

07; 11

ВЛИЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ НАРУШЕНИЙ НА КРИВЫЕ ДИФРАКЦИИ В СКОЛЬЗЯЩЕЙ ГЕОМЕТРИИ

М. П. Щеглов, М. А. Андреева, Р. Н. Кютт

Измерены дифференциальные кривые РД ПВО двумя способами на кристаллах с разной степенью совершенства поверхности и результаты сопоставляются с теоретическими зависимостями. Экспериментально проверена связь в условиях ПВО для совершенных кристаллов и выявлены особенности, характерные для мозаичных кристаллов.

Метод рентгеновской дифракции в скользящей геометрии известен как высокочувствительный метод исследования тонких приповерхностных монокристаллических слоев. Однако его применение усложнено необходимостью двойной коллимации падающего пучка и существенным уменьшением эффективного сечения пучка при малых углах падения. По этим причинам большинство экспериментальных работ по изучению рентгеновской дифракции в условиях полного внешнего отражения (РД ПВО) на совершенных кристаллах [1-4] было выполнено в интегральном режиме. Для измерения дифференциальных кривых отражения в скользящей геометрии известны два способа, в которых интенсивность определяется либо в виде функции отклонения от угла Брэгга ($\Delta\theta = \theta - \theta_B$), либо в виде зависимости от угла выхода Φ_h дифрагированной волны над поверхностью кристалла. В обоих случаях каждой кривой соответствует определенное значение угла падения Φ_0 .

На зависимости интенсивности от угла дифракции были построены как самый первый эксперимент [5], использующий метод скользящей дифракции, так и последующий цикл работ тех же авторов по исследованию перестройки кристаллической структуры поверхности (см. обзор [6]). Аналогичным образом, правда, вне области ПВО, в так называемой «наклонной геометрии Брэгга—Лауэ», была измерена дифракция в кристаллах с ионно-легированным слоем [7].

Второй способ измерения дифференциальных кривых был предложен в [8], где рассматривалась динамическая теория дифракции в условиях скользящей геометрии для совершенных кристаллов. Из теории следует выражение, которое связывает между собой угловые переменные

$$\Phi_h^2 = (\Phi_0 + \Psi)^2 - \alpha, \quad (1)$$

где $\alpha = -2\sin 2\theta_B \Delta\theta$, $\Psi = 2\varphi \sin \theta_B$; Ψ , φ — эффективный и истинный углы разориентации отражающих плоскостей относительно нормали к поверхности.

Как указывалось в [8], пользуясь соотношением (1), можно вместо зависимости $i(\Delta\theta)$, требующей секундной точности в определении изменения угла θ , использовать зависимость $i(\Phi_h)$, фиксируя изменение угла Φ_h на минутной шкале отсчета. Поскольку это упрощение не разрешило проблемы увеличения светосилы дифрагированной волны в условиях ПВО, то реализация метода была сначала осуществлена при больших разориентациях ($\varphi = 3-4$ град) в наклонной геометрии [9]. Дифференциальные кривые на совершенных кристаллах в условиях ПВО были получены в [10]. Для мозаичных кристаллов зависимость $i(\Phi_h)$ также была измерена [11, 12], но сопоставление этих результатов не проводилось.

Схема эксперимента и ее практическая реализация описаны в [13]. Плоскость дифракции, содержащая волновые векторы \mathbf{k}_0 и \mathbf{k}_h , расположена практически горизонтально, а плоскость падения, включающая вектор \mathbf{k}_0 и нормаль к поверхности, — вертикально. При измерении первым способом использовалась двухкристалльная бездисперсионная схема дифракции. Применение асимметричного монохроматора и щелевого коллиматора позволило ограничить расходимость падающего пучка до $1.2''$ в плоскости дифракции и $0.7'$ в вертикальной плоскости. При измерении дифференциальных кривых вторым способом перед счетчиком устанавливался щелевой анализатор, позволявший фиксировать интенсивность дифрагированной волны при изменении значений угла Φ_h с разрешением $\Delta\Phi_h = 1.5'$. Вместо монохроматора, обеспечивавшего нулевую дисперсию в первом способе измерений, использовался монохроматор-коллиматор с плоскостью отражения, перпендикулярной плоскости дифракции исследуемого образца. Таким образом формировался монохроматичный пучок, расходящийся в плоскости дифракции, но сильно коллимированный в плоскости падения. Все измерения проводились на отражении (220) с использованием $\text{Cu } K \alpha_1$ излучения рентгеновской трубки БСВ-22.

