

## ПОСЛОЙНЫЙ ОЖЕ-АНАЛИЗ СВЕРХВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ: ПРОБЛЕМА МИНИМИЗАЦИИ АППАРАТУРНЫХ ПОГРЕШНОСТЕЙ

*М.Н. Дроздов, В.М. Данильцев, Н.Н. Салащенко,  
Н.И. Полушкин, О.И. Хрыкин, В.И. Шашкин*

Одним из необходимых условий для проведения послойного элементного анализа методом электронной Оже-спектроскопии со сверхвысоким разрешением по глубине принято считать использование сканирующих ионных пучков [1-3]. Сканирующие ионные пучки вошли в практику Оже-спектроскопии в конце 70-х годов, когда с появлением эталонных образцов  $Ta_2O_5/Ta$  калиброванной толщины оказалось, что результаты по послойному анализу, полученные на Оже-спектрометрах со стационарным ионным пучком на этих образцах, плохо воспроизводимы, а величина разрешения по глубине далека от предельного значения  $\Delta z \simeq 1.4$  нм при  $z \simeq 30$  нм, достигнутого в отдельных "успешных" случаях (см., например, [4]). Однако, согласно теоретическим оценкам, при тщательной юстировке ионного и электронного пучков и значительном различии их диаметров  $d_i \gg d_e$  аппаратные погрешности (и в первую очередь — наклон дна кратера травления в зоне анализа) могут быть полностью устранены и в случае стационарного пучка [1,5]. В данной работе мы хотим обратить внима-

ние на тот оставшийся практически незамеченным факт, что развитые к настоящему времени методы юстировки стационарных ионных пучков далеко неравноценны и лишь использование одного из них позволяет достичь точности, требуемой для высокого пространственного разрешения. Возможность прецизионной, хорошо воспроизводимой юстировки ионной и электронной пушек устраняет основное преимущество сканирующих ионных пучков перед стационарными. Приводятся результаты послойного анализа широкого класса многослойных структур — металлических, полупроводниковых, пленок высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП), полученные нами на Оже-спектрометре ЭСО-3 со стационарным ионным пучком с предельным разрешением по глубине в 1.2–2 нм.

Первоначально для юстировки ионных пушек в Оже-спектрометрах рекомендовалось использовать цилиндр Фарадея, позднее, в силу конструкционной простоты, наибольшее распространение получили методы юстировки по вторичным низкоэнергетическим и Оже-электронам, возбуждаемым ионным пучком [1,6–8]. При этом, так же как и при позиционировании образца [9], используется зависимость сигнала, регистрируемого энергоанализатором, от положения источника электронов  $z_1$  относительно фокуса  $z_0$ :

$$I(z_1 - z_0), \mathcal{E} = \iint j(\mathcal{E}, x, y, z_1) T(\mathcal{E}, x, y, z_0) dx dy, \quad (1)$$

где  $j(\mathcal{E}, x, y, z_1)$  — плотность тока эмитируемых электронов, а  $T(\mathcal{E}, x, y, z_0)$  — функция пропускания энергоанализатора с характерным размером области сбора  $d_T$ . Однако такая процедура игнорирует различие в размерах источников при возбуждении электронным и ионным пучками, как правило, диаметр ионного пучка в стационарных ионных пушках  $d_i \gg d_e$  и  $d_i > d_T$ . Насколько нам известно, описание отклика энергоанализатора на основе выражения (1) для такого случая до настоящего времени отсутствует. Тем не менее, используя результаты работ [10–13], стимулированных применением энергоанализатора типа цилиндрического зеркала (АЦЗ) для рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, а также работы [14], можно показать, что оптимальное положение широкого источника  $z^*$  при возбуждении ионным пучком будет отличаться от оптимального положения точечного источника. Более детальное описание особенностей функции пропускания АЦЗ для широкого источника будет представлено дополнительно.

Ясно, что в наиболее широко распространенном варианте АЦЗ с наклонным образцом это неизбежно приведет и к радиальному смещению максимума интенсивности ион-

