

ДИФРАКЦИЯ И РАССЕЯНИЕ ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ

УДК 548.732

ПРИМЕНЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ДИФРАКЦИОННЫХ МЕТОДОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОННЫХ ПОРИСТЫХ СЛОЕВ КРЕМНИЯ

© 2009 г. А. А. Ломов, В. А. Бушуев*, А. А. Карцев, В. А. Караванский**, А. Л. Васильев

Институт кристаллографии РАН, Москва

E-mail: a.lomov@ns.crys.ras.ru

** Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова*

*** Институт общей физики РАН, Москва*

Поступила в редакцию 12.11.2008 г.

Представлены результаты рентгеновских исследований методами двухкristальных кривых дифракционного отражения и полного внешнего отражения от слоев пористого кремния (Si(111) (Sb), n^+ -типа), полученных в режиме анодирования в течение различного времени при токе 50 мА/см². Предложена неразрушающая методика контроля стационарности процесса формирования микронных слоев пористого кремния, оценки их пористости и толщины. Полученные параметры для слоя пористого кремния толщиной ~6 мкм подтверждены совместной обработкой дифракционных кривых отражений 111 и 333 на основе развитой модели динамического рассеяния от слоев с учетом профилей деформации $\Delta d(z)/d$, статического фактора Дебая–Валлера $f(z)$ и пористости $P(z)$. Обсуждаются преимущества и недостатки методики.

PACS: 61.10.Nz, 61.10.-i

ВВЕДЕНИЕ

Развитие методов рентгенодифракционного анализа конденсированных сред вплотную связано как с проблемой изучения взаимодействия излучения с веществом, так и с необходимостью структурной диагностики новых материалов. Этот процесс начался с открытия явления дифракции рентгеновских лучей и привел к созданию различных теорий рассеяния [1, 2] и многочисленных методов регистрации рентгеновского излучения.

В последние десятилетия появился широкий класс низкоразмерных структур (квантовые ямы, проволоки и точки, нанотрубки, синтетические опалы, нанопористые слои монокристаллов и т.п.). Перспективность применения таких материалов в микро- и оптоэлектронике, спинтронике потребовало их детальной структурной характеристики. Однако в силу дифракционных эффектов, статистического разброса параметров и расстояния между элементами рассеяния использование конкретной методики для их диагностики оказывается недостаточным и для получения более достоверных результатов требуется привлечение различных взаимодополняющих методов.

Одним из сложных объектов для исследования являются пористые слои полупроводниковых монокристаллов. Среди способов получения таких систем выделяется электрохимическое травление (ЭХТ) в режиме анодирования. По сравнению с фотолитографией привлекательность этого спо-

соба формирования пор и кристаллитов, кроме дешевизны, связана с легкостью изменения степени пористости, толщины и деформации слоев, а также изменения морфологических параметров пор и кристаллитов (форма, фрактальность, размеры, ориентации) в одном процессе путем изменения величины анодного тока [3, 4]. В дальнейшем поры могут быть заполнены другим полупроводниковым материалом для получения низкоразмерных гетероструктур [5], для использования в медицине [6], внедрения в них биологических микрообъектов. Привлекает возможность использования пористых структур в качестве субмикронных фильтров, детекторов излучения и т.п. Структурная характеристика таких систем из-за стохастического характера процесса ЭХТ играет ключевую роль в развитии технологии.

Одним из фундаментальных параметров пористых структур является величина пористости $P = V_p/V$, где V_p – суммарный объем пор в структуре с объемом V . Для пористой структуры без подложки эта величина может быть измерена гравитометрическим методом. Для определения пористости P при помощи рентгеновских лучей обычно используют явление рефракции [7, 8] (метод полного внешнего отражения (ПВО)) или абсорбции [7, 9]. Размер пор и их форма изучаются методами электронной микроскопии и изотермического поглощения газа (азота, криптона) [10]. Важное значение для описания пористых струк-

Время анодирования t , пористость P и толщины слоев L , полученные из рентгеновских измерений и по данным растровой электронной микроскопии, i – порядковый номер образца

Образец	t , мин	P , % ПВО	L_{c1}/L_{ci} , мкм отр. 111 (абсорб.)	$L_{c1,m}/L_{c1,\omega}$, мкм отр. 333 (абсорб.)	L_g , мкм РЭМ
Lps0	0	0	0	0	0
Lps1	1	28(3)	5.9/5.9	6.2/2.3	6.1(0.5)
Lps2	2	36(3)	14/12	15/7	10.2(0.5)
Lps3	4	49	29/20	28/12	18(1)
Lps4	8	53	54/35	45/24	34(1)
Lps5	16	не изм.		90/36	66(2)
Lps6	32	не изм.		118/62	117(2)

тур имеет распределение величины пористости $P(z)$ и типа пор по толщине слоев.

