

ЧЕРНІВЕЦЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ім. Ю. ФЕДЬКОВИЧА

На правах рукопису

РАРАНСЬКИЙ
Андрій Миколайович

РЕНТГЕНІВСЬКА ДИФРАКТОМЕТРІЯ ТОНКИХ
ПРИПОВЕРХНЕВИХ ШАРІВ МОНОКРИСТАЛІВ

01.04.07 - фізика твердого тіла

Автореферат
дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата фізико-математичних наук

Чернівці - 1996



00755658 (-)

Роботу виконано на кафедрі фізики твердого тіла Чернівецького державного університету ім. Ю.Федьковича.

Науковий керівник: доктор фізико-математичних наук
професор Фодчук Ігор Михайлович

Офіційні опоненти: член-кореспондент НАН України,
доктор фізико-математичних наук,
професор Молодкін Вадим Борисович

доктор фізико-математичних наук,
професор Раренко Іларій Михайлович

Провідна організація: Інститут фізики НАН України, м. Київ.

Захист відбудеться 27 лютого 1996 р. о 15-ій годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 07.01.06 при Чернівецькому державному університеті ім.Ю. Федьковича (274012, м.Чернівці, вул.Університетська 19, велика фізична аудиторія).

З дисертацією можна ознайомитися в науковій бібліотеці Чернівецького державного університету ім. Ю. Федьковича (вул. Л.Українки, 23).

Автореферат розісланий "27 січня 1996р."

Вчений секретар
спеціалізованої Ради

М.В. Курганецький

ЛННБ ім. В. Стефаніка
АН України

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ.

Актуальність теми досліджень. Дисертація присвячена теоретичному і експериментальному дослідженню різкоасиметричних випадків дифракції рентгенівських променів, а також ефектів повного зовнішнього відбивання в ідеальних і реальних кристалах та розвитку, на основі одержаних результатів, нових методів структурної діагностики.

В сучасній мікро- і оптоелектроніці використовуються біля декількох десятків методів дослідження структурної досконалості кристалів. Серед них особливе місце займають методи, які ґрунтуються на рентгенівській дифрактометрії. Рентгенівська дифрактометрія дозволяє неруйнуючим, безконтактним способом експресно отримувати основні параметри структурної досконалості кристалів. Проте нелінійність процесів розсіяння в сильно спотворених частинах кристалу, відсутність фазової інформації часто приводять до неоднозначної інтерпретації експериментальних результатів.

Використання косонесиметричної схеми дифракції на відбивання є надзвичайно актуальним внаслідок того, що в даному випадку екстинкційна довжина може змінюватись в широких межах. Це дозволяє здійснити пошаровий аналіз структурних змін в досить тонких приповерхневих шарах з кроком від 100 Å і менше. Розроблені на основі косонесиметричної геометрії дифракції дифрактометричний і топографічний методи володіють високою чутливістю і дозволяють отримувати стабільні результати.

Важливою характеристикою матеріалів електронної техніки є також шорсткість поверхні, яка суттєво впливає на якість пристроїв і приладів. В даний час методи оцінки шорсткості поверхні базуються на оптичних ефектах розсіяння. Проте вказані методи знаходяться на межі своїх можливостей при дослідженні поверхонь вищих класів чистоти з шорсткістю $R_a \leq 0.02$ мкм. Традиційні методи не дозволяють також отримати інтегральні характеристики шорсткості. Використання рентгенівської рефлектометрії, яка ґрунтується на явищі повного зовнішнього відбивання, дозволяє створити сучасні високопрецизійні перспективні методи досліджень, які

на декілька порядків збільшують точність вимірів і дозволяють оцінити шорсткість поверхонь до величин $R_a < 0.008$ мкм.

Проблемою сучасної електроніки і літографії є отримання зображень з високою роздільною здатністю. Ефекти розширення або звуження дифрагованого пучка при асиметричному брегівському відбиванні створюють умови для розробки і виготовлення рентгенівського дифракційного мікроскопу.

Таким чином вивчення ефектів різкоасиметричної дифракції та розробка на їх основі нових ефективних рентгенодифракційних методів дослідження структурної досконалості кристалів є безумовно вагомою і актуальною проблемою.

Метою даної роботи є експериментальне і теоретичне дослідження різко асиметричних випадків дифракції рентгенівських променів в областях близьких до кутів повного зовнішнього відбивання в ідеальних та реальних кристалах. При цьому розв'язувались наступні завдання:

1. Можливість створення рентгенівського дифракційного мікроскопу з використанням асиметричних брегівських відбивань, його роздільна здатність, різні рентгенооптичні схеми в короткохвильовій області та можливі варіанти його застосування.

2. Дослідження особливостей брегівської дифракції в косонесиметричній схемі в області кутів повного зовнішнього відбивання рентгенівських променів.

3. Виявлення структурних змін, що виникають при високоенергетичному електронному опроміненні кристалів InSb та при імплантації іонів В і As в кристалах $Cd_{1-x}Hg_xTe$ методом косонесиметричної дифракції на відбивання.

4. Дослідження впливу параметрів мікрогеометрії поверхні на форму і профіль інтегральних та диференціальних кривих інтенсивності в області кутів повного зовнішнього відбивання.

Методи дослідження: одно- і двокристална рентгенівська дифрактометрія, топографія, рентгенівська рефлектометрія, а також числові мето-

ди з розробкою алгоритмів і програмного забезпечення розв'язку системи рівнянь в частинних похідних із змінними коефіцієнтами.

Наукова новизна роботи визначається сукупністю результатів, сформульованих у висновках до дисертації і наведених на закінчення автореферату. Основні нові результати дисертаційної роботи:

1. Розроблена принципово нова схема рентгенівського дифракційного мікроскопу з використанням асиметричної брегівської дифракції, яка дає можливість експериментально отримувати збільшені одномірні та двомірні зображення тест-об'єктів. Отримані оцінки роздільної здатності рентгенівського дифракційного мікроскопу для кремнієвих асиметричних відбивачів мають значення порядку 0.1-0.2 мкм.

