

УДК 548.734.2:535.3

**Определение параметров поверхностных слоев
методами рентгеновской рефрактометрии**

А.Г. Турьянский, И.В. Пиршин.

Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН

Россия, 117924, Москва, Ленинский пр. 53

Показана возможность измерения ряда базовых параметров поверхностных слоев методами рентгеновской рефрактометрии. Описана схема рентгеновского рефрактометра и представлены экспериментальные результаты для оптически полированных подложек и слоистых структур.

Введение

Первые эксперименты по наблюдению рефракции рентгеновских лучей в диапазоне длин волн $\sim 0,1$ нм были проведены в 20-х годах прошлого века [1-3]. В силу малости декремента показателя преломления δ ($10^{-6} \div 10^{-5}$), высоких требований к качеству обработки поверхности образцов и необходимости

придания образцам специальной формы практическое применение рефрактометрии для метрологии долгое время считалось нецелесообразным.

В [4,5] нами было показано, что для наблюдения рефракции пригодны пластины, полученные раскалыванием вдоль плоскости спайности или по произвольной линии, заданной скрайбером. На краю излома обычно не возникает каких-либо деформаций, приводящих к отклонению от плоскостности преломляющей поверхности. Кроме того, качество боковой поверхности скола не оказывает какого-либо заметного влияния на результаты измерения угла преломления, которое производится при последовательном пропускании пучка через скол и оптически полированную поверхность или в обратном направлении. Это означает, что широкий класс используемых в физических экспериментах и на практике объектов не требует какой-либо специальной подготовки для проведения рефрактометрических измерений.

В настоящей работе представлена разработанная нами экспериментальная схема рентгеновского рефрактометра и проведена оценка аналитических возможностей метода для определения параметров поверхностных слоев.

Экспериментальная схема

На рис.1 показана рентгенооптическая схема рефрактометра в его измерительной плоскости. Источником излучения является острофокусная рентгеновская трубка 1 с медным анодом. Видимый размер фокуса трубки в

измерительной плоскости равен 40 мкм; в перпендикулярном направлении – 8 мм. Расстояния от главной оси гониометра O_1 до фокуса трубки 1 и до приемной щели 7 равны соответственно 330 и 225 мм. На поворотном кронштейне гониометра за приемной щелью 7 размещен расщепитель пучка, который содержит два полупрозрачных монохроматора 8, 9 из пиролитического графита и ограничивающие диафрагмы 11,13. Выделяемые монохроматорами из анализируемого пучка характеристические линии CuK_α и CuK_β регистрируются детекторами 12, 14. Это позволяет за один цикл углового сканирования получать данные в двух участках спектра. Типичная угловая расходимость зондирующего пучка, падающего на преломляющую грань образца, составляет 20"-25".

Для проведения корректных угловых измерений с главной осью вращения гониометра O_1 должен быть совмещен либо передний (по ходу рентгеновского пучка) - позиция F , либо задний край полированной поверхности образца - позиция B . В этом случае исключается перемещение преломляющего края в процессе поворота образца. В некоторых случаях, как будет показано ниже, при работе с образцами малого размера целесообразно совмещение главной оси с центром образца. При установке образца в позиции F или B и последующем угловом сканировании приемной щелью 7 совместно с элементами 8-14 могут непосредственно измеряться углы отклонения Θ_3 преломленного пучка от направления первичного (рис. 2). Для этого в качестве углового нуля приемного

устройства должна быть выбрана точка пересечения линии, проходящей через центр фокусного пятна и ребро образца, с кругом вращения щели 7.

Определение физической плотности

При проведении рефрактометрических экспериментов предполагается, что правомерны приближения геометрической оптики. Кроме того, выполняется также условие $\delta^2 \gg \beta^2$ ($i\beta$ - мнимая часть декремента показателя преломления), что позволяет отказаться от комплексных величин при расчете углов преломления. При $\lambda \sim 0,1$ нм обоснованность указанных предположений для большинства материалов была показана в [4].

