в изменении его плотности.

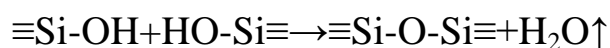
Важной стадией в золь-гель процессе является созревание геля – синтез. Он сопровождается уплотнением структуры геля и вытеснением из него растворителя, что усиливается в ходе сушки при повышении температуры. Вследствие капиллярного давления и усадки геля в нем возникают значительные внутренние напряжения, приводящие к образованию трещин. Величина внутренних напряжений может быть снижена путем применения химических добавок, управляющих процессом сушки или путем применения сушки в условиях, ослабляющих поверхностное напряжение (гиперкритические условия), либо в результате формирования бимодальной пористой структуры, содержащей микро- и мезопоры, формируемой за счет добавления ультрадисперсных частиц наполнителя.

Основной причиной разрушения гелей при сушке является капиллярное давление, пропорциональное удельной поверхностной энергии на границе жидкость – воздух и обратно пропорциональное радиусу поры.

2.4. Спекание

На завершающей стадии золь-гель процесса – спекании до состояния монолитного твердого стеклообразного тела – возможно образование дефектов, связанных со вспучиванием и растрескиванием гелей в случае наличия гидроксидов, пористости меньше критической, а также за счет рекристаллизации компонентов гелевой матрицы. Управление физико-химическими процессами, проходящими при спекании, возможно, как на конечном этапе, путем регулирования температурных режимов, так и на начальной стадии путем введения наполнителей, модифицирующих пористую структуру трехмерного кремнекислородного каркаса.

Известно, что при нагревании уплотнение гелей проходит в несколько стадий в зависимости от температуры. В интервале 500–700 °С спекание осуществляется за счет процессов диффузии, обусловленных химической реакцией поликонденсации гидроксида кремния. Эта стадия сопровождается уменьшением массы образцов, т. к. происходит с выделением воды в виде пара:



Энергия активации спекания на этой стадии определяется энергией активации процесса дегидратации и равна примерно 22–24 кДж/моль. Усадка образца происходит благодаря коалесценции частичек геля при термической поликонденсации и зависит от состава газовой атмосферы, начального содержания воды и текстуры геля.

Кремнекислородный скелет ксерогеля состоит из частиц, плотность которых уменьшается от центра к периферической части.

Лабораторная работа

Методика приготовления стёкол золь-гель методом

Цель работы: изучить методику золь-гель синтеза оптических материалов.

Приборы и принадлежности: весы лабораторные, мерные стаканы, мерные лабораторные цилиндры, сушильный шкаф, высокотемпературная печь, термометр, чаши Петри, установка УЗО-44-М1, тетраэтилортосиликат марки ОСЧ, аэросил А-175; кислота соляная, марки ОСЧ 0,1 N; аммиак водный марки ЧДА; дистиллированная вода.

Порядок выполнения работы

1. Во фторопластовый сосуд, снабжённый мешалкой, прилить последовательно 40 мл 0,1N соляной кислоты, 400 мл дистиллированная воды.

2. Затем при перемешивании долить 350 мл тетраэтилортосиликата. При добавлении ТЭОСа температура смеси начинает расти, затем вновь понижаться. Раствор перемешивается до понижения температуры на 5 °С, при этом необходимо фиксировать изменение температуры от времени. Показания занести в таблицу. Построить зависимость температуры от времени гидролиза.

3. Затем после завершения процесса гидролиза (о чём свидетельствует снижение температуры) в золь добавить 90 г аэросила малыми порциями при непрерывном перемешивании.

4. Далее необходимо провести ультразвуковую обработку золя на установке УЗО-44-М1 в течение 2 часов с частотой 18 кГц.

5. Разделить дисперсию на пять частей по 40 мл. Тонкой струйкой в дисперсию прилить необходимое количество (получить у преподавателя) 0,1 N раствора аммиака при постоянном умеренном механическом перемешивании. Разлить полученную массу в чашки Петри. Зафиксировать время гелеобразования от концентрации раствора аммиака. Показания занести в таблицу. Построить зависимость времени гелеобразования от концентрации аммиака.

6. Затем провести спекание ксерогелей при температуре 200, 400, 800, 1 200 °С. Перед каждым отжигом произвести взвешивания образцов. Показания занести в таблицу. Построить зависимость массы ксерогеля от температуры.

Требования к отчету

Отчет по лабораторной работе должен содержать:

1. Титульный лист.

2. Цель и задачи работы.
3. Краткие теоретические сведения (ответы на контрольные вопросы).
4. Результаты лабораторной работы (скриншоты, графики, таблицы).
5. Необходимые расчеты (если они оговариваются в практической части лабораторной работы).
6. Выводы.

Вопросы для самоконтроля

1. Что называется стеклом? Описать стеклообразное и кристаллическое состояние вещества.
2. Дать определение понятий «золь», «коллоидные частицы», «гель», «гидролиз и поликонденсация».
3. Чем отличается золь-гель технология от золь-гель процесса?
4. Описать «классический» вариант алкоксидного золь-гель процесса.
5. Перечислить все этапы физико-химических золь-гель процессов, дать определения каждому из этапов.

Литература

1. Патент 2169124 Российская Федерация, МПК⁷ C03C3/06. Стекло / А. А. Бойко, А. В. Семченко, Е. Н. Подденежный, И. М. Мельниченко ; заявитель и патентообладатель: Гомельский государственный университет им. Франциска Скорины. – № 98103569/03; заявл. 15.04.1997; опубл. 20.06.2001. – 44 с.
2. Gaishun, V. E. Active and passive UV filters for solid-state lasers / V. E. Gaishun, A. A. Boiko, A. V. Semchenko, I. M. Melnichenko, E. N. Poddenezhny // Materials of 8th Laser Optics Conference & 15th Int. Conference on Coherent and Nonlinear Optics. – St.-Petersburg, 1995. – P. 263–270.
3. Применение энерго- и ресурсосберегающего золь-гель метода для получения стекла, волокон, пленок и керамических материалов / И. М. Мельниченко, Е. Н. Подденежный, В. Е. Гайшун, В. Б. Прокопенко, А. А. Бойко, А. А. Алексеенко, А. В. Семченко // Материалы II научно-технической конференции «Ресурсосберегающие и экологически чистые технологии». – Гродно, 1996. – С. 67–68.

ТЕМА 2. ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ПЛЕНОК ДЛЯ МИКРО- И НАНОЭЛЕКТРОНИКИ

1. Получение золь-гель методом тонких пленок.
2. Требования к растворам, применяемым для синтеза пленок золь-гель методом.
3. Свойства прозрачных золь-гель пленок.

1. Получение золь-гель методом тонких пленок

Тонкие пленки в последнее время приобрели исключительное значение в самых разнообразных областях современной науки и техники, в том числе и в микро- и нанoeлектронике.

Интегральная электроника развивается не как новая или обособленная область техники, а путем обобщения многих технологических приемов, ранее используемых в производстве дискретных полупроводниковых приборов и при изготовлении тонкопленочных покрытий.

В последние годы метод химического осаждения из растворов стал широко использоваться в современной микроэлектронике, что обусловлено возможностью создания материалов сложного химического состава и структуры. В связи с этим метод химического осаждения из растворов представляется наиболее выгодным для получения защитных пленок.

Получение на поверхности подложки тонких прозрачных пленок из растворов гидролизующихся соединений было впервые осуществлено по предложению академика И. В. Гребенщикова.

Под термином *золь-гель процесс* понимают метод синтеза, включающий 3 стадии, изображенные на рисунке 1.

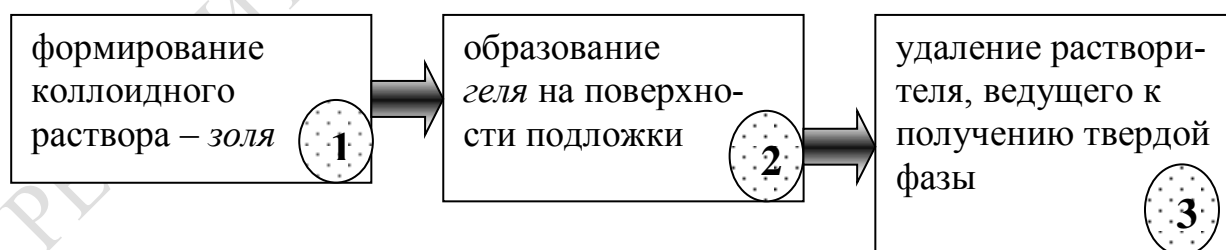


Рисунок 1 – Стадии золь-гель процесса

Образование геля из золя обусловлено химическими превращениями в жидкой коллоидной системе, приводящими к образованию сетки или каркаса. Эти превращения и положены в основу золь-гель технологии формирования тонких пленок из жидких эмульсионных композиций.

Пленкообразующая жидкая композиция наносится на поверхность подложки и при последующей *сушке* в процессе золь-гель превращений переходит в твердое состояние.

Сушка представляет собой сложный процесс удаления жидкости из тела геля за счет механизмов течения и испарения, при этом гель дает усадку и значительно увеличивает механическую прочность.

Существует три способа нанесения тонкой плёнки на подложку:

- распыление;
- окунание;
- нанесение на вращающуюся подложку (метод центрифугирования).

При нанесении тонких плёнок в лабораторной работе использован метод центрифугирования.

Технология получения защитных пленок на кремнии, кварце, германии и других подложках находит широкое применение в разработке и производстве новой элементной базы микроэлектроники и наноэлектроники, специальных радиационно- и термостойких ИС, различного рода сенсоров и датчиков и, возможно, высококачественных солнечных элементов.

2. Требования к растворам, применяемым для синтеза пленок золь-гель методом

Требования, предъявляемые к растворам пленкообразующих веществ, используемых для нанесения тонких пленок с определенными физическими и химическими характеристиками, могут быть в значительной мере удовлетворены правильным выбором растворителя. Растворитель и продукты гидролиза, не входящие в состав пленки, должны быстро испаряться при комнатной температуре. Выполнение этого условия особенно существенно при нанесении двух- или многослойных покрытий, когда необходимо быстрое закрепление нижележащего слоя, или при массовом производственном нанесении пленок и необходимости быстрой смены деталей. Установлено, что наиболее подходящими растворителями являются этиловый спирт и ацетон, содержащие незначительные количества воды.

В растворах пленкообразующих веществ должно осуществляться оптимальное соотношение исходного основного пленкообразующего вещества, растворителя и катализатора. Это должно одновременно обеспечить, с одной стороны, быстрый частичный или полный гидролиз в растворе с сохранением образующихся продуктов гидролиза соответствующих кислот или гидроокисей элементов в виде золя и, с другой стороны, – мгновенный окончательный гидролиз в тонком слое на обрабатываемой поверхности с выделением прозрачной пленки соответствующей гидроокиси.