2. Вперше досліджені структурні зміни в кристалах InSb при високоенергетичному опроміненні електронами. Встановлено, що при зменшенні глибини проникнення рентгенівських променів в кристал величина середньоквадратичної зміни періода кристалічної ґратки зростає. Визначена концентрація утворених точкових дефектів n , яка дорівнює $\sim 10^{18} \text{ с м}^{-3}$.

3. Вперше в косонесиметричній схемі дифракції на відбивання проведено дослідження областей значних спотворень приповерхневих шарів кристалів для систем $\text{Cd}_{1-x}\text{Hg}_x\text{Te}/\text{CdTe}$ після імплантації іонів миш'яку і бору.

4. Розроблений метод визначення параметрів мікрошорсткості поверхні матеріалів, який базується на аналізі інтегральних і диференціальних кривих інтенсивності повного зовнішнього відбивання рентгенівських променів. В диференціальному методі вимірюється приріст напівширини кривих інтенсивностей, в інтегральному - значення кута повного зовнішнього відбивання. Встановлені межі використання запропонованого методу рентгенівської рефлектометрії.

Наукова і практична значимість роботи. Отримані в роботі нові дані суттєво розширюють фізичні уявлення про процеси розсіяння рентгенівських променів в асиметричних випадках дифракції в ідеальних і реальних кристалах і можуть бути практично використані як для розробки нових неруйнуючих дифракційних методів дослідження монокристалів, так

і для подальшого розвитку динамічної теорії розсіяння рентгенівських променів.

Зокрема отримані результати дослідження структурних змін в кристалах InSb після високоенергетичного опромінення електронами, а також імплантації іонами В і As кристалів $Cd_{1-x}Hg_xTe$ створюють нові можливості для керування їх структурною досконалістю.

Застосування рентгенівського дифракційного мікроскопа найбільш доцільне в рентгенівській високороздільній топографії для отримання збільшених зображень мікрodefektів, а також в рентгенівській літографії для виготовлення рентгеношаблонів для нанoeлектроніки.

Одним з перспективних методів визначення шорсткості поверхні з величинами $R_a < 0.008$ мкм є метод рентгенівської рефлектометрії, який базується на використанні явища повного зовнішнього відбивання (ПЗВ). Аналіз стану поверхні тут можливий завдяки чутливості форми і профілю відбитих променів до мікрогеометрії поверхні.

Ступінь достовірності. Достовірність отриманих результатів забезпечувалась шляхом застосування незалежних експериментальних методів дослідження та широкого використання методів математичного моделювання. Порівняння отриманих в роботі результатів з даними існуючих літературних джерел також підтверджує достовірність основних результатів роботи.

Основні положення, що виносяться на захист.

1. Результати досліджень розсіяння рентгенівських променів в косо-несиметричній схемі дифракції при кутах близьких до повного зовнішнього відбивання.

2. Рентгенооптичні схеми дифракційного мікроскопу із окремих кристалічних блоків і на монолітній основі, а також результати рентгенотопографічних досліджень в схемі збільшення.

3. Метод визначення параметрів мікрошорсткості поверхні і результати досліджень стану поверхні різних матеріалів в області кутів повного зовнішнього відбивання рентгенівських променів.

Апробация роботи. Результати досліджень, що лягли в основу дисертації, доповідались і обговорювались на таких конференціях, нарадах і семінарах: IV міжнародній конференції з фізики і технології тонких плівок (Івано-Франківськ, 1993р.), Ювілейній конференції Інституту електронної фізики (Ужгород, 1993р.), II Європейському симпозиумі "Рентгенівська топографія і високороздільна дифрактометрія" (Берлін, 1994р.), і семінарах кафедри ФТТ ЧДУ.

Особистий внесок. Дослідження, наведені в дисертації, є результатом самостійної роботи автора, якому належать реалізація експериментів і теоретичних розрахунків, формулювання загальних висновків дисертації і основних положень, що виносяться на захист. Окремі положення експериментально перевірялись у співавторстві із співробітниками кафедри ФТТ Чернівецького держуніверситету.

Публікації. По темі дисертації опубліковано 19 друкованих праць, список яких наведено на закінченні автореферату.

Структура і об'єм дисертації. Дисертація складається із вступу, чотирьох розділів, висновків, списку літератури з 162 джерел і додатка. Виклад зроблено на 165 сторінках друкованого тексту, що містять 49 рисунків і 3 таблиці.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ.

У вступі обґрунтовується актуальність вибраної теми досліджень, сформульовані мета і основні задачі роботи, її наукова новизна, практична значимість одержаних результатів, наведені основні положення, які виносяться на захист, а також відомості про апробацию.

В першій главі, що є оглядом літератури по темі дисертації, викладені основні положення динамічної теорії розсіяння рентгенівських променів в досконалих кристалах у різних випадках асиметричної дифракції. Приведений детальний аналіз публікацій, які присвячені теоретичному і експериментальному дослідженню особливостей розсіяння рентгенівських променів реальними кристалами, ефектам розсіяння в області кутів повного зовнішнього відбивання, перспективам розвитку рентгенівської літографії.

В другій главі приведені результати теоретичних і експериментальних досліджень можливості створення рентгенівського дифракційного мікроскопу в жорсткому діапазоні довжин хвиль.