Исследуемые образцы представляли собой пластины монокристаллического кремния с ориентацией поверхности (111), диаметром 40 мм, толщиной 1.5 мм. Совершенные поверхности пластин были обработаны по 14-му классу чистоты. Кроме того, вторая поверхность образцов 1 и 2 сохраняла следы нарушенного слоя «алмазного фона», не полностью стравленного при химико-механической полировке. Эти образцы отличались между собой только значениями угла разориентации φ ($\varphi_{(1)} = 1'$, $\varphi_{(2)} = 6.5'$). Образец 3 с обеими полированными поверхностями был легирован ионами бора с энергией 50 кэВ и дозой 1000 мкКл/см² и отожжен при температуре 1150 °С в течение 1 ч ($\varphi_{(3)} = 8'$). Прямое электронно-микроскопическое наблюдение установило наличие в этом образце многослойной дислокационной сетки в приповерхностном слое.

При анализе экспериментальных данных кривых РД ПВО использовались теоретические зависимости, которые рассчитывались как по динамической теории для совершенного кристалла, так и по кинематической (для мозаичного). Общие формулы динамической теории с учетом аморфного слоя окисла и разориентации отражающих плоскостей получены в [14]. Наши расчеты динамической дифракции соответствуют этим формулам. Для случая мозаичных кристаллов с учетом общей теории [15, 16] нами была получена зависимость амплитуды дифрагированной волны E_h от углов падения Φ_0 и выхода Φ_h (с учетом разориентации Ψ и аморфного слоя толщиной d) следующего вида:

$$\frac{E_h}{E_0} = \frac{-\chi'_h}{\Psi + Q_1 + Q_2} \frac{2\Phi_0}{\Phi_0 + Q_1} \frac{1}{\Phi_h + Q_2} e^{ikhz(\Psi + Q_1 + Q_2)}, \quad (2)$$

где $Q_1 = \sqrt{\Phi_0^2 + \chi_0}$, $Q_2 = \sqrt{\Phi_h^2 + \chi_0}$, χ'_h — эффективная амплитуда рассеяния единицей поверхности, χ_0 — восприимчивость среды.

Интенсивность дифрагированной волны P_h связана с амплитудой в кинематической и динамической теориях одинаково

$$P_h = \left| \frac{E_h}{E_0} \right|^2 \frac{\Phi_h}{\Phi_0}. \quad (3)$$

Однако распределение интенсивности дифракции с изменением угла выхода Φ_h имеет различную природу для случаев совершенного и мозаичного кристаллов. На совершенном кристалле это распределение связано с изменением величины тангенциальной компоненты волнового вектора дифрагированной волны в кристалле при варьировании отклонения от точного брегговского положения. Для мозаичных кристаллов зависимость интенсивности от угла Φ_h определяется только естественной расходимостью излучения, рассеиваемого на кристалле малого размера. В рассматриваемом случае конечная ширина кривой $i(\Phi_h)$ связана с малой глубиной проникновения излучения в глубь кристалла, а положение максимума при $\Phi_h = \Phi_{кр}$ ($\Phi_{кр} = \sqrt{\chi_0}$ — критический угол ПВО) диктуется законами преломления для дифрагированной волны [11]. Очевидно, что углы Φ_h и $\Delta\theta$ здесь независимы и для однородного кристалла расходимость по

Φ_h при разных значениях θ будет одинаковой. При расчете функции $i(\Phi_h)$ из зависимости $P_h(\Delta\theta)$ связь (1) в динамической теории проявляется через дополнительный множитель Φ_h , который учитывает изменение эффективной плотности падающего излучения по углу выхода [10]

$$i^{\text{дин}}(\Phi_h) = \sum_{j=\sigma, \pi} C_j \int_{\Phi_h - \Delta\Phi_h/2}^{\Phi_h + \Delta\Phi_h/2} P_h^j \Phi_h d\Phi_h. \quad (4)$$

По кинематической теории соответствующая функция имеет вид

$$i^{\text{кин}}(\Phi_h) = \int_{\Phi_h - \Delta\Phi_h/2}^{\Phi_h + \Delta\Phi_h/2} P_h^{\text{кин}} \Phi_h d\Phi_h, \quad (5)$$

где $\Delta\Phi_h$ — угловая ширина щели анализатора, C_j — поляризационные коэффициенты.