Окончательный полный гидролиз протекает в тонком слое на поверхности обрабатываемой детали под влиянием паров окружающей среды.

Наиболее подходящими реагентами при получении защитных SiO_2 пленок являются алкоксисоединения кремния. Их обобщенная формула имеет вид $\text{Si}(\text{OR})_4$, где R – это CH_3 , C_2H_5 , C_3H_7 и т. д. Из указанных кремнийорганических соединений чаще всего используется тетраэтилортосиликат (ТЭОС) $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, называемый также тетраэтоксисиланом.

В исходном состоянии, а также в органических растворителях, указанные соединения полимерных цепочек не образуют. Для золь-гель превращений необходимы молекулы воды или неорганические соединения с OH-группами, которые инициируют реакции гидролиза и поликонденсации. При гидролизе происходит замещение алкильной группы OH-группой.

Образовавшиеся молекулы гидроокиси кремния ($\text{Si}(\text{OH})_4$) взаимодействуют между собой, образуя цепочки, а из них и трехмерную сетчатую структуру, посредством $\equiv\text{Si}-\text{O}-\text{Si}\equiv$ связей. Происходит поликонденсация.

Эти превращения происходят при относительно низких температурах – ниже $400\text{ }^\circ\text{C}$. Структура образующегося геля определяется составом коллоидного раствора, типом и концентрацией катализатора, органическим растворителем и температурой проведения золь-гель перехода. Последующая обработка при более высокой температуре способствует удалению воды и других продуктов химических реакций из пор и уплотнению геля. Структурное уплотнение геля способствует спонтанному зарождению и росту кристаллической фазы.

3. Свойства прозрачных золь-гель пленок

Общим свойством золь-гель пленок является их *термостойкость* при высоких температурах (до $1400\text{ }^\circ\text{C}$). Пленки из окислов кремния, рассматриваемые в данной работе, являются наиболее термостойкими.

Оптические свойства пленок обусловлены природой окисла и исходных пленкообразующих веществ, степенью дегидротации окисла, агрегатным состоянием и склонностью к кристаллизации.

Основными оптическими характеристиками тонких пленок являются: показатель преломления, дисперсия, прозрачность для излучения той или иной области спектра и характерные для каждого окисла полосы поглощения. Чистые силикатные золь-гель пленки имеют показатель преломления $n = 1,39\text{--}1,4$ и коэффициент рассеяния $\chi = 0,12\text{--}0,002$.

Пленки окислов кремния *химически устойчивы* к различным реагентам, таким как вода, разбавленные растворы кислот и органические жидкости. Ввиду того, что при эксплуатации пленки почти никогда

не соприкасаются с указанными разрушающими агентами, устойчивость окисных пленок в кислотах и щелочах имеет значение только при различных технологических операциях изготовления изделий, таких как промывка деталей и подготовка поверхности стекла перед серебрением или алюминированием; полировка деталей.

Золь-гель пленки обладают хорошей *адгезией* к поверхности стекла и полупроводниковым материалам. Высокая адгезия пленок к поверхности стекла обеспечивается химическими связями. Образующиеся в результате гидролиза пленкообразующих веществ кислота или гидроокиси различных элементов взаимодействуют с поверхностным слоем стекла. Например, пленки кремниевой кислоты, образовавшиеся в результате полного гидролиза растворов, соответствующих алкоксисоединений, закрепляются за счет ковалентных связей Si-O-Si, с выделением воды при взаимодействии гидроксильных групп пленки и стекла.

Характерной чертой золь-гель пленок, получаемых химическими методами, является их высокая *твердость* и *плотность*, которая зависит от структуры пленки.

Прочность закрепления пленок на поверхности изделий, которая является результатом образования ковалентной связи между кремнием и кислородом, и твердость пленок определяют возможность их практического использования.

Твердость пленок определяется их устойчивостью к различным механическим воздействиям: царапанию, истиранию, вдавливанию посторонних твердых частиц. Она зависит от многих факторов: собственно прочности материала пленки, плотности и структуры пленки, ее эластичности, природы промежуточного слоя, температуры, при которой производится определение и т. д. Таким образом, твердость пленки не является строго определенной физической характеристикой, а определяется совокупностью сложных технических свойств.

Прозрачные защитные пленки настолько тонки, что разграничить определение твердости пленки и прочности ее сцепления с поверхностью изделия часто не представляется возможным. Поэтому два этих свойства пленок нередко объединяют одним термином – *механическая прочность*.

Для определения механической прочности тонких диэлектрических и металлических пленок чаще всего применяют склерометрический метод и метод истирания. Наиболее подходящими методами определения механической прочности тонких диэлектрических пленок являются те, которые основаны на определении прочности пленок к истиранию. Это ближе к реальным условиям как изготовления разнообразных изделий с тонкими покрытиями, так и их эксплуатации в микро- и нанoeлектронике.

Лабораторная работа

Синтез защитных покрытий для интегральных микросхем

Цель работы: формирование золь-гель методом защитных покрытий для интегральных микросхем.

Приборы и принадлежности: мерные стаканы, мерные лабораторные цилиндры, пипетки, высокотемпературная печь, установка для нанесения плёнок методом центрифугирования, тетраэтилортосиликат марки ОСЧ, кислота соляная, марки ОСЧ 0,1 N, изопропиловый спирт, кремниевые подложки.

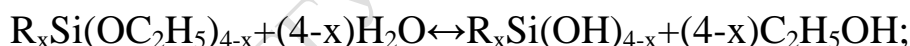
В лабораторной работе образование ОРМОСИЛ-структуры проводится путем согидролиза и поликонденсации в общем органическом растворителе тетраэтоксисилана (ТЭОС) и алкил-замещенного алкоксисилана $R_xSi(OC_2H_5)_{4-x}$.

Стадии образования ОРМОСИЛ-структуры:

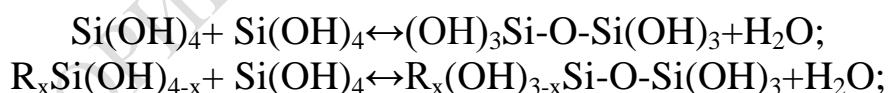
1) гидролиз ТЭОС:



2) гидролиз $R_xSi(OC_2H_5)_{4-x}$:



3) поликонденсация:



Степень модификации исходного полимера характеризовалась числом связей Si-R, приходящихся на каждый атом кремния в структуре кремний-органического полимера (R/Si).

Порядок выполнения работы

1. Приготовление плёнкообразующего раствора

Отмерить 2,5 мл ТЭОСа и залить 3,7 мл изопропиловым спиртом, перемешать.

Добавить 2,3 мл дистиллированной воды и 0,03 мл соляной кислоты 0,1 N. Полученную смесь перемешать. При этом происходит нагревание раствора до температуры ~ 50 °С. Время от начала перемешивания

раствора до начала его нагревания записать в тетрадь. После завершения процесса гидролиза температура золя опускается до комнатной.

2. Нанесение плёнок на подложку

На предприятиях электронной промышленности для нанесения пленок используют установку с автоматическим захватом пластины, нанесением раствора методом центрифугирования и последующей термообработкой в печи.

Обычно процесс центробежного формования подразделяют на четыре стадии: нанесение раствора, растекание, удаление лишнего раствора и испарение растворителей. Избыток жидкости попадает на подложку на стадии нанесения, жидкость радиальным потоком стекает с подложки под действием центробежной силы. Избыток жидкости течет к периметру подложки и формирует на ее краю капли. На конечной стадии формирования основным механизмом снижения толщины является процесс испарения растворителей. Таким образом, основными факторами, определяющими впоследствии толщину и гомогенность формируемых SiO₂-слоев, являются плотность и пленкообразующие свойства исходного золя.

Для определения оптимального диапазона скоростей вращения подложки, при которых формируются однородные по толщине покрытия, необходимо провести эксперимент по нанесению методом центрифугирования золь-гель пленок в зависимости от частоты вращения подложки (таблица 1).

Таблица 1 – Частота вращения подложки

№ образца	Частота вращения, об/мин
1	6000
...	...
8	400

Методика нанесения пленок состоит в следующем:

1) приготовленный золь фильтруется через воронку Бюхнера или через бумажный фильтр типа «Синяя лента»;

2) пластина ложится на специальный столик – и включается вакуумный насос. Под пластиной создается вакуум $\sim 10^{-1}$ Па;

3) вакуумный столик вместе с закрепленной на нем пластиной приводится во вращение с помощью электродвигателя. Скорость вращения составляет 2 000 об/мин. Данная скорость вращения является достаточной для равномерного распределения золя по поверхности пластины;

4) в пипетку набирается 0,1–0,3 мл золя и аккуратно выливается в центр вращающейся пластины;

5) через 3–5 с двигатель отключают и ждут полной остановки вакуумного столика;

6) отключают вакуумный насос и снимают пластину;

7) в течение 30 с пластину с нанесенным покрытием необходимо поместить в муфельную печь для последующей термообработки.

3. Термообработка нанесённых плёнок

Поместить полученные образцы в печь. Температура отжига 400 °С. Время отжига 20 мин.

(Требования к отчёту представлены на с. 11)

Вопросы для самоконтроля

1. Дайте определение основным понятиям и охарактеризуйте сущность золь-гель метода при получении тонких золь-гель плёнок для микро- и нано-электроники.

2. Что такое гидролиз и поликонденсация в плёнкообразующих растворах?

3. Каковы основные оптические характеристики тонких пленок?

4. В чём заключается механическая прочность тонких пленок?

Литература

1. Мельниченко, И. М. Золь-гель-технология – прорыв в XXI век / И. М. Мельниченко, Е. Н. Подденежный // Технологическое оборудование и материалы. – 1998. – №3. – С. 17–24.

2. Изолирующие слои многоуровневой разводки интегральных схем с низкой диэлектрической проницаемостью / В. А. Васильев [и др.] // Электронная промышленность. – 2004. – №4 – С. 145–153.

3. Борисенко, В. Е. Нанoeлектроника : учебное пособие для студентов специальности «Микроэлектроника» дневной формы обучения : в 3 ч. Ч. 2 / В. Е. Борисенко, А. И. Воробьева. – Минск : БГУИР, 2003. – 76 с.

ТЕМА 3. ИЗМЕРЕНИЕ ОПТИЧЕСКИХ ПОСТОЯННЫХ ДИЭЛЕКТРИКОВ С ПОМОЩЬЮ ЛАЗЕРНОГО ЭЛЛИПСОМЕТРА

1. Введение. Теория метода.
2. Компьютерное моделирование.

1. Введение. Теория метода

Распространение плоской электромагнитной волны в изотропной среде описывается соотношением:

$$\vec{E}(y,t) = \vec{E}_0 \exp\left[i\left(\omega t - \frac{N\omega}{c} y\right)\right], \quad (3.1)$$

где $\vec{E}(y,t)$ – электрическое поле волны, зависящее от времени t и координаты распространения y ;

\vec{E}_0 – амплитуда волны;

ω – частота волны;

c – скорость света в вакууме;

$N = n - ik$ – комплексный показатель преломления среды. Величины n и k называют показателями преломления и поглощения среды.