В області рентгенівських довжин хвиль показник заломлення, як відомо, відрізняється від одиниці на величину 10^{-5} . Відсутність оптичних матеріалів, які б сильно заломлювали рентгенівські промені, пояснюється тим, що їх довжини хвиль малі в порівнянні з радіусом орбіт електронів. Тому усякі лінзи, які є збиральними для звичайного світла, для рентгенівських довжин хвиль будуть розбіжними. Елементарні оцінки показують, що фокусна відстань скляної пластинки для довжини хвилі $\lambda = 1\text{Å}$ в 10^5 разів більша її фокусної відстані у видимій області світла. Тому, напевне, не існує можливостей отримати речовину, яка б сильно заломлювала і в той же час не поглинала рентгенівські промені, оскільки ці два фактори по своїй природі пов'язані із однією і тією ж характеристикою речовини - її електронною густиною. Таким чином, для формування і передачі зображень різних об'єктів в рентгенівському діапазоні довжин хвиль $0.1\text{Å} < \lambda \leq 3\text{Å}$ необхідно використовувати інші фізичні принципи.

Аналіз ефектів рентгенівської кристалооптики вказує на можливість створення рентгенівського дифракційного мікроскопа з використанням як окремих асиметричних брегівських відбивачів, так і ортогональних асиметричних відбивачів на монолітній основі.

У відповідності з геометричною оптикою для дифракції рентгенівських променів на ідеальних кристалах при асиметричному брегівському відбиванні має місце ефект розширення або звуження дифрагованого пучка. Співвідношення ширин падаючого та відбитого пучків в площині розсіяння визначаються співвідношенням:

$$b = \frac{|\gamma_h|}{\gamma_0} = \frac{\sin \Phi_h}{\sin \Phi_0}; (b^{-1}) = \frac{\gamma_0}{\gamma_h} \quad (1)$$

де $\Phi_0 = \theta - \psi$, $\Phi_h = \theta + \psi$, θ - кут Брега, ψ - кут асиметрії, b і b^{-1} - коефіцієнти збільшення і зменшення зображення відповідно.

Виходячи із співвідношення (1) в площині розсіяння відбувається розширення (звуження) падаючого рентгенівського пучка в b (b^{-1}) разів. Тобто використання асиметричних відбиваючих площин надає можливість одержувати в дифрагованому пучку збільшене або зменшене зображення об'єкта. Причому збільшення зображення одномірні.

Для отримання збільшеного зображення в двох вимірах, необхідно використати два асиметричних брегівських відбивача із взаємно ортогональними площинами розсіяння і однаковими коефіцієнтами збільшення. Із схеми (рис.1) легко бачити, що при зворотньому ході променів відбувається зменшення ширини пучка з коефіцієнтом, рівним b^{-1} .

До основних факторів, що впливають на роздільну здатність рентгенівського мікроскопа слід віднести: куту розбіжності падаючого $\delta\theta_0$ та дифрагованого пучків $\delta\theta_h$, немонохроматичність випромінення $\Delta\theta$, кінцеву глибину проникнення хвильового поля в кристал Δ_L , геометрію дифракції, структурні дефекти, неплоскопаралельність і шорсткість відбивачів. Роздільна здатність екрана, за допомогою якого фіксується зображення, не розглядається.

Очевидно, що розмиття точки об'єкта за рахунок шорсткості поверхні відбивача буде пропорційним куту $\delta\theta_0$ та відстані L_2 від відбивача і в більшості випадків величиною Δ_s можна знехтувати.

Розмиттям зображення точки на екрані, зв'язаним з дефектами структури відбивача будемо нехтувати, оскільки методом відбору кращих за структурною будовою відбивачів це розмиття практично можна виключити.

Таким чином результуюче розмиття запишеться у вигляді:

$$\Delta = \Delta_\sigma + \Delta_\lambda + \Delta_L \quad (2)$$

$$\text{де } \Delta_\sigma = \omega_s \left(L_1 \sqrt{b} + \frac{L_2}{\sqrt{b}} \right), \Delta_\lambda = \delta\theta_\lambda (L_1 + L_2), \Delta_L = L_{\text{екр}} (\text{ctg}\Phi_0 - \text{ctg}\Phi_h) \sin \Phi_h$$

Отримано такі значення компонент роздільної здатності:

$$\Delta_\lambda \sim 0.1 \text{ мкм}; \Delta_\sigma \sim 0.03 \text{ мкм}; \Delta_L \sim 0.16 \text{ мкм}.$$

Для реалізації зворотної схеми необхідний резист із роздільною здатністю порядку 0,2 мкм.

Експериментальні дослідження проводились на рентгенівському дифрактометрі ДРОН-3М з використанням рентгенівської трубки БСВ-25 і випромінюванням $\text{CuK}_{\alpha 1}$.

Для отримання одно- і двомірного збільшених зображень тест-об'єктів реалізована рентгенооптична схема з одного або двох кремнієвих відбивачів для CuK_{α} -випромінювання з площинами (111). Незалежна і точна юстировка відбиваючих поверхонь проводилась за допомогою виготовленого юстировочного столика. Як тест-об'єкт застосовувалась система із паралельно натягнутих металічних ниток товщиною 60 мкм та кроком 60 мкм. В одомірній схемі отримані збільшені зображення тест-об'єкта від 4 до 26 раз. У двомірній - збільшені у 8 раз зображення тест-об'єкта в прямому пучку зі щілиною на виході 0.5×0.5 мм (рис.2). Зауважимо, що на деяких із отриманих топограм спостерігаються спотворення тест-об'єкта внаслідок недосконалої обробки рентгенівського дзеркала, наявності дислокацій та ін. Таким чином, наведена схема рентгенівського дифракційного мікроскопу на асиметричних брегівських відбивачах дає можливість експериментально одержати збільшені одомірні та двомірні зображення. Отримані оцінки роздільної здатності рентгенівського дифракційного мікроскопу для кремнієвих асиметричних відбивачів мають значення порядку 0.1-0.2 мкм. Застосування дифракційного мікроскопа найбільш доцільно в рентгенівській топографії для отримання збільшених зображень мікрodefektів, а також в рентгенівській літографії для виготовлення рентгеношаблонів для нанотехніки.