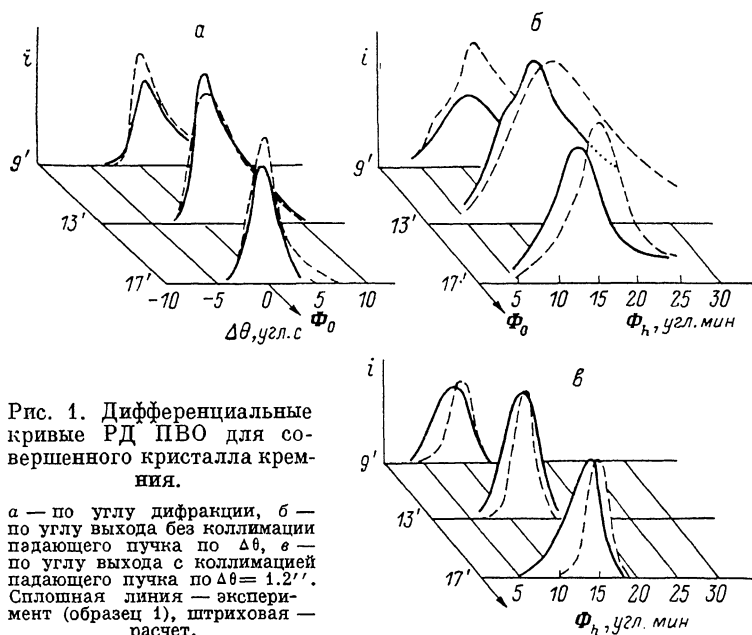


Рис. 1. Дифференциальные кривые РД ПВО для совершенного кристалла кремния.

а — по углу дифракции, б — по углу выхода без коллимации падающего пучка по $\Delta\theta$, в — по углу выхода с коллимацией падающего пучка по $\Delta\theta = 1.2''$. Сплошная линия — эксперимент (образец 1), штриховая — расчет.

Расчеты зависимости $i(\Delta\theta)$ проводились только для совершенного кристалла с учетом свертки с кривой отражения асимметричного монохроматора и двух состояний поляризации.

На рис. 1, а приведена зависимость $i(\Delta\theta)$ для совершенного кристалла (образец 1). Расчеты по динамической теории ($\varphi = -1'$, $d = 40 \text{ \AA}$) дают хорошее совпадение с экспериментом. Так как запись кривой $i(\Delta\theta)$ осуществляется на относительной шкале углов θ возле положения максимума отражения, то на графике экспериментальные максимумы по значению угла совмещены с расчетными. Асимметричная форма кривых обусловлена эффектом полного внутреннего отражения дифрагированной волны на выходе из кристалла при $\alpha > > (\Phi_0 + \Psi)^2$, а также влиянием пленки окисла на поверхности. Ширина кривых наибольшая при $\Phi_0 = \Phi_{\text{кр}}$ и уменьшается при переходе к большим и меньшим значениям угла падения.

Кривые $i(\Phi_h)$, полученные вторым способом на том же образце (рис. 1, б), имеют большее отличие от расчетных, чем в предыдущем случае. Несмотря на это, при пересчете этих кривых по (1), полученные зависимости вполне удовлетворяли и по форме, и по ширине максимумов кривым рис. 1, а. Наглядно показывают наличие связи между углами Φ_h и $\Delta\theta$ также кривые рис. 1, в. Они получены способом, который отличается от предыдущего тем, что здесь монохроматизация падающего пучка осуществлялась в плоскости дифракции исследу-

дуемого образца, как в первом способе. Анализ распределения интенсивности по углу Φ_h проводился в положении дифракционного максимума по $\Delta\theta$. Соотношение (1) подразумевает, что каждой точке на кривой $i(\Delta\theta)$ соответствует точка на кривой $i(\Phi_h)$. Конечное угловое распределение по $\Delta\theta$ ($1.2''$) и ширина щели анализатора ($1.5'$) несколько «размывают» эту точечную связь, тем не менее мы имеем существенное сужение кривых $i(\Phi_h)$ по сравнению с рис. 1, б. Отметим сразу, что для образца с дислокационной сеткой в приповерхностном слое ширина кривых в обоих случаях была практически одинаковой.

