

УДК 548.732

ИМАМОВ Р. М., КОНДРАШКИНА Е. А., НОВИКОВ Д. В.,
СТЕПАНОВ С. А.**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ
ШЕРОХОВАТОСТЕЙ ПОВЕРХНОСТИ КРИСТАЛЛОВ
НА ДИФРАКЦИЮ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ В УСЛОВИЯХ
ПОЛНОГО ВНЕШНЕГО ОТРАЖЕНИЯ.***Посвящается 100-летию
со дня рождения А. В. Шубникова*

Исследовано влияние крупно- и мелкомасштабных шероховатостей поверхности кристаллов на рентгеновскую дифракцию в условиях полного внешнего отражения (РДПВО). Предложена методика учета рельефа поверхности образцов при обработке дифракционного эксперимента, которая основана на использовании параметров шероховатостей, определенных из кривых зеркального отражения рентгеновских лучей, измеренных одновременно с кривыми РДПВО. Показано, что для стандартных полупроводниковых пластин после суперфинишной обработки поверхности, а также подвергнутых ионной имплантации, шероховатости не играют существенной роли в экспериментах по определению толщины поверхностных аморфных слоев методом интегральных кривых РДПВО.

1. Введение

В последние годы для исследования структуры тонких поверхностных слоев кристаллов успешно применяется метод рентгеновской дифракции в условиях полного внешнего отражения (РДПВО). На основе измерений интегральной интенсивности РДПВО была определена толщина поверхностных аморфных слоев кремния в диапазоне 1–100 нм, образованных окислением [1, 2], механическими повреждениями [2] и ионной имплантацией [3].

С другой стороны, известно, что наиболее совершенные поверхности полупроводниковых кристаллов, обработанные по высшему 14-му классу, обладают шероховатостью с глубиной неровностей $R_z \geq 30$ нм (ГОСТ 2789-73). В связи с этим возникает вопрос, в какой степени шероховатости поверхности исследуемых образцов влияют на экспериментальные интегральные кривые РДПВО. Иными словами, необходимо выяснить, каким образом можно определить параметры шероховатостей и учесть их при обработке дифракционных измерений. Настоящая работа посвящена экспериментальному исследованию указанной проблемы.

Для определения эффекта шероховатостей можно использовать рентгеновскую рефлектометрию (полное внешнее отражение рентгеновских лучей вне условий дифракции). Поскольку в этом методе углы, составляемые рентгеновскими пучками с поверхностью, и глубина проникновения излучения в кристалл практически такие же, как при дифракции в условиях ПВО, то естественно предположить, что характер влияния шероховатостей в обоих случаях будет идентичным. С другой стороны, кривые зеркального отражения рентгеновских лучей не обладают чувствительностью к кристаллической структуре, поэтому извлекать параметры шероховатостей из них гораздо проще, чем непосредственно из дифракционных измерений.

Влияние шероховатостей поверхности образцов на результаты рентгеновской рефлектометрии было подробно изучено ранее (см. [4–11] и обзор [12]). Как показано в работах [5–8], характер этого влияния зависит от соотношения среднего размера l неровностей вдоль поверхности

кристалла и критического параметра $l_{кр} = \lambda / \Phi_c^2 \sim 1-10$ мкм (λ — длина волны рентгеновского излучения, Φ_c — критический угол ПВО).

При $l \ll l_{кр}$ неровности можно рассматривать как мелкомасштабные. Такие шероховатости поверхности играют роль слоя с пониженной плотностью и приводят к уменьшению критического угла Φ_c [8].

В случае крупномасштабных неровностей ($l \gg l_{кр}$) поверхность кристалла можно представить в виде статистически распределенных микроплощадок различной ориентации. Разброс ориентаций вызывает уширение дифференциальных кривых зеркального отражения по сравнению с угловой расходимостью падающего пучка и соответствующее сглаживание интегральных кривых ПВО [6, 7].

Для сравнения действия шероховатостей на кривые зеркального отражения рентгеновских лучей и дифракции в условиях ПВО нами были исследованы четыре кристалла с различным характером неровностей поверхности.

2. Эксперимент

Исследуемые образцы представляли собой пластины кремния с ориентацией поверхности (111), диаметром 76 мм и толщиной ~ 350 мкм.

Образец I являлся исходной совершенной подложкой, поверхности которой были обработаны стандартным образом, включая суперфинишную обработку исследуемой стороны до 14-го класса шероховатостей. Образец II был такой же подложкой, но подвергнутой имплантации тяжелых ионов таллия с энергией 100 кэВ и дозой $5 \cdot 10^{13}$ ион/см².

