

ОБЩАЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ
ТЕХНИКА

УДК 548.734.2:535.3

ДВУХВОЛНОВОЙ РЕНТГЕНОВСКИЙ РЕФЛЕКТОМЕТР

© 1999 г. А. Г. Турьянский, А. В. Виноградов, И. В. Пиршин

*Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН
Россия, 117924, Москва, Ленинский просп., 53*

Поступила в редакцию 30.06.98 г.

Предложена схема двухволнового рентгеновского рефлектометра с расщепителем анализируемого пучка на основе полупрозрачного монохроматора из пиролитического графита. При настройке на характеристическую линию CuK_α расщепитель имеет пиковый коэффициент отражения 22% и коэффициент пропускания 85% для CuK_β . Схема обеспечивает одновременный сбор данных в двух спектральных полосах и самокалибровку при относительных измерениях. Это позволяет резко повысить точность и чувствительность измерений. Приведены результаты измерений многослойной структуры Ni-C и монокристаллической пленки GaAs.

Измерительной базой рентгеновских рефлектометров обычно являются двух- или трехкристальные спектрометры, адаптированные к измерениям при малых углах скольжения зондирующего рентгеновского пучка. Такие варианты схемы измерения используются как при работе со стандартными рентгеновскими трубками [1, 2], так и с синхронными источниками [3]. Общим недостатком указанных рефлектометрических схем является трудоемкость юстировки рентгеновского канала и гониометрической части при переходе на другой участок рабочего спектра излучения. Для них также характерно возникновение неконтролируемых ошибок, обусловленных изменением геометрических параметров схемы.

В то же время смена длины волны зондирующего излучения необходима для получения более полной и однозначной информации о структуре и составе тонкопленочных структур и границ раздела. Возможности решения указанной задачи с помощью полихроматического источника зондирующего излучения в сочетании с полупроводниковым детектором [4] ограничены его недостатком – высоким энергетическим разрешением (200–250 эВ). Кроме того, в связи с низким темпом накопления данных в заданной спектральной полосе у такой схемы сравнительно велики статистические ошибки счета. Это обусловлено необходимостью регистрации полного спектрального диапазона и физическими ограничениями на время обработки сигнала детектора.

В данной работе описана конструкция двухволнового рефлектометра, обеспечивающая измерение одновременно в двух участках спектра и сравнительно простую перестройку на другие участки. Собранная установка является практической реализацией предложенной авторами схемы измерения [5]. В этой схеме требуемые линии спектра выделяются с помощью полупрозрачных

пластин пиролитического графита из полихроматического излучения, рассеянного образцом.

Главное преимущество такой схемы – возможность проведения относительных измерений, что, как будет показано ниже, позволяет устранить или резко уменьшить ряд принципиальных ошибок традиционной одноволновой рефлектометрии. Кроме того, оказывается возможным получить дополнительную информацию о пленочных и приповерхностных структурах.

ОПИСАНИЕ РЕФЛЕКТОМЕТРА

Рентгенооптическая схема рефлектометра приведена на рис. 1. В качестве рабочей платформы рефлектометра использовались генератор рентгеновского излучения ИРИС и гониометр ГУР-8. Источником излучения служила трубка БСВ-22 с медным анодом. Размеры видимой проекции рентгеновского фокуса составляли 8×0.04 мм. На главной оси гониометра размещалась специализированная головка для рефлектометрических измерений. Держатель 3, с помощью которого фиксируется заданное положение образца 4, может перемещаться перпендикулярно оси рентгеновского пучка на расстояние >70 мм. Это позволяет проводить измерения образцов, выполненных в виде стержней с полированными торцами. Размещенное на головке устройство линейного перемещения 5 позволяет регулировать ширину просвета между поглощающим экраном 6 и поверхностью образца 4 с шагом 2.5 мкм. Расстояние от главной оси гониометра O_1 до фокуса трубки 1 и до приемной щелевой диафрагмы 9 соответственно были равны 330 и 225 мм. Элементы 3–6 рентгенооптической схемы размещались на поворотном столе 14, элементы 7–13 – на поворотном кронштейне 15.

