

Electron Probe Techniques

Interacción de electrones (alg. eV hasta 1000 keV !!!) con (átomos) materia: Diferentes técnicas de análisis de superficies e interfaces.

* Algunas técnicas (AES, LEED, RHEED, exhiben una alta sensibilidad superficial (baja penetración): Caracterización superficial.

* Pobre resolución en profundidad, pero alta resolución lateral (SEM, TEM, etc): Caracterización de micro y nanodominios del material (análisis de interfaces y pelíc. delgadas)

Table 10.2-1. Survey of electron probe techniques

Fundamental process	Mechanism of signal generation	Typical energy of electrons	Technique	Application
Elastic processes: Scattering	Deflection of transmitted electrons	100–1000 keV	TEM	Imaging of inner structure in thin specimens
	Deflection of reflected electrons	100 keV 20 eV 20 keV	REM LEEM BSE imaging	Imaging of surface structure
	Bragg diffraction	100 keV 1–5 keV 10 keV	THEED LEED RHEED	Crystal structure, lattice spacings
Inelastic processes: Absorption	Excitation of vibrational states	5 eV	REELS	Molecular surface analysis
	Excitation of electronic states and plasmons	100 keV	TEELS	Elemental nanoanalysis
Emission	Decay of excited electronic states by: photons	20 keV	EPXMA	Elemental microanalysis, elemental surface analysis with nanometer resolution
	Auger electrons Secondary electrons	5 keV 20 keV	AES SEM	Morphological and topographical imaging

Electrones: Alta sección eficaz de interacción c/átomos (señales intensas), pero las mediciones se deben realizar en vacío ($< 10^{-5}$ mbar); pueden ser focalizados en diámetros entre 1-100 nm (alta resolución lateral).

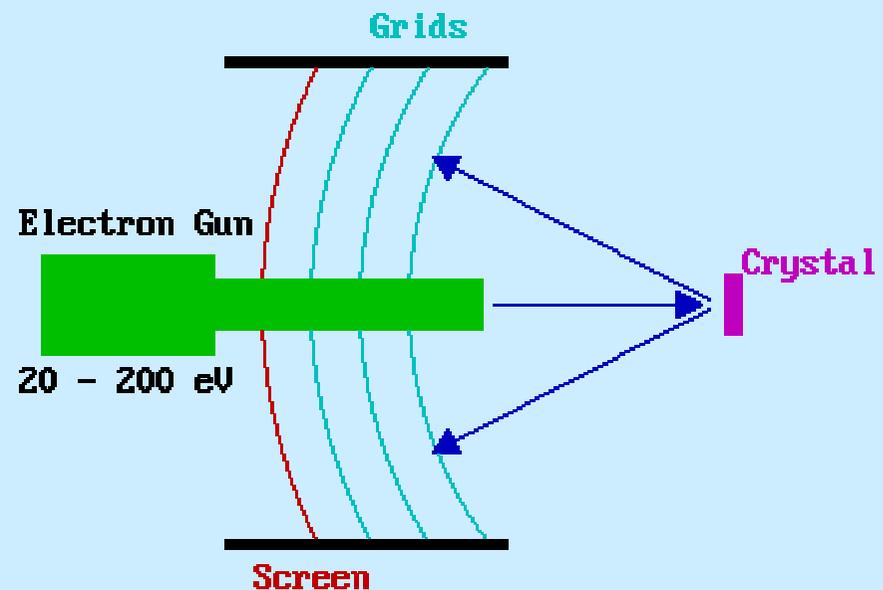
Colisiones: Procesos **elásticos o inelásticos**. Procesos elásticos: conducen a fenómenos de deflexión (dispersión) y difracción de electrones (la energía y el momento se conservan y la energía cinética de los electrones no se transfiere a otras formas de energía); la dispersión se produce a múltiples ángulos, habitualmente pequeños (2-3 grados; también a 180; TEM). La dispersión bajo condiciones de ángulo de Bragg, conduce a patrones de difracción (LEED, RHEED = reflexión; THEED = transmisión). Los procesos inelásticos producen principalmente excitación de estados electrónicos.