Образцы III и IV представляли собой модельные структуры, качественно соответствующие мелко- и крупномасштабным шероховатостям.

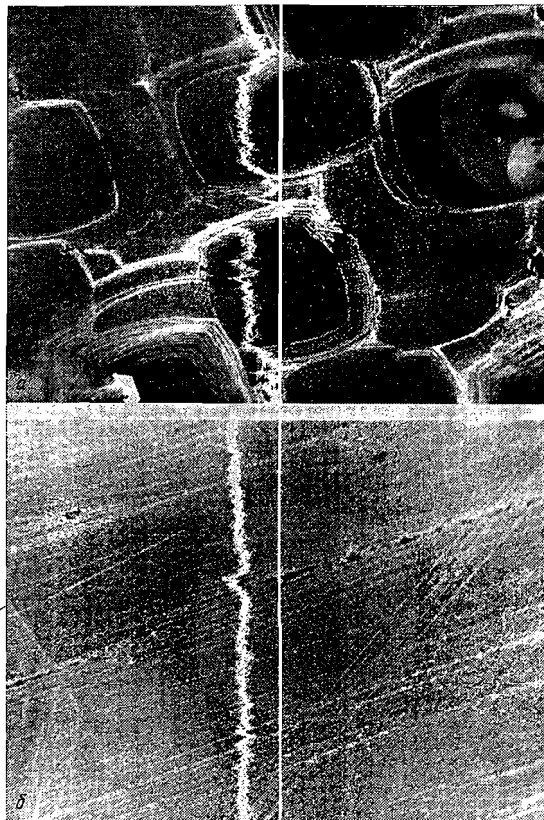


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение поверхности образцов III (а) и IV (б); $\times \sim 1000$

Микрофотографии получены на электронном микроскопе Hitachi H-500H с растровой приставкой, работающей в режиме вторичных электронов

Поверхности этих кристаллов были шлифованы различными абразивами, а затем протравлены для удаления слоя с нарушенной кристаллической структурой. В результате поверхность образца III имела ярко выраженные мелкомасштабные шероховатости (рис. 1, а), тангенциальный размер которых составлял ~ 5 мкм, т. е. был меньше характерного размера $l_{кр} = \lambda/\Phi_c^2 \approx 10$ мкм для образца кремния при использовании $Cu K_\alpha$ -излучения. Глубина рельефа образца III, измеренная с помощью оптического интерферометра МИИ-4, составляла ~ 300 нм. Образец IV имел слабые мелкомасштабные шероховатости (рис. 1, б), но обладал макрорельефом, параметры которого, измеренные на МИИ-4, составляли: глубина ~ 300 нм, тангенциальный характерный размер $l = 200$ мкм $\gg l_{кр}$.

Рентгеновские измерения проводили на спектрометре, описание которого приведено в [13].

Образец, выведенный в положение дифракции (220) по Лауэ, вращался вокруг вертикальной оси гониометра (рис. 2). При этом происходило изменение угла Φ_0 падения рентгеновского пучка на кристалл и детекторы 2 и 3 регистрировали интегральные кривые ПВО и РДПВО соответственно. То, что образец был установлен в дифракционное положение, не сказывалось на кривой зеркального отражения, так как из-за большой вертикальной расходимости падающего рентгеновского пучка ($\sim 2^\circ$) только очень незначительная часть ($\sim 0,1\%$) волн удовлетворяла условию дифракции.

Для записи дифференциальных кривых ПВО перед детектором 2 (рис. 2) устанавливался дополнительный кремниевый кристалл-анализатор в положении (111) дифракции по Брэггу [14]. Измеренная с его помощью горизонтальная расходимость падающего пучка составляла $\sim 0,3'$. Дифференциальные кривые ПВО измеряли при $\Phi_0 = 3'$ (для образца III) и $\Phi_0 = 6'$ (для образцов I, II, IV) путем вращения кристалла-анализатора и детектора 2 вокруг вертикальной оси главного гониометра.

Отметим, что использование кристалла-анализатора позволило также увеличить точность регистрации положения образца, в котором $\Phi_0 = 0'$, до $\pm 0,1'$.

Результаты экспериментального исследования образцов I–IV представлены на рис. 3 и в таблице.

