

## Глубина формирования отраженного пучка мягкого рентгеновского излучения в условиях зеркального отражения

© Е.О. Филатова, А.С. Шулаков, В.А. Лукьянов

Институт физики Санкт-Петербургского государственного университета,  
198904 Петродворец, Россия

(Поступила в Редакцию 27 ноября 1997 г.)

В широком диапазоне углов скользющего падения с использованием тормозного излучения рентгеновской трубки измерены спектры отражения системы Si-SiO<sub>2</sub> с различными толщинами диоксида в районе Si L<sub>2,3</sub>-порога ионизации. Экспериментально определена угловая зависимость глубины формирования отраженного пучка мягкого рентгеновского излучения, которая сопоставляется с полученной из теоретического рассмотрения взаимодействия электромагнитного излучения с поверхностью изотропного твердого тела.

Спектроскопия отражения ультрамягкого рентгеновского излучения являясь одним из методов спектроскопии неглубоких остоновых уровней (энергия связи составляет десятки-сотни eV), может быть успешно использована для проведения качественного неразрушающего послойного фазового анализа приповерхностных слоев твердых тел, однако для этого необходимо детально изучить глубину формирования отраженного пучка.

Под глубиной проникновения принято понимать расстояние по нормали к поверхности  $D$ , на котором интенсивность электромагнитных волн убывает в  $e$  раз [1],

$$\frac{1}{D} = 2 \frac{\omega}{c} \operatorname{Im} \left( \sqrt{\varepsilon - \cos^2 \theta_0} \right), \quad (1)$$

где  $\theta_0$  — угол скользющего падения,  $\varepsilon$  — диэлектрическая проницаемость.

Из формулы (1) видно, что с увеличением угла скольжения глубина проникновения излучения в вещество будет возрастать, и, следовательно, путем изменения угла скользющего падения можно плавно изменять толщину поверхностного слоя, формирующего зеркально отраженный луч. В большинстве монографий приводится именно эта формула или многочисленные ее модификации.

Целью данной работы является экспериментальное определение угловой зависимости глубины формирования отраженного пучка мягкого рентгеновского излучения и ее сопоставление с рассчитанной по (1), полученной из теоретического рассмотрения взаимодействия электромагнитного излучения с поверхностью изотропного твердого тела.

### 1. Образцы и детали эксперимента

В качестве объекта исследования была выбрана система Si-SiO<sub>2</sub> с различными толщинами диоксида ( $2.0 \pm 0.5$  nm,  $8.5 \pm 1.0$  nm,  $14 \pm 1$  nm,  $19 \pm 1$  nm,  $26 \pm 1$  nm,  $63 \pm 1$  nm), выращенного на подложке Si методом окисления в атмосфере сухого кислорода. В этом случае рост пленки происходит на межфазовой границе Si-SiO<sub>2</sub>, а поверхность является результатом

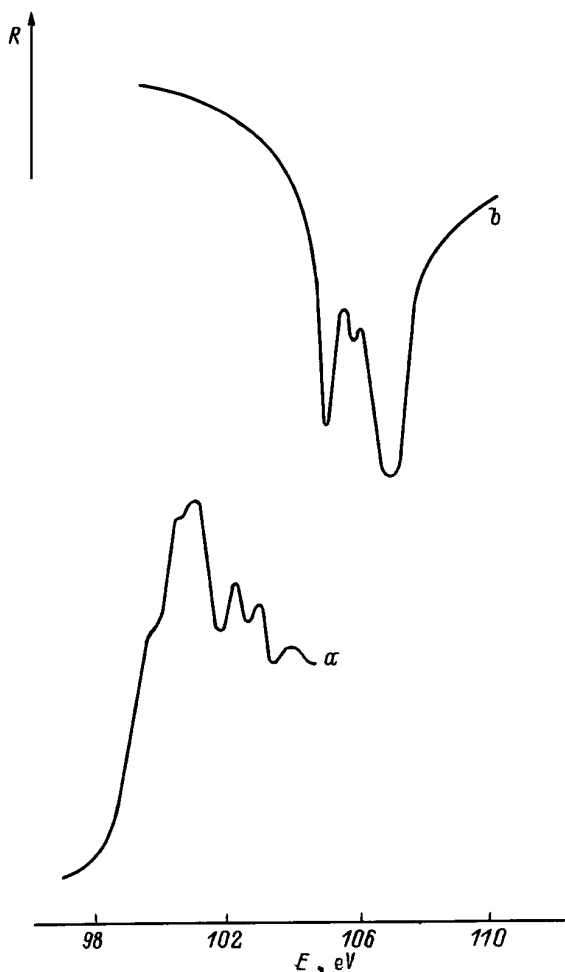
самопроизвольного роста. Толщина диоксида контролировалась методом эллипсометрии.