LEED (Low Energy Electron Diffraction – Difracción de electrones de baja energía). La difracción de electrones de alta energía (50 keV) al igual que la difracción de rayos X, provee información sobre la periodicidad “bulk” de un material o cristal). LEED provee información sobre espaciamiento reticular, debido a la baja penetración de los electrones (una o dos capas de la superficie). Es la técnica principal para la determinación de **estructura superficial**

Modos de uso: a) *Cualitativo*: El análisis de la posición de los “spots” del patrón de difracción, da información del *tamaño, simetría y alineación rotacional* de la celda unidad de un adsorbato respecto de la celda unidad del sust. b) *Cuantitativo*: Se registra la intensidad de los diferentes haces difractados en función de la energía del haz incidente (curvas I – V), de las cuales (por comparación con curvas teóricas) se puede obtener *información muy exacta* de las posiciones atómicas.

Provee información en procesos de: *a)* Remoción de capas de especies extrañas (adsorbatos) en un procedimiento de limpieza (la estructura reticular del material se desarrolla claramente); *b)* Procesos de reconstrucción (el plano superficial es periódico, pero no tiene la misma estructura que la estructura reticular del sustrato); *c)* Información sobre el espaciado de especies adsorbidas ordenadas; *d)* Información sobre escalones superficiales regulares; etc.

Se hace incidir un haz de electrones de baja energía (20-200 eV) normal a la muestra (monocristal con estructura superficial bien ordenada para generar un patrón de difracción de electrones retrodispersados). Sólo los electrones dispersados elásticamente contribuyen al patrón de difracción, los electrones secundarios de baja energía son eliminados con grillas de filtrado de energía colocadas frente a la pantalla fluorescente que se emplea para observar el patrón de difracción.

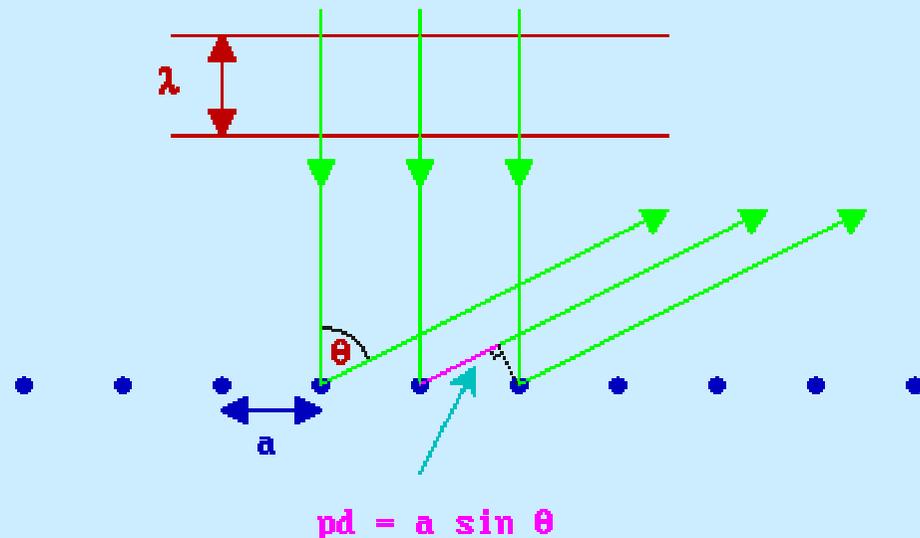


Teoría básica: Dualidad onda-partícula: el haz de electrones puede ser considerado como una sucesión de ondas que inciden normalmente a la superficie. Las ondas serán dispersadas por regiones de densidad electrónica localizada elevada (es decir por los átomos de la superficie) que son los puntos que actúan para la dispersión. Longitud de onda asociada de los electrones (relación de de Broglie): $\lambda = h/p = h/(2m KE)^{1/2}$ (para 20 eV, $\lambda = 2,7 \text{ \AA}$), comparable con el espaciado atómico (condición necesaria para que los efectos de difracción por la estructura atómica sean observados). Ejemplo de una cadena de átomos monodimensional (1-D), de separación a , con el haz de electrones incidente a un ángulo recto respecto de la cadena.