В случае однородных когерентных пористых слоев на высокосовременных подложках удается [11, 12] из анализа брэгговского рассеяния по величине эффективного статического фактора Дебая–Валлера f_{DW} в слое определить величину пористости $P = 1 - f_{DW}/f_s$, где f_s – значение фактора Дебая–Валлера для исходной подложки. Если же часть кристаллитов в пористом слое теряет когерентную связь с оставшимися кристаллитами и с подложкой (например, из-за случайных смещений, разворотов и деформаций в результате выкалывания или окисления), то интенсивность брэгговского рассеяния уменьшается. Это изменение в рассеянии будем описывать фактором некогерентности f_{nc} , и тогда $P = 1 - f_{DW}/(f_s f_{nc})$.

Использование величины критического угла ПВО θ_c для определения пористости P [13] из-за малых углов скольжения θ ограничивается как моделью верхнего субслоя, так и его толщиной $L = L(P) \sim \sin \theta_c / (\mu(1 - P))$, где μ – линейный коэффициент поглощения. В случае слоев пористого кремния и $\text{CuK}\alpha$ -излучения величина $L \sim 1$ мкм.

Недостатком использования абсорбционной методики [9] для определения пористости слоя является отсутствие (без разрушения образца) априорных данных о толщине слоя. В противном случае можно лишь судить о величине эффективного поглощения μL . Предполагается, что при анодировании эта величина пропорциональна общему количеству заряда, прошедшему через образец. Поэтому зависимость μL от времени t может являться способом контроля стационарности процесса анодирования. Однако в процессе ЭХТ возможно образование градиентных слоев [14], и получение информации о зависимости пористости $P(z)$ по глубине слоя затруднено.

Анализ результатов предыдущих работ показывает, что стандартные рентгенодифракционные методики хотя и могут быть применены для получения экспериментальных данных, но их ин-

терпретация часто затруднена отсутствием полной теории рассеяния на 3D локально неоднородных структурах. Кроме этого, из-за характера рентгеновского рассеяния на этих объектах такие стандартные дифракционные параметры, как экстинкционная глубина l_{ex} , угловые полуширины брэгговских максимумов от подложки (ω_s) и от пористого слоя (ω_{ps}), а также критический угол ПВО θ_c и величина среднеквадратичной высоты шероховатости поверхности σ могут рассматриваться только как эффективные. Этот факт необходимо учитывать при анализе экспериментальных данных.

Настоящая работа посвящена разработке методики контроля однородности пористых слоев на основе методов кривых дифракционного отражения (**КДО**) с привлечением данных рефлектометрии и абсорбции. Для контроля толщины и особенностей структуры использована растровая электронная микроскопия (**РЭМ**).

ОБРАЗЦЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Эксперименты выполнялись на образцах пористого кремния (**ПК**) $\text{Si}(111)$ (Sb) n^+ -типа проводимости (удельное сопротивление подложек $\rho \sim 0.01$ Ом см), полученных методом ЭХТ при одних и тех же условиях. Анодирование осуществлялось при постоянном токе 50 мА/см² во фторопластовой двухкамерной ячейке с платиновыми электродами. Травление поверхности подложки кремния происходило через диафрагму диаметром 10 мм. Электролитом служил раствор на основе этанола и плавиковой кислоты: $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}:\text{HF}(49\%) = 1:1$. Продолжительность времени анодирования образцов представлена в таблице.

Рентгенодифракционные и рефлектометрические исследования выполнялись на автоматизированном через контроллер МАТЕХ трехкристальном рентгеновском спектрометре ТРС-1 (СКБ ИКРАН). Источником излучения служила рентгеновская трубка с медным анодом ($\lambda = 0.154$ нм).