Подставляя выражение для N в (1), получим

$$E(y,t) = E_0 \exp\left(-\frac{k\omega}{c} y\right) \cdot \exp\left[i\left(\omega t - \frac{n\omega}{c} y\right)\right]. \quad (3.2)$$

Из уравнения (3.2) видно, что показатель поглощения k характеризует пространственное затухание амплитуды, а показатель преломления n – увеличение пространственной частоты, или, что то же самое, уменьшение длины волны в среде по сравнению с длиной волны в вакууме. Это означает, что фазовая скорость волны в среде уменьшается в n раз по сравнению со скоростью света в вакууме.

Оптические постоянные материалов – показатели преломления и поглощения – это фундаментальные характеристики любого вещества. Они играют определяющую роль в оптических технологиях и экспериментах: при описании интерференции света, при формировании световых потоков, при проектировании и создании приборов оптического зондирования. Оптические постоянные характеризуют химический состав многокомпонентных соединений, структурно-кристаллическое совершенство материалов,

наличие в них анизотропии, механических напряжений и позволяют определять многие другие физические параметры.

Значения оптических постоянных для таких материалов, как диэлектрики, полупроводники и металлы, заметно отличаются. Для диэлектриков, как правило, показатель поглощения равен нулю, а показатель преломления изменяется в довольно узком интервале – от 1,4 до 2,5, редко выше. Полупроводники имеют поглощение $k \sim 0,5$ и заметно большие по сравнению с диэлектриками показатели преломления. Металлы характеризуются большим поглощением: значение k составляет несколько единиц и может достигать 10. При столь высоком поглощении отражательная эллипсометрия оказывается единственным методом, позволяющим измерить оптические постоянные, так как глубина проникновения света, определяемая формулой $d = \frac{\lambda}{4\pi k}$, составляет всего лишь несколько десятков нанометров.

Определение оптических постоянных методом эллипсометрии основано на измерении относительного коэффициента отражения, который связан с измеряемыми эллипсометрическими параметрами Ψ , Δ комплексным уравнением:

$$\operatorname{tg}\Psi \cdot e^{i\Delta} = \frac{R_p}{R_s}, \quad (3.3)$$

где R_p , R_s – комплексные коэффициенты отражения. В случае отражения плоской волны от массивного однородного образца можно использовать модель полубесконечной среды. При этом комплексные коэффициенты отражения равны коэффициентам Френеля, которые выражаются следующими формулами:

$$r_p = \frac{N^2 \cos \varphi - \sqrt{N^2 - \sin^2 \varphi}}{N^2 \cos \varphi + \sqrt{N^2 - \sin^2 \varphi}}, \quad (3.4)$$

$$r_s = \frac{\cos \varphi - \sqrt{N^2 - \sin^2 \varphi}}{\cos \varphi + \sqrt{N^2 - \sin^2 \varphi}}. \quad (3.5)$$

Здесь φ – угол падения света, отсчитанный от нормали к поверхности образца. Подставляя в уравнение (3.3) в качестве R_p и R_s коэффициенты Френеля, получим выражение, связывающее измеренные эллипсометрические параметры с комплексным показателем преломления материала:

$$\operatorname{tg}\Psi \cdot e^{i\Delta} = \frac{\sin^2 \varphi - \cos \varphi \sqrt{N^2 - \sin^2 \varphi}}{\sin^2 \varphi + \cos \varphi \sqrt{N^2 - \sin^2 \varphi}}. \quad (3.6)$$

Это уравнение можно разрешить и выразить N через параметры Ψ , Δ :

$$N = \sin \varphi \sqrt{1 + \operatorname{tg}^2 \varphi \left(\frac{1 - \operatorname{tg} \Psi \cdot e^{i\Delta}}{1 + \operatorname{tg} \Psi \cdot e^{i\Delta}} \right)^2}. \quad (3.7)$$

Уравнение (3.7) решает вопрос о вычислении оптических постоянных по результатам эллипсометрических измерений.

2. Компьютерное моделирование

Перед тем, как приступить к выполнению экспериментальной части работы, полезно провести компьютерное моделирование, которое позволяет глубже понять особенности метода. Перейдите в режим «Моделирование», выбрав в верхнем меню соответствующую клавишу. Из выпадающего меню «Подгонка», «Поиск» и «Данные» выберите опцию «Подгонка». На экране появится плоскость переменных эллипсометрических параметров Ψ - Δ , на которой можно построить номограмму – зависимость эллипсометрических параметров от значений оптических постоянных. Для этого сначала задайте в верхнем правом углу структуру, состоящую из одного слоя, и установите толщину этого слоя, равную нулю. Это будет соответствовать модели полубесконечной среды. Проконтролируйте задание всех внешних параметров: внешняя среда – 1, угол падения – 70, длина волны (λ) – 6328. В полях, где задаются n и k подложки поставьте флажки, которые указывают, что эти параметры подлежат вариации. В поле «Параметры вариации» укажите в качестве начальных и конечных значений для n , 1,5 и 4, а для k 0 и 6. Эти числа примерные, и вы по своему усмотрению можете их менять. Задайте число шагов вариации для каждого параметра, например, 20. Для визуализации рассчитанных кривых в правом окне против каждого варьируемого параметра поставьте галочку. На экране появится сетка номограмм.

Лабораторная работа

Измерение оптических постоянных золь-гель плёнок с помощью лазерного эллипсометра

Цель работы:

1. Освоить методику измерения оптических постоянных золь-гель плёнок (полученных на предыдущей лабораторной работе) с помощью лазерного эллипсометра.
2. Провести измерения и рассчитать оптические постоянные золь-гель плёнок.
3. Оценить точность измерения оптических постоянных и изучить причины, влияющие на эту точность.

Приборы и принадлежности: лазерный эллипсометр, набор образцов, пинцет.

Порядок выполнения работы

1. Ознакомьтесь с «Руководством по эксплуатации лазерного эллипсометра» и «Инструкцией пользователя программного обеспечения». Включите эллипсометр в соответствии с руководством, установите угол падения света 70° .
2. Загрузите программу эллипсометра и перейдите в режим «Измерения».
3. Установите в поле «угол, град» угол падения света 70° , в поле «задача» выберите опцию «N, K».
4. Перенесите пинцетом один из образцов на предметный столик и настройте положение образца по автоколлиматору, используя подвижки столика.
5. Выполните 4-зонные измерения, нажав кнопку «4 зоны».
6. После завершения измерений в окне «Результаты» появятся оптические постоянные n и k , рассчитанные по измеренным значениям Ψ , Δ с помощью формулы (3.7). Эти результаты вместе с измеренными значениями эллипсометрических параметров дублируются также в окне «Рапорт».
7. Проведите полный цикл настройки и измерений не менее 5 раз и занесите результаты в таблицу. Для выполненных измерений рассчитайте средние значения для эллипсометрических параметров и оптических постоянных по формуле

$$x_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^m x_i}{m}. \quad (3.8)$$

8. Проведите аналогичные измерения и расчёты для всех предлагаемых образцов. Результаты занесите в таблицу 2, образец оформления таблицы приведён ниже.

Таблица 2 – Результаты измерений

№ изм.	Ψ	Δ	n	k
1				
2				
...				
Средние значения				

9. Оцените точность измерения оптических постоянных материалов, используя для этого расчётную номограмму.

10. Для одного из образцов, например, пластины кремния, проведите измерения на разных углах падения света. Для этого, последовательно устанавливая плечи гониометра в положения, соответствующие углам падения в диапазоне от 70° до 45° , проведите измерения и получите значения оптических постоянных на всех углах. В процессе выполнения задания не забывайте всякий раз при переходе к новому углу падения задавать также его значение в соответствующем поле окна измерения. Полученные значения оптических постоянных от угла падения занесите в таблицу 3. Сравните данные, полученные на разных углах падения света.

Таблица 3 – Значения оптических постоянных, измеренные на разных углах падения

Угол падения, град.	n	k
50		
60		
70		

11. Постройте зависимость оптических постоянных от толщины пленки.

(Требования к отчёту представлены на с. 11)

Вопросы для самоконтроля

1. На какую глубину световая волна проникает в кремний и в алюминий? Для оценки используйте нужную формулу.
2. Почему показатель преломления кремния, измеренный на образце, оказывается завышенным по сравнению с данными из встроенной библиотеки материалов?
3. Для какого материала точность определения оптических постоянных оказывается выше – для стекла или алюминия?
4. Почему измеренное значение показателя поглощения стекла отличается от нуля и это отличие превышает погрешность измерения?

Литература

1. Крылова, Т. Н. Измерение прозрачных пленок на поверхности стекла эллипсометрическим и спектрофотометрическим методами / Т. Н. Крылова, И. Ф. Бохонская, Г. А. Карапетян // Опт. спектр. – 1980. – Т. 49, № 4. – С. 802–808.
2. Kolodnyy, G. Ion beam optical coatings for visible and near IR lasers / G. Kolodnyy [et al.] // Proc. SPIE. – 2000. – Vol. 4350. – P. 120-125.
3. Азам, Р. Эллипсометрия и поляризованный свет / Р. Азам, Н. Башара. – Москва : Мир, 1981. – 582 с.

ТЕМА 4. РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ

1. Рентгеноструктурный анализ.
2. Кристаллическая структура и дифракция.
3. Методы рентгеноструктурного анализа.
4. Компьютерные программы уточнения параметров элементарной ячейки.

1. Рентгеноструктурный анализ

Предмет рентгенографии – решение основной задачи структурного анализа при помощи рассеяния (дифракции) рентгеновского излучения. Основная задача структурного анализа – определить неизвестную функцию микрораспределения вещественного объекта (кристалла, аморфного тела, жидкости, газа).

Рентгеноструктурный анализ – метод исследования атомно-молекулярного строения веществ, главным образом кристаллов, основанный на изучении дифракции, возникающей при взаимодействии с исследуемым образцом рентгеновского излучения длины волны около 0,1 нм.

Суть явления дифракции заключается в том, что под действием падающего пучка каждый центр (плоские волны, падающие на ряд рассеивающих центров) испускает сферические волны; эти волны интерферируют друг с другом, что приводит к образованию волновых фронтов, распространяющихся не только в направлении первоначального падающего пучка, но и в некоторых других направлениях.

Картина дифракции показывает наличие вращательной оси симметрии 6-го порядка, что характерно для гексагональной кристаллической структуры. Таким образом, эта картина несет важную информацию о структуре кристалла, на котором происходит дифракция.