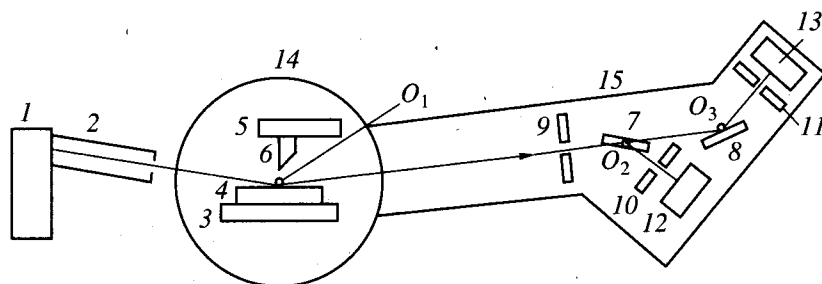


Рис. 1. Схема рентгеновского рефлектометра. 1 – рентгеновская трубка; 2 – коллиматор; 3 – держатель образца; 4 – образец; 5 – устройство линейного перемещения экрана; 6 – поглощающий экран; 7 – полупрозрачный монохроматор из пирографита; 8 – сменный монохроматор; 9–11 – щели; 12, 13 – сцинтилляционные детекторы; 14 – поворотный стол гониометра; 15 – поворотный кронштейн.

Общий вид устройства селекции спектральных линий и схема прохождения рентгеновского пучка более подробно показаны на рис. 2. Поворотные головки 16, 17 монохроматоров 7, 8 установлены в отверстиях опорной пластины 18, которую можно перемещать по нормали к пучку в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Оси вращения опорных направляющих 19, 20, на которых установлены сцинтилляционные детекторы, совмещены с осями O_2 , O_3 головок 16, 17.

Первым монохроматором по ходу рентгеновского пучка являлась полупрозрачная пластина

пиролитического графита площадью $6 \times 15 \text{ мм}^2$ и толщиной 46 мкм. Здесь и далее по тексту полупрозрачными будут называться элементы рентгеновской схемы, которые в рабочем положении имеют коэффициент пропускания $T > 0.5$ для любой линии в заданной полосе спектра. Первый монохроматор был повернут на угол 13.2° (брегговский угол дифракции для линии CuK_α). При этом значения его пикового коэффициента отражения R_p для линии CuK_α и коэффициента пропускания T для линии CuK_β составили соответственно 0.22 и 0.85 (см. рис. 3). Полуширина кривой качания при фиксированном положении детектора равна 0.49° .

Параметры второго монохроматора 8 определяются задачей исследования. В частности, для измерения тонкой структуры интерференционных максимумов может быть выбран монокристалл Si или Ge. При установке в качестве второго монохроматора второй полупрозрачной пластины и дополнительного детектора могут измеряться сигналы на двух спектральных линиях и одновременно анализироваться спектр излучения, прошедшего через оба монохроматора (см. рис. 2). Приведенные ниже результаты получены при настройке первого и второго монохроматоров соответственно на линии CuK_α (0.154 нм) и CuK_β (0.139 нм). Вторым монохроматором служила пластина пирографита толщиной 1 мм из комплекта к дифрактометру ДРОН-3М, имеющая $R_p(\text{CuK}_\alpha) = 0.3$. Использование двух пирографитовых монохроматоров позволяет изменять ширину приемной щели 9, что дает возможность регулировать угол отбора при регистрации отраженного излучения. Кроме того, при этом упрощается перестройка на другую спектральную линию, например, для калибровки обоих каналов по CuK_β -излучению.

