

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  $\delta$  ( $10^{-6} \div 10^{-5}$ ), 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  $CuK_\alpha$  и  $CuK_\beta$  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  $\Theta_3$  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,  $\rho$  - физическая плотность преломляющего материала,  $\lambda$ - длина волны на которой производятся измерения. Таким образом, определение плотности поверхностного слоя сводится к экспериментальному измерению величины угла и последующему расчету  $\delta$  и  $\rho$  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  $\delta$  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  $\text{CuK}_\alpha$  и  $\text{CuK}_\beta$  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  $\theta_1$ . 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  $\Psi$ , отсчитываемый от направления первичного пучка против часовой стрелки и удовлетворяющий условию  $\Psi \leq \theta_c$ , где  $\theta_c$  - 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  $\theta_A$  и  $\theta_B$ , при которых будет наблюдаться рефракция от плоского образца в направлении угла  $\Psi$

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

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

При искривлении поверхности угловые координаты  $\theta_A$  и  $\theta_B$  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 ( $\theta$  - 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  $\theta_A$  и  $\theta_B$ , полученным из (4) и (5).

Отметим также, что описанная методика позволяет для плоских однородных образцов с высокой точностью определять величину декремента  $\delta$  по разности углов  $\theta_A$  и  $\theta_B$  для  $\Psi$ , 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](mailto: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](mailto: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 -  $CuK_{\alpha}$  и  $\Delta$  -  $CuK_{\beta}$  .

Рис. 4. Рефрактограммы многослойной гетероструктуры  $Ge_xSi_{1-x}/Si$  на двух длинах волн: о -  $CuK_{\alpha}$  и  $\Delta$  -  $CuK_{\beta}$  .

Рис. 5. Угловая диаграмма интенсивности излучения, рефрагировавшего на образце Si с напыленной алмазоподобной пленкой для двух длин волн: о -  $CuK_{\alpha}$  и  $\Delta$  -  $CuK_{\beta}$  .

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  $\Psi=0$ .