При измерениях с геометрией хода лучей, показанной на рис. 2, первичный пучок удобно принять за угловой репер. Поэтому целесообразно получить выражение для разностного угла $\theta_3 = \theta_2 - \theta_1$, который равен углу отклонения преломленного пучка от первичного. Используя сделанные выше предположения из закона Снеллиуса имеем

$$\theta_3 = \theta_2 - \theta_1 = \sqrt{\theta_1^2 + 2\delta} - \theta_1 \quad (1)$$

В соответствии с электронной теорией дисперсии [6]

$$\delta = K\rho\lambda^2 \quad (2)$$

где K – размерный коэффициент, ρ - физическая плотность преломляющего материала, λ - длина волны на которой производятся измерения. Таким образом, определение плотности поверхностного слоя сводится к экспериментальному измерению величины угла и последующему расчету δ и ρ по формулам (1), (2). В качестве примера на рис. 3 приведены угловые диаграммы интенсивности, полученные для оптически полированного образца монокристалла SiC после термической обработки. Зависимости получены при фиксированном положении образца путем углового сканирования приемной щели и расщепителя. Появление дополнительного пика рефракции обусловлено окислением поверхностного слоя на глубину до 60 нм.

Определение состава преломляющего слоя

При выращивании гетероструктур на основе твердых растворов изменение концентрации одного из компонентов, характеризуемого параметром x ($0 \leq x \leq 1$), обычно приводит к изменению параметра решетки и плотности. В частности, концентрационная зависимость действительной части декремента показателя преломления среды может быть описана соотношением

$$\delta(x) = x\delta_1 V(x)/V_1 + (1-x)\delta_2 V(x)/V_2, \quad (3)$$

где $V(x)$ - концентрационная зависимость объема элементарной ячейки V_1 , V_2 – объемы элементарной ячейки соответственно при $x=1$ и $x=0$.

Зависимости $V(x)$ для большинства используемых на практике соединений известны из данных измерения параметра кристаллической решетки и являются однозначной функцией x . Поэтому прямые рентгеновские измерения δ дают информацию о величине x .

В качестве примера на рис. 4 показана рефрактограмма многослойной гетероструктуры $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$, выращенной методом молекулярно-лучевой эпитаксии. Данные получены для двух длин волн CuK_α и CuK_β путем сканирования приемной щели при фиксированном положении образца. При выбранных условиях измерения основной вклад в формирование угловой диаграммы интенсивности дает буферный слой Si толщиной ~10 нм и верхний слой $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ толщиной 50 нм. Величина x , полученная с использованием соотношения (3), составляет $x=0,32$, что хорошо согласуется с технологически заданным при выращивании параметром $x_t=0,30$.

Отметим, что рефракционная схема позволяет избирательно получить информацию о поверхностном слое твердого раствора, что практически невозможно при дифракционных измерениях многослойной структуры, а

также в случае мелкодисперсных и аморфных пленок. Альтернативный вариант определения состава по величине мнимой части декремента показателя преломления, связанной с линейным коэффициентом ослабления, рассмотрен нами в [4].

Определение толщины пленок

Часть потока излучения, падающего согласно рис. 2 на внешнюю преломляющую плоскость изнутри, отразится внутрь образца. Если образец представляет собой, например, слоистую структуру, то даже в простейшем случае при наличии одной внутренней границы раздела часть потока излучения, отраженного на внешней границе раздела, в свою очередь отразится от внутренней границы под углом, равным углу скольжения первичного пучка θ_1 . При этом отраженный пучок будет пространственно - параллельно сдвинут относительно исходного пучка на величину $2d\theta_1$, где d – толщина пленки. В случае, когда коэффициенты отражения на первой и второй границах раздела R_1 и R_2 сравнимы по величине с коэффициентом пропускания, то на угловой диаграмме интенсивности может наблюдаться интерференционная картина. По положению экстремумов может быть решена обратная задача и найдена величина d . В качестве примера на рис. 5 показаны угловые диаграммы интенсивности, полученные от алмазоподобного слоя, напыленного на подложку из кремния.

Очевидно, что в многослойной структуре интерференционная картина может значительно усложниться. Более детальное рассмотрение указанной проблемы выходит за рамки настоящей работы и будет сделано в отдельной публикации.

Определение радиуса кривизны поверхности

Отклонение оптически полированной поверхности подложек от плоскости обычно обусловлено неравномерной скоростью удаления материала при механической и химико-механической обработке. Другой распространенной причиной являются напряжения, возникающие при осаждении тонких пленок и при выращивании монокристаллических гетероструктур на подложке вследствие рассогласования параметров их кристаллических решеток.