В третій главі дисертації наведені результати теоретичних і експериментальних досліджень розсіяння рентгенівських променів в косонесиметричній схемі дифракції. Схема дифракції відрізняється від традиційної тим, що тут вектор нормалі до вхідної поверхні не лежить в площині дифракції. При азимутальному повороті кристалу навколо вектору дифракції здійснюється поступовий перехід від асиметричної дифракції Ляуе до різко-

асиметричної дифракції Брега. Тому певний інтерес викликали дослідження особливостей розсіяння рентгенівських променів в області кутів близьких до повного зовнішнього відбивання ($\theta_{кр}$). У випадку переходу від дифракції Лауе ($\psi - \theta_v < \theta_{кр}$) до дифракції Брега ($\psi - \theta_v)_n > \theta_{кр}$ границею переходу є кут повного зовнішнього відбивання $\theta_{кр}$. Даний перехід неперервно здійснюється шляхом азимутального сканування навколо вектора дифракції відбиваючих площин, кут розорієнтації яких із вхідною кристалографічною площиною ψ незначно перевищує брегівський кут дифракції θ_v . Проведений аналіз залежностей місця положення максимумів інтенсивності дифрагованої хвилі, інтегральної інтенсивності, напівширини дифракційної кривої від кута падіння, показують, що основні відмінності між класичною і нелінійною теорією розсіяння рентгенівських променів проявляються в області кутів близьких до $\theta_{кр}$. Важливо, що навіть в області кутів падіння $\Phi_0 < \theta_{кр}$ спостерігається досить значне розсіяння дифрагованого випромінювання.

В косонесиметричній схемі дифракції на відбивання при наближенні до кута повного зовнішнього відбивання екстинкційна довжина зменшується до значень декілька десятків ангстрем. Це відкриває нові можливості селективного пошарового дослідження структурних змін в поверхневих шарах кристалу при дії різних зовнішніх чинників.

Проведені дослідження структурних змін в приповерхневих шарах до і після іонної імплантації структур $Cd_{1-x}Hg_xTe / CdTe$. Аналіз проводився як по дифракційних кривих, одержаних на ДКС, так і по топограмах, одержаних при різних кутах азимутального сканування. Показані можливості косонесиметричної схеми при дослідженні мікрорел'єфу поверхні і структурних змін в тонких приповерхневих шарах структур $Cd_{1-x}Hg_xTe / CdTe$. Мінімальні висоти нерівностей, які можна безпосередньо отримати із топограм, рівні ~ 0.025 мкм. Досліджені закономірності формування контрасту від дефектів структури на поверхні кристалів $CdTe$ і структур $Cd_{1-x}Hg_xTe / CdTe$ після іонної імплантації.

Оцінена область значних спотворень приповерхневих шарів кри-

сталів: для системи $Cd_{1-x}Hg_xTe/CdTe$ після імплантації іонами миш'яку - до 0.3мкм, товщина утвореної аморфної плівки менша 0.2мкм (рис.4); після імплантації іонів бору - до 1мкм, товщина аморфної плівки - 0.4-0.5мкм.

Для $CdTe$ після повторної імплантації іонами бору, приповерхневі шари монокристалу є менш напруженими. Область значних деформацій менша 0.1 мкм. Це обумовлено наступними причинами. При іонному бомбардуванні можливі такі структурні перетворення: утворення і накопичення радіаційних дефектів, аморфізація і повторна кристалізація. Отже, при подвійній дозі опромінення пройшла кристалізація аморфного шару. Це привело до зменшення напруг в приповерхневих шарах.

Таким чином, використання двокристалльної схеми з установкою досліджуваного кристалу в косонесиметричній схемі дифракції дозволило провести дослідження структури приповерхневих шарів монокристалів після імплантації іонів миш'яку і бору в систему $Cd_{1-x}Hg_xTe / CdTe$. Це дало змогу побудувати глибинний профіль розподілу деформацій в тонких приповерхневих областях кристалу по серії кривих дифракційного відбивання.

В четвертій главі аналізуються результати теоретичних і експериментальних досліджень впливу параметрів мікрогеометрії поверхні на інтегральні і диференціальні криві повного зовнішнього відбивання рентгенівських променів. При величинах $R_a < 0.008$ мкм існує метод рентгенівської рефлектометрії, який базується на використанні явища повного зовнішнього відбивання (ПЗВ). Аналіз стану поверхні тут можливий завдяки чутливості форми і профілю відбитого сигналу до мікрогеометрії поверхні.

Дослідження мікрогеометрії поверхні з використанням явища повного зовнішнього відбивання здійснювалось двома шляхами. Інтегральним методом, який полягає у вимірюванні інтегральної інтенсивності відбитого сигналу в залежності від кута падіння. Другий метод - диференціальний, який полягає в аналізі форми і розподілу інтенсивності профілю відбитого сигналу. Для визначення параметрів шорсткості в інтегральному методі зручно використовувати θ_{sp} , в диференціальному методі - інтегральну ін-

тенсивність I_1 і ширину кривої відбивання на половині висоти $\Delta\theta^P$.

Висока кутова роздільна здатність досягнута при поєднанні двох факторів: перший - достатньо жорстка колімація падаючого випромінювання (~ 10 кут. сек.) і другий - досить висока світлосила (інтенсивність відбитого сигналу на рівні 10 імп./с). Для отримання слабоспотворених ІК ПЗВ необхідна порівняно невелика ширина падаючого променя, тому для монохроматизації, колімації і концентрації випромінювання застосовано асиметричний монохроматор, вирізаний з досконалого кристалу кремнію під кутом 19° до відбиваючих площин (111). Колімація променя досягається за допомогою асиметричного монохроматора - коліматора - концентратора в межах до 46.5 кут. сек. Складає $K_{\alpha 2}$ - випромінювання мідного антикату відділяється щілиною 10 мкм, встановленою перед досліджуваним зразком.

З експериментальних і теоретичних кривих оцінені величини параметрів шорсткості поверхні ряду матеріалів.