Рентгеновское излучение – это электромагнитные волны, электрические поля которых взаимодействуют с заряженными частицами, а именно с электронами и атомами твердого тела. Поскольку масса электронов значительно меньше массы ядра, рентгеновское излучение эффективно рассеивается только электронами. Таким образом, рентгенограмма дает информацию о распределении электронов. Зная направления, в которых дифрагировало излучение, можно определить тип симметрии кристалла или кристаллический класс (кубический, тетрагональный и т. д.), а также длины сторон элементарной ячейки. По относительной интенсивности дифракционных максимумов можно определить положение атомов в элементарной ячейке. Распределение интенсивности в одном дифракционном

максимуме дает информацию о размере кристаллитов, а также о несовершенствах (дефектах) решетки, механических напряжениях и других особенностях кристаллической структуры.

2. Кристаллическая структура и дифракция

Кристалл – дискретная трехмерная периодическая пространственная система частиц. Макроскопически это проявляется в однородности кристалла и его способности к самоогранке плоскими гранями со строго постоянными двугранными углами. Микроскопически – кристалл может быть описан как кристаллическая решетка, т. е. правильно периодически повторяющаяся система точек (центров тяжести частиц, слагающих кристалл), описываемая тремя некопланарными осями трансляциями и тремя осями углами (рисунок 2).

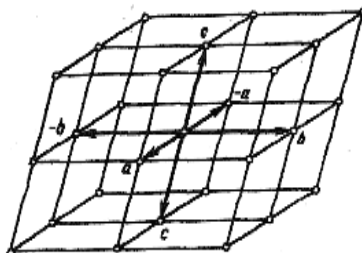


Рисунок 2 – Трансляционная ячейка и пучок трансляций

Различая равные и неравные по абсолютной величине трансляции, равные, неравные, прямые непрямые осевые углы, можно распределить все кристаллические решетки по семи кристаллическим системам (сингониям) следующим образом:

- триклинная $a \neq b \neq c \alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$;
- моноклинная $a \neq b \neq c \alpha = \gamma = 90^\circ \beta \neq 90^\circ$;
- ромбическая $a \neq b \neq c \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$;
- тригональная $a = b = c \alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$;
- тетрагональная $a = b \neq c \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$;
- гексагональная $a = b \neq c \alpha = \beta = 90^\circ \gamma = 120^\circ$;
- кубическая $a = b = c \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$.

Однако если учесть трансляционную симметрию, то возникают 14 трансляционных групп, каждая из которых образует решетку Бравэ.

Преимущество рентгеноструктурного анализа в его высокой избирательности. Если монохроматический пучок рентгеновского излучения падает в произвольном направлении на монокристалл, можно наблюдать выходящий (но не дифрагированный) пучок в том же направлении.

Дифрагированные пучки возникают лишь при нескольких строго определенных (дискретных) углах падения относительно кристаллографических осей. Это условие лежит в основе метода вращения кристалла, в котором допускается вращение монокристалла относительно определенной оси, причем точно определяются те направления, для которых наблюдается дифракция.

В других экспериментах могут использоваться порошкообразные кристаллические образцы и монохроматический пучок – такой метод носит название Дебая – Шеррера. В этом случае имеется непрерывный спектр ориентаций отдельных кристаллитов, но достаточно интенсивные дифрагированные пучки дают лишь кристаллиты с определенной ориентацией. Порошковый метод не требует выращивания крупных монокристаллов, в чем и состоит его преимущество перед методами Лауэ и вращения кристалла. В методе Лауэ используются монокристалл и пучок рентгеновского излучения, обладающий непрерывным спектром, так что кристалл как бы сам выбирает подходящие длины волн для образования дифракционных картин.

3. Методы рентгеноструктурного анализа

В рентгеноструктурном анализе в основном используются три метода:

1) метод Лауэ. В этом методе пучок излучения с непрерывным спектром падает на неподвижный монокристалл. Дифракционная картина регистрируется на неподвижную фотопленку;

2) метод вращения монокристалла. Пучок монохроматического излучения падает на кристалл, вращающийся (или колеблющийся) вокруг некоторого кристаллографического направления. Дифракционная картина регистрируется на неподвижную фотопленку. В ряде случаев фотопленка движется синхронно с вращением кристалла; такая разновидность метода вращения носит название метода развертки слоевой линии;

3) метод порошков или поликристаллов (метод Дебая – Шеррера – Хэлла). В этом методе используется монохроматический пучок лучей. Образец состоит из кристаллического порошка или представляет собой поликристаллический агрегат.

4. Компьютерные программы уточнения параметров элементарной ячейки

Существует множество такого рода программ для персональных компьютеров. В данной лабораторной работе будет рассмотрена наиболее

удобная в использовании и обладающая множеством прикладных функций программа – PowderCell версии 2.4. Эта программа предназначена для работы с кристаллическими структурами и вычисления соответствующих рентгено- или нейтронограмм для поликристаллических образцов.

Критерием правильности созданной или модифицируемой модели кристалла является соответствие вычисленной дифрактограммы результатам экспериментального исследования. Отклонение экспериментальной дифрактограммы от теоретической – веская причина неприемлемости предлагаемой модели реальной структуры. Программа позволяет варьировать параметрами эксперимента, такими как: используемое излучение, геометрия эксперимента, аномальная дисперсия, фиксированные или переменные щели, различные коррекции интенсивности, учет фона, дублетной структуры линии излучения и т. д.

С помощью Powder Cell можно использовать различные форматы импорта структурных данных (ICSD, SHELX, POWDER CELL); показывать кристаллические структуры, используя более чем 740 различных установок типов пространственных групп и т. д.

Лабораторная работа

Рентгеноструктурный анализ порошков BiFeO_3 , полученных золь-гель методом с использованием программного обеспечения Powder cell

Цель работы: изучение структурных характеристик элементарных ячеек системы веществ. Обработка экспериментальных рентгенограмм BiFeO_3 , построение элементарных ячеек и уточнение их параметров.

Приборы и принадлежности: персональный компьютер с программным обеспечением Powder Cell, порошок BiFeO_3 .

В качестве объекта исследования был выбран порошок феррита висмута, полученный золь-гель методом, так как он является хорошо изученным магнитоэлектриком с достаточно высокими температурами фазовых переходов ($T_K \sim 1098\text{K}$, $T_N = 643\text{K}$) и, следовательно, обладает магнитоэлектрическим эффектом при комнатной температуре, что обуславливает его возможное применение в спинтронике. В BiFeO_3 ионы Bi^{3+} являются основной причиной возникновения сегнетоэлектричества. Так как у них есть инертная $6s$ электронная пара. Таким парам свойственна высокая поляризуемость – необходимое условие для возникновения сегнетоэлектричества. Наглядно появление поляризации можно представить как процесс

упорядочения таких электронных пар в одном направлении. В объемном виде BiFeO_3 обладает ромбоэдрически искаженной структурой перовскита. Элементарная ячейка может быть представлена как в гексагональном, так и в псевдокубическом виде (рисунок 3).

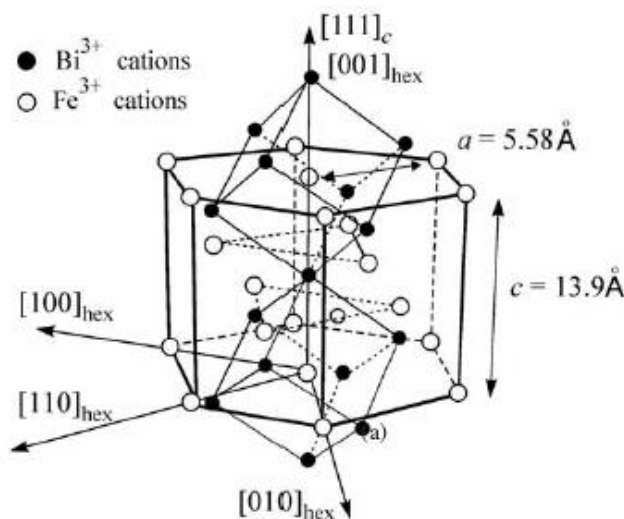


Рисунок 3 – Элементарная ячейка феррита висмута в гексагональном и псевдокубическом представлении

Элементарная ячейка содержит две структурные единицы. Атомы кислорода располагаются в центрах граней кубического каркаса из ионов висмута. Гексагональную ячейку можно представить как ячейку, образованную диагоналями граней ячейки перовскита. На рисунке 4 можно видеть искаженную псевдокубическую ячейку перовскита, где ионы Fe^{3+} и Bi^{3+} смещены от своих centrosymmetrical положений вдоль направления.