Допустим, что образец представляет собой прямоугольную пластину, причем размер b отражающей грани в плоскости падения пучка пренебрежимо мал по сравнению с расстоянием от оси вращения до приемной щели R_d . Установим тонкую приемную щель детектирующего устройства на угол Ψ , отсчитываемый от направления первичного пучка против часовой стрелки и удовлетворяющий условию $\Psi \leq \theta_c$, где θ_c - критический угол полного внешнего отражения для материала пластины. При вращении пластины преломленный пучок будет попадать в эту щель дважды. В первом случае он входит через переднюю боковую грань, изнутри падает на обращенный к источнику край полированной

поверхности и выходит через нее. Во втором случае сначала падает снаружи на дальний край поверхности, преломляется на ней и выходит через вторую боковую грань. В процессе вращения пластины при угле скольжения равном $\Psi/2$ в приемную щель попадает зеркально отраженное излучение. Из геометрии хода лучей, показанной на рис. 2, и закона преломления находим следующие углы поворота образца θ_A и θ_B , при которых будет наблюдаться рефракция от плоского образца в направлении угла Ψ

$$\theta_A = (\Psi^2 - 2\delta)/2\Psi \quad (4)$$

$$\theta_B = (\Psi^2 + 2\delta)/2\Psi \quad (5)$$

При искривлении поверхности угловые координаты θ_A и θ_B будут смещены на величину b/R_c где R_c – радиус кривизны поверхности. При этом, если к пучку обращена вогнутая поверхность, то смещение будет происходить в сторону меньших углов, при обратной ориентации - в противоположную. Таким образом, для корректного измерения R_c необходимо точное определение угловой координаты нулевого положения образца. Для изогнутой поверхности в качестве такого углового репера может быть принято положение, при котором касательная в центре образца параллельна оси прямого пучка.

Возможность практического решения этой задачи иллюстрируется с помощью экспериментальных данных, полученных для оптически полированного образца GaAs. Пластина шириной 6 мм была получена расщеплением кристалла вдоль плоскостей спайности. На рис. 6 и 7 соответственно показаны зависимость интенсивности излучения от угла поворота образца (θ - сканирование) при фиксированных углах поворота приемной щели $\Psi=0,123^\circ$ и $\Psi=0$. Пики слева и справа от расположенного в центре пика зеркального отражения на рис. 6 обусловлены соответственно рефракцией вблизи передней и задней боковых граней. Угловое положение максимума на рис. 7 дает точное положение нулевого положения образца. Их угловое положение с точностью $0,001^\circ$ совпадает с расчетными величинами θ_A и θ_B , полученным из (4) и (5).

Отметим также, что описанная методика позволяет для плоских однородных образцов с высокой точностью определять величину декремента δ по разности углов θ_A и θ_B для Ψ , определяемых в процессе одного измерения.

Вычитая из (5) выражение (4), получаем соотношение $2\delta=(\theta_B - \theta_A) \Psi$.

Заключение

Представленные результаты показывают, что рентгеновский рефрактометр позволяет эффективно решить широкий круг практических задач,

возникающих при изготовлении оптически гладких подложек и слоистых структур.

Выражаем признательность И.П. Казакову и В.М. Рощину за предоставленные образцы. Работа выполнена при частичной поддержке фонда РФФИ (проект № 02-02-17349).

Список литературы

1. Larsson A., Siegbahn M., Waller T. //Phys. Rev., 1925. V. 25, P. 235.
2. Davis B., Slack C.M. //Phys. Rev. 1925. V. 25, P. 18.
3. Slack C.M. //Phys. Rev. 1926. V. 27, P. 691.
4. А.Г.Турьянский, И.В.Пиршин."Рентгеновская рефрактометрия поверхностных слоев".Приборы и техника эксперимента, 1999, N 6, с.104-111, Москва.
5. А.Г.Турьянский, И.В.Пиршин. "Рентгеновский рефрактометр" ПТЭ 2001 №2 с.109-117.
6. Блохин М.А. Физика рентгеновских лучей. М.: ГИТТЛ, 1957.

A.G. Touriyanski, I.V. Pirshin

Determination of surface layer parameters by X-ray refractometry methods

*P.N. Lebedev Physical Institute RAS
Russia, 119991, Moscow, Leninskii pr. 53*

Possibilities of measuring basic parameters of surface layers by X-ray refractometry methods are demonstrated. The scheme of an X-ray refractometer is described and experimental results for optically polished substrates and layer structures are presented.