В методі ДК ПЗВ для аналізу кутового спектра дзеркально відбитого променя використовувався кристал - аналізатор з досконалого кремнію, роздільна здатність якого дозволяла зафіксувати розширення ДК ПЗВ на 1 кут.сек. Розроблений алгоритм визначення функції нахилів мікрогеометрії поверхні $F(\beta)$, який ґрунтується на аналізі фізичного розширення ДК ПЗВ $\Delta\theta^P$ в порівнянні із значенням напівширини інструментальної кривої ДКС $\Delta\theta_0$. Показано, що для відновлення функції нахилів $F(\beta)$ достатньо виміряти напівширину дзеркальної $\Delta\theta^P$ і інструментальної $\Delta\theta_0$ кривих. Їх різниця дорівнює середньому значенню напівширини функції розподілу нахилів $\bar{\beta}$, тобто:

$$\bar{\beta} = \Delta\theta^P - \Delta\theta_0 \quad (3)$$

При цьому, якщо допустити, що фізичне розширення $\Delta\theta^P$ порівняне з $\bar{\beta}$, то границя застосування методу рентгенівської рефлектометрії у визначенні середньоквадратичного нахилу або параметру шорсткості, рівна відношенню висоти нерівностей профілю до кроку. Мінімальне розширення ДК ПЗВ в порівнянні з інструментальною функцією двокристалльної диф.

ракційної кривої, що визначається експериментально, оцінюється величиною ~ 1 кут. сек., тобто $0.5 \cdot 10^{-5}$ рад. Максимальне розширення ДК ПЗВ рівне критичному куту ПЗВ - $\Phi_{кр} \approx 0.5 \cdot 10^{-2}$ рад. Тому для відношення R_a/S_m маємо межі:

$$0.5 \cdot 10^{-5} < \frac{R_a}{S_m} < 0.5 \cdot 10^{-2}. \quad (4)$$

Якщо допустити, що крок нерівностей $S_m \approx 1$ мкм, то:

$$0.5 \cdot 10^{-5} \text{ мкм} < R_a < 0.5 \cdot 10^{-2} \text{ мкм}. \quad (5)$$

Проведено аналіз стану поверхонь кристалів антимоніду індію, телуриду кадмію, а також кварцевих скляних пластинок, легованих важкими елементами. При цьому кристали InSb і CdTe оброблялись по стандартній схемі хіміко механічної підготовки поверхонь. Кварцеві пластинки проходили супертонку фінішну обробку за спеціальною методикою. Результати досліджень при куті ковзання $\Phi_0 = 2.4 \cdot 10^{-3}$ і $\Delta\theta_0 = 23 \cdot 10^{-4}$ приведені в таблиці 1. З аналізу ретгенодифракційних досліджень слідувало, що зразок №5 (InSb) мав макрозгин радіусом 360 м. Зміна форми і напівширини ДК ПЗВ відображає не тільки зміну відношення параметрів мікрошорсткості, але і характер прогину пластини, обумовленого різницею обробки протилежних сторін кристалу.

В даному випадку два параметри R_a і S_m у визначеному кутовому інтервалі зв'язані з вимірюваними значеннями напівширин диференціальних кривих повного зовнішнього відбивання $\Delta\theta^P$ співвідношенням:

$$\frac{R_a}{S_m} = \frac{\Delta\theta^P}{4\pi}, \text{ де } \Delta\theta^P = \delta\theta_{\text{вим}} - \theta_0.$$

У величину збільшення напівширини дифракційної кривої $\Delta\theta^P$, а також зміни її форми найменший внесок робить розподіл нахилів мікрошорсткості поверхонь кварцевої скляної пластинки №1 (~ 3 кут. сек), обробленої за спеціальною технологією. В таблиці 1 приведені також значення відношень R_a/S_m для кварцевої пластинки №3, обробленої алмазною пастою АСМ-1/0 на протязі 1, 5 і 10 хвилин відповідно. Така обробка при-

водить до розширення ДК ПЗВ на 23, 37 і 54 кут. сек відповідно. Значення величини R_a при $S_m=1$ мм знаходяться в границях від 0.059 до 0.115 мкм.

Значно гірший стан поверхні спостерігається для зразка №6 (CdTe). Тут розкид значень $\delta\theta$ при різних значеннях Φ_0 досить значний. Із збільшенням кута ковзання величина розширення ДК ПЗВ зменшується. Це свідчить про те, що основний внесок в розширення диференціальних кривих вносить висота шорсткості R_a , а не період її S_m , як в попередніх випадках.

Таблиця 1.

Назва зразку	$\delta\theta_{\text{вим}}$ (рад. 10^4)	$\Delta\theta^P$ (рад. 10^4)	$R_a/S_m \cdot 10^{-5}$	R_a (мкм) при $S_m = 10^3$ мкм.
№1а SiO ₂	2.7	0.4	0.18	0.018
№1б SiO ₂	2.9	0.5	0.23	0.023
№2а SiO ₂	5.2	2.9	1.33	0.133
№2б SiO ₂	6.4	4.1	1.9	0.19
№3а SiO ₂	3.5	1.2	0.55	0.055
№3б SiO ₂	4.1	1.8	0.83	0.083
№3в SiO ₂	4.8	2.5	1.15	0.115
№4а InSb	3.6	1.3	0.59	0.059
№4б InSb	4.1	1.8	0.83	0.083
№5а InSb	4.9	2.6	1.19	0.119
№5б InSb	7.5	5.2	2.39	0.239
№6 CdTe	9.2	6.9	3.17	0.317

№1-№3 - кварцеві пластини діаметром 20 мм і товщиною 2 мм, зразок №3 обробляється алмазною пастою АСМ-1/0 1, 5 і 15'хвилини відповідно. Зразки №4 і 5 - кристали InSb діаметром 40 мм і товщиною 3 і 2 мм відповідно, №6 - кристал CdTe діаметром 20 мм і товщиною 3 мм.

Основні результати та висновки.