Измерения проводились на рентгеновском спектрометре-монохроматоре РСМ-500 в специальной камере-приставке с использованием тормозного излучения рентгеновской трубки. Изучены спектральные зависимости коэффициента отражения  $R(E)$  при фиксированных углах скользющего падения  $\theta_0$  на отражатель и согласованном положении детектора  $2\theta_0$ . Коэффициенты отражения  $R$  определялись как отношение интенсивностей падающего и отраженного пучков. Регистрация падающего и отраженного излучения осуществлялась двумя детекторами (вторично-электронные умножители канального типа ВЭУ-6 с фотокатодами CsI). Исследование тонкой структуры спектров отражения проводилось в районе L<sub>2,3</sub>-порога ионизации Si с разрешением 0.3 eV. Точность определения энергетических положений деталей структуры спектров отражения составляла 0.1 eV. Относительная величина статистических флуктуаций скорости счета  $\Delta N/N$  составляла  $\sim 2\%$ . Ошибка в угловом отсчете для отражателя, определяющаяся погрешностью выставления нулевого положения, составляла 0.2°.

### 2. Результаты эксперимента и их обсуждение

В работах [2,3] показана высокая чувствительность ближней тонкой структуры спектров отражения рентгеновских лучей к изменению химического состояния атомов. Флуктуации коэффициента отражения, наблюдаемые в области порогов ионизации внутренних уровней атомов, входящих в состав отражателей, обеспечивают возможность качественного анализа состава по энергетическому положению деталей тонкой структуры спектров отражения. Очевидно, что размах флуктуаций должен быть пропорционален количеству атомов данного сорта в отражающем слое.

Благоприятным обстоятельством при изучении системы Si-SiO<sub>2</sub> является существенное различие по виду и



**Рис. 1.** Ближняя тонкая структура Si  $L_{2,3}$ -спектров отражения монокристаллического Si (*a*) и аморфного SiO<sub>2</sub> (*b*) при угле скользющего падения  $\theta_0 \sim 4^\circ$ .

энергетическому положению деталей тонкой структуры спектров отражения Si и SiO<sub>2</sub> в районе  $L_{2,3}$ -порога ионизации. Это позволяет не только проследить формирование тонкой структуры спектра отражения системы в целом, но и отдельно анализировать динамику проявления деталей структуры, характерных для подложки Si, на фоне SiO<sub>2</sub> при увеличении толщины оксидной пленки. Согласно [4,5], ближняя тонкая структура Si  $L_{2,3}$ -спектров отражения монокристаллического Si и аморфного SiO<sub>2</sub> расположена в областях 98–104 и 104–110 eV соответственно (рис. 1). Будем использовать спектры, представленные на рис. 1, в качестве эталонных.

На рис. 2 приведены Si  $L_{2,3}$ -спектры отражения системы Si–SiO<sub>2</sub> с различными толщинами диоксида на поверхности в широком диапазоне углов скользющего падения. Для наглядности рисунков из полученной серии спектров отражения были выбраны спектры, отражающие наиболее характерные изменения в тонкой структуре при изменении угла скользющего падения. Совместный анализ всех полученных спектров указывает на

то, что по мере уменьшения толщины оксидной пленки наблюдается постепенный переход от структуры, характерной для тонкой структуры аморфного SiO<sub>2</sub> (толщина SiO<sub>2</sub> — 63 nm), к структуре, характерной для тонкой структуры спектра монокристаллического кремния (толщина SiO<sub>2</sub> — 2 nm). В промежуточной области толщин слоев SiO<sub>2</sub> спектры представляют собой суперпозицию деталей тонкой структуры спектров Si и SiO<sub>2</sub>.