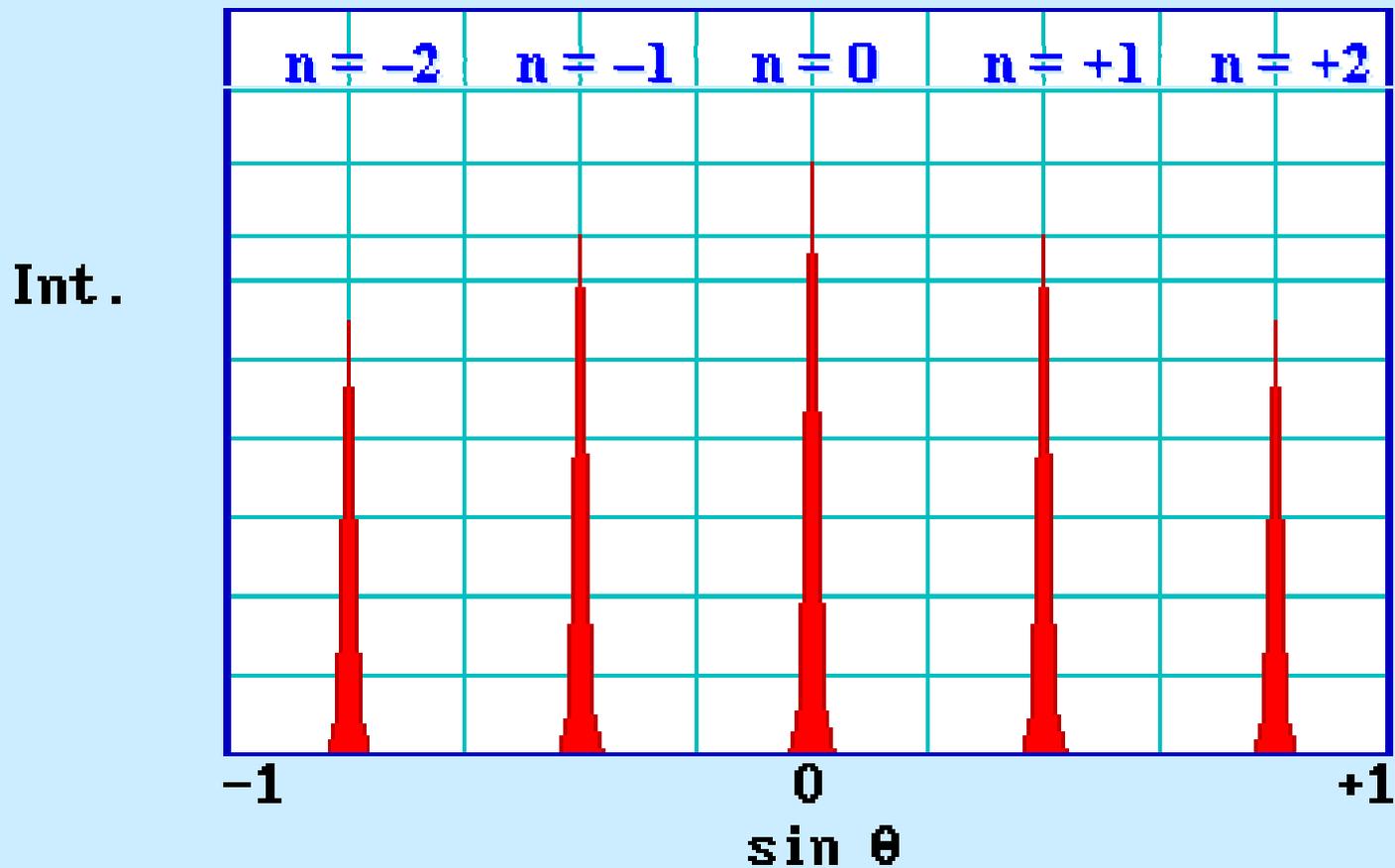
Dif.de camino (pd) para interferencia constructiva:

$$pd = a \sin \theta = n \cdot \lambda$$

Para un arreglo periódico (grande) de dispersores, la intensidad es significativa sólo para la condición de Bragg: $a \sin \theta = n \cdot \lambda$