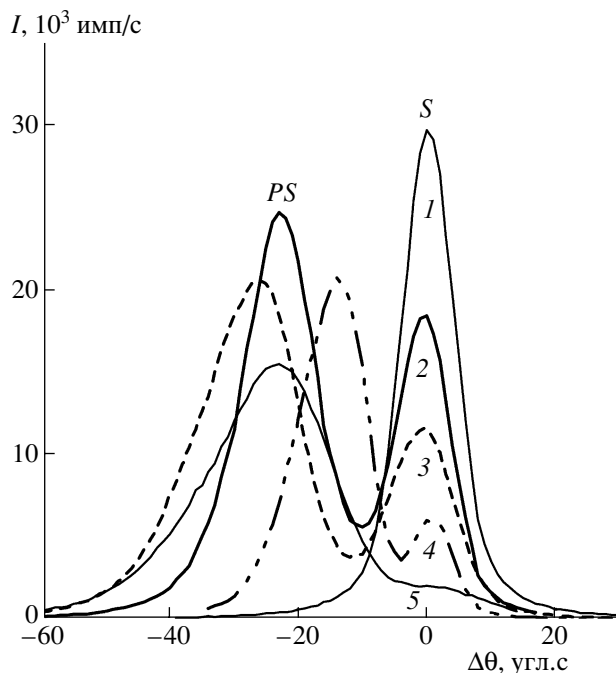


Рис. 1. Экспериментальные КДО Si(111) от образцов Lps0 (1), Lps1 (2), Lps2 (3), Lps3 (4) и Lps4 (5), излучение $\text{CuK}\alpha$.

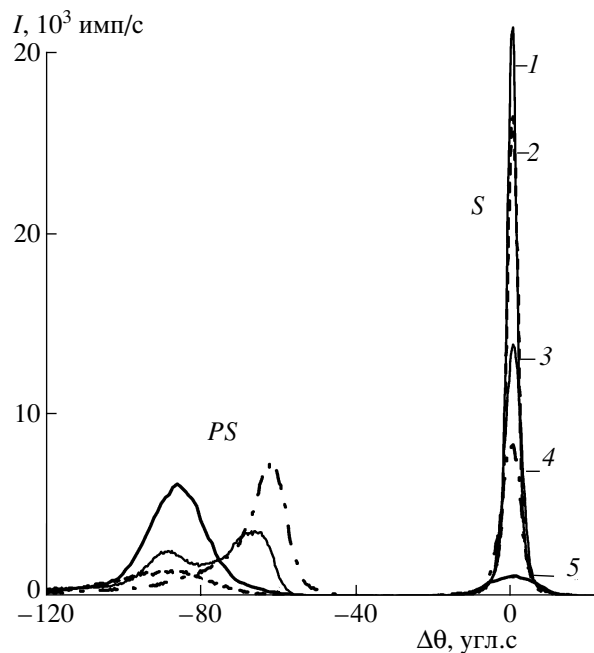


Рис. 2. Экспериментальные КДО Si(333) от образцов: Lps0 (1), Lps1 (2), Lps3 (3), Lps4 (4) и Lps6 (5), излучение $\text{CuK}\alpha$.

Двухкристальные КДО от Si(111) отражений 111 и 333 записывались в геометрии ($n, -n$) при использовании кристалла-монокроматора Si(111), установленного на соответствующий порядок отражения. Интенсивность отраженного излучения от образца измерялась при его угловом θ -сканировании с шагом $0.3''$ и $1''$ для отражений 333 и 111 соответственно. Для контроля были проведены дифракционные исследования исходной подложки кремния. Запись кривых ПВО проходила в режиме $\theta/2\theta$ -сканирования образца с шагом $10''$. Кристалл-монокроматор Si настраивался в отражение 111. Для уменьшения вклада от диффузного рассеяния вблизи угла θ_c выходная щель коллиматора была равна 20 мкм, а щель перед детектором – 120 мкм. Двухкристальные КДО для отражений 111, 333 и кривые ПВО от исследуемых образцов показаны на рис. 1, 2 и рис. 3 соответственно.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Из рис. 1 видно, что помимо брэгговского максимума от подложки (S) на кривых наблюдаются интенсивные и достаточно узкие ($\omega_{PS} = 10''-20''$) максимумы (PS) от слоя пористого кремния. Следовательно, толщина слоев ПК превосходит экстинкционную длину, т.е. несколько микрон. Отсутствие заметного диффузного рассеяния и высокий коэффициент отражения от слоев пористого кремния показывает, что эти слои рас-

сеивают излучение динамически и фактор Дебая–Валлера для оставшихся кристаллитов близок к единице. Наблюдается различное смещение углового положения и увеличение значения полуши-