Точная настройка монохроматоров по углу осуществляется с помощью спицы, один конец которой вставляется в поворотную головку монохроматора, а второй закрепляется в съемном устройстве микрометрической подачи. После настройки монохроматоров на дифракционные максимумы

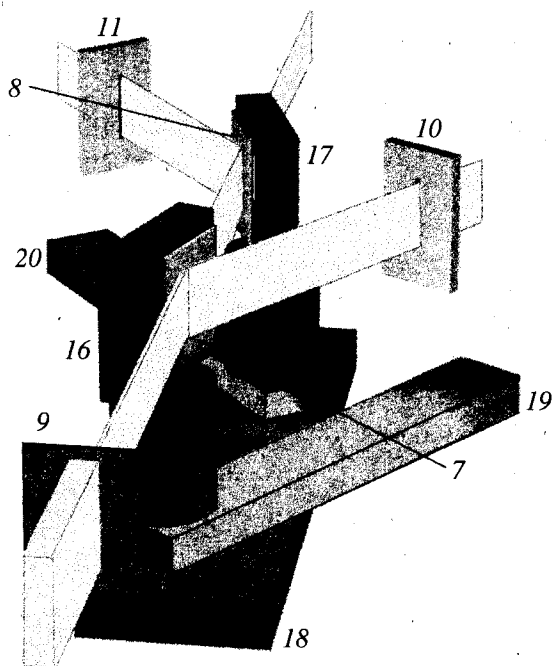


Рис. 2. Схема разделения пучка при прохождении через устройство селекции спектральных линий (вариант с двумя полупрозрачными монохроматорами); 7, 8 – полупрозрачные монохроматоры; 9–11 – щели; 16, 17 – поворотные головки; 18 – опорная пластина; 19, 20 – опорные направляющие для детекторов.