Поскольку отсчет угла Φ_h проводится по абсолютной шкале (от нулевого значения), то кривые $i(\Phi_h)$ позволяют определить угловое положение максимумов, соответствующих разным углам Φ_0 . Так, на рис. 1, б очевидно расхождение эксперимента с расчетом. Для более полного анализа зависимости $i(\Phi_h)$ на рис. 2 построены графики углового распределения положений (а) и значений (б) максимумов кривых для всего интервала изменения угла Φ_0 . Точки экспери-

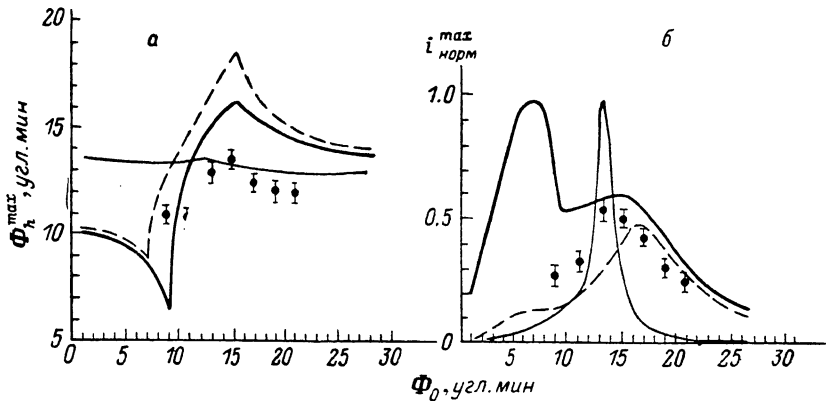


Рис. 2. Зависимости параметров дифференциальных кривых от угла падения.

а — положение максимума интенсивности, б — значения максимальной интенсивности. Сплошная жирная линия — расчет для совершенного кристалла, штриховая — для совершенного кристалла с аморфной пленкой 50 Å (расчет для σ -поляризации), сплошная тонкая — расчет для полубесконечного мозаичного кристалла по кинематической теории, точки соответствуют экспериментальным кривым для совершенной поверхности образца 1.

ментальных кривых рис. 1, б воспроизводят на графике рис. 2, а характерный ход расчетной зависимости $\Phi_h^{\max}(\Phi_0)$, хотя и в слишком сглаженном виде. Несовпадение расчетных и экспериментальных значений Φ_h^{\max} не может быть отнесено к влиянию пленки окисла, которая, как следует из того же рисунка, лишь несколько сдвигает кривую по шкале угла Φ_h без уменьшения ее амплитуды. Еще более ясным становится влияние аморфного слоя при сопоставлении графиков на рис. 2, а, б. Два всплеска на расчетной кривой $i^{\max}(\Phi_0)$ для совершенного кристалла без пленки соответствуют двум собственным волнам с различными показателями преломления. Однако первый всплеск легко подавляется аморфной пленкой даже самой незначительной толщины, и положение максимума рис. 2, а приходится на большее из значений критического угла. Причины расхождения расчетных кривых с экспериментальными для совершенного кристалла по рис. 2, а не совсем ясны. По-видимому, часть их можно отнести в счет систематической ошибки при измерениях, но, возможно, они связаны с дополнительными факторами, не учтенными при расчетах. Из расчетов по кинематической теории соответствующих зависимостей рис. 2, а, б следует, что положение максимума при малых разориентациях практически не меняется, но резко растет величина максимума при положительных значениях угла разориентации.