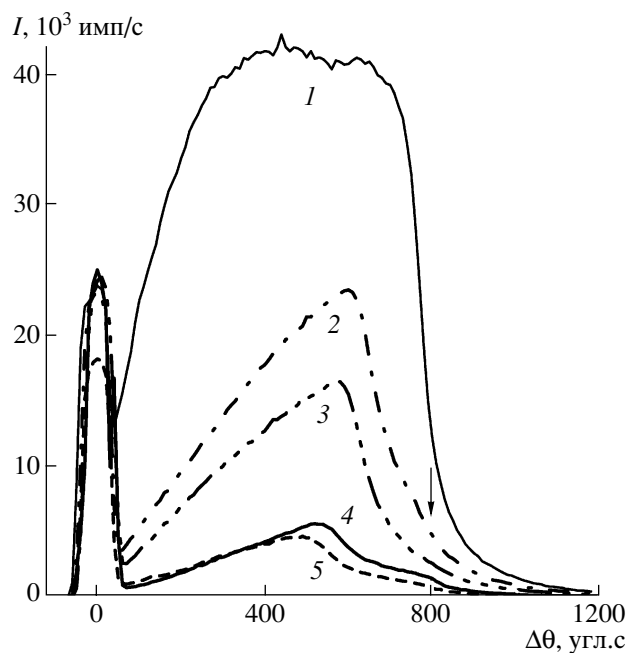


Рис. 3. Экспериментальные кривые ПВО в режиме $\theta/2\theta$ -сканирования от образцов Lps0 (1), Lps1 (2), ..., Lps4 (5). Критический угол ПВО $\theta_c = 804''$ для объемного кремния отмечен стрелкой.

рины ω_{PS} брэгговского отражения от слоя ПК с увеличением времени анодирования. Это свидетельствует о заметных изменениях в профиле деформаций в пористом слое с увеличением его толщины. В то же время максимум отражения от подложки (S) уменьшается только по величине, а его полуширина ω_S сохраняется.

Более “драматичная” картина наблюдается для отражения 333 (рис. 2). Так как из-за пористости экстинкционная глубина $l_{ex} = l_{ex}(P)$ дополнительно увеличивается, то брэгговское отражение от пористого слоя образцов близко к кинематическому и коэффициент отражения от слоя значительно уменьшается. Кроме этого, возросшая чувствительность к деформациям в слое проявляется в сильном уширении максимумов ω_{PS} от ПК. Для образца Lps3 отражение от пористого кремния проявляется даже в виде двух перекрывающихся максимумов. При больших временах анодирования из-за больших напряжений происходит заметное увеличение ширины ω_S брэгговского максимума S от подложки.

Обработка экспериментальных данных проводилась следующим образом. Вначале по данным рефлектометрии, представленным на рис. 3, по величине критического угла ПВО θ_c оценивалась в модели сплошной среды степень пористости P в приповерхностной области образцов. Учитывая анализ результатов дифракционных измерений, за величину угла θ_c принималось значение в середине первого “скачка” интенсивности на кривых ПВО. Однако из рис. 3 видно, что более или менее однозначно оценить величину пористости для толстых слоев ПК (в отличие от тонких слоев [13]) без теоретической обработки нельзя. Это связано как с различным вкладом в рассеяние от таких структур шероховатости поверхности и объемных неоднородностей [15], так и с изменением от времени травления параметров ПК в слое. Например, возможно дополнительное растравливание верхнего приповерхностного слоя. Кроме этого, на кривых 4 и 5 (рис. 3) хорошо видны особенности в спадающей интенсивности рассеяния вблизи критического угла ПВО $\theta_c = 804''$ для монокристаллического кремния. Несмотря на тщательное проведение эксперимента (участки подложки вокруг анодированной области были отколоты), избежать появления этих “скачков” не удалось. При этом даже с учетом высокой пористости излучение должно было практически полностью поглотиться слоем ПК. По-видимому, немонотонное спадание интенсивности в этой области углов связано с частью излучения, отраженного выходящими на поверхность участками объемного кремния (кристаллитами). Необходимо отметить, что без дополнительной информации о появлении “скачков” вблизи угла θ_c для Si этот результат может свидетельствовать либо о

низкой пористости, либо о малой толщине слое ПК. Для изучаемых образцов при использовании одних только данных ПВО этими фактами нельзя пренебрегать.

Определение методом абсорбции толщины слоя ПК было проведено по уменьшению интенсивности I_S брэгговского максимума от подложки на кривых КДО (рис. 1, 2). В качестве реперной интенсивности была использована интенсивность I_0 дифракционного отражения от исходной подложки (образец Lps0). Так как максимумы отражения от пористого слоя (PS) и от подложки (S) разнесены на величину, превышающую полуширину ω_S дифракционного максимума отражения от подложки, то уменьшение высоты пика S обусловлено фотоэлектрическим поглощением $\mu_{ПК} \approx \mu_{Si}(1 - P)$. Это позволяет оценить толщины слоев ПК:

$$L = -\ln(I_S/I_0) \sin \theta_B / 2\mu_{ПК}, \quad (1)$$

где θ_B – угол Брэгга.