Сведения об авторах

Турьянский Александр Георгиевич
123060, Москва, ул. Маршала Бирюзова, 40, к. 97
тел.: (095) 132-6268 (р)
(095) 949-8402 (д)
факс: (095) 132-6268
эл. почта: tour@mail1.lebedev.ru

Пиршин Игорь Владимирович
117042, Москва, Южнобутовская ул. д.66, кв. 89
тел.: (095) 132-6268 (р)
(095) 715-7838 (д)
эл. почта: pirsh@mail1.lebedev.ru

Подписи к рисункам

Рис.1. Измерительная схема рентгеновского рефрактометра: 1 – рентгеновская трубка; 2, 3 – коллимационные щели; 4 -образец; 5 – гониометр; 6 – поглощающий экран; 7 – приемная щель; 8, 9 – полупрозрачные монохроматоры; 10 - расщепитель; 12,14 - детекторы излучения.

Рис. 2. Геометрия хода лучей при рефракции на переднем крае образца.

Рис. 3. Рефрактограммы оптически полированного образца монокристалла SiC с окисным слоем на двух длинах волн: о - CuK_{α} и Δ - CuK_{β} .

Рис. 4. Рефрактограммы многослойной гетероструктуры Ge_xSi_{1-x}/Si на двух длинах волн: о - CuK_{α} и Δ - CuK_{β} .

Рис. 5. Угловая диаграмма интенсивности излучения, рефрагировавшего на образце Si с напыленной алмазоподобной пленкой для двух длин волн: о - CuK_{α} и Δ - CuK_{β} .

Рис. 6. Зависимость интенсивности излучения от угла поворота образца при фиксированном угле поворота приемной щели $\Psi=0,123^{\circ}$.

Рис. 7. Зависимость интенсивности излучения от угла поворота образца при фиксированном угле поворота приемной щели $\Psi=0$.