Кривые дифракции рис. 3, 4 дают наглядное представление об изменениях в распределении интенсивности двух типов зависимостей, вызванном поверхностными нарушениями. Для зависимости $i(\Delta\theta)$ (рис. 3) характерно уширение кривых на кристаллах с механически нарушенным (образец 2) и ионно-легированным (образец 3) слоями по сравнению с совершенным кристаллом. Кривые качания, полученные на образце 2 по обычной компланарной двухкристалльной схеме дифракции на отражении (111), также были уширены, но величина этого

уширения не превышала 20 % ширины кривой совершенной поверхности. Как и предполагалось ранее из общих представлений дифракции в скользящей геометрии, полуширина дифференциальных кривых для нарушенных кристаллов оставалась постоянной независимо от изменения угла Φ_0 . Особенностью кривых $i(\Phi_h)$ рис. 4 для нарушенных кристаллов является их сужение по сравнению со случаем совершенного кристалла. Причем, если профиль кривой для идеально мозаичного кристалла (рис. 4, а) наиболее близок профилю для образца 3 (рис. 4, б), для образца 2 сужение кривой (рис. 4, в) не столь явно (уширение кривой $i(\Delta\theta)$ более наглядно). Это позволяет говорить, что здесь мы имеем дело с промежуточным случаем между кинематическим и динамическим рассеяниями (рис. 4, а, в).

Уширение кривых отражения по углу дифракции, вызванное поверхностными нарушениями и соответствующее этому сужению кривых по углу выхода, указывает на то, что в данном случае соотношение (1) теряет силу. Поэтому

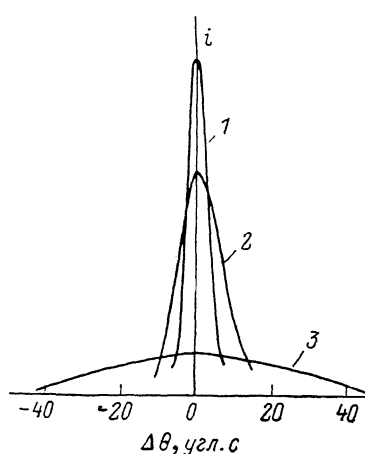


Рис. 3. Экспериментальные кривые по углу дифракции для кристаллов с разной степенью совершенства поверхности.

1 — полированная поверхность (образец 1), 2 — механически нарушенная (образец 2), 3 — с дислокационной сеткой в приповерхностном слое (образец 3). Кривые соответствуют углу падения $\Phi_0 = 12'$.

при интерпретации кривых отражения, отличающихся от идеального случая совершенного кристалла, следует с осторожностью пользоваться чисто динамическим подходом, подбирая параметры аморфной пленки. Факт сужения кривых распределения интенсивности по углу выхода при мозаичности отмечался ранее

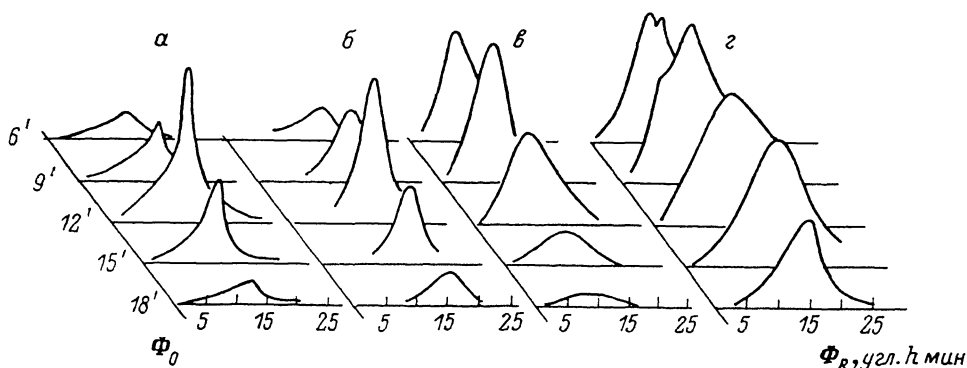


Рис. 4. Дифференциальные кривые по углу выхода.

а — теоретические для случая полубесконечного мозаичного кристалла, б — экспериментальные для поверхности с дислокационной сеткой (образец 3), в — экспериментальные для механически нарушенной поверхности (образец 1), г — теоретические для совершенного кристалла.

для зависимости $i(\Phi_h)$ в [17] и для интегральной зависимости $i(\Phi_0)$ в [2]. Но в [2] это явление объяснялось как уменьшение эффективной рассеивающей способности $|\chi_h|$, что, на наш взгляд, противоречит как самой природе рассеяния мозаичными кристаллами, так и наблюдавшемуся в эксперименте одновременному росту абсолютной интенсивности. Характерные отличительные признаки кривых $i(\Phi_h)$ для совершенного и мозаичного кристаллов сведены в таблицу.

Таким образом, в работе показано следующее.