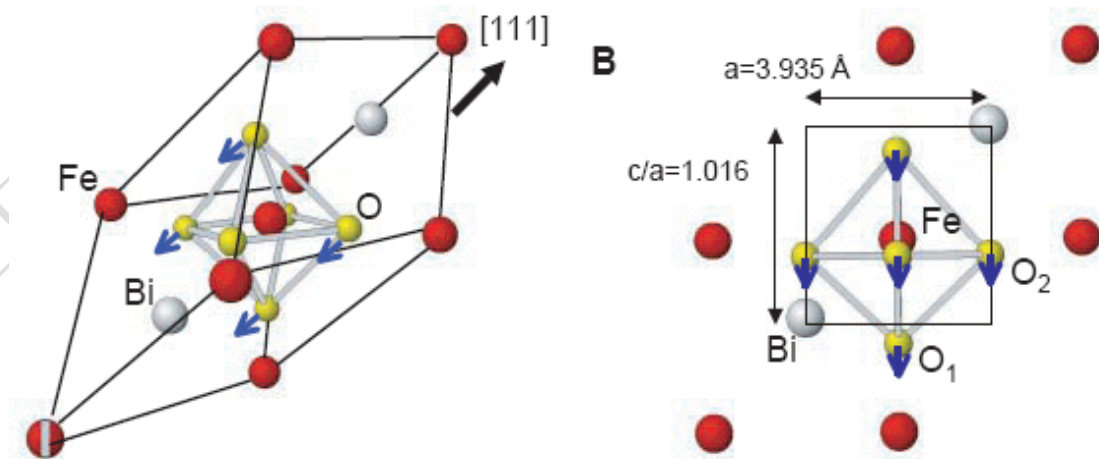

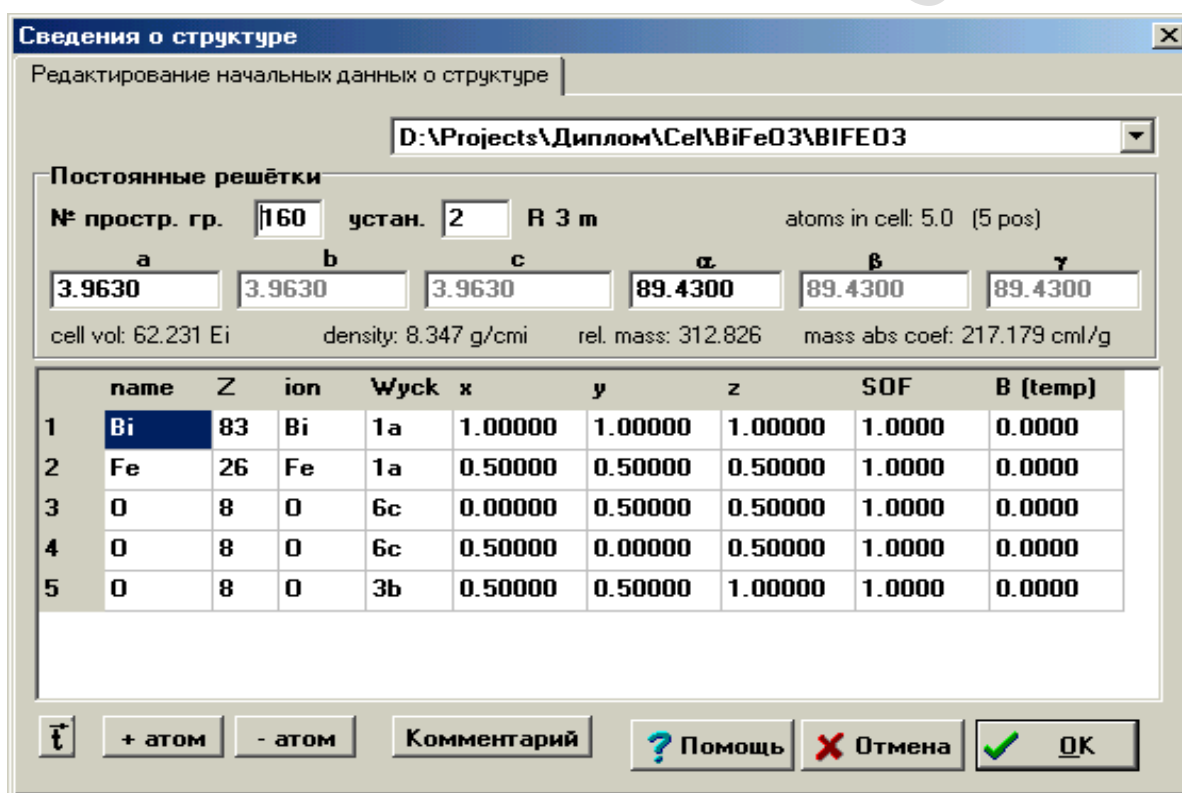


Рисунок 4 – Кристаллическая структура монокристалла феррита висмута

Было обнаружено, что феррит висмута имеет спонтанную поляризацию вдоль этого направления (рисунок 4). В объёмном феррите висмута проблема утечки заряда возникает из-за нестехиометрии и дефектов, что и ограничивает практическое применение этого материала в виде объёмного кристалла.

Порядок выполнения работы

1. Нажмите кнопку  на панели инструментов.
2. В появившемся диалоговом окне (рисунок 5) введите название вещества, номер пространственной группы, параметры элементарной ячейки, координаты атомов в элементарной ячейке, значения структурного и температурного факторов.



Сведения о структуре

Редактирование начальных данных о структуре

D:\Projects\Диплом\Ce\BiFeO3\BIFE03

Постоянные решётки

№ протр. гр. 160 устан. 2 R 3 m atoms in cell: 5.0 (5 pos)

a 3.9630 b 3.9630 c 3.9630 α 89.4300 β 89.4300 γ 89.4300

cell vol: 62.231 Eи density: 8.347 g/cmи rel. mass: 312.826 mass abs coef: 217.179 cmл/g

	name	Z	ion	Wyck	x	y	z	SOF	B (temp)
1	Bi	83	Bi	1a	1.00000	1.00000	1.00000	1.0000	0.0000
2	Fe	26	Fe	1a	0.50000	0.50000	0.50000	1.0000	0.0000
3	O	8	O	6c	0.00000	0.50000	0.50000	1.0000	0.0000
4	O	8	O	6c	0.50000	0.00000	0.50000	1.0000	0.0000
5	O	8	O	3b	0.50000	0.50000	1.00000	1.0000	0.0000

+ атом - атом Комментарий ? Помощь X Отмена OK

Рисунок 5 – Диалоговое окно «Сведения о структуре» в *Powder Cell*

Автоматически будет произведён расчёт объёма элементарной ячейки, плотности вещества и т. д. Активное окно примет вид, показанный на рисунке 6. Отображается структура вещества и его порошковая дифрактограмма.

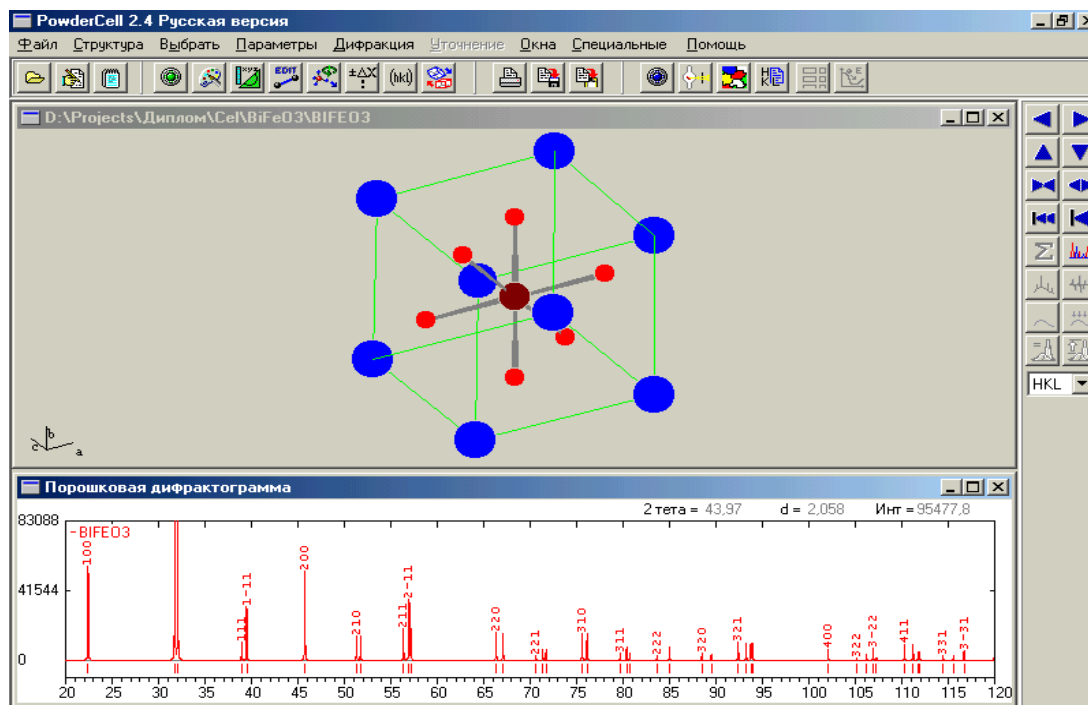


Рисунок 6 – Расчёт объёма элементарной ячейки в *Powder Cell*

Группа дополнительных кнопок, показанная на рисунке 7, предназначена для управления изображением структуры. Назначение каждой кнопки соответствует изображению на ней.

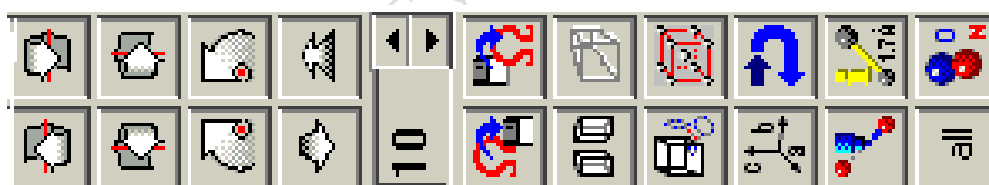


Рисунок 7 – Группа дополнительных кнопок

Также при наведении курсора мыши на кнопку появляется всплывающая подсказка. При щелчке правой кнопкой мыши на изображении структуры появляется контекстное меню, которое частично дублирует кнопки панели, показанной на рисунке 8, а также имеет несколько дополнительных функций по работе с изображением структуры: печать, экспорт и копирование в буфер обмена.

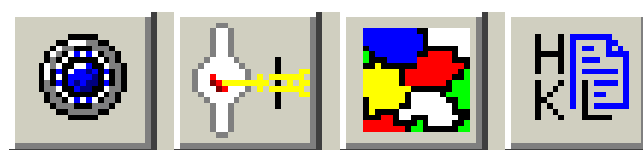


Рисунок 8 – Группа кнопок на главной панели инструментов

Группа дополнительных кнопок, находящаяся в правой части главного окна при активном окне «Порошковая дифрактограмма», предназначена для управления отображением порошковой дифрактограммы. Назначение каждой кнопки соответствует изображению на ней. Также при наведении курсора мыши на кнопку появляется всплывающая подсказка. Группа кнопок на главной панели инструментов (рисунок 8): 1-я кнопка – включение и выключение окна «Порошковая дифрактограмма», 2-я кнопка – настройка условий эксперимента, 3-я кнопка – настройка параметров фаз, 4-я кнопка – отображение списка отражающих плоскостей.

3. Нажмите на кнопку 2 появится окно с настройками параметров эксперимента (рисунок 9), где необходимо настроить следующие параметры:

- тип источника излучения;
- длину волны $K\alpha_1$ или $K\alpha_2$ с учетом аномальной дисперсии;
- геометрию эксперимента, щель постоянной или переменной ширины;
- интервал значений 2θ и т. д.

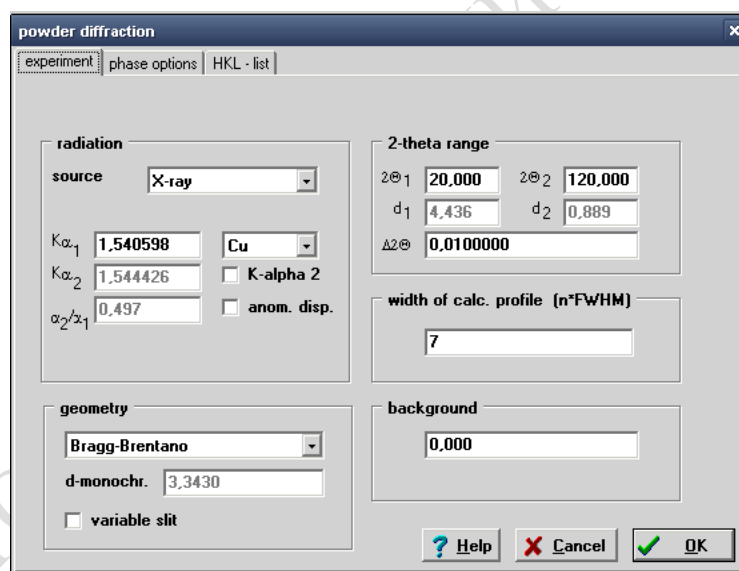


Рисунок 9 – Настройка параметров эксперимента

Для рентгеновского излучения можно использовать следующий материал анода: Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zr, Nb, Mo, Ag и W. Только для этих излучений соответствующие поправки (глубина проникновения, массовый коэффициент поглощения) принимаются в учет при расчете порошковой дифрактограммы. Это важно, например, для количественного фазового анализа. Результирующая порошковая дифрактограмма также зависит от используемой геометрии дифракции. PowderCell рассчитывает рассеяние в геометрии Брэгга-Брентано (Bragg-Brentano) и Гинье (Guinier). В этом случае предполагается использование {011} – кварцевого монохроматора.