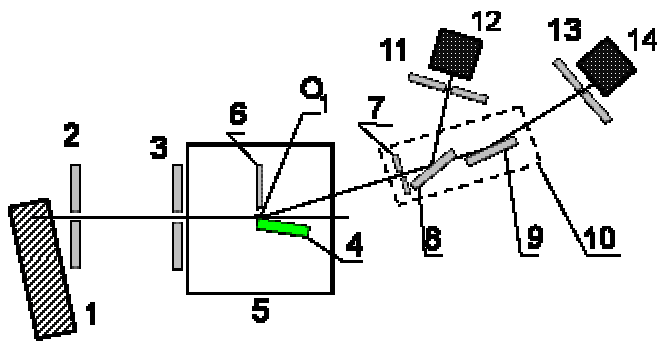


Рис. 1

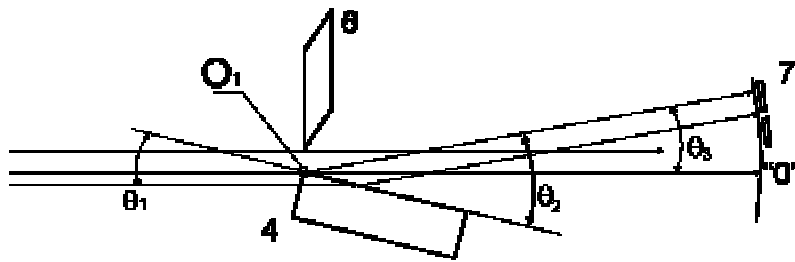


Рис. 2

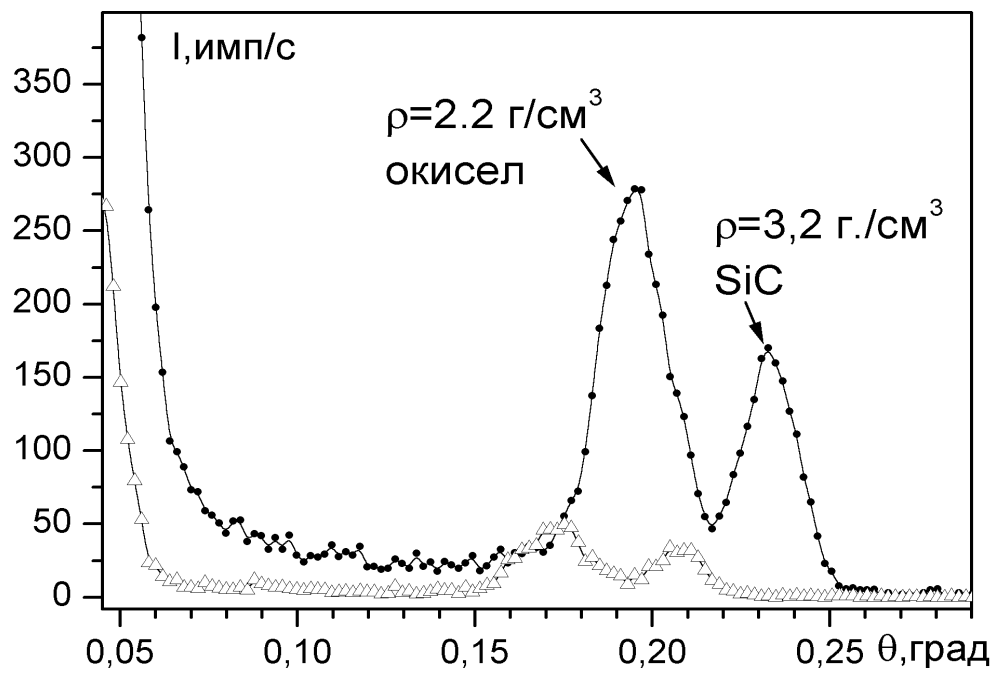