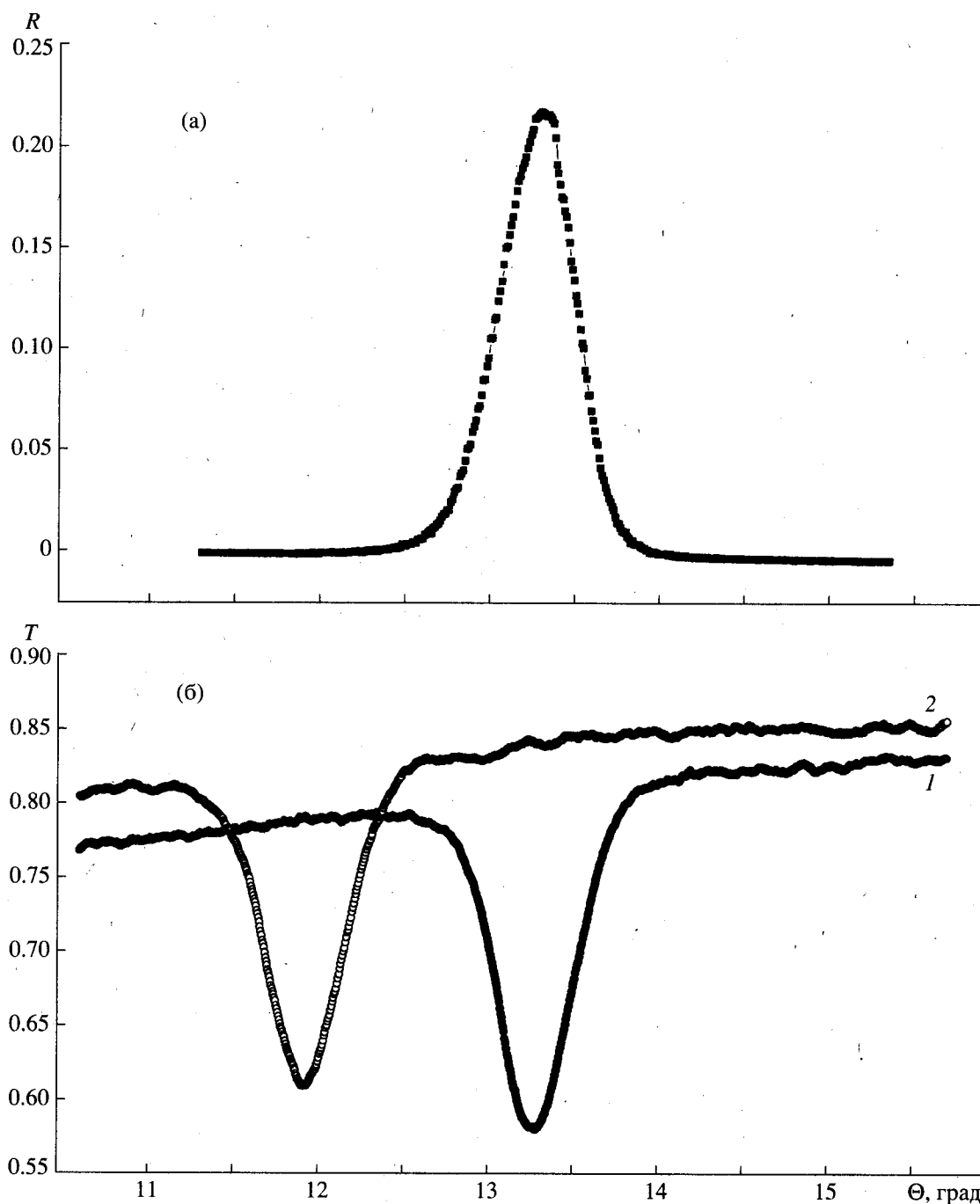


Рис. 3. Характеристики полупрозрачной пластины пирографита при сканировании по углу Θ : а – коэффициент отражения $R(\Theta)$, излучение $\text{CuK}\alpha$; б – коэффициент пропускания $T(\Theta)$: 1 – излучение $\text{CuK}\alpha$; 2 – излучение $\text{CuK}\beta$.

выбранных характеристических линий угловые положения головок фиксируются и спицы удаляются.

Блок управления и регистрации данных был собран в корпусе $33 \times 30 \times 13$ см (стандарт Евромеханика). В состав блока входят источник питания, модуль процессора Z80180, модуль управления шаговыми двигателями и два независимых канала регистрации, каждый из которых содер-

жит амплитудный дискриминатор и источник питания ф.э.у. Для хранения программы управления и собранных данных блок имеет собственную память объемом 128 Кбайт.

Планирование эксперимента осуществляется в диалоговом режиме с помощью прикладного программного обеспечения персонального компьютера. Перед началом работы описание усло-

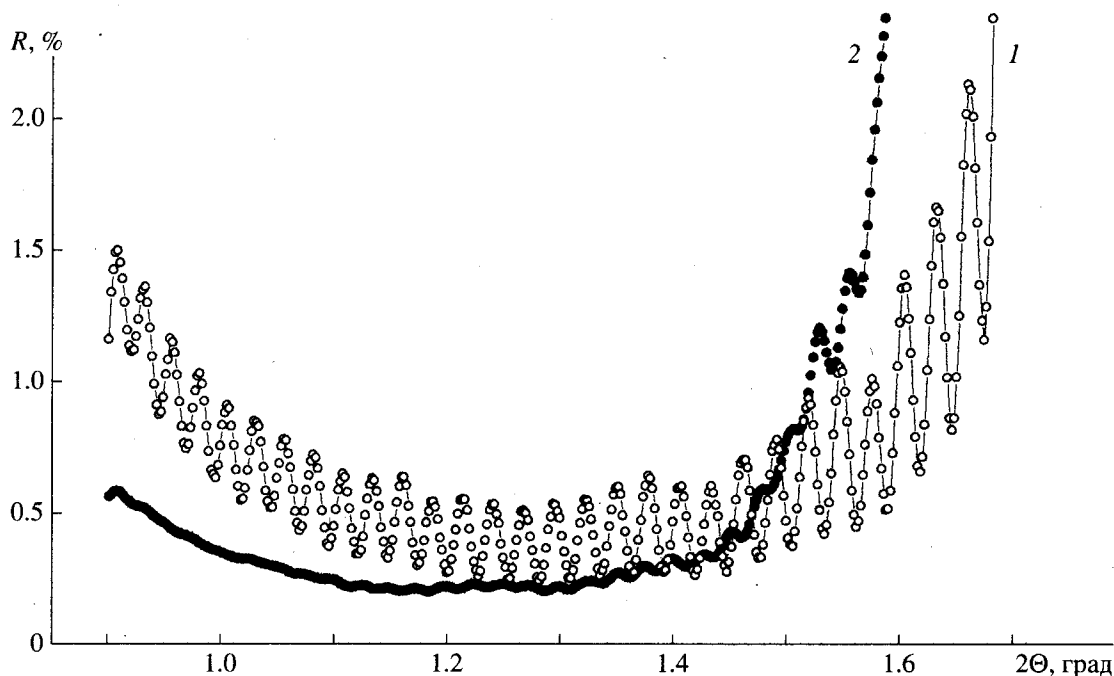


Рис. 4. Угловые зависимости коэффициента зеркального отражения многослойной структуры Ni-C: 1 – излучение $\text{CuK}\alpha$, 2 – излучение $\text{CuK}\beta$.