При нажатии на кнопку появляется окно, в котором для каждого рефлекса приводятся следующие данные: индексы Лауэ НКЛ, угол Брэгга θ , соответствующее межплоскостное расстояние d , интегральная интенсивность, структурная амплитуда, фактор повторяемости для данной плоскости решетки, полная ширина на полувысоте (FWHM).

4. Сопоставить результаты экспериментальных и теоретических рентгенограмм.

4.1 Построить график экспериментальных и теоретических рентгенограмм. Для этого экспортируйте данные с Powder Cell, нажимая правой кнопкой мыши на теоретическом графике (рисунок 10).

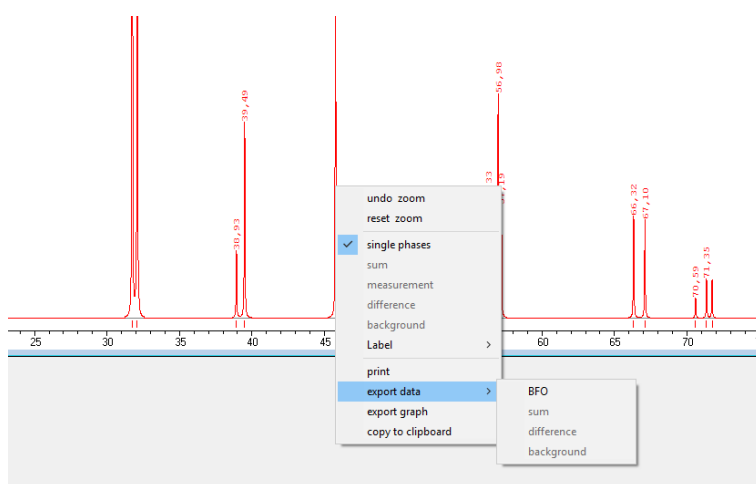


Рисунок 10 – Экспорт данных из *Powder Cell*

4.2. Получите от преподавателя экспериментальные данные и в программе Excel постройте график экспериментальных и теоретических рентгенограмм (рисунок 11).

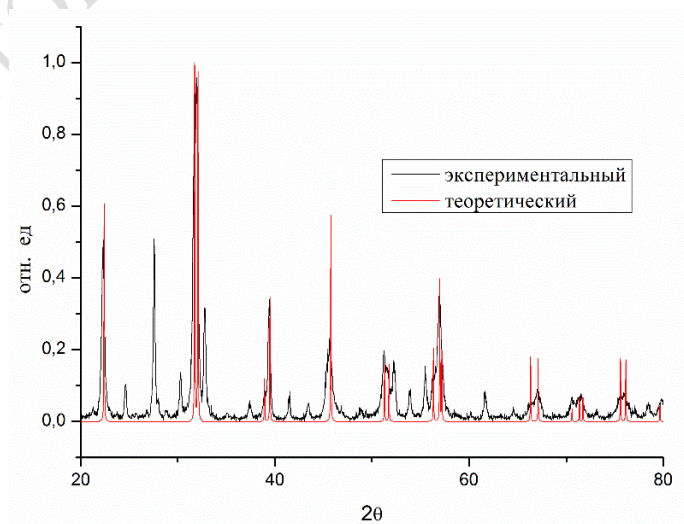


Рисунок 11 – Результаты сопоставления экспериментальных и теоретических рентгенограмм

Результаты сопоставления экспериментальных и теоретических рентгенограмм, после уточнения с использованием программы Powder Cell записать в таблицу 4.

Таблица 4 – Результаты сопоставления экспериментальных и теоретических рентгенограмм

№	Результаты теоретической рентгенограммы		Результаты экспериментальной рентгенограммы		Определение фазы	
	Данные 2theta	Интенсивность в отн. ед.	Данные 2theta	Интенсивность в отн. ед.	Фаза феррита висмута	Фаза примеси

5. Сопоставить результаты данных наиболее интенсивных пиков теоретических и экспериментальных рентгенограмм. Отметить совпадение данных 2 theta в таблице.

6. На основании табличных данных рассчитать примерный процент фазы феррита (экспериментальные данные 2 theta, которые совпали с теоретическими) висмута и примесной фазы (экспериментальные данные 2 theta, которые не совпали с теоретическими).

(Требования к отчёту представлены на с. 11).

Вопросы для самоконтроля

1. В чем заключается суть явления дифракции?
2. В чем состоит преимущество рентгеноструктурного анализа?
3. Опишите методы рентгеноструктурного анализа.
4. Каковы критерии правильности создания модели кристалла?
5. Как уточнить параметры элементарной ячейки Powder Cell?

Литература

1. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я. С. Уманский [и др.]. – Москва : Металлургия, 1982. – 632 с.
2. Мисак, Л. В. Применение программы «POWDER CELL» в физике твердого тела / Л. В. Мисак, А. С. Потужный // тез. докладов VII Республ. научн. конф. студ. и аспирантов, «Новые математические методы и компьютерные технологии в проектировании, производстве и научных исследованиях». – Гомель : ГГУ им. Ф. Скорины, 2004. – С. 110–112.

ТЕМА 5. ИССЛЕДОВАНИЕ ТОПОГРАФИИ ПОВЕРХНОСТИ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ (АСМ)

1. Сканирующая зондовая микроскопия.
2. Модульная программа для анализа данных Gwyddion.

1. Сканирующая зондовая микроскопия

Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) – один из мощных современных методов исследования морфологии и локальных свойств поверхности твердого тела с высоким пространственным разрешением. Несмотря на многообразие видов и применений современных сканирующих микроскопов, в основе их работы заложены схожие принципы, а их конструкции мало различаются между собой. На рисунке 12 изображена обобщенная схема сканирующего зондового микроскопа (СЗМ).

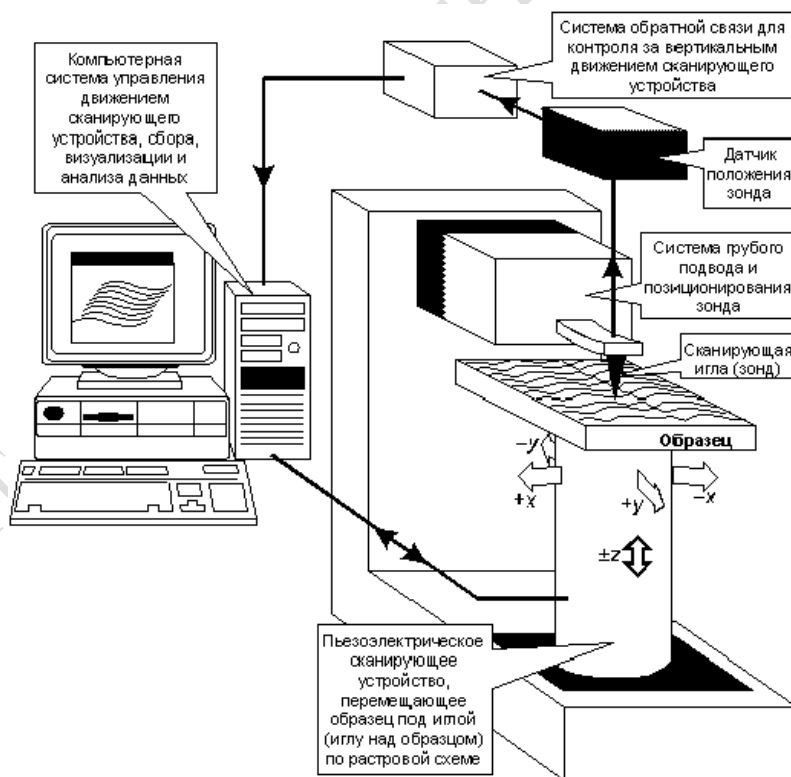


Рисунок 12 – Обобщённая схема сканирующего зондового микроскопа (СЗМ)

Принцип его работы заключается в следующем. С помощью системы грубого позиционирования измерительный зонд подводится к поверхно-

сти исследуемого образца. При приближении образца и зонда на расстояние менее сотен нанометров зонд начинает взаимодействовать с поверхностными структурами анализируемой поверхности. Перемещение зонда вдоль поверхности образца осуществляется с помощью сканирующего устройства, которое обеспечивает сканирование поверхности иглой зонда. Обычно оно представляет собой трубку из пьезокерамики, на поверхность которой нанесены три пары разделенных электродов. Под действием приложенных к пьезотрубке напряжений U_x и U_y она изгибается, обеспечивая тем самым перемещение зонда относительно образца по осям X и Y , под действием напряжения U_z – сжимается или растягивается, что позволяет изменять расстояние игла–образец. Характерное расстояние между зондом и поверхностью образцов в зондовых микроскопах по порядку величин составляет 0,1–10 нм.

1.2. Сканирующая туннельная микроскопия

В зависимости от типа регистрируемого взаимодействия между зондом и поверхностью различают сканирующую туннельную (СТМ) и атомно-силовую микроскопию (АСМ). В случае первой (СТМ) подложка с образцом и зонд, сделанный из какого-либо проводящего металла (например, вольфрама или платины), замкнуты в общую электрическую цепь с источником тока, и регистрируемой величиной является *туннельный ток*. Этот ток возникает при сближении зонда и образца до расстояний, на которых наблюдается туннельный эффект (~1 нм). В процессе сканирования туннельный ток поддерживается постоянным за счет изменения расстояния зонд – поверхность, и таким образом регистрируется изображение (рисунок 13).