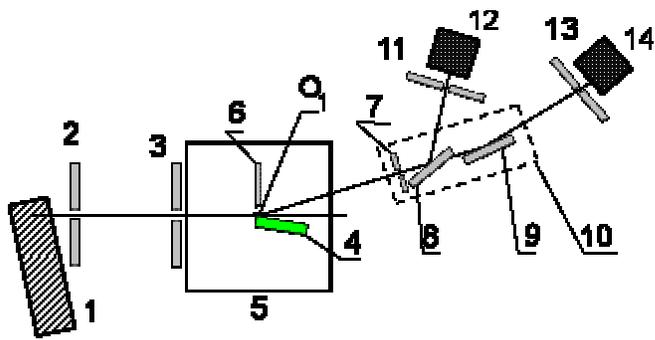


Рис. 1

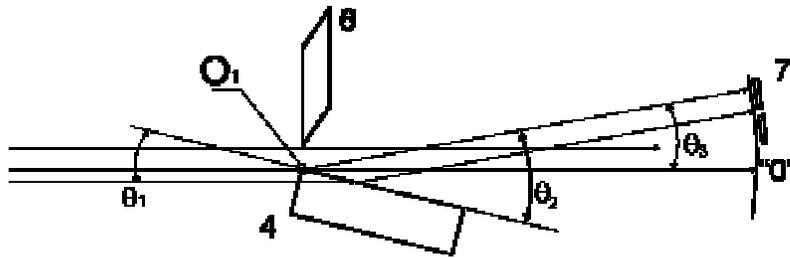


Рис. 2

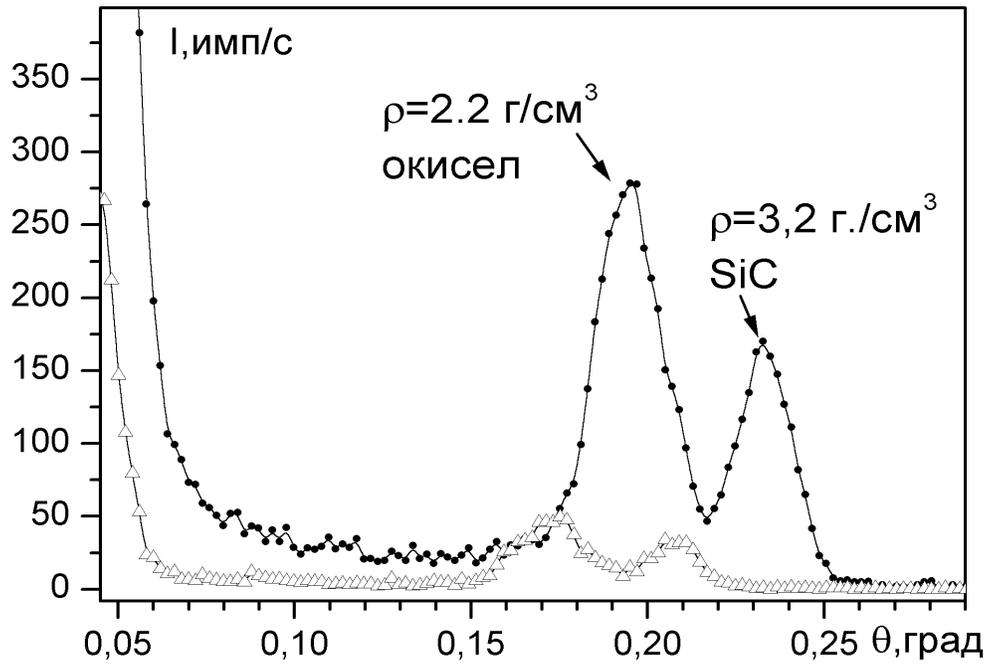