вий сбора данных загружается через последовательный канал связи RS-232 в блок управления, после чего измерения проводятся в автономном режиме под управлением микропроцессора. По окончании измерений собранные данные записываются в память персонального компьютера и могут быть проанализированы с помощью стандартных программ визуализации и цифровой обработки.

В качестве сигнала углового положения оси детектора использовалось напряжение в форме меандра, поступающее со встроенной в ГУР-8 оптопары светодиод-фотодиод. Определялись моменты начала нарастания и спада напряжения оптопары до заданных уровней, что обеспечивало минимальный шаг синхронного углового перемещения образца и детектора соответственно 0.0025° и 0.005° . Сигналы оптопары использовались при работе со встроенным в ГУР-8 асинхронным двигателем.

ИЗМЕРЕНИЯ В ДВУХВОЛНОВОМ РЕЖИМЕ

Измерения коэффициента отражения

По форме угловой зависимости коэффициента отражения $R(\Theta)$, измеренной в режиме сканирования $\Theta-2\Theta$, определяются средняя плотность в поверхностном слое толщиной ~ 10 нм, период многослойных структур и другие параметры образца.

Двухволновой рефлектометр позволяет снять за одно сканирование по углу одновременно две

зависимости $R^\alpha(\Theta)$ и $R^\beta(\Theta)$. Кроме повышения производительности это обеспечивает возможность более точного согласования расчетных и экспериментальных результатов с помощью рекуррентных соотношений [6, 7].

На рис. 4 приведены зависимости $R(\Theta)$ для многослойной структуры Ni-C на стеклянной подложке в интервале между критическим углом Θ_c полного внешнего отражения (п.в.о.) и углом первого брэгговского максимума. Период структуры $d = 5.16$ нм, число периодов 52, технологически заданное отношение толщины слоя Ni к периоду $b = 0.25$. Как видно из сравнения кривых 1 и 2, глубина модуляции $R(\Theta)$, обусловленная побочными интерференционными максимумами, резко уменьшается при относительном изменении длины волны излучения на 10%. Это обусловлено К-скачком поглощения Ni в диапазоне между линиями излучения $\text{CuK}\alpha$ и $\text{CuK}\beta$, в результате которого массовый коэффициент поглощения μ возрастает от 48.5 до $282 \text{ см}^{-1} \text{ г}^{-3}$. Полученные данные согласуются с зависимостями $R(\Theta)$, рассчитанными с помощью рекуррентных соотношений. Из расчетов следует, что глубина модуляции кривой $R(\Theta)$ зависит как от точности сохранения периода во время напыления многослойной структуры, так и от поглощения излучения в многослойной структуре. Так как $\mu_{\text{Ni}} \gg \mu_{\text{C}}$, то из сравнения $R(\Theta)$ для двух длин волн могут быть экспериментально определены величина b и вероятное отклонение от среднего значения d .

Измерения отношения коэффициентов отражения

Необходимым условием однозначности измерений $R(\Theta)$ при обычной методике является полное перекрытие падающего рентгеновского пучка отражающей поверхностью образца. Для длины волны зондирующего излучения $\lambda \sim 0.15$ нм типичные величины критического угла п.в.о. Θ_c и ширины сечения пучка s равны соответственно 3.5–5 мрад и 0.1 мм (величина s определяется по уровню <0.1 от максимума распределения интенсивности в нормальном сечении падающего пучка в зоне главной оси гониометра O_1). Тогда при точном совмещении центра поверхности образца с осью O_1 полное перекрытие пучка будет наблюдаться, если видимый под углом Θ размер образца $L \sin \Theta \cong L \Theta > s$ (L – линейный размер образца в плоскости падения рентгеновского пучка). В рассматриваемом случае при $\Theta_c = 5$ мрад для измерений в диапазоне углов $\Theta_c \pm \Theta_c/2$ необходимо, чтобы $L > 40$ мм. Это существенно ограничивает применение обычного варианта одноволновой рефлектометрии, так как пространственное распределение интенсивности в зоне оси O_1 точно не известно, а при комплексных исследованиях образцов типичная величина $L < 40$ мм.