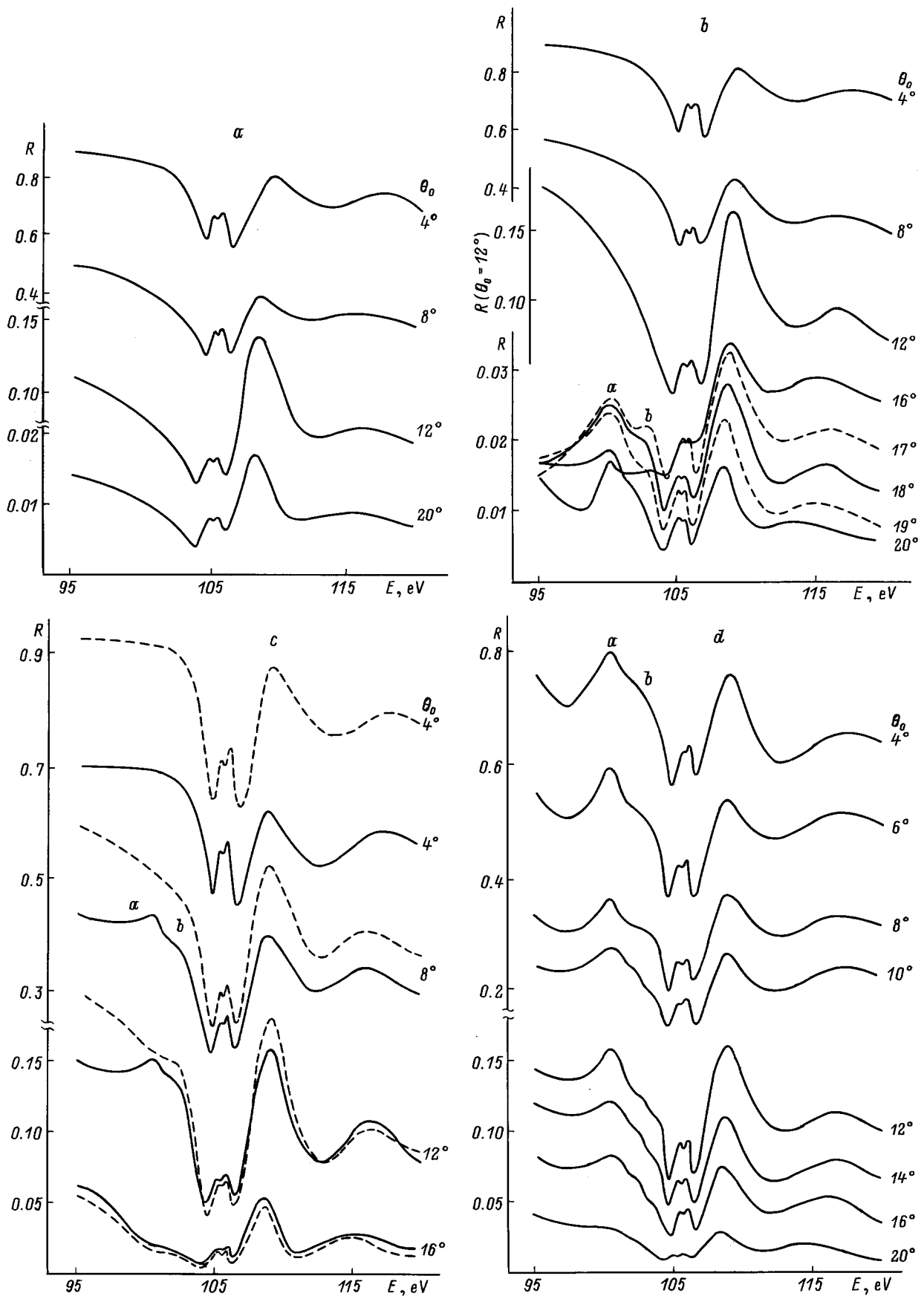
Рассмотрим угловую зависимость спектров отражения для каждой из систем. Рис. 2, *a* показывает, что в случае толстой пленки SiO<sub>2</sub> (63 nm) спектры отражения, измеренные при различных углах скользющего падения, совпадают по числу деталей и их энергетическому положению между собой и со спектром массивного SiO<sub>2</sub> (рис. 1), т.е. при всех изученных углах скользющего падения формирование отраженного пучка происходит в слое диоксида. Ограничение величины угла обусловлено малыми величинами отраженного излучения при больших углах скользющего падения.