Сравнение результатов полученных данных о толщине слоев для всех образцов по различным измерениям, включая данные электронной микроскопии, приведено в таблице. Из сопоставления с результатами определения толщины L_g по данным РЭМ видно, что только для отражения 111 данные о толщине слоев L_{c1} , полученные с учетом пористости образца Lps1, могут считаться удовлетворительными. Если же на основании результатов ПВО учесть, что угол θ_c меняется от образца к образцу, то согласия в величине L_{c1} не наблюдается.

Для отражения 333 видна сильная зависимость толщины L слоя ПК от параметров уравнения (1) при ее определении. При расчете значений $L_{c1, m}$ с учетом пористости образца Lps1 выбиралось значение максимальной интенсивности дифракционного максимума S , а при определении толщины $L_{c1, \omega}$ учитывалась интегральная интенсивность отраженного подложкой излучения. В обоих случаях полученные значения толщин слоев сильно отличаются от данных РЭМ. Кроме этого, в последнем случае значения толщин слоев ПК сильно уменьшены.

Анализ представленных результатов показывает, что на низких порядках отражения влияние деформаций в слое ПК на искажение структуры в подложке выражается слабее. В результате измеряется интенсивность дифракционного максимума S в отсутствие взаимодействия влияния слоя ПК. Поэтому использование в абсорбционной методике данных, полученных на низких порядках отражения, является более предпочтительным. Однако применение низких порядков отражения ограничено как толщиной слоев, так и более низкой чувствительностью к изменению

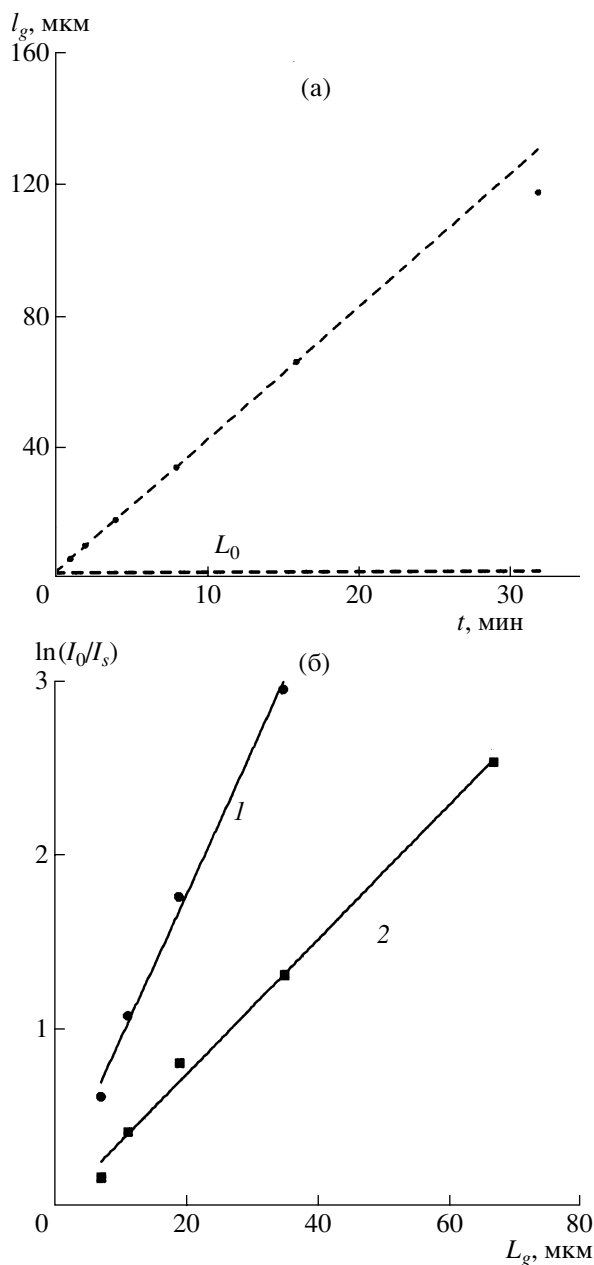


Рис. 4. Зависимость геометрической толщины L_g от времени анодизации t (а); величина эффективного коэффициента поглощения как функция толщины слоя ПК для отражений 111 (1) и 333 (2) (б).

параметра кристаллической решетки. Вышие же порядки отражения удобно использовать для характеристики однородности деформации в слое ПК. Ярким примером отсутствия однородной деформации может служить раздвоение дифракционного максимума от слоя ПК (рис. 2) для образца Lps3. При увеличении толщины слоя ПК (образец Lps4) остается один из пиков. Это, по-видимому, связано с экранировкой нижнего под-слоя верхними слоями. Необходимо отметить,

что в предлагаемой методике измеряется рентгенооптическая плотность слоев, а не их плотность в чистом виде. Известно, что слой ПК хорошо адсорбирует воду и различные газы (азот, водород, углерод, а также примеси) из воздуха, что в зависимости от размеров пор и их количества приводит к искажению полученных значений пористости. Кроме этого, поглощенные вещества создают дополнительную деформацию в слоях ПК [16]. Поэтому для получения истинной пористости слоев ПК предлагаемой методикой желательно использовать свежеприготовленные образцы.