1. Розроблена принципово нова схема рентгенівського дифракційного мікроскопу на асиметричних монокристалах в брегівській геометрії дифракції дає можливість експериментально отримати збільшені або зменшені одномірні та двомірні зображення тест-об'єктів. Роздільна здатність рентгенівського дифракційного мікроскопу для кремнієвих асиметричних монокристалів порядку 0.1-0.2 мкм.

2. Якість зображення об'єктів суттєво залежить від структурної досконалості монокристалів. Кристали-відбивачі не повинні містити дислокації, а шорсткість їх поверхні повинна бути меншою 0.025 мкм. Застосування мікроскопу найбільш доцільне в рентгенівській топографії для отримання збільшених зображень мікродфектів, а також в рентгенівській літографії для виготовлення рентгеношаблонів для наноелектроніки.

3. В косонесиметричній схемі дифракції на відбивання при наближенні до кута повного зовнішнього відбивання екстинкційна довжина зменшується до значень декількох десятків ангстрем. Це відкриває нові можливості селективного пошарового вивчення структурних змін в приповерхневих шарах кристалу при дії різних зовнішніх чинників.

Даний метод дозволяє побудувати і уточнити глибинний профіль розподілу деформацій в тонких приповерхневих областях кристалу із серії кривих дифракційного відбивання.

4. У випадку переходу від дифракції Лауе ($\psi - \theta_B < \theta_{кр}$) до дифракції Брега ($\psi - \theta_B)_n > \theta_{кр}$ границею переходу є кут повного зовнішнього відбивання $\theta_{кр}$. Даний перехід неперервно здійснюється шляхом азимутального сканування навколо вектора дифракції відбиваючих площин, кут розорієнтації яких із вхідною кристалграфічною площиною ψ незначно перевищує брегівський кут дифракції θ_B .

5. При високоенергетичному опроміненні кристалів InSb електронами з енергією $E = 18$ MeV і потоком $1.3 \cdot 10^{17}$ ел/(см²·с) концентрація утворених точкових дефектів знаходиться на рівні $n \sim 10^{18}$ с⁻³. При зменшенні глибини проникнення рентгенівських променів в кристал величина середньої

зміни періоду кристалічної ґратки зростає. Це може бути викликано дією високоенергетичних електронів при їх зіткненнях із атомами ґратки і утворенням "рідиноподібної" фази.

6. Демонструються можливості методу косонесиметричної схеми при дослідженні мікрорел'єфу поверхні і структурних змін в тонких приповерхневих шарах кристалів CdTe і структур $Cd_{1-x}Hg_xTe/CdTe$. Мінімальні висоти нерівностей, які можна безпосередньо отримати із топограм ~ 0.25 мкм. Досліджені закономірності формування контрасту дефектів структури на поверхні кристалів CdTe і структур $Cd_{1-x}Hg_xTe/CdTe$ після іонної імплантації.

7. Оцінена область спотворень приповерхневих шарів кристалів. Область значних спотворень для системи $Cd_{1-x}Hg_xTe/CdTe$ після імплантації іонами миш'яку простягається до 0.3 мкм, товщина утвореної аморфної плівки складає менше 0.2 мкм; після імплантації іонів бору - до 1 мкм, товщина аморфної плівки - 0.4-0.5 мкм. Для CdTe після повторної імплантації іонами бору спостерігається покращення структури і область суттєвих деформацій менша 0.1 мкм.

8. Розроблена методика визначення параметрів мікрошорсткості матеріалів, яка базується на двох методах: інтегральному і диференціальному. В основі даних методів лежить явище повного зовнішнього відбивання рентгенівських променів. В диференціальному методі вимірюється приріст величини напівширини кривих інтенсивностей. Для відновлення функції нахилів $F(\beta)$ в цьому випадку достатньо виміряти півширини ДК ПЗВ і інструментальної кривої ДКС, тобто:

$$\beta = \Delta\theta^P - \Delta\theta_0.$$

Межі використання згаданого методу рентгенівської рефлектометрії:

$$0.5 \cdot 10^{-5} < \frac{R_n}{S_m} < 0.5 \cdot 10^{-2},$$

якщо крок нерівностей $S_m = 1$ мкм, то:

$$0.5 \cdot 10^{-5} \text{ мкм} < R_n < 0.5 \cdot 10^{-2} \text{ мкм}.$$

Основні результати опубліковані в наступних наукових працях.

1. Raransky M.D., Struk Ja.M., Fodchuk I.M., Raransky A.M. Solution of X-Ray Diffraction Inverse Problems in Optics // Proc. SPIE. Bellingham.- 1993.- v.2108.- P.37.
2. Кшевецкий С.А., Раранский А.Н., Фодчук И.М. Рентгеновская дифрактометрия приповерхностных слоев монокристаллов в косонесимметричной схеме дифракции // Металлофизика.- 1994.- 16, №4.- С.66.
3. Фодчук И.М., Раранский А.Н., Евдокименко А.В. Новые возможности рентгенодифракционных методов при исследовании структурного совершенства кристаллических соединений A^3B^5 и A^2B^6 // Неорганические материалы.- 1995.- 31, №10.- С.1669.
4. Fodchuk I.M., Raransky A.M., Evdokimenko A.V. X-Ray Diffraction Optics of Submicron Surface Layers // Proc.SPIE. Bellingham. - 1995.- v.2647.-P.145.
5. Raransky M.D.,Struk Ja.M.,Fodchuk I.M.,Shafranuk W.P.,Raransky A.M. The Applied Possibilities of X-Ray Diffraction Interferometry // Proc. SPIE. Bellingham.- 1995.- v.2647.- P.95.
6. Fodchuk I.M., Raransky* A.M. Evdokimenko A.V. Asymmetric Scew Topography and Diffractometry of Submicron Layers // Poverkhnost.- 1996.- 11, №3, P.105.
7. Фодчук И.М., Кшевецкий С.А., Раранский А.Н. Рентгеновская топография и дифрактометрия приповерхностных слоев монокристаллов в косонесимметричной геометрии дифракции // Тези доп. IV Міжнародної конференції з фізики і технології тонких плівок.- Івано-Франківськ, 1993.- част.1.- С.72.
8. Фодчук И.М., Кшевецкий С.А., Раранский А.Н. Рентгеновская топография и дифрактометрия приповерхностных слоев монокристаллов в косонесимметричной геометрии // Тези доп. ювілейної конференції ІЕФ-93, Ужгород, 29-30 вересня 1993.- Ужгород, 1993.- С.47.
9. Савицкий В.Г., Мансуров Л.Г., Фодчук И.М., Раранский А.Н., Паламарек Н.Ю. Рентгенодифракционные исследования структурного совершенства оптикальных систем, полученных ВЧ методом на основе сое-