3. Обсуждение результатов

3.1. Методика учета шероховатостей. Сравнение кривых для образцов III и IV с кривыми для совершенного кристалла 1 на рис. 3 демонстрирует идентичность влияния шероховатостей на форму интегральных кривых зеркального отражения и дифракции рентгеновских лучей в условиях ПВО. Крупномасштабные шероховатости вызывают одинаковое размытие кривых на рис. 3, а и б, а мелкомасштабные — одинаковое сжатие их по угловой шкале в сторону малых углов.

Сравнительный анализ интенсивности кривых ПВО и РДПВО показывает, что шероховатости приводят к уменьшению коэффициента зеркального отражения как в случае микро-, так и макрорельефа поверхности, а также к уменьшению коэффициента дифракционного отражения от образца IV с крупномасштабными шероховатостями. В то же время интенсивность дифракционной кривой от образца III является аномально большой (кривая 3 на рис. 3, б уменьшена по интенсивности в 2 раза). Однако вероятнее всего эта аномалия связана не с шероховатостями, а с наличием остаточного мозаичного слоя на поверхности образца III, который дает увеличение интегрального коэффициента дифракционного отражения [15]. Таким образом, влияние шероховатостей поверхности на интегральную интенсивность ПВО и РДПВО также является идентичным.

Таблица содержит эффективные значения критического угла ПВО (Φ_c°) и среднего углового разброса участков поверхности образцов ($\Phi_{1/2}$), определенные соответственно по интегральным и дифференциальным кривым рентгеновского ПВО. Как и ожидалось, наименьший критический угол соответствует образцу III с мелкомасштабными шероховатостями поверхности, а разброс по ориентациям максимален для образца IV с

Рис. 2. Схема экспериментальной установки для измерения кривых зеркального отражения рентгеновских лучей и дифракции в условиях ПВО

1 — образец, 2, 3 — детекторы, 4 — кристалл-анализатор, 5 — главный гониометр, 6 — дополнительный гониометр

Рис. 3. Интегральные кривые ПВО (а) и РДПВО (б) для исследуемых образцов 1-IV (кривые 1-4 соответственно)

I — интенсивность дифракционного отражения, P_s — коэффициент зеркального отражения. Сплошной линией показаны экспериментальные кривые, штриховой — теоретические

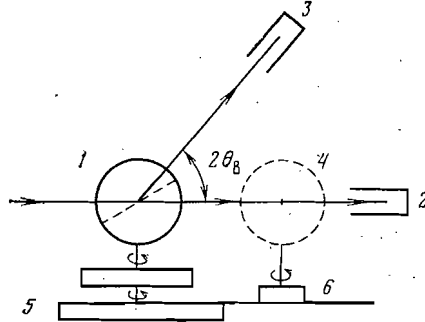


Рис. 2

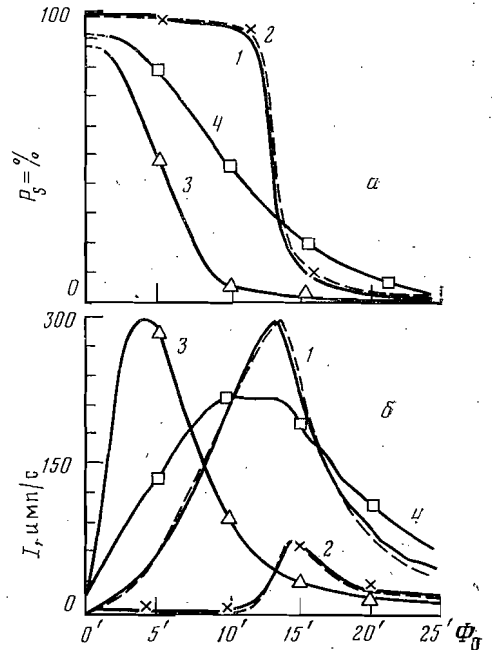


Рис. 3

крупномасштабными шероховатостями. Поскольку, как мы убедились, изменения кривых ПВО и РДПВО под действием неровности поверхности идентичны, то характеристики шероховатостей, полученные с помощью ПВО, можно использовать при обработке дифракционного эксперимента.

Чтобы учесть мелкомасштабные шероховатости, необходимо заменить в расчетах параметры, пропорциональные плотности исследуемого кристалла, на их эффективные значения, определяемые по экспериментально измеренному критическому углу Φ_c^0 . А именно вместо табличных значений поляризуемостей кристалла χ_0 и χ_h следует подставлять в дифракционные соотношения $\chi_0^0 = \Phi_c^0{}^2$ и $\chi_h^0 = \chi_h(\chi_0^0/\chi_0)$.