Для оценки средней величины пористости по дифракционным данным рассмотрим следующие результаты. Зависимость толщины слоев ПК от времени травления представлена на рис. 4а. Видно, что до 16 мин при данном режиме анодирования толщина слоя ПК линейно зависит от времени. При этом в самом начале процесс анодирования идет быстрее, или же происходит образование пористого слоя толщиной $L_0 \sim 2$ мкм без анодирования за счет химических реакций, как это наблюдалось в [17]. Кроме этого, стандартные полупроводниковые подложки всегда имеют нарушенный слой [18], где скорость травления может сильно меняться. При времени анодирования 32 мин скорость травления уменьшается. Оценка стационарности этого процесса и однородности плотности проведена по эффективному поглощению (рис. 4б) в зависимости от толщины слоя ПК. Видно, что в целом экспериментальные значения хорошо ложатся на прямую линию, что подтверждает образование однородных по плотности слоев ПК. Линейная аппроксимация эффективного поглощения $\ln(I_0/I_s)$ от толщины слоя L_g была проведена методом наименьших квадратов. Использовалась зависимость поглощения от толщины слоя ПК из-за наличия на начальном этапе “первоначального слоя” L_0 (рис. 4а, горизонтальная штриховая линия). Из угла наклона прямых (рис. 4б), согласно выражению (1), для отражений 111 и 333 при подстановке максимальных значений интенсивности I_s для пористости были получены значения 28(2) и 0(3)%(!) соответственно. Совпадение в пределах погрешностей среднего значения величины пористости для отражения 111 и пористости по данным ПВО для образца Lps1 показывает, что несмотря на возможные изменения морфологии поверхности при анодировании были получены однородные по плотности (пористости) микронные слои ПК. Однако в случае слоев толщиной несколько десятков микрон эта добавка незначительна, и для более толстых слоев может быть использована временная зависимость эффективного поглощения. Практически равная нулю средняя величина пористости P , определенная на основе данных для отражения 333, показывает, что данным методом

без детального анализа отраженной от подложки интенсивности излучения могут быть получены неверные результаты.

Для определения профиля деформации в пористом слое было проведено численное моделирование кривых дифракционного отражения. Вначале по угловому положению $\Delta\theta_0$ пиков отражения от пористого слоя оценивалась эффективная деформация $\Delta d/d \approx -\Delta\theta_0 \operatorname{ctg} \theta_B$. В общем случае возможны неоднородности не только деформации. Поэтому в слоях ПК требуется учет следующих параметров: профилей деформации $\Delta d(z)/d$, аморфизации $f(z)$ и пористости $P(z)$. Также необходимо учитывать локальные изменения поляризуемости среды из-за пористости, приводящие к дополнительному сдвигу фазы волны излучения по сечению пучка. При этом вид профилей в общем случае зависит от времени травления. В связи с этим была разработана, в отличие от стандартной, методика более корректного восстановления параметров пленок ПК на основе динамической теории дифракции.

Расчет амплитудного коэффициента отражения от образца ПК проводился на основе рекуррентного соотношения [19]:

$$R_{n+1} = r_n + \frac{R_n t_n \dot{t}_n}{1 - R_n \bar{r}_n}, \quad (2)$$

где r_n и t_n – амплитудные коэффициенты динамического дифракционного отражения и прохождения для слоя с номером n и толщиной слоя $l = L/N$. Здесь L – общая толщина пленки ПК, N – число слоев, черта сверху у r_n и t_n означает соответствующие коэффициенты при падении излучения с обратной стороны тонких подслоев. Рекуррентное соотношение решается “снизу-вверх” с граничным условием $R_{N+1} = R_S$, где R_S – коэффициент отражения от идеального кристалла кремния. Интенсивность отражения $R(\Delta\theta) = |R_1|^2$, где $\Delta\theta = \theta - \theta_B$. Величины r_n и t_n зависят от деформации $\Delta d(n)/d$ и статического фактора Дебая–Валлера f_n в каждом n -м слое. Пористость в пленке, т.е. уменьшение средней электронной плотности, учитывалась перенормировкой фурье-компонент поляризуемости: $\chi_{0,h}^{id}(n) = \chi_{0,h}^{id}(1 - P_n)$, где P_n – пористость в n -м слое.