рис3

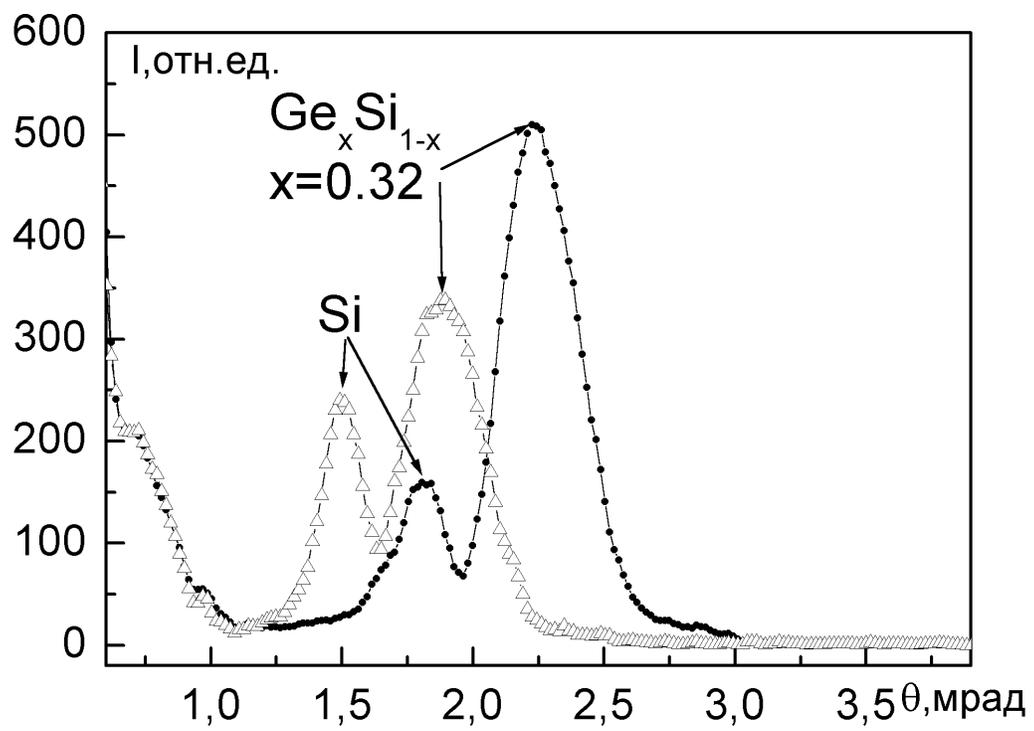


рис4

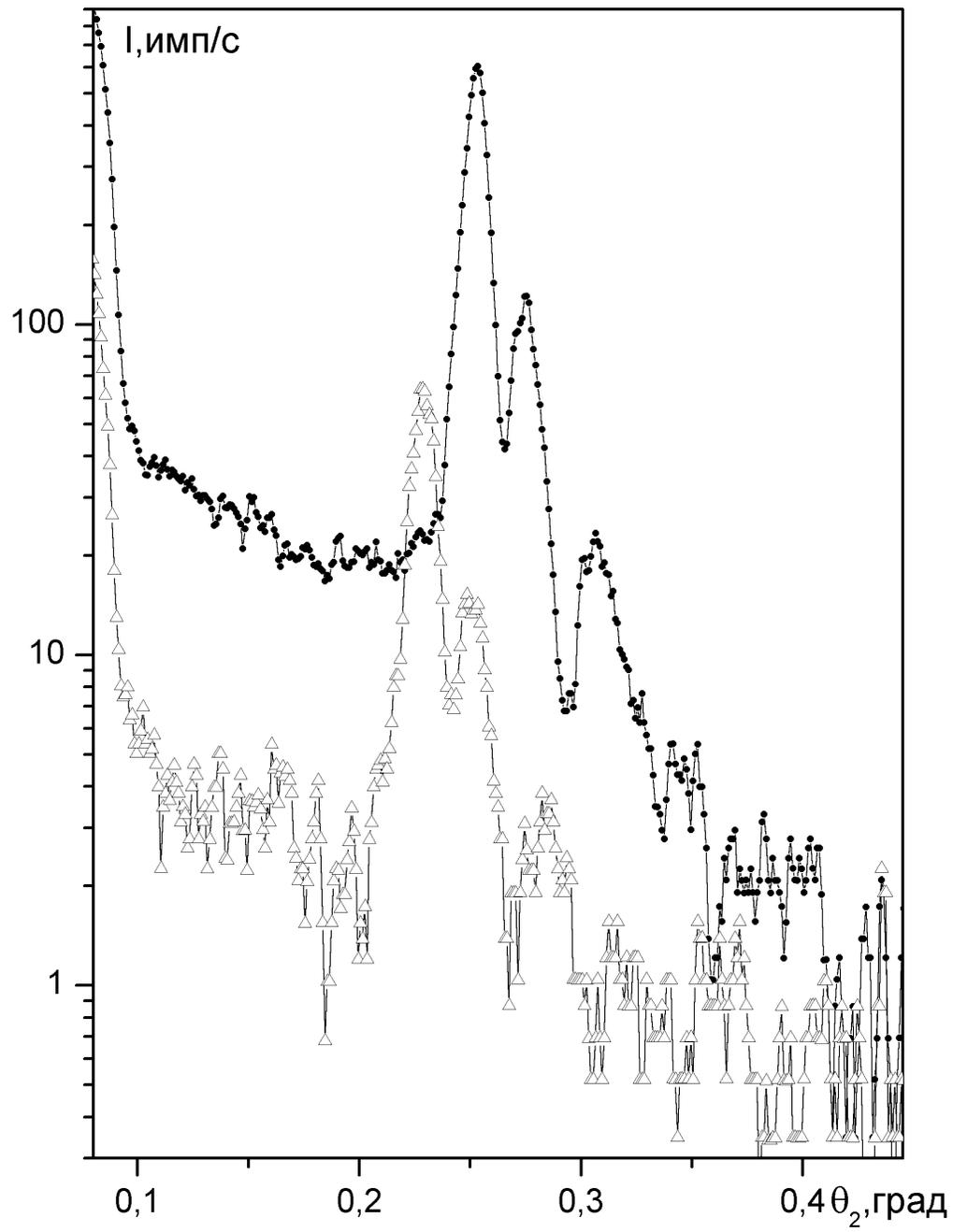
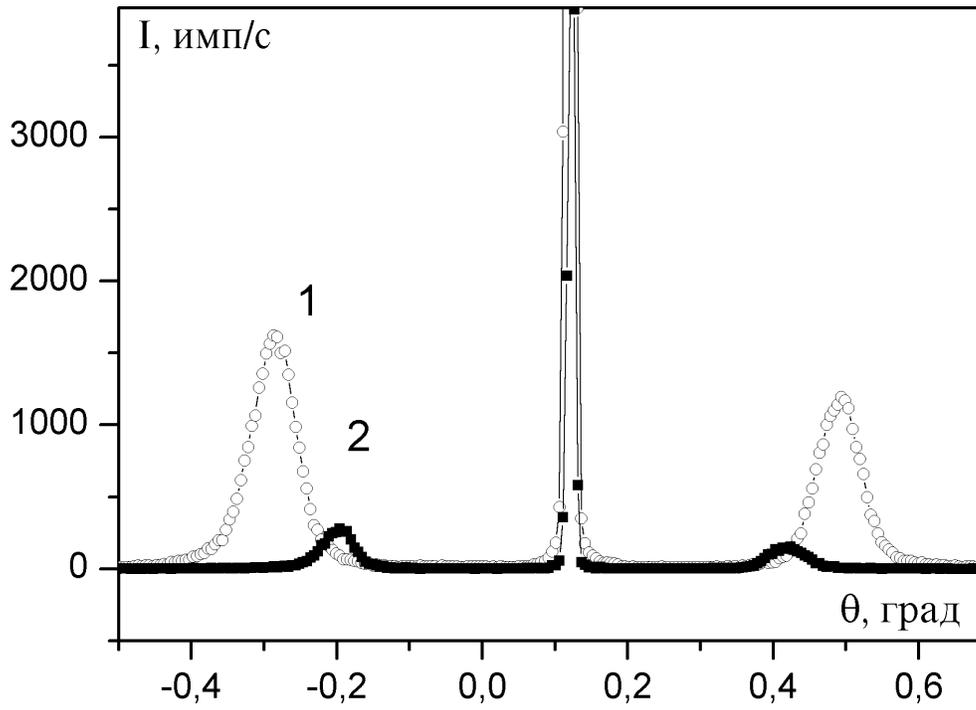