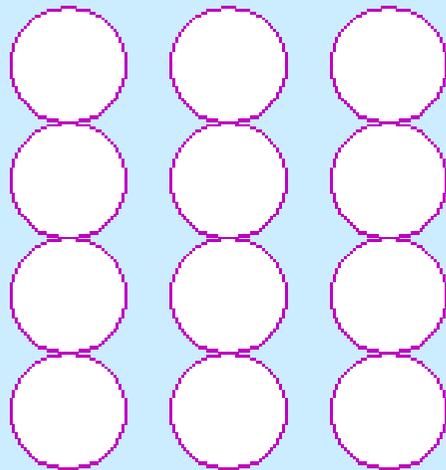


Perfil típico de intensidad: a) El patrón es simétrico (respecto de $\theta = 0$); b) $\sin \theta$ es proporcional a $1/KE^{1/2}$ ($\lambda \approx 1/KE^{1/2}$); c) $\sin \theta$ es prop. al parámetro de red, a .



Patrón LEED de una superficie fcc (100): Los patrones muestran la misma simetría rectangular de la superficie del sustrato, pero estirada en la dirección opuesta a la estructura espacial real, debido a la *dependencia recíproca* con el parámetro de red. (red recíproca). (Sólo se muestra el patrón de difracción de “primer orden”, es decir, es representativo del patrón de difracción visible a bajas energías para $n = 1$ (para un ángulo θ suficientemente pequeño para que el haz difractado haya incidido en la pantalla).

Real Space - fcc(110) surface



Diffraction Pattern

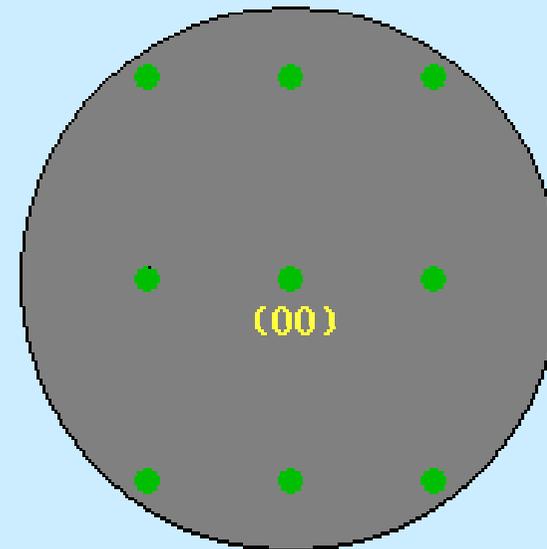
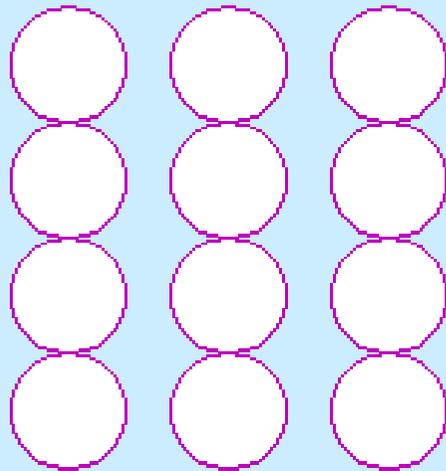
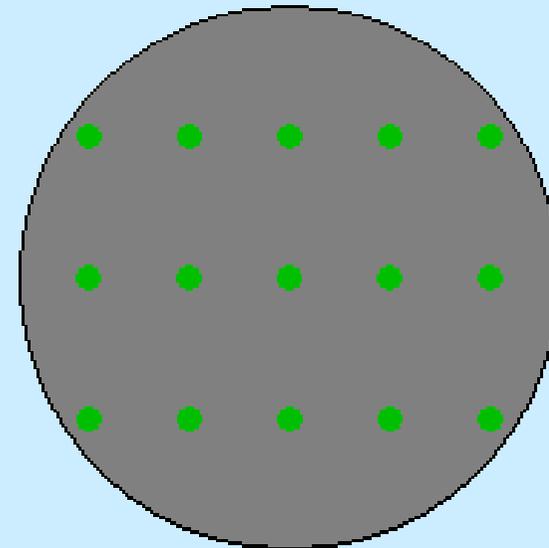


Diagrama LEED que debería esperarse si la energía del haz incidente de electrones se duplica (algunos de los puntos de segundo orden son ahora visibles y el patrón en su conjunto se ha contraído).