Полученные на первом этапе анализа параметры слоев ПК являлись стартовым приближением для решения обратной задачи. Критерием правильности определения этих параметров являлось удовлетворительное согласие расчетных и экспериментальных КДО одновременно для отражений 111 и 333, представленных на рис. 5. На вставке показан профиль деформаций в слое. Толщина слоя ПК для образца Lps1 в результате подгонки равна 5.4 ± 0.1 мкм, пористость $P = 28\%$

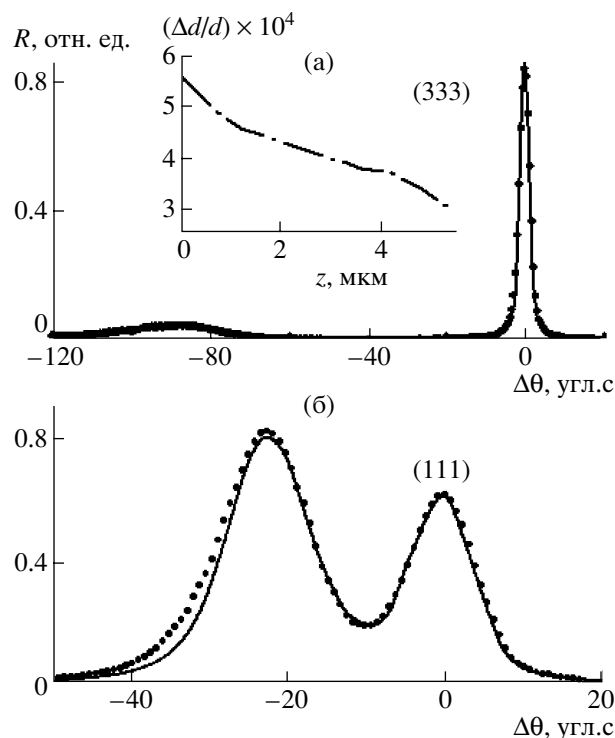


Рис. 5. Экспериментальные (точки) и теоретические (сплошные линии) КДО от образца Lps1 для отражений 333(а) и 111 (б). На вставке показан профиль деформаций в слое ПК толщиной $L = 5.4$ мкм при значениях $P = 0.28$, $f_S = 0.97$.

и $f_S = 0.97$. Меньшее значение величины толщины по сравнению с данными РЭМ и КДО (по абсорбции) возможно из-за малого градиента деформации на границе слой–подложка, заниженной величины пористости, ошибок эксперимента как КДО, так и РЭМ. Кроме этого, рентгендифракционные данные дают среднее значение толщины, а РЭМ – локальное.

Контроль за толщиной пористых слоев образцов осуществлялся методом растровой электронной микроскопии. Изображения образцов получены на микроскопе JEOL JSM 7401F при ускоряющем напряжении 5 кэВ. Результаты измерения толщин представлены в таблице. Примеры изображений поверхности и сколов для образцов Lps1, Lps3 и Lps5 показаны на рис. 6а, 6б и 6в соответственно. Видно, что только слой ПК с толщиной несколько микрон могут рассматриваться как однородные. С увеличением толщины слоя (рис. 6б) деформация по глубине может заметно меняться и не описываться простым профилем (как на вставке рис. 5). Возможно, что эта причина не позволила получить “гладкий” скол на рис. 6б. Изображение скола для более толстого слоя ПК (рис. 6в) не выявляет неоднородности.