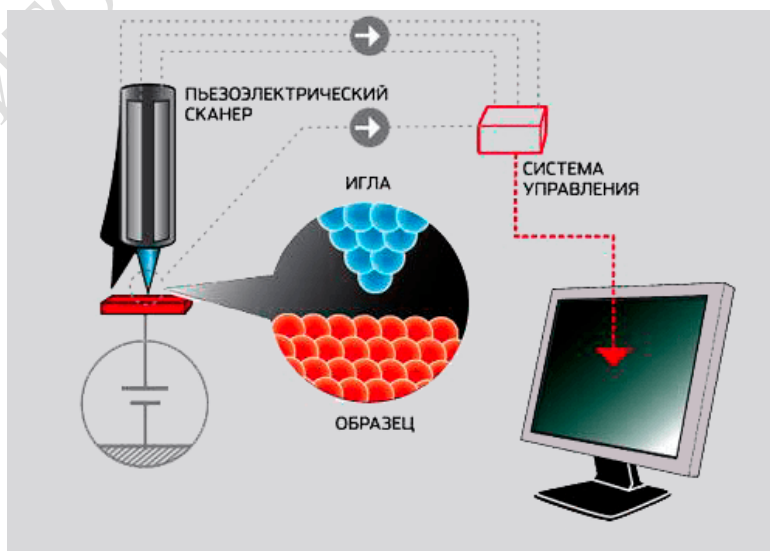


Рисунок 13 – Схема устройства сканирующего туннельного микроскопа

Когда зонд подходит к образцу на расстояние, достаточно малое для возникновения туннельного тока, начинается регистрация «полезного» сигнала. Этот сигнал представляет собой расстояние, пройденное опускающимся зондом из исходной точки до позиции, где возникает туннельный ток. Сигналы, полученные в каждой точке образца, складываются в цельное изображение поверхности.

Разработка СТМ стимулировала прогресс в исследованиях разнообразных полупроводниковых и металлических материалов, поскольку данный метод позволяет не только изучать структуру на атомном уровне, но и может использоваться для измерения электрического или магнитного полей в масштабе молекул или атомов.

1.3. Атомно-силовая микроскопия

Атомно-силовой микроскоп – сканирующий зондовый микроскоп высокого разрешения. Используется для определения рельефа поверхности с разрешением от десятков ангстрем вплоть до атомарного.

В отличие от сканирующего туннельного микроскопа, с помощью атомно-силового микроскопа можно исследовать как проводящие, так и непроводящие поверхности. Ввиду способности не только сканировать, но и манипулировать атомами, он назван силовым.

Дифракционный предел оптической микроскопии – это невозможность различить два объекта, разделённые расстоянием меньшим (5.1), чем половина длины волны света:

$$d = \frac{\lambda}{2N_A}. \quad (5.1)$$

где d — латеральное разрешение;

λ — длина волны;

N_A — числовая апертура объектива.

Подставив в эту формулу длины волн видимого света (500–800 нм) и наибольшее значение N_A на воздухе (0,95), получим максимально достижимое латеральное разрешение — 200 нм. Это и есть дифракционный предел.

Туннельный эффект — преодоление квантовой частицей потенциального барьера в случае, когда её полная энергия (остающаяся при туннелировании неизменной) меньше высоты барьера. Это явление исключительно квантовой природы, невозможное и даже полностью противоречащее классической механике. Туннельный эффект можно объ-

яснить соотношением неопределенностей (5.2), которое можно представить в виде:

$$\Delta x \Delta p \geq \frac{\hbar}{2}. \quad (5.2)$$

Данное выражение показывает, что при ограничении квантовой частицы по координате x (уменьшении неопределенности в положении), её импульс p становится менее определённым. Случайным образом неопределённость импульса Δp может добавить частице энергии для преодоления барьера, но средняя энергия частицы при этом все равно останется неизменной.

Для регистрации изгиба консоли используются оптические методы. На конце консоли, на стороне, обращенной вверх, напыляется зеркало, на которое направляется луч полупроводникового лазера. Отразившись от зеркальной поверхности, луч регистрируется мультисегментным фотодиодом (рисунок 14). Это позволяет следить за перемещениями в пространстве конца консоли с зондом. Когда зонд опускается и поднимается на неровностях поверхности, отраженный луч отклоняется, и это отклонение регистрируется фотодиодом, а сила, с которой игла притягивается к близлежащим атомам – пьезодатчиком. Данные фотодиода и пьезодатчика используются в системе обратной связи, которая может обеспечивать, например, постоянную силу взаимодействия между зондом и поверхностью образца. В результате, можно строить объёмный рельеф поверхности образца в режиме реального времени. Разрешающая способность данного метода составляет примерно 0,1–1 нм по горизонтали и 0,01 нм по вертикали.

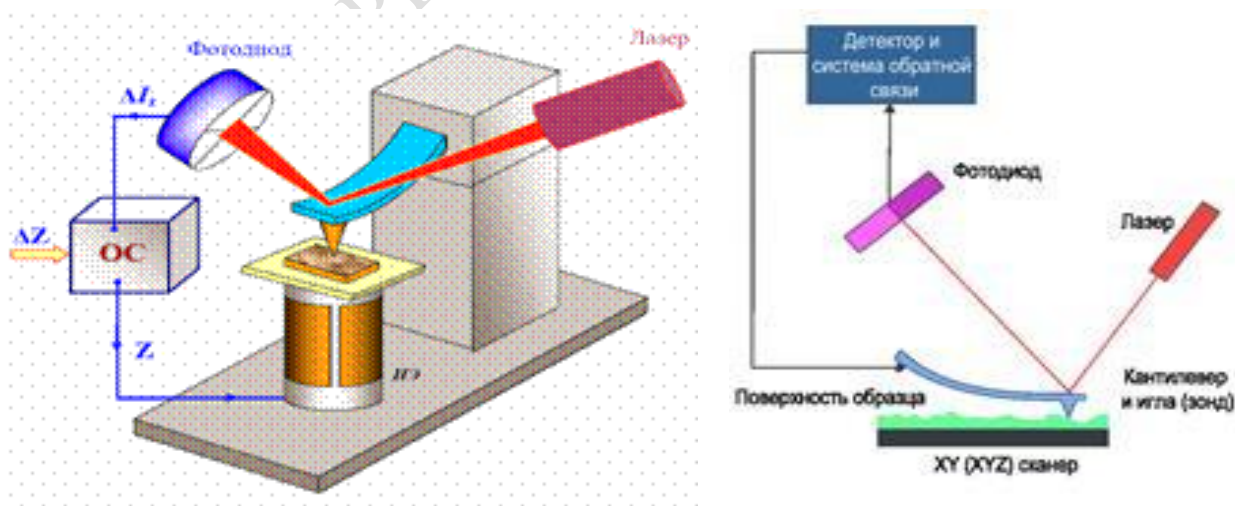


Рисунок 14 – Схема атомно-силового микроскопа

Для определения рельефа поверхностей непроводящих тел использовалась упругая консоль (кантилевер), отклонение которой, в свою очередь, определялось по изменению величины туннельного тока, как в сканирующем туннельном микроскопе. Используется оптическая схема: луч лазера направляется на внешнюю поверхность кантилевера, отражается и попадает на фотодетектор. Такой метод регистрации отклонения кантилевера реализован в большинстве современных атомно-силовых микроскопов.

1.4. Режимы работы атомно-силового микроскопа

В зависимости от расстояний от иглы до образца возможны следующие режимы работы АСМ: контактный режим (contact mode); бесконтактный режим (non-contact mode); полуконтактный режим (tapping mode).

При контактном режиме расстояние от иглы до образца составляет порядка нескольких десятых нанометров. Таким образом, игла находится в мягком физическом контакте с образцом и подвержена действию сил отталкивания, а взаимодействие между иглой и образцом заставляет кантилевер изгибаться, повторяя топографию поверхности. В этом случае используются консоли с малым коэффициентом жесткости, чтобы избежать чрезмерного влияния зонда на образец. Топографические изображения в атомно-силовом микроскопе обычно получают в одном из двух режимов: режим постоянной высоты и режим постоянной силы. В режиме *постоянной силы* система обратной связи поддерживает постоянной величину силу взаимодействия иглы с поверхностью образца. При исследовании образцов с перепадами высот порядка единиц ангстрем, можно применять режим сканирования при постоянном среднем расстоянии между зондом и поверхностью образца – *режим постоянной высоты*. В этом случае кантилевер движется на некоторой средней высоте над образцом. Изгиб консоли Z , пропорциональный силе, действующей на зонд со стороны поверхности, записывается для каждой точки. Изображение в таком режиме представляет собой пространственное распределение силы взаимодействия зонда с поверхностью.

При бесконтактном режиме (режиме притяжения) кантилевер с помощью пьезокристалла колеблется над изучаемой поверхностью с амплитудой ~ 2 нм, превышающей расстояние между зондом и поверхностью. Сила, действующая со стороны поверхности, приводит к сдвигу амплитудно-частотной и фазово-частотной характеристик зонда, и амплитуда и фаза изменяют значения. Система обратной связи, поддерживает постоянной амплитуду колебаний зонда, а изменение частоты и фазы в каждой точке записывается. Возможно установление обратной связи путём поддержания постоянной величины частоты или фазы колебаний. По измене-

нию амплитуды или сдвигу резонансной частоты колебаний в ходе сканирования поверхности определяется сила притяжения и формируется изображение поверхности.

Полуконтактный режим аналогичен бесконтактному режиму с тем отличием, что игла консоли в нижней точке своих колебаний слегка касается поверхности образца. При этом возбуждаются вынужденные колебания консоли вблизи его резонансной частоты с амплитудой 10–100 нм, происходит сканирование и регистрируется изменение амплитуды и фазы колебаний. К взаимодействию консоли с поверхностью, состоящему из ван-дер-ваальсового взаимодействия, в момент касания добавляется упругая сила, действующая на консоль со стороны материала поверхности. В память компьютера одновременно записывается АСМ изображение рельефа поверхности, и так как в каждой точке регистрируется изменение фазы колебаний консоли, то записывается распределение фазового контраста. В таком режиме можно исследовать твердые, органические, полимерные материалы, поверхностно-активные вещества.

2. Модульная программа для анализа данных Gwyddion

Gwyddion – модульная программа для анализа данных сканирующей зондовой микроскопии. В первую очередь она предназначена для анализа профилей высоты, полученных с помощью методов сканирующей зондовой микроскопии (AFM, MFM, STM, SNOM/NSOM), но она может использоваться для любого другого исследования профилей высоты или же для анализа изображений. Gwyddion – бесплатное программное обеспечение, защищённое в соответствии с Лицензией GNU (GNU GPL).

Gwyddion может в настоящее время использоваться с операционными системами **Linux/Unix** (включая **Mac OS X**) и **Microsoft Windows**. Оба семейства систем могут использоваться также для разработки. Для графического интерфейса используется инструментарий пользовательских средств управления **Gtk +**, поэтому он может быть в основном перенесен на любую систему, которая поддерживает **Gtk +**.

Лабораторная работа

Анализ поверхности золь-гель покрытий с использованием модульной программы Gwyddion

Цель работы: исследование наноструктурированных пленок методом атомно-силовой микроскопии с использованием программного комплекса Gwyddion.

Приборы и принадлежности: персональный компьютер с установленной модульной программой Gwyddion, данные топографии поверхности золь-гель пленок, полученных с использованием атомно-силовой микроскопии.