Для учета крупномасштабных шероховатостей необходимо вычислить интенсивности дифракционных отражений от произвольно ориентированных участков поверхности кристалла и далее усреднить их по распределению ориентаций, найденному с помощью ПВО.

Рассмотрим произвольный участок поверхности с малым углом отклонения от среднего положения δ и азимутом отклонения θ_p , отсчитываемым от вектора обратной решетки. Легко показать, что если дифракция на площадке со средней ориентацией характеризуется углами $\langle \Phi_0 \rangle$, $\langle \Phi_h \rangle$ и $\langle \varphi \rangle$, то для данной площадки эти углы будут иметь значения

$$\Phi_{0,h} = \langle \Phi_{0,h} \rangle + \delta \sin(\theta_p \pm \theta_p), \quad \varphi = \langle \varphi \rangle - \delta \cos \theta_p. \quad (1)$$

Здесь Φ_0 — угол падения, Φ_h — угол выхода дифрагированной волны, φ — угол наклона вектора обратной решетки к поверхности (см. [1-3]).

Параметры шероховатостей поверхности исследуемых образцов кремния, определенные по интегральным и дифференциальным кривым ПВО рентгеновских лучей

Характеристика, угл. мин	Номер образца			
	I	II	III	IV
Φ_c^0	13,2	13,2	5,5	10,2
Φ_h	0,7	0,7	6,0	9,8

Считая, что параметры δ и θ_p являются случайными величинами с функцией распределения $G(\delta, \theta_p)$, можно представить результирующую интенсивность дифракционного отражения от шероховатой поверхности в виде

$$I(\langle \Phi_0 \rangle, \langle \Phi_h \rangle, \langle \varphi \rangle) \sim \int_0^\infty \int_0^\infty d\Phi_0 d\Phi_h P_h^s(\Phi_0, \Phi_h, \varphi) (\Phi_0 / \langle \Phi_0 \rangle) G(\delta, \theta_p). \quad (2)$$

Здесь P_h^s — коэффициент дифракционного отражения с плоской поверхностью, вычисленный, например, в [2]; $\Phi_0 / \langle \Phi_0 \rangle$ — весовой множитель, соответствующий увеличению потока рентгеновского излучения, приходящегося на площадку, с ростом угла падения.

Функция $G(\delta, \theta_p)$ определяется по кривым ПВО. В частности, если на поверхности кристалла нет направленного рельефа, то можно использовать $G(\delta, \theta_p) \sim \exp\{-(2\delta/\Phi_{1/2})^2\}$, определяя $\Phi_{1/2}$ из значения полуширины дифференциальных кривых.

3.2. Достоверность данных, получаемых на кристаллах с совершенными поверхностями. Как видно из рис. 3, а, интегральные кривые зеркального отражения рентгеновских лучей для совершенного кристалла I и ионнолегированного образца II практически совпадают с теоретической кривой ПВО, рассчитанной для совершенного кристалла с идеальной поверхностью. Максимум коэффициента зеркального отражения для образцов I и II достигает 97%, что также свидетельствует о высоком качестве поверхности этих образцов.

Из таблицы следует, что поправки на шероховатости поверхности для образцов I и II не превышают ~5% ($(\Phi_c^{пл} - \Phi_c^a) / \Phi_c^{пл} \sim 0,7\%$, $\Phi_{1/2} / \Phi_c^{пл} \sim 5\%$, где $\Phi_c^{пл} = 13,3'$ для кристаллов кремния). В то же время дифракционная кривая для образца II заметно отличается от кривой для образца I и расчетной кривой для совершенного кристалла (рис. 3, б). Изменение кривой от образца II (резкое уменьшение интенсивности со стороны малых углов падения Φ_0) не совпадает с изменениями, наблюдающимися на кривых от образцов III и IV, и, следовательно, не связано с шероховатостями. Однако кривая от образца II хорошо интерпретируется с помощью модели поверхностного аморфного слоя толщиной $L_{ам} = 15$ нм и частичной аморфизации образца, распространяющейся до глубины $L_{ам}^{эф} = 100$ нм. Наличие аморфного слоя и переходной частично аморфизованной области подтверждается электрофизическими и электронномикроскопическими измерениями, а параметры $L_{ам}$ и $L_{ам}^{эф}$ коррелируют с результатами этих измерений, а также с теоретически рассчитанной длиной среднего проецированного пробега ионов таллия с энергией 100 кэВ в кремнии [16].