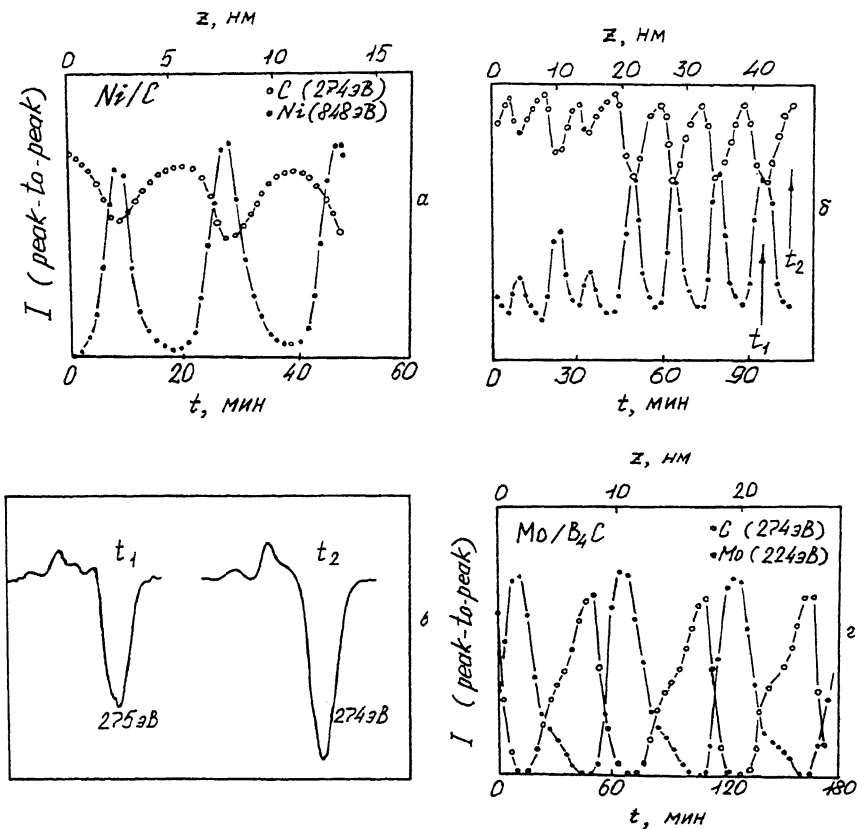
ного пучка относительно анализируемой точки. Наибольшее смещение будет наблюдаться для юстировки по низкоэнергетичным вторичным электронам. Большой точности можно достичь путем юстировки по Оже-электронам возбуждаемым ионным пучком с использованием мишени алюминия меньшего диаметра  $D \simeq 100-200$  мкм, т. е. порядка  $d_T$ . Однако это уменьшает и регистрируемый сигнал  $I(\mathcal{E})$ , что существенно сказывается при низких энергиях ионов  $E_i \leq 0.5-1$  кэВ, применение которых необходимо для снижения артефактов ионного распыления [1,2]. Так, например, в используемом в данной работе спектрометре ЭСО-3 мы не смогли зарегистрировать Оже-переходы при  $E_i \leq 1$  кэВ.

Возможные проблемы с совмещением ионного и электронного пучков этими методами отмечались уже в первых работах по юстировке с использованием АПЗ [8], однако по совершенно другим причинам — вследствие влияния рассеянных магнитных полей и геометрии образцов, носящим случайный характер. Причины, рассмотренные выше, приводят к систематическим погрешностям, что дает лишь возможность попасть электронным пучком в область кратера распыления.

Значительно лучшей точности юстировки ионного пучка можно достичь с помощью цилиндра Фарадея. Для этого в Оже-спектрометре ЭСО-3 цилиндр Фарадея на карусели для образцов был закреплен под тем же углом к оси энергоанализатора, что и плоскость консоли для образцов. В данном случае точкой прицела служил геометрический центр проходного отверстия диафрагмы цилиндра Фарадея. Эта точка совмещалась с фокусом АПЗ по пику упруго отраженных электронов на краях отверстия. Такой способ юстировки дает возможность совмещения максимума интенсивности диаграммы ионного пучка с анализируемой областью.

Ниже приведены результаты послойного анализа различных структур — металлических, ВТСП, полупроводниковых, полученные нами на спектрометре ЭСО-3. Ионное распыление осуществлялось стационарным пучком ионов Ag с энергией  $E_i = 0.6-2$  кэВ, диаметром  $d_i = 2-3$  мм, угол падения ионов составлял  $46^\circ$  к нормали к поверхности. Остаточное давление в камере составляло  $p = 8 \cdot 10^8$  Па, давление при распылении  $6.7 \cdot 10^{-3}$  Па, использовался Ag чистотой 99.999%. Юстировка ионной и электронной пушек проводилась с помощью цилиндра Фарадея.