Рассмотрим возможность устранения указанной проблемы при измерении в двухволновом режиме отношения угловых зависимостей коэффициентов отражения $R^\alpha(\Theta)/R^\beta(\Theta)$ для CuK_α - и CuK_β -излучений. Отметим, что выбор других пар линий или переход к обратному отношению в данном случае не имеет принципиального значения.

В предположении параксиального пучка при $L\Theta < s$ измеряемая величина коэффициента отражения $R_{\text{ex}}(\Theta)$ будет определяться выражением:

$$R_{\text{ex}}(\Theta) = \frac{R(\Theta)}{I_0} \int_{x_0-x}^{x_0+x} F(x) dx, \quad (1)$$

где $R(\Theta)$ – истинный коэффициент отражения образца; I_0 – интегральная интенсивность рентгеновского пучка; x_0 – положение центра образца на координатной оси x , лежащей в измерительной плоскости и проведенной от оси вращения O_1 перпендикулярно падающему рентгеновскому пучку; $x = \Theta L/2$; $F(x)$ – функция распределения интенсивности рентгеновского пучка по оси x . В общем случае $F(x)$ и x_0 точно не известны, причем $F(x)$ зависит от расстояния плоскости сечения пучка от коллиматора 2 (рис. 1).

Согласно данным измерений профили интенсивности прямого рентгеновского пучка, регистрируемые на линиях CuK_α и CuK_β путем сканирования приемной щелью 9, практически совпадают. Поскольку канал прохождения CuK_α - и

CuK_β -излучений в рассматриваемой схеме до приемной щели общий, можно предположить, что для указанных спектральных компонент пучка профили распределения интенсивности в зоне держателя образца тоже совпадают. Тогда при делении друг на друга угловых зависимостей интенсивности отражения интегральные множители в выражении (1) сокращаются и будет получена угловая функция $r(\Theta) = gR^\alpha(\Theta)/R^\beta(\Theta)$, где g является простым отношением интегральных интенсивностей прямого пучка для линий CuK_α и CuK_β , а $R^\alpha(\Theta)$ и $R^\beta(\Theta)$ – истинные угловые зависимости коэффициентов отражения. Отметим, что $r(\Theta)$ не зависит также от изменений плотности рентгеновского потока во времени, обусловленных, например, флуктуациями тока рентгеновской трубки или механическим перекрытием части зондирующего пучка. Это позволяет, в частности, по мере уменьшения величин регистрируемых сигналов компенсировать рост статистических ошибок счета увеличением тока рентгеновской трубки.

Для экспериментальной проверки устранения ошибок измерения, связанных с влиянием функции $F(x)$, был выбран тест-объект в виде пластины GaAs размером $L = 10$ мм. При указанном L величина $L \sin \Theta$ сравнима с шириной сечения пучка в диапазоне углов п.в.о., т.е. условия измерения для прямых измерений $R^\alpha(\Theta)$ и $R^\beta(\Theta)$ неблагоприятны. Отражение регистрировалось от автоэпитаксиального слоя GaAs толщиной 300 нм, выращенного методом молекулярно-лучевой эпитаксии. Расчет теоретической кривой $R^\alpha(\Theta)/R^\beta(\Theta)$ проводился по справочным параметрам для GaAs [8, 9]. Результаты измерения и расчета приведены на рис. 5.