рис3

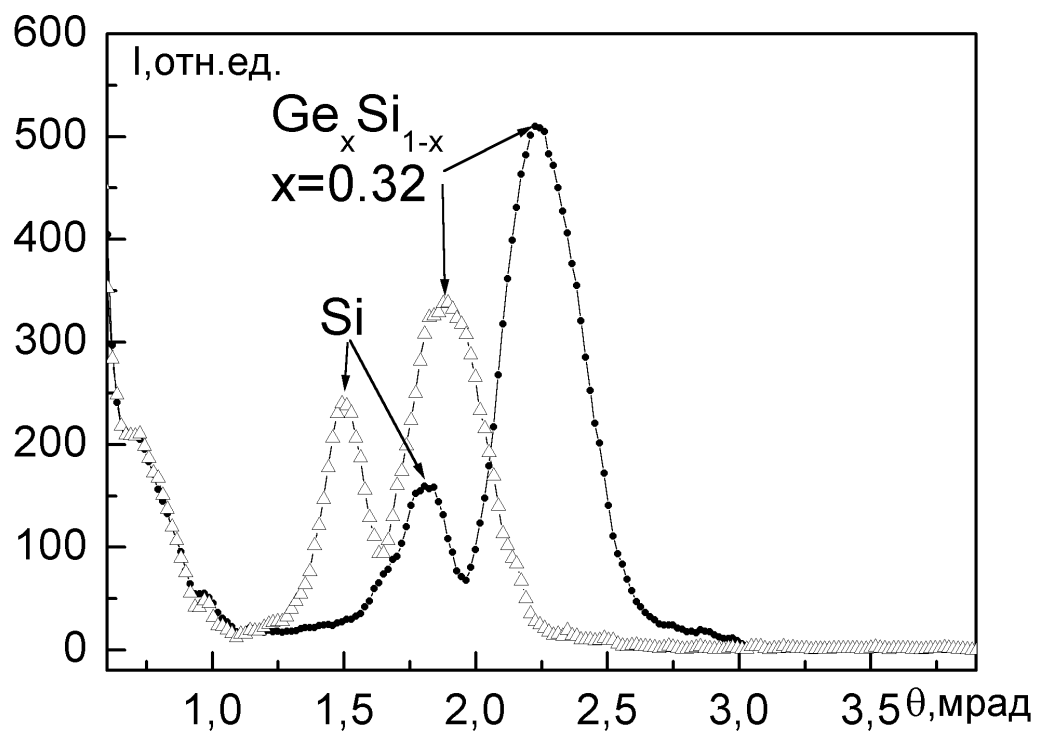


рис4

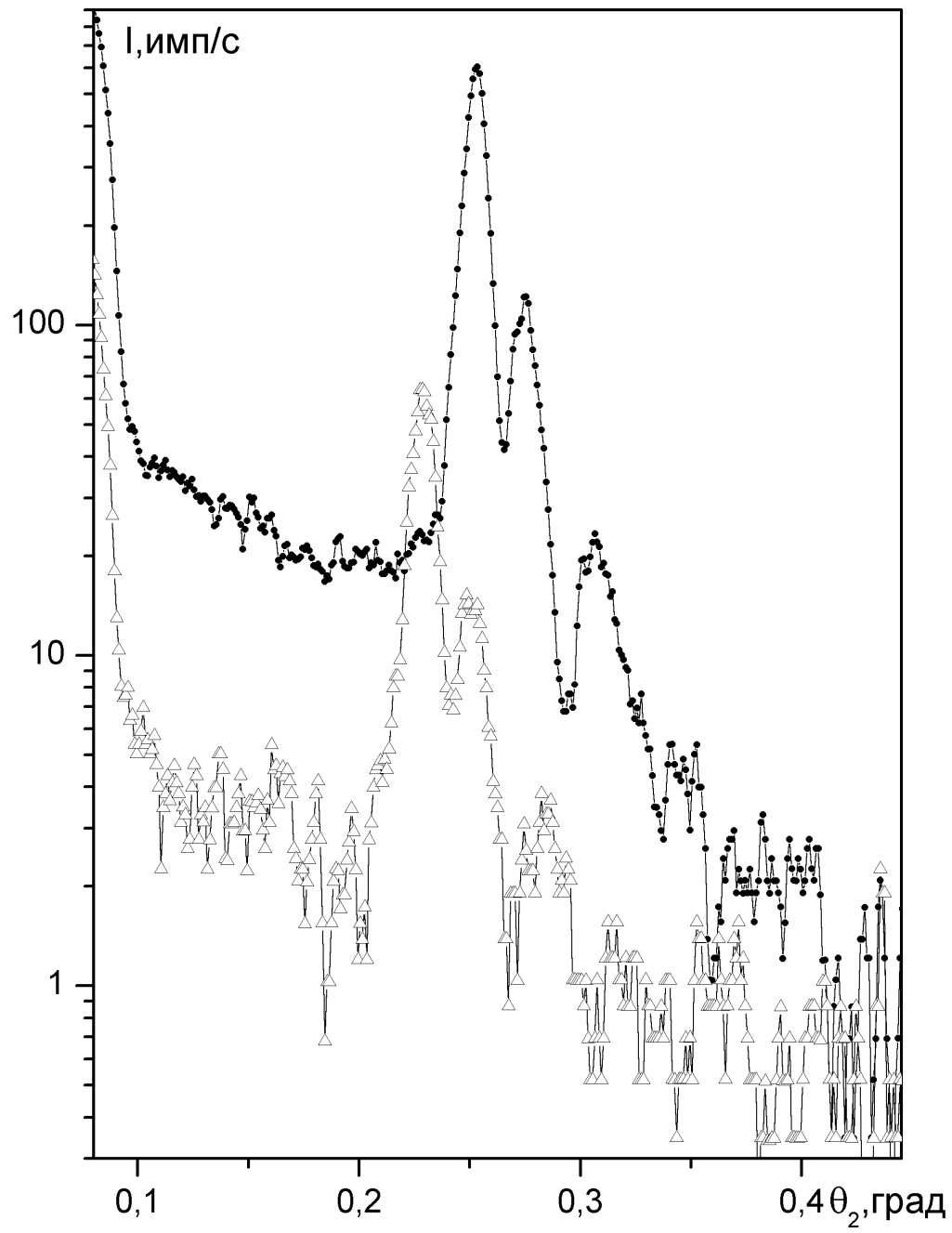
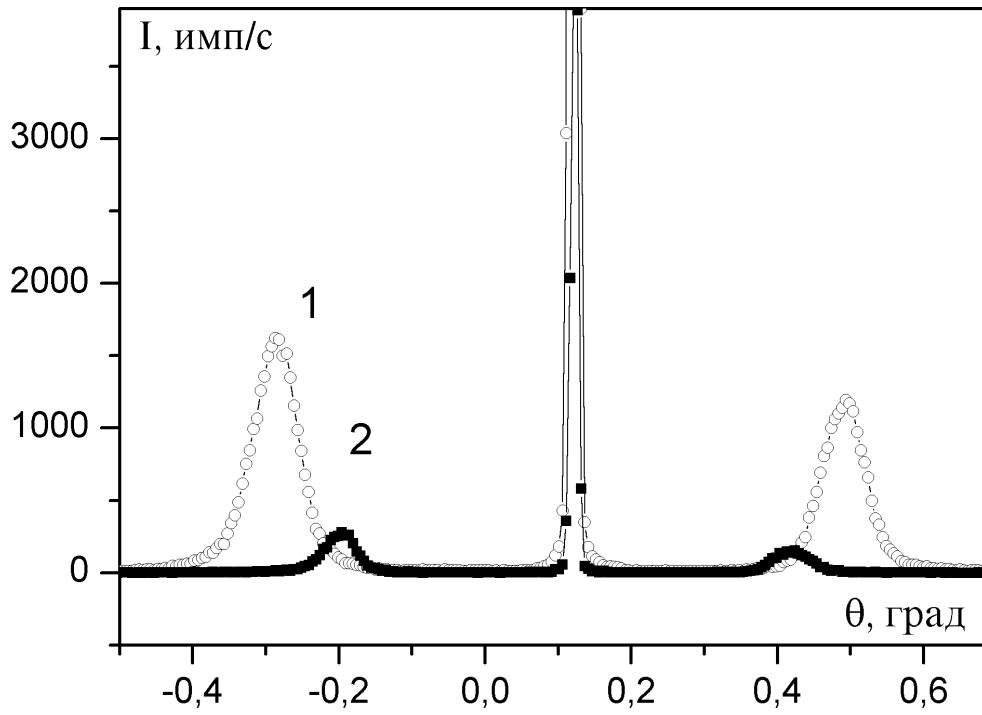