Аналогично по кривой РДПВО от образца I определяется наличие поверхностного аморфного слоя толщиной ~2 нм. Однако в этом случае эффект менее выражен и поэтому для более точного измерения толщины необходимо учитывать шероховатости поверхности.

Таким образом, анализируя результаты [1–3], можно заключить, что шероховатости поверхности не играют существенной роли в экспериментах по рентгеновской дифракции в условиях ПВО, выполняемых на стандартных полупроводниковых кристаллах, и получаемая информация о слоях толщиной 2–100 нм является достоверной.

Сделанный вывод не означает, что рельеф поверхности исследуемых кристаллов имеет глубину меньше, чем 2 нм. Здесь мы имеем дело с проблемой, которая неоднократно отмечалась в исследованиях ПВО и рентгеновской дифракции по Брэггу (см. соответственно [4–10] и [17, 18]). А именно благодаря малой амплитуде взаимодействия с веществом рентгеновские лучи как бы «сглаживают» поверхность, т. е. они дают заниженную оценку шероховатостей и усредненную информацию вдоль поверхности кристалла. Например, в [7] экспериментально зафиксировано, что ПВО рентгеновских лучей с коэффициентом зеркального отражения 97% наблюдается от поверхности с глубиной неровностей ~20 нм, хотя

согласно критериям оптики видимого света ПВО рентгеновских лучей от такой поверхности невозможно. Указанная проблема требует детального теоретического анализа.

В заключение еще раз подчеркнем, что, как показывают экспериментальные результаты, шероховатости поверхности стандартных полупроводниковых кристаллов с качеством обработки на уровне 14-го класса слабо влияют на скользящую оптику рентгеновских лучей и ими можно пренебречь.

Авторы выражают благодарность Ю. М. Герасимову за проведение электронно-микроскопических исследований.

Литература

1. Golovin A. L., Imamov R. M. // Phys. status solidi a. 1983. V. 80. P. K63.
2. Aleksandrov P. A., Afanas'ev A. M., Golovin A. L. et al. // J. Appl. Cryst. 1985. V. 18. P. 27.
3. Golovin A. L., Imamov R. M., Kondrashkina E. A. // Phys. status solidi a. 1985. V. 88. P. 505.
4. Parratt L. G. // Phys. Rev. 1954. V. 95. P. 359.
5. Полянский В. К., Реачев В. П. // Оптика и спектроскопия. 1967. Т. 22. С. 279.
6. Ровинский В. М., Синайский В. М., Сиденко В. И. // ФТТ. 1970. Т. 12. С. 138.
7. Синайский В. М. // Измер. техника. 1983. Т. 6. С. 27.
8. Смирнов Л. А., Согникова Т. Д., Анохин Б. С., Тайбин Б. З. // Оптика и спектроскопия. 1979. Т. 46. С. 593.
9. Мутарда Х. А., Гуманский Г. А., Углов В. В. // Вестн. БГУ. Сер. мат., физ., мех. 1981. Т. 2. С. 34.
10. Петрашень П. В., Ковьев Э. К., Чуховский Ф. Н., Дегтярев Ю. Л. // ФТТ. 1983. Т. 25. С. 1211.
11. Matsushita T., Ishikawa T., Kohra K. // J. Appl. Cryst. 1984. V. 17. P. 257.
12. Андреева М. А., Борисова С. Ф., Степанов С. А. // Поверхность. 1985. № 4. С. 5.
13. Головин А. Л., Дмитриев Ю. Ф., Новиков Д. В. // ПТЭ. 1985. № 1. С. 190.
14. Кондрашкина Е. А., Головин А. Л. // ПТЭ. 1986. № 1. С. 202.
15. Имамов Р. М., Кондрашкина Е. А. // Кристаллография. 1986. Т. 31. № 3. С. 582.
16. Имамов Р. М., Кондрашкина Е. А., Александров П. А. и др. // Поверхность. 1987. № 4. С. 43.
17. Александров П. А., Завьялова А. А., Ломов А. А. // Кристаллография. 1984. Т. 29. С. 652.
18. Александров П. А., Афанасьев А. М., Мелконян М. К. // Кристаллография. 1981. Т. 26. С. 1275.

Институт кристаллографии АН СССР

Поступила в редакцию
11.XII.1985