- динений $A^{210}Bi$ // Abstr. of First International Conference on MSCDSS, Chernivtsi, 4-6 October 1994.- Chernivtsi, 1994.- Vol.1.- P.121.
- 10.Ткачук П.Н., Ткачук В.И., Плюта Д.И., Раранский А.Н. Теллурид калмиевые детекторы ядерных излучений // Abstr. of First International Conference on MSCDSS, Chernivtsi, 4-6 October 1994.- Chernivtsi, 1994.- Vol.1.- P.188.
 - 11.Раранський М.Д., Фодчук І.М., Раранський А.М., Фейчук П.І. та ін. Дослідження впливу різного типу дефектів на електрофізичні властивості монокристалічних з'єднань $A^{210}Bi$ // Abstr. of First International Conference on MSCDSS, Chernivtsi, 4-6 October 1994. - Chernivtsi, 1994.- Vol.2. - P.35.
 - 12.Раранський М.Д., Фодчук І.М., Раранський А.М., Сліпченко К.В. Рентгендифракційні дослідження структурних змін в кристалах InSb і Si після опромінення високоенергетичними електронами // Abstr. of First International Conference on MSCDSS, Chernivtsi, 4-6 October 1994.- Chernivtsi, 1994.- Vol.2.- P.111.
 - 13.Раранський М.Д., Фодчук І.М., Раранський А.М., Крицун І.І. Нові можливості рентгенівської дифракційної мікроскопії // Abstr. of First International Conference on MSCDSS, Chernivtsi, 4-6 October 1994.- Chernivtsi, 1994.- Vol.2.- P.194.
 - 14.Фодчук І.М., Раранський А.М., Струк Я.М., Буда С.І. Рентгенівська рефлектометрія - високоточний метод контролю якості обробки поверхні матеріалів // Abstr. of First International Conference on MSCDSS, Chernivtsi, 4-6 October 1994.- Chernivtsi, 1994.- Vol.2.- P.195.
 - 15.Fodchuk I.M., Raransky A.M. The New Opportunities of X-ray Diffraction Optics // Abstr. International School-Conference on PPMSS, Chernivtsi, 11-16 September 1995.- Chernivtsi, 1995.- P.47.
 - 16.Savitsky V.G., Mansurov L.G., Fodchuk I.M., Raransky A.M. et al. X-ray Diffraction Investigation of Structural Perfection of the Epitaxial Systems $Cd_{1-x}Hg_xTe/CdTe$ // Abstr. International School-Conference on PPMSS, Chernivtsi, 11-16 September 1995.- Chernivtsi, 1995.- P.91.
 - 17.Fodchuk I.M., Raransky A.M., Evdokimenko A.V. Submicron Layers Scew

- Asymmetric Topography and Diffractometry // Abstr. International School-Conference on PPMSS, Chernivtsi, 11-16 September 95.- Chernivtsi, 95.- P.92.
18. Raransky M.D., Masliuk V.T., Fodchuk I.M., Raransky A.M. et al. The investigation of Structural Changes in the InSb Crystals after Irradiation by High-energy Electrons // Abstr. International School-Conference on PPMSS, Chernivtsi, 11-16 September 1995.- Chernivtsi, 1995.- P.175.
19. Раранський А.М., Євдокименко А.В. Дослідження тонких приповерхневих шарів монокристалів з допомогою косонесиметричної дифракції на відбивання // Тези наукової конференції викладачів, співробітників та студентів, присвяченої 120-річчю заснування Чернівецького університету, Чернівці, 4-6 травня 1995.- Чернівці, 1995.- т.2.- С.43.

Ключові слова: рентгенівські промені, дифракція, дифрактометрія, екстинкційна довжина, електрони, іони, повне зовнішнє відбивання, мікроскоп, приповерхневі шари, монокристали.

Раранский А.Н. "Рентгеновская дифрактометрия тонких приповерхностных слоев монокристаллов". (Рукопись).

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 - физика твердого тела, Черновицкий государственный университет им. Ю.Федьковича, Черновцы, 1996.

Защищаются экспериментальные и теоретические исследования возможностей рентгеновского дифракционного микроскопа в коротковолновом диапазоне длин волн ($\lambda \leq 3\text{\AA}$). Рассмотрены различные рентгенооптические схемы микроскопа для увеличения (уменьшения) изображения, определена его разрешающая способность (~ 0.1 мкм). В косонесимметричной схеме дифракции на отражение исследованы структурные изменения в кристаллах InSb после высокоэнергетического облучения электронами ($E=18$ МэВ), построены профили распределения деформаций в приповерхностных слоях систем $\text{Cd}_{1-x}\text{Hg}_x\text{Te}/\text{CdTe}$ после имплантации ионов As и В. Исследовано влияние параметров микрогеометрии поверхности на форму и профиль интегральных и дифференциальных кривых интенсивности в области углов полного внешнего отражения. Определены параметры шершавости поверхности некоторых материалов после различных видов обработки поверхности.

Raransky A.N. "X-Ray diffractometry of single crystal thin subsurface layers". (Manuscript).

Thesis on search of a scientific degree of the candidate of physics and mathematics is presented. Speciality 01.04.07 - solid state physics Chernivtsi State University, Chernivtsi, 1996.