Real Space - fcc(110) surface



Diffraction Pattern

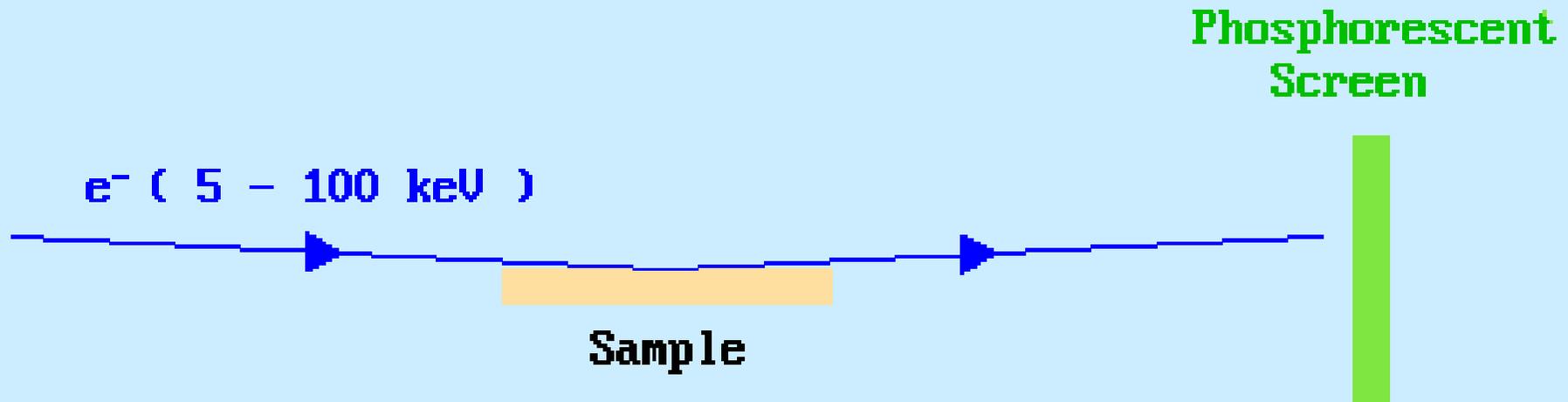


A partir de estos patrones LEED es posible explicar la estructura en términos de dispersión por filas de átomos en la superficie. El análisis es más complejo y se debe usar el concepto de espacio (y red) recíproca.

Reflection High Energy Electron Diffraction : RHEED

LEED utiliza la alta sensibilidad superficial asociada con baja energía de los electrones para el análisis de la estructura superficial. Cuando la energía se incrementa, se obtienen otros dos efectos: a) La dispersión “forward” se hace más importante (a diferencia de la dispersión hacia atrás que se obtiene en LEED). b) El ángulo de dispersión tiende a 180 grados para retrodispersión y a 0 grados para dispersión directa.

En este caso (RHEED) para obtener información estructural de la superficie a partir de patrones de difracción con electrones de alta energía, se hace incidir el haz de electrones de manera rasante,



El pequeño ángulo de scattering es compensado empleando distancias muestra/pantalla relativamente grandes. Además, la muestra puede ser rotada sobre su eje normal, de modo que el haz de electrones incide en direcciones cristalográficas específicas de la superficie.

El uso de ángulos bajos (rasante) asegura que, a pesar de la alta energía de los electrones, la componente del momento del electrón en la dirección perpendicular a la superficie, es pequeña. De este modo, el electrón puede viajar una distancia sustancial a través del sólido sin penetrar demasiado en profundidad (la técnica sigue siendo muy sensible a la superficie).