В случае идеальной границы раздела воздух – образец величины $R^\alpha(\Theta)$ и $R^\beta(\Theta)$ должны совпадать с коэффициентами отражения, вычисляемыми из формул Френеля [10] для двух величин показателя преломления n при $\lambda_1 = 0.154$ нм и $\lambda_2 = 0.139$ нм:

$$n(\lambda) = 1 - \delta(\lambda) - i\beta(\lambda), \quad (2)$$

где δ и $i\beta$ – соответственно действительная и мнимая части декремента показателя преломления материала образца, выражаемые через известные физические константы, плотность и концентрацию элементов в поверхностном слое образца.

Как видно из сравнения теоретической и экспериментальной кривых, они практически полностью совпадают во всем диапазоне малых углов скольжения $\Theta < \Theta_{c\beta}$, т.е. ошибка, связанная с неконтролируемым изменением $F(x)$, устраняется. В диапазоне углов $(\Theta_{c\beta}, \Theta_{c\alpha})$, где существенно влияние величины β/δ на форму $R(\Theta)$, кривая $R^\alpha(\Theta)/R^\beta(\Theta)$ идет выше, чем расчетная для чистого GaAs. Это указывает на то, что в указанной области отношение $R^\alpha(\Theta)/R^\beta(\Theta)$ зависит от толщины окисного слоя, которая для монокристаллического GaAs, согласно [11, 12], равна 1–3 нм. В диапазоне