Порядок выполнения работы

1. Загрузка и корректировка образца

1.1. Получить у преподавателя образцы для исследования. В меню выбрать *файл/открыть*. В появившемся окне выбрать и загрузить нужный образец (рисунок 15).

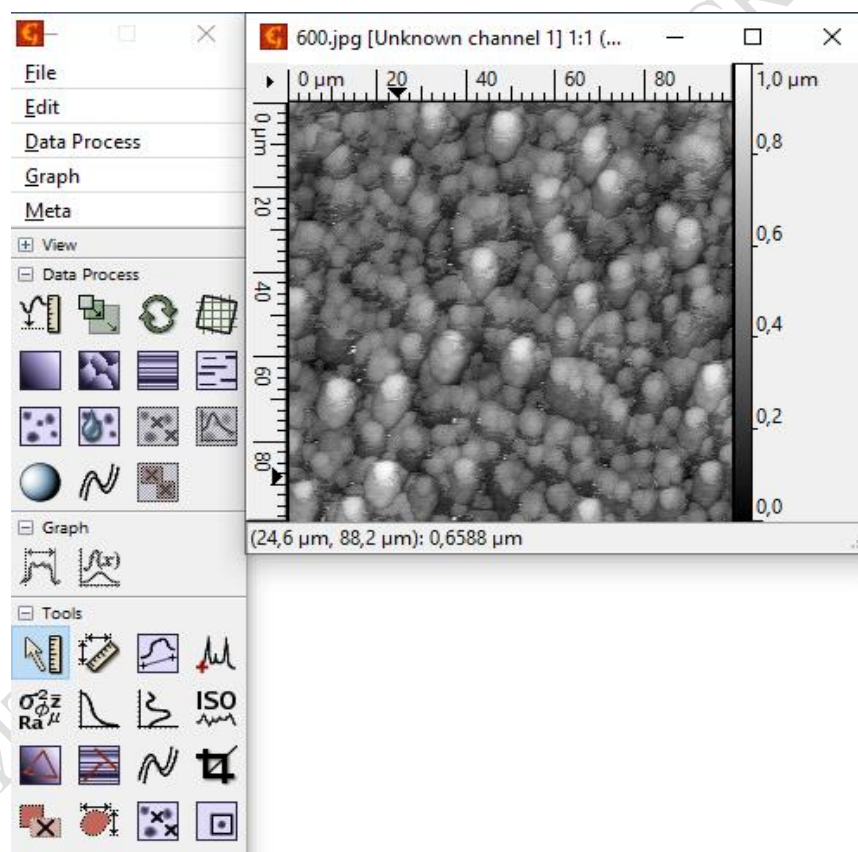




Рисунок 15 – Загрузка исследуемого образца в Gwyddion

1.2. Сдвинуть минимальное значение в ноль. Для этого на панели инструментов выбрать инструмент . Затем, для удобства, образец переместится в ноль. Для проверки статистических величин на панели инструментов выбрать инструмент . На экране появится окно со всеми статистическими величинами (рисунок 16).

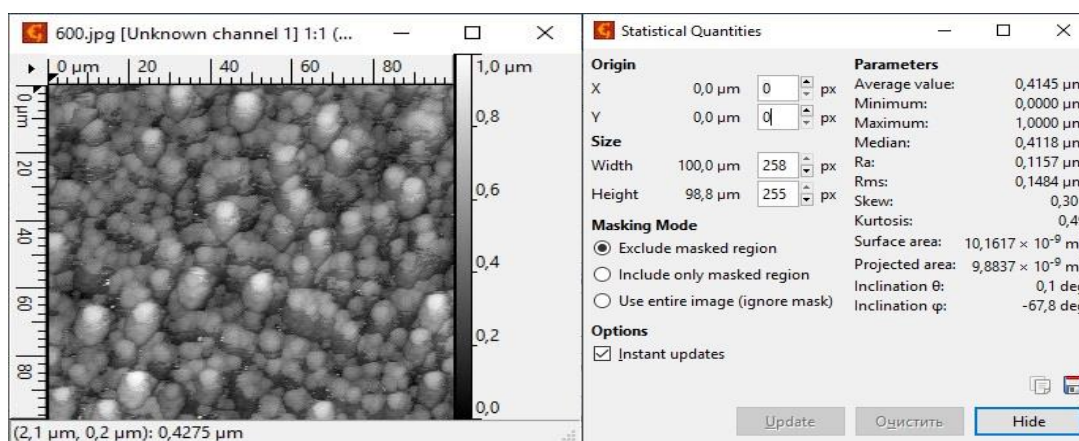






Рисунок 16 – Изображение и статистика образца после сдвига его в ноль

1.3. **Корректировка образца выравниванием граней.** На панели инструментов выбрать инструмент «Выравнивание граней» – . С помощью этого инструмента происходит выравнивание относительно граней исследуемого образца.

1.4. **Корректировка образца с удалением царапин.** На панели инструментов выбрать инструмент «Удаление царапин» – . С помощью этого инструмента происходит удаление царапин с повреждённых ошибкой сканирования участков изображения исследуемого образца.

1.5. **Корректировка образца выравниванием плоскости.** На панели инструментов выбрать инструмент «Выравнивание плоскости» – . С помощью этого инструмента происходит выравнивание относительно плоскости, наглядно становится видна шероховатость поверхности исследуемого образца.

2. Пометка зёрен по водоразделу

Для того чтобы пометить зёрна по водоразделу, на панели инструментов выбрать инструмент . На экране появится окно с изображением образца и его параметрами (такими как поиск зёрен и сегментация). Изменяя параметры и обновляя текущее окно, с помощью кнопки «Обновить» нужно добиться наиболее точного покрытия зерен маской.

3. Инвертирование маски и статистика зёрен

Для того чтобы инвертировать маску, нужно в основном меню выбрать: *обработка данных/маска/инвертировать маску* (рисунок 17).

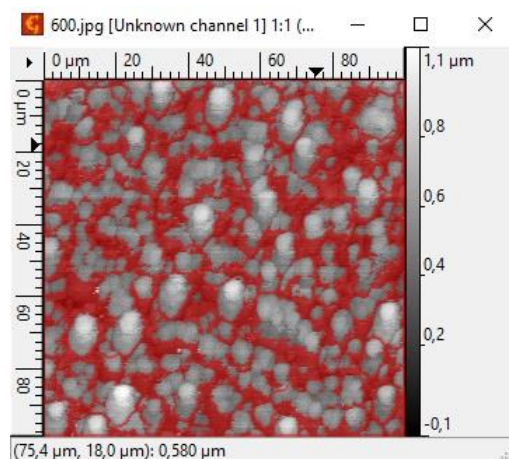


Рисунок 17 – Изображение инвертированной маски исследуемого образца

Чтобы после всех проделанных действий проверить статистику зёрен, нужно в основном меню выбрать: *обработка данных/зёрна/статистика* (рисунок 18).

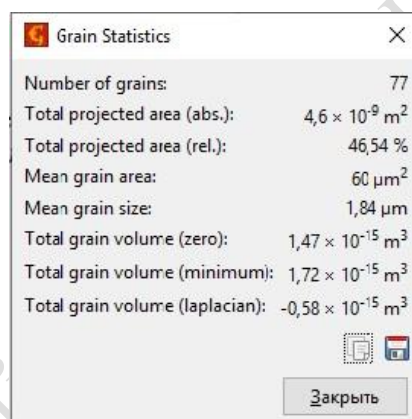


Рисунок 18 – Изображение статистики зёрен образца

Полученные данные занести в таблицу 5.

Таблица 5 – Данные обработанных образцов

Образец				
Температура отжига, °C				
Ra, нм				
Число зёрен				
Средний размер зерна, нм				

По табличным данным построить график зависимости шероховатости R_a BiFeO_3 -образца, от температуры отжига T и график зависимости шероховатости R_a BiFeO_3 -образца, от температуры отжига T .

(Требования к отчёту представлены на с. 11).

Вопросы для самоконтроля

1. Что такое сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ)? Опишите принцип работы сканирующего зондового микроскопа. Нарисуйте схему сканирующего зондового микроскопа.

2. В чём заключается сканирующая тунельная микроскопия (СТМ)? Опишите углеродные нанотрубки, квантовые точки.

3. В чём заключается атомно-силовая микроскопия (АСМ)? Опишите принцип работы атомно-силового микроскопа.

4. Нарисуйте схему атомно-силового микроскопа. Что такое дифракционный предел? В чём проявляется тунельный эффект.

5. Опишите режимы работы атомно-силового микроскопа.

6. Перечислите основные элементы интерфейса Gwyddion. Какие функции выполняют эти элементы?

Литература

1. Миронов, В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии : учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений / В. Л. Миронов. – Нижний Новгород : Институт физики микроструктур РАН, 2004. – С. 6–8.

2. Бахтизин, Р. З. Сканирующая тунельная микроскопия / Р. З. Бахтизин // Соросовский образовательный журнал. – 2000. – Т. 6. – С. 85–88.

3. Ииджима, С. Наблюдение многослойных углеродных нанотрубок / С. Ииджима // Nature. – 1991. – № 7. – С. 56–58.

4. Федоров, А. В. Оптика наноструктур. – А. В. Федоров. – СПб : «Недра», 2005. – С. 15–17.

5. Матвеев, А. Н. Оптика / А. Н. Матвеев. – Москва : Книга по требованию, 2012. – 352 с.

6. Карпухин, С. Д. Атомно-силовая микроскопия / С. Д. Карпухин, Ю. А. Быков. – Москва : Московский Государственный технический университет им. Н. Э. Баумана, 2012. – 41 с.

7. Бахтизин, Р. З. Физические основы сканирующей зондовой микроскопии : учебное пособие / Р. З. Бахтизин, Р. Р. Галлямов. – Уфа : РИО БашГУ, 2004. – 84 с.

8. Неволин, В. Н. Зондовые нанотехнологии в электронике / В. Н. Неволин. – Москва : Техносфера, 2005. – 152 с.

Производственно-практическое издание

Сидский Виталий Валерьевич,
Семченко Алина Валентиновна,
Васькевич Василий Васильевич

ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ТЕХНОЛОГИИ В МИКРО-И НАНОЭЛЕКТРОНИКЕ

Практическое пособие

Редактор *В. И. Шкредова*
Корректор *В. В. Калугина*

Подписано в печать 18.03.2020. Формат 60x84 1/16.
Бумага офсетная. Ризография. Усл. печ. л. 2,8.
Уч.-изд. л. 3,1. Тираж 25 экз. Заказ 166.

Издатель и полиграфическое исполнение:
учреждение образования
«Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины»

Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя,
распространителя печатных изданий № 3/1452 от 17.04.2017.
Специальное разрешение (лицензия) № 02330 / 450 от 18.12.2013.
Ул. Советская, 104, 246019, Гомель.