На рис. 1, а-г показано распределение элементов в многослойных структурах Ni/C, Mo/W<sub>4</sub>C, толщина слоев которых определялась методом малоуглового рентеновского рассеяния. Рис. 1 а и г позволяют определить разрешение по глубине:  $\Delta z_{Ni} = 1.5$  нм,  $\Delta z_C = 1.2$  нм,  $\Delta z_{Mo} = 3.0$  нм; для структур данного класса подобное разрешение получено



**Рис. 1.** Распределение элементов в многослойных структурах Ni/C (с толщиной слоев  $d_{Ni} = 2.5$  нм,  $d_C = 3.1$  нм): а-в и Mo/V<sub>4</sub>C ( $d_{Mo} = 2.5$  нм,  $d_{V_4C} = 6.7$  нм): з-а — типичная структура,  $E_i = 1$  кэВ [17]; б — структура с дефектными слоями,  $E_i = 2$  кэВ; в — форма Оже-линии углерода в моменты времени  $t_1$  ( $C_{min}$ ) и  $t_2$  ( $C_{max}$ ), отмеченные на рис. 1, б. Как видим, в слое Ni пик углерода имеет вид, характерный для карбидов, в отличие от графита в слое C, причем измерения проведены в достаточно удаленных от поверхности слоях.

впервые. Такое разрешение оказывается достаточным для изучения диффузионных процессов в многослойных структурах со сверхтонкими слоями, известных как рентгеновские зеркала, при отжиге, а также для изучения дефектов конкретных структур. На рис. 1, б показано распределение Ni и C в структуре с тремя нарушенными верхними слоями, а на рис. 1, в приведена форма Оже-линии углерода в моменты времени  $t_1$  ( $C_{min}$ ) и  $t_2$  ( $C_{max}$ ), отмеченные на рис. 1, б. Как видим, в слое Ni пик углерода имеет вид, характерный для карбидов, в отличие от графита в слое C, причем измерения проведены в достаточно удаленных от поверхности слоях.

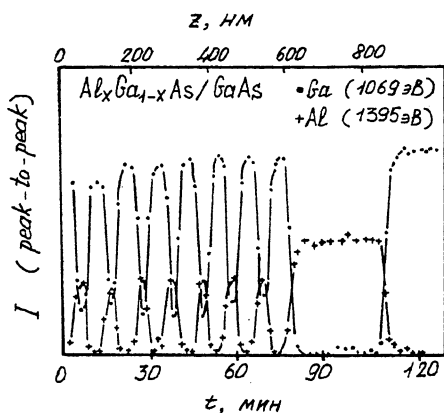


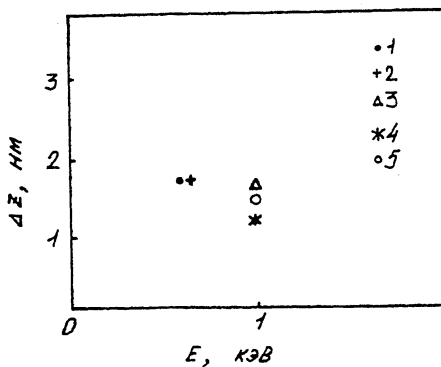
Рис. 2. Распределение элементов в многослойной гетероструктуре  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ ,  $x \approx 0.7$ , при  $E_i = 2$  кэВ.

Эти значения разрешения по глубине реализованы нами при глубине анализа в несколько десятков нанометров. На рис. 2 приведено распределение Al и Ga в гетероструктуре  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ , изготовленной методом металлоорганической газофазной эпитаксии с использованием триметилалана, триметилгаллия и арсина в качестве источников. Вполне приемлемое для анализа такой структуры значение разрешения по глубине  $\Delta z \approx 7.5\text{--}10$  нм при  $E_i = 2$  кэВ сохраняется здесь вплоть до подложки на глубине  $z = 0.8$  мкм. В данном случае более показательным является относительное разрешение по глубине

$$\delta z = \Delta z / z \approx 1.3\%,$$

что значительно превосходит типичные значения  $\delta z \approx 10\%$  и сопоставимо с лучшими результатами, полученными на специализированных спектрометрах с двумя сканирующими ионными пушками<sup>[1,2]</sup>.

Полученные значения разрешения по глубине совместно с результатами наших работ<sup>[15-17]</sup> суммированы на рис. 3. Как видим, для структур разного типа удается минимизировать погрешности послойного анализа фактически до фундаментального предела  $\Delta z \approx 2l_\varepsilon$ , где  $l_\varepsilon$  — глубина выхода Оже-электронов. Это свидетельствует об отсутствии влияния аппаратных погрешностей на процесс послойного анализа во всех приведенных случаях. Кроме того, в ряде случаев использование низких энергий ионов  $E_i \leq 1$  кэВ позволяет практически полностью минимизировать и артефакты взаимодействия ионов с поверхностью, такие как атомное перемешивание в каскаде столкновений. Решающими условиями для этого являются точность юстировки



**Рис. 3.** Разрешение по глубине для различных элементов, реализованное на Оже-спектрометре ЭСО-3: 1 — In, в структуре  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$  [15]; 2 — Si, Mo/Si [17]; 3 — Pr,  $\text{Y}_1(\text{Pr}_1)\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  [16]; 4 — C, Mo/B<sub>4</sub>C [17]; 5 — Ni, Ni/C.