Рис5



рисб

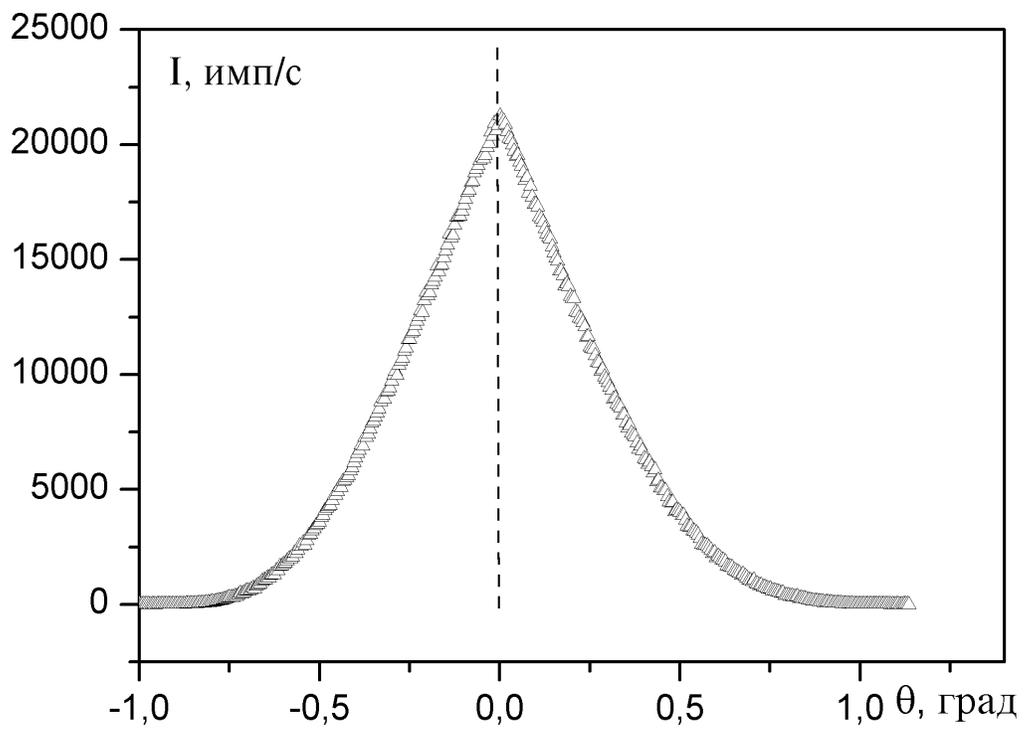


Рис7