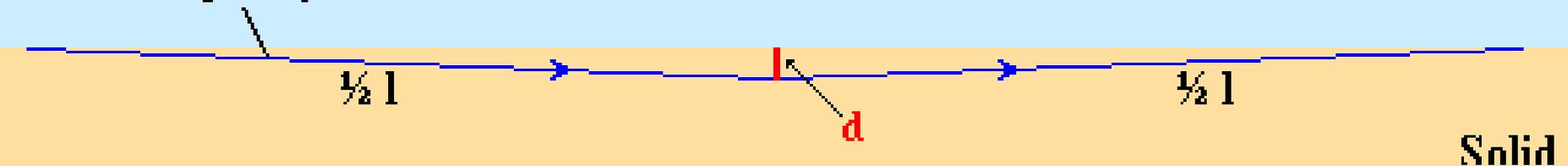
For an incidence angle of 88 degrees

$$d / l = 0.017$$

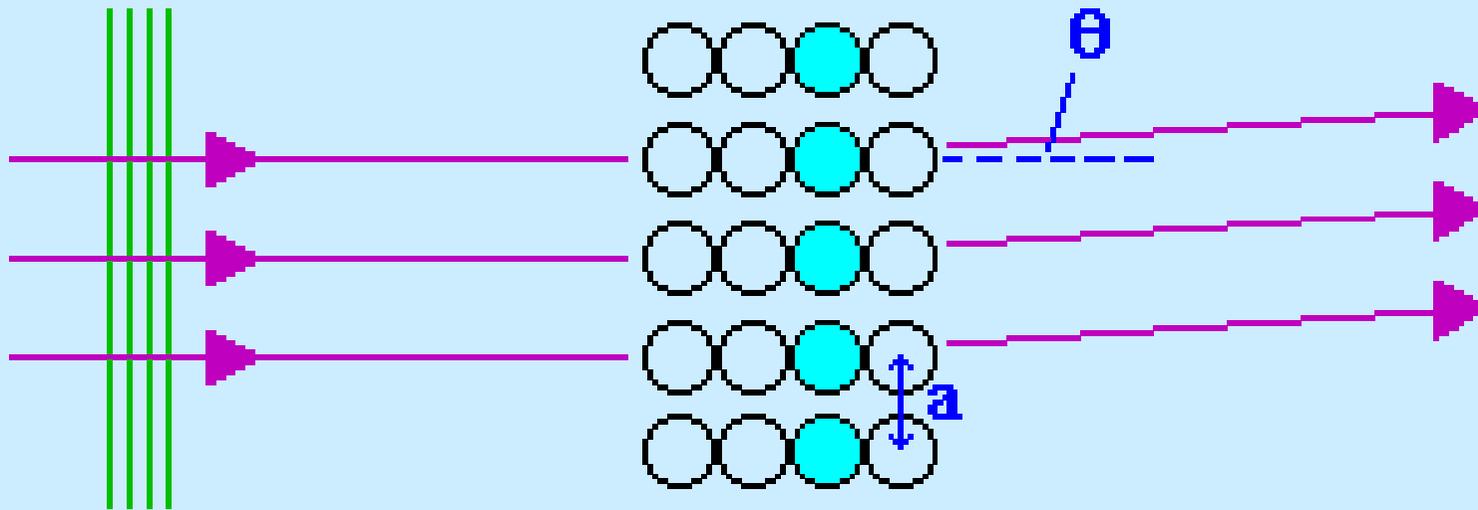
eg. $d < 0.2 \text{ nm}$ when $l = 10 \text{ nm}$

Vacuum

Electron trajectory



Vista plana de la superficie: En la dirección perpendicular del haz, además del cambio de momento de el electrón en la dirección perpendicular a la superficie, también puede haber cambios de momento en la dirección paralela a la superficie, que lleva a una deflexión en un ángulo θ . Esto origina interferencia constructiva y se obtienen haces difractados a varios ángulos hacia ambos lados.



Ventajas sobre LEED: En calidad del patrón de difracción, no muestra ventajas. Sin embargo, la geometría del experimento permite un mejor acceso a la muestra durante la obs. del patrón de difracción (importante cuando se observa la estructura durante el crecimiento de una película superficial por evaporación de fuentes localizadas de modo normal a la superficie o medición simultánea con otras técnicas como AES, XPS). También, es posible monitorear el crecimiento atómico capa por capa de películas epitaxiales, siguiendo la intensidad de los patrones de difracción. Es por lo tanto posible medir y controlar la velocidad de crecimiento de capas atómicas en MBE (Molecular Beam epitaxy) en estructuras de dispositivos electrónicos.