Совсем иное поведение спектров отражения в зависимости от  $\theta_0$  наблюдается для пленок SiO<sub>2</sub> толщиной 26, 19, 14 nm (рис. 2, *b, c*). При малых углах скольжения спектры отражения перечисленных систем демонстрируют структуру, характерную для диоксида кремния. В то же самое время с увеличением угла скольжения в спектрах появляются, а затем становятся все более резкими детали структуры (*a, b*), присущие спектру монокристаллического кремния. Как видно из рисунка, появление структуры (*a, b*) связано с величиной  $\theta_0$  и толщиной пленки диоксида: обсуждаемая структура проявляется тем раньше, чем меньше толщина диоксида. При больших углах скольжения спектры отражения представляют собой суперпозицию спектров отражения кремния и диоксида кремния.

На рис. 2, *d* приведены спектры отражения для пленки диоксида толщиной 8.5 nm. Видно, что для всех изученных углов скользющего падения спектры отражения являются суперпозицией деталей тонкой структуры спектров Si и SiO<sub>2</sub>. Следует отметить, что с увеличением угла скольжения структура спектра Si становится более резкой и отчетливой. Отметим, что данная система была исследована также с использованием синхротронного излучения [6]. Результаты измерений с использованием тормозного излучения рентгеновской трубки и синхротронного излучения практически совпали.

На рис. 2, *d* приведены спектры отражения системы Si–SiO<sub>2</sub> с естественным окислом ( $\sim 2$  nm) на поверхности. Видно, что все измеренные спектры описываются в основном деталями тонкой структуры, характерной для Si. Слабо выраженные детали структуры *A, B* соответствуют спектру SiO<sub>2</sub>.

Проведенный анализ измеренных спектров отражения системы Si–SiO<sub>2</sub> однозначно указывает на существование угловой зависимости формирования глубины отраженного пучка. Попробуем дать количественную оценку этой зависимости, при этом с глубиной зондирования будем



**Рис. 2.** Близкая тонкая структура Si  $L_{2,3}$ -спектров отражения системы Si-SiO<sub>2</sub> с различными толщинами диоксида (nm): *a* — 63, *b* — 26, *c* — 14 (сплошные линии), 19 (штриховые линии), *d* — 8.5, *e* — 2.

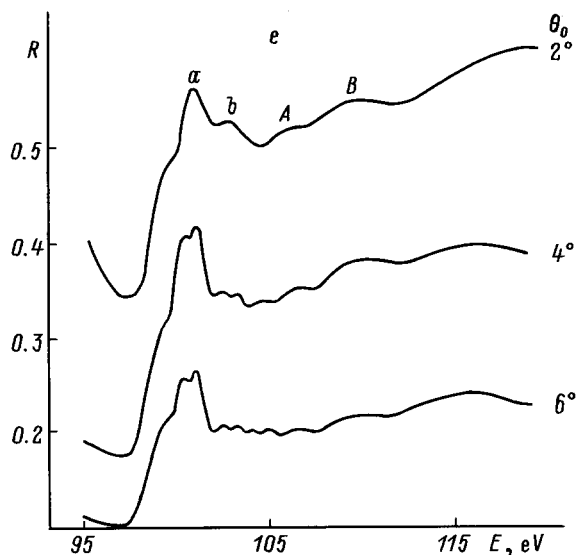


Рис. 2 (продолжение).