Рис5



рисб

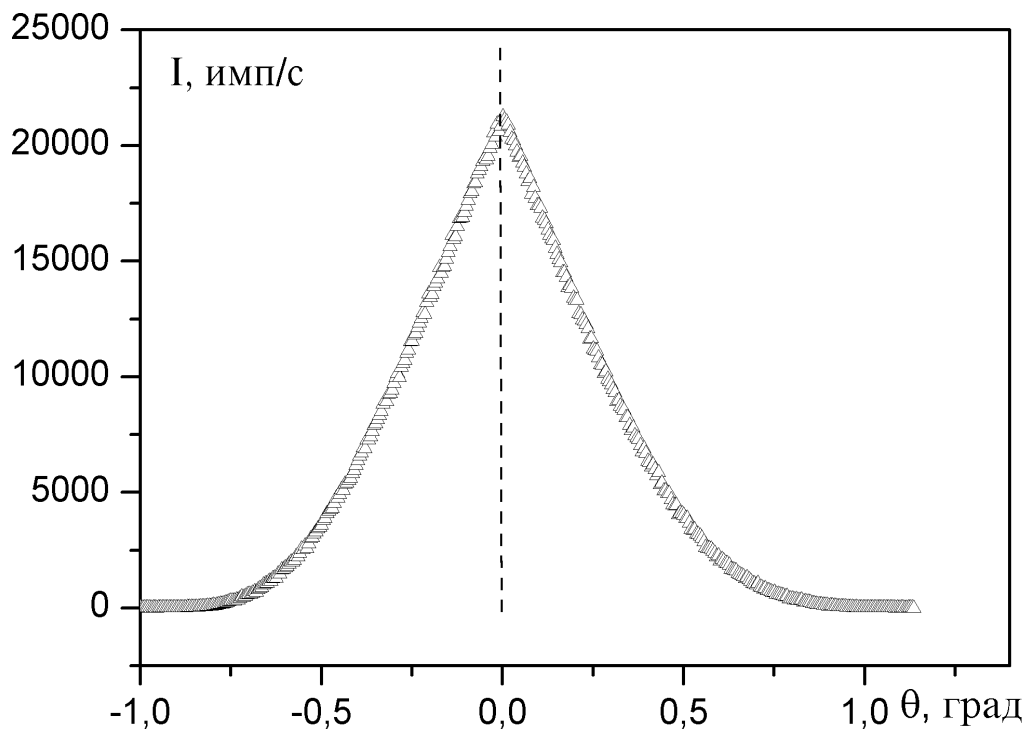


Рис7