ионной и электронной пушек, которая достигается с помощью цилиндра Фарадея, и возможность работы при низких энергиях ионов  $E_i \leq 1$  кэВ. Эти результаты, по-видимому, могут быть воспроизведены и при послойном анализе со сканирующим ионным пучком. Однако при низких энергиях ионов использование стационарного ионного пучка может иметь определенные преимущества: как правило, при уменьшении энергии ионов для ионных пушек с горячим катодом происходит некоторое уширение ионного пучка, что способствует созданию более плоского дна кратера травления в случае стационарного пучка, в то же время для сканирующих ионных пучков при этом возникают наибольшие искажения формы кратера [4]. Несовершенство угловой диаграммы ионной пушки, например отсутствие аксиальной симметрии при наклонном образце, играет не столь существенную роль, поскольку его влияние может быть в значительной степени устранено при тщательной юстировке.

Работа частично финансировалась по программам “Физика твердых наноструктур” и “Фундаментальная метрология”.

#### Список литературы

- [1] Hofmann S. // Practical Surface Analysis by Auger and X-ray Photoelectron Spectroscopy / Ed. by D. Briggs, M.P. Seah. J. Wiley & Sons Ltd. 1983. Chap. 4 (Перевод: Анализ поверхности методами Оже- и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии / Под ред. Д. Бриггса и М.П. Сиха. М.: Мир, 1987. 598 с.).
- [2] Hofmann S. // J. Vac. Sci. Technol. 1991. V. A9. N 3. P. 1466-1476.
- [3] Powell C.J., Seah M.P. // J. Vac. Sci. Technol. 1990. V.A8. N 2. P. 735-763.
- [4] Mathieu H.J., Landolt D. // Surf. Interf. Anal. 1983. V. 5. N 2. P. 77-82.

- [5] *Malherbe J.B., Sanz J.M., Hofmann S.* // Surf. Interf. Anal. 1981. V. 3. N 6. P. 235-239.
- [6] *Wehner G.K.* // Methods of Surface Analysis / Ed. by A.W. Czanderna. Elsevier, Amsterdam, 1975. Chap. 1. (Перевод: Зандерна А. Методы анализа поверхностей. М.: Мир, 1979. 582 с.).
- [7] *Holloway D.M.* // J. Vac. Sci. Technol. 1975. V. 12. N 1. P. 392-399.
- [8] *Springer R.W., Haas T.W., Grant J.T., Hooker M.P.* // Rev. Sci. Instrum. 1974. V. 45. N 9. P. 1113-1114.
- [9] *Anthony M.T.* In Ref. 1.
- [10] *Palmberg P.W.* // J. Vac. Sci. Technol. 1975. V. 12. N 1. P. 379-384.
- [11] *Peacock D.C., Pritton M., Roberts R.* // Vacuum. 1984. V. 34. N 5. P. 497-507.
- [12] *Erickson N.E., Powell C.J.* // J. Vac. Sci. Technol. 1986. V.A4. N 3. P. 1551-1556.
- [13] *Seah M.P., Mathieu H.J.* // Rev. Sci. Instrum. 1985. V. 56. N 5. P. 703-711.
- [14] *Заишквара В.В., Корсунский М.И., Лаэров В.П., Редькин В.С.* // ЖТФ. 1971. Т. 41. В. 1. С. 187-192.
- [15] *Воронин В.А., Дроздов М.Н., Звонков Б.Н., Овсянников М.Ю., Цыганов А.Б.* // Многослойные полупроводниковые структуры и сверхрешетки. Диагностика, нелинейные высокочастотные свойства. ИПФ АН СССР. Н.Новгород, 1990. С. 165-171.
- [16] *Воронин В.А., Годованик И.А., Голубев В.Н., Дроздов М.Н., Климов А.Ю., Клуенков Е.Б., Салащенко Е.Н.* // Письма в ЖТФ. 1991. Т. 17. В. 16. С. 22-25.
- [17] *Andreev S.S., Akhsakhalyan A.D., Drozdov M.N., Polushkin N.I., Salashchenko N.N.* // Thin Solid Films 1995. (to be published).

Поступило в Редакцию  
8 июня 1995 г.

---