19 scientific works, which contain experimental and theoretical investigations: the abilities of x-ray diffraction microscope in a short-wave range ($\lambda \leq 3\text{\AA}$), are considered various of x-ray optics microscope setups for image increasing (decreasing) with determined resolution ability (~ 0.1 мкм). Structural changes in the InSb crystals after irradiation by high-energy electrons ($E=18$ MeV) are investigated. Profiles of deformation distributions in subsurface layers of $\text{Cd}_{1-x}\text{Hg}_x\text{Te}/\text{CdTe}$ systems in the scew asymmetric diffraction on reflection after As and B ions embedding are constructed. Surface microgeometry parameters influence on the form and structure of diffraction curves in the region of total external reflection is investigated. Surface roughness parameters of some materials after various kinds of treatment are determined.

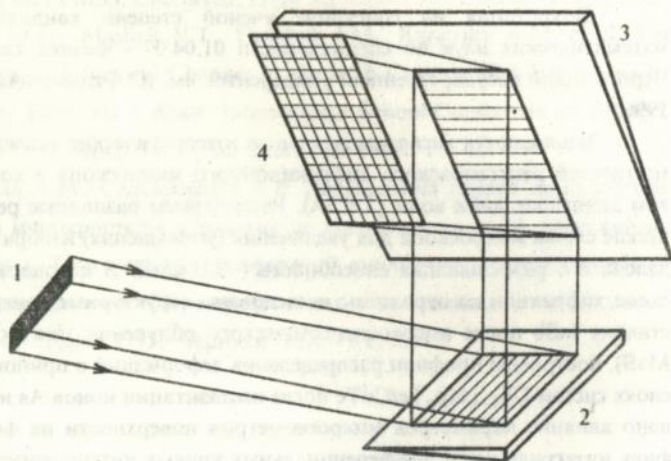


Рис.1. Схема дифракційного мікроскопа, який дає двовірно збільшене зображення об'єкта 1; 2,3 - кристалічні відбивачі; 4 - фоторезист.

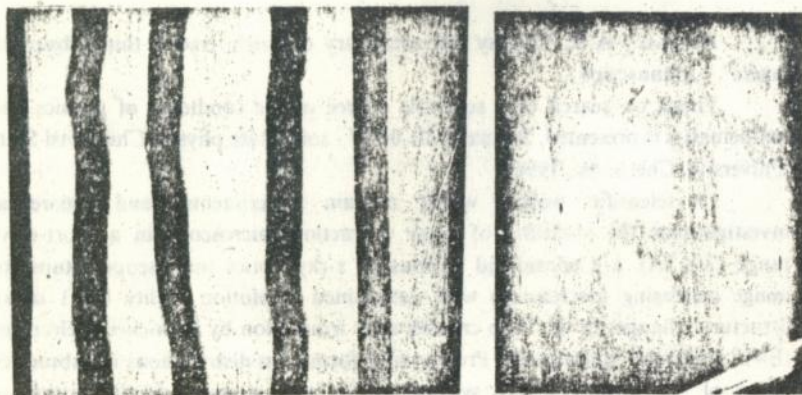


Рис.2. Рентгенівські топограми одномірно і двовірно збільшеного в 8 раз зображення тест-об'єкта. Фоторафічне збільшення в 10 раз.

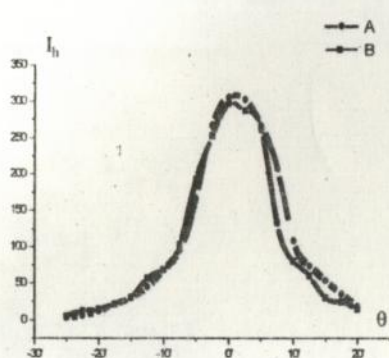


Рис.3. Криві дифракційного відбивання (ДКВ) від монокристалу InSb при $\varphi = 90^\circ$, $\Phi_0 = 28^\circ 40'$,

$L_{\text{ext}} = 2.2$ мкм:

- a) опромінена зона кристалу;
- b) неопромінена зона кристалу.

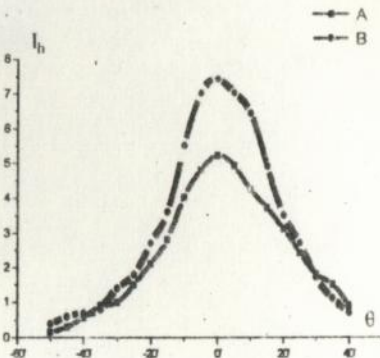


Рис.4. ДКВ при $\varphi = 20^\circ$, $\Phi_0 = 54'$,

$L_{\text{ext}} = 0.52$ мкм.

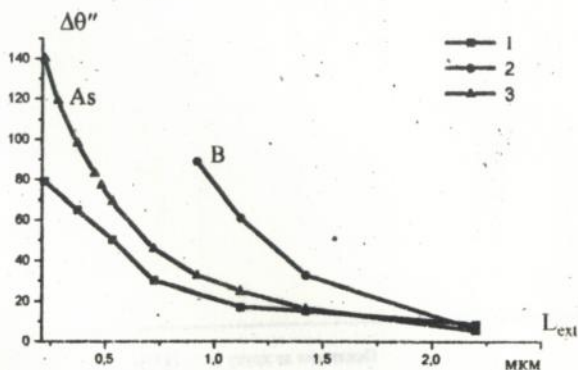


Рис.5. Залежності напівширини дифракційної кривої $\Delta\theta(L_{\text{ext}})$ для кристалів $\text{Cd}_{1-x}\text{Hg}_x\text{Te}/\text{CdTe}$ після іонної імплантації. 1- вихідний зразок*

1450 200

Підписано до друку 24.01.1996 р.
Формат 60x84/16. Папір друкарський 2.
Офсетний друк. Умов. друк. аркушів 2.
Тираж 100 примірників.