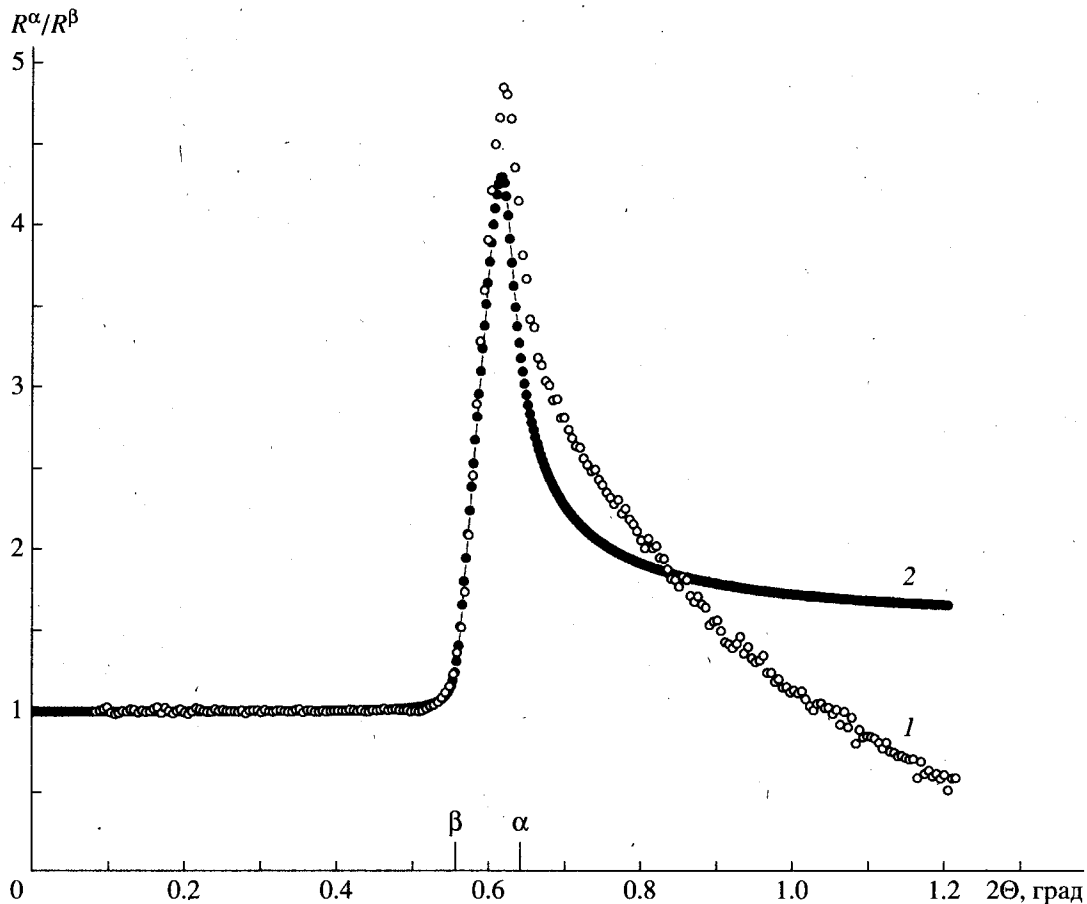


Рис. 5. Угловая зависимость нормированного отношения коэффициентов зеркального отражения $R^\alpha(\Theta)/R^\beta(\Theta)$ для монокристаллической пленки GaAs толщиной 300 нм: 1 – эксперимент, 2 – расчет; α и β – величины удвоенных критических углов для линий CuK_α и CuK_β соответственно.

углов $\Theta > \Theta_{c\alpha}$ экспериментальное отношение $R^\alpha(\Theta)/R^\beta(\Theta)$ монотонно падает, что обусловлено, по-видимому, шероховатостью границы раздела.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Проведенные испытания показали, что двухволновой рентгеновский рефлектометр по сравнению с одноволновым имеет более высокие метрологические характеристики и обеспечивает новые диагностические возможности при анализе поверхностных слоев:

- достигаются более высокая точность, воспроизводимость и производительность измерений, что обеспечивается путем пропускания излучения от источника до приемной щели по общему каналу, разделением спектра непосредственно перед детектирующим устройством и сбором данных одновременно на двух спектральных линиях;

- достигается возможность быстрой настройки рефлектометра на любую заданную линию спектра; при этом ряд из полупрозрачных монохроматоров принципиально позволяет регистри-

ровать данные одновременно более чем в двух участках спектра.

В режиме относительных измерений обеспечиваются дополнительные возможности повышения точности и чувствительности метода:

- устраняется принципиальная ошибка одноволновой схемы измерения $R(\Theta)$, связанная с неконтролируемым изменением освещенности при повороте отражающей поверхности образца;

- обеспечивается возможность уменьшения относительных статистических ошибок счета и резкого расширения динамического диапазона измерений путем регулирования величины тока рентгеновской трубки непосредственно во время сбора данных;

- устраняются ограничения на линейный размер измеряемого образца и расширяется рабочий диапазон углов сканирования.

Авторы выражают благодарность И.П. Казакову и Е.Г. Бугаеву за изготовление контрольных образцов.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект 97-02-17870) и INTAS (проект 96-0128).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Kozhevnikov I.V., Asadchikov V.E., Alaudinov B.M. et al.* // Proc. SPIE. 1995. V. 2453. P. 141.
2. *Renner O.* // Czechoslovak J. of Phys. 1972. V. B22. P. 1007.
3. *Rietz R., Rettig W., Brezensinski G. et al.* // Thin Solid Films. 1996. V. 284-285. P. 211.
4. *Bilderback D.H., Habbard S.* // Nucl. Instrum. and Methods. 1982. V. 195. P. 85.
5. *Турьянский А.Г., Виноградов А.В., Пиршин И.В.* Пат. РФ 2104481. 1998. МКИ G01B 15/08.
6. *Parrat L.G.* // Phys. Rev. 1954. V. 95. № 2. P. 359.
7. *Rosenblut A.E., Forsyth J.M.* // Low Energy X-Ray Diagnostics. Proc. conf. Monterey. Amer. Inst. Phys. 1981. P. 280.
8. Сборник стандартов SEMI. Материалы. М.: ЭЛМА, 1992. Т. 3. С. 205.
9. *Henke B.L., Lee P., Tanaka T.J. et al.* // Atom Data and Nucl. Data Tables. 1982. V. 27. № 1. P. 1.
10. *Виноградов А.В., Брытов И.А., Грудский А.Я. и др.* Зеркальная рентгеновская оптика. М.: Машиностроение, 1989. С. 12.
11. *Spring Thorpe A.J., Ingrei S.J., Emmerstorfer B. et al.* // Appl. Phys. Lett. 1987. V. 50. № 2. P. 77.
12. *Kohn E.* // J. Electrochem. Soc.: Solid-state science and technology. 1980. V. 127. № 2. P. 505.