1. Взаимосвязь (1) кривых РД ПВО для двух зависимостей $i(\Delta\theta)$ и $i(\Phi_h)$, измеренных независимыми способами, удовлетворительно выполняется для совершенных кристаллов.

**Характерные особенности кривых РД ПВО по углу выхода i (Φ_h)
для совершенного и мозаичного кристаллов**

Признаки	Совершенный кристалл	Мозаичный кристалл
Ширина кривых	5—10'	3—5'
Влияние поляризации	Зависит	Не зависит
Положение максимума интенсивности с изменением Φ_0	»	» »
Значение максимума интенсивности с изменением Φ_0	Наличие двух максимумов при $\Phi_0 < \Phi_{кр}$ и $\Phi_0 > \Phi_{кр}$	Резкое возрастание при $\Phi_0 \approx \Phi_{кр}$
Взаимосвязь i (Φ_h) и i ($\Delta\theta$)	Имеется	Отсутствует
Зависимость от расходимости падающего излучения по $\Delta\theta$	»	»
Влияние аморфной пленки	Уменьшение интенсивности со стороны малых углов	»

2. Поверхностные нарушения типа мозаичности уширяют кривые по углу дифракции и сужают по углу выхода, что приводит к исчезновению связи между двумя видами кривых.

3. Кривые по углу дифракции более чувствительны к поверхностным нарушениям, чем кривые по углу выхода, поэтому использование метода измерения кривых i ($\Delta\theta$) для исследования реальных кристаллов предпочтительнее.

В заключение авторы выражают благодарность С. С. Рувимову за помощь в работе.

Список литературы

- [1] Головин А. Л., Дмитриев К. Ф., Новиков Д. В. // ПТЭ. 1985. № 1. С. 190—196.
- [2] Имамов Р. М., Кондрашкина Е. А. // Кристаллография. 1986. Т. 31. Вып. 3. С. 582—583.
- [3] Имамов Р. М., Кондрашкина Е. А., Александров П. А. и др. // Поверхность. 1987. № 3. С. 41—47.
- [4] Имамов Р. М., Кондрашкина Е. А., Новиков Д. В., Степанов С. А. // Кристаллография. 1987. Т. 32. Вып. 4. С. 852—857.
- [5] Marra W. C., Eisenberger P., Cho A. Y. // J. Appl. Phys. 1979. Vol. 50. P. 6927—6933.
- [6] Андреева М. А., Борисова С. Ф., Степанов С. А. // Поверхность. 1985. № 4. С. 5—26.
- [7] Golovin A. L., Imatov R. M., Kondrashkina E. A. // Phys. St. Sol. (a). 1985. Vol. 88. P. 505—514.
- [8] Afanasjev A. M., Melkonyan M. K. // Acta Cryst. A. 1983. Vol. 39. P. 207—210.
- [9] Головин А. Л., Имамов Р. М., Кондрашкина Е. А., Новиков Д. В. // ЖТФ. 1985. Т. 55. Вып. 7. С. 1446—1448.
- [10] Golovin A. L., Imatov R. M., Stepanov S. A. // Acta Cryst. A. 1984. Vol. 40. P. 225—228.
- [11] Dosch H., Batterman B. W., Wack D. C. // Phys. Rev. Lett. 1986. Vol. 56. N 11. P. 1144—1147.
- [12] Brunel M., Bergevin F. // Acta Cryst. A. 1986. Vol. 42. P. 299—303.
- [13] Щеглов М. П., Кютт Р. Н., Сорокин Л. М. // ЖТФ. 1987. Т. 57. Вып. 7. С. 1436—1438.
- [14] Aleksandrov P. A., Afanasjev A. M., Golovin A. L. et al. // J. Appl. Cryst. 1985. Vol. 18. P. 27—32.
- [15] Vineyard G. H. // Phys. Rev. B. 1982. Vol. 26. P. 4146—4154.
- [16] Dietrich S., Wagner H. // J. Phys. B. 1984. Vol. 56. P. 207—215.
- [17] Кондрашкина Е. А. Автореф. канд. дис. М., 1986.

Физико-технический институт
им. А. Ф. Иоффе АН СССР
Ленинград

Поступило в Редакцию
18 декабря 1987 г.
В окончательной редакции
6 мая 1988 г.