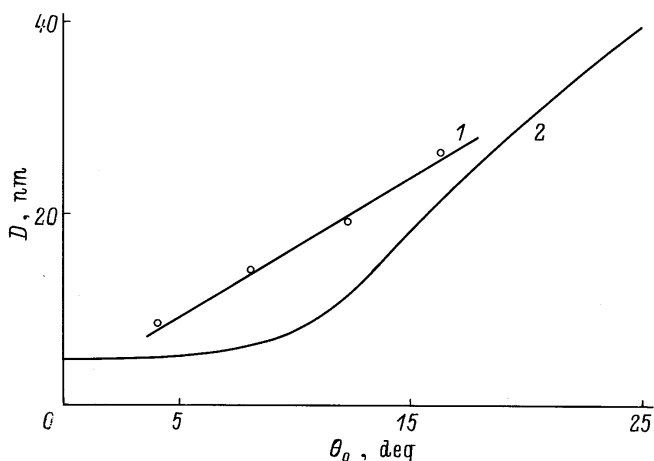


Рис. 3. Зависимость глубины формирования отраженного пучка от угла скользющего падения. 1 — экспериментальные данные, 2 — расчет по формуле (1).

ассоциировать толщину пленки  $\text{SiO}_2$ , при которой в спектре отражения появляются детали структуры спектра подложки. Полученная зависимость приведена на рис. 3 и близка к линейной.

На этом же рисунке показан результат расчета такой же зависимости по (1). Использовались оптические константы, рассчитанные из экспериментального спектра отражения толстой пленки  $\text{SiO}_2$  (100 nm) с использованием дисперсионного соотношения Крамерса–Кронига [7]. Расчет проведен для энергии фотонов, соответствующей главному максимуму в спектре отражения Si (100 eV), использованному нами для анализа формы спектров. Зависимости, рассчитанные для других значений энергии фотонов в диапазоне 95–108 eV, имеют аналогичный характер. Существует область углов  $\theta_0 < 5\text{--}6^\circ$ , в которой глубина формирования составляет примерно

5 nm и не зависит от  $\theta_0$ . В области больших значений  $\theta_0$  глубина формирования начинает заметно зависеть от угла падения.

Хорошо заметно, что экспериментальная и рассчитанная зависимости сильно различаются как по форме, так и по абсолютным значениям. Экспериментальные данные уверенно указывают на наличие зависимости  $D(\theta_0)$  в области малых  $\theta_0$ , где теория предсказывает ее отсутствие. Все значения экспериментальной кривой выше расчетных в 1.3–3.0 раза.

Завышенные экспериментальные значения  $D(\theta_0)$  можно объяснить высокой чувствительностью измерений. Действительно,  $D(\theta_0)$  определяет глубину уменьшения волнового поля в образце в  $e$  раз, но вполне возможна регистрация сигнала и от более глубоко лежащего интерфейса, при достижении которого поле ослабилось сильнее. Труднее объяснить серьезное различие в форме зависимостей. Оно может быть следствием нефренелевского характера исследуемой системы, неанізотропности из-за наличия скрытой межфазовой границы  $\text{SiO}_2\text{--Si}$  или следствием недостаточного учета поглощения средой в формуле (1). Возможно влияние на относительную чувствительность измерений при разных толщинах интерференционных эффектов.

Для использования рефлектометрии для послойного анализа фазового химического состава отражателей необходимо детально изучить причину обнаруженного эффекта, что мы попытаемся сделать в наших дальнейших работах.

Работа поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (грант № 96-03-33319a).

## Список литературы

- [1] А.А. Эйхенвальд. ЖРФХО **41**, 131 (1909).
- [2] А.С. Виноградов, Е.О. Филатова, Т.М. Зимкина. ФТТ **25**, 4, 1120 (1983).
- [3] Е.О. Филатова, А.С. Виноградов, Т.М. Зимкина. ФТТ **27**, 4, 997 (1985).
- [4] Е.О. Филатова, А.С. Виноградов, И.А. Сорокин, Т.М. Зимкина. ФТТ **25**, 5, 1280 (1983).
- [5] Е.О. Филатова, А.С. Виноградов, Т.М. Зимкина, И.А. Сорокин. ФТТ **27**, 4, 991 (1985).
- [6] E. Filatova, A. Stepanov, C. Blessing, J. Friedrich, R. Barchewitz, J.-M. Andre, F. Le Guen, S. Vac, P. Troussel. J. Phys: Condens. Matter. **7**, 2731 (1995).
- [7] Е.О. Филатова, А.И. Степанов, В.А. Лукьянов. Опт. и спектр. **81**, 3, 458 (1996).