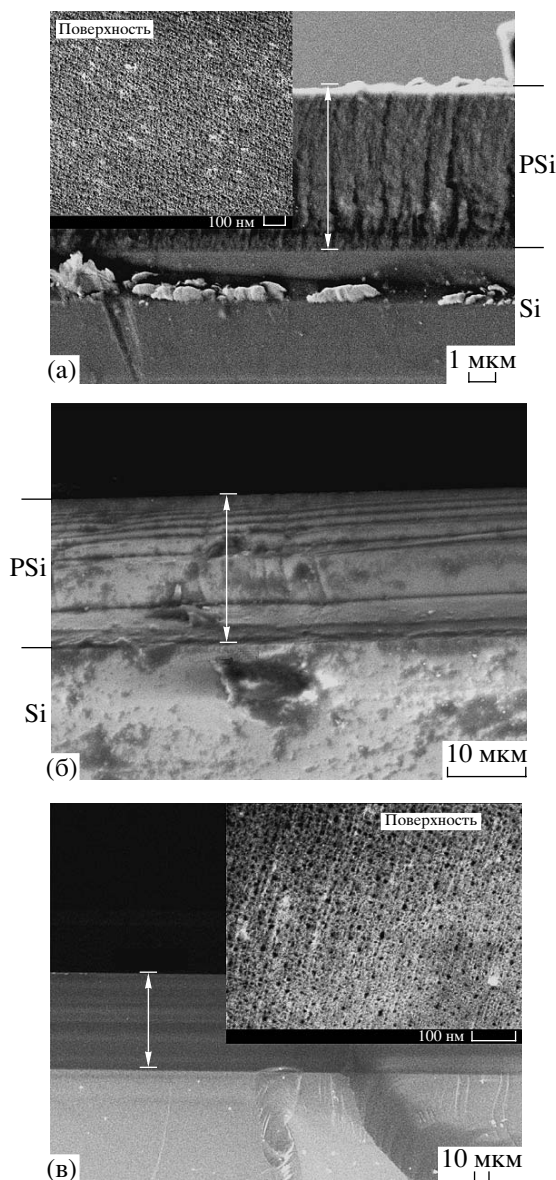


Рис. 6. РЭМ-изображения сколов слоев пористого кремния на подложке Si (111) образцов Lps1 (6.1 мкм) (а), Lps3 (18 мкм) (б) и Lps5 (66 мкм) (в). На вставках показаны фрагменты поверхности (111).

Анализ приведенных экспериментальных данных показывает, что метод абсорбции при анализе отражения 111 может быть использован для характеристики однородности и определения плотности (пористости) микронных слоев пористого кремния. При этом, в отличие от метода ПВО, изменение в морфологии приповерхностных подслоев при увеличении времени анодирования не влияет на получаемые результаты по пористости. Полученные значения толщин слоев для образцов Lps1–Lps4 хорошо совпадают с величинами, даваемыми методом РЭМ.

Несмотря на привлекательность использования отражения 333 для характеристики методами КДО и абсорбции толстых в десятки микрон слоев ПК видно (таблица), что удовлетворительное согласие для величин $L_{cl,m}$ и L_g наблюдается только для образца Lps1 и Lps6. Для всех остальных образцов оценка толщины оказывается существенно завышенной (~50%), а с учетом интегральной интенсивности ($L_{cl,\omega}$) – заниженной (~50%). Объяснением этому факту может служить то, что простая модель рассеяния отраженной интенсивности рентгеновского излучения от подложки в данном случае не применима и должна быть дополнена. Связано это, в первую очередь, с высокой чувствительностью к деформации при увеличении порядка отражения. Наиболее точные результаты могут быть получены при моделировании дифракционных кривых. Однако в случае толстых пористых слоев это не является простой задачей из-за вариаций параметров рассеяния и морфологии пор по глубине. На это же указывают результаты электронно-микроскопических исследований. Такие вариации могут быть следствием изменений в электрохимической реакции, связанных как с условиями транспорта электролита по порам к фронту электрохимического травления и удаления продуктов реакции, изменения состава электролита, так и перераспределения потенциалов в цепи “электролит – система пор + неравновесный электролит + продукты реакции – подложка”. Хотя уверенного заключения об изменении пористости из полученных РЭМ-изображений сделать нельзя, очевидно, что изменение морфологии пор (и оставшихся стенок материала) влияет также на рассеяние и ослабление рентгеновских лучей и на оценки толщин, получаемых из этих измерений, которые, по сути, являются интегральными вдоль поверхности.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, в работе на основе комплексных рентгенодифракционных и рефлектометрических исследований предложена абсорбционная методика контроля стационарности процесса анодирования при формировании слоев пористого кремния толщиной несколько десятков микрон и определения его пористости. Методика протестирована на примере пористых слоев 5–30 микронной толщины Si(111) (Sb) n^+ -типа проводимости, полученных при постоянном токе.

В рамках динамической теории рассеяния рентгеновских лучей развита модель дифракции от приповерхностных слоев с учетом зависимости фурье-компонент поляризуемости от пористости. Произведена подгонка дифракционных кривых отражений 111 и 333 для слоя ПК (толщина 5.4 мкм) и определены профиль деформации

ции по глубине, средняя пористость (28%) и статистический фактор Дебая–Валлера (0.97). Показано, что параметры слоев находятся в хорошем соответствии с данными метода растровой электронной микроскопии.

Необходимо отметить, что абсорбционная методика с использованием данных КДО на малых порядках отражения может быть применена для контроля стационарности процесса ЭХТ и однородности рентгенооптической плотности. Использование дифракции на высоких порядках отражения предпочтительнее для анализа величины деформации в слое ПК. Однако без специального анализа отраженной интенсивности использование методики может привести к неверному определению величины пористости.

Авторы выражают благодарность В.В. Артемову за помощь при получении электронно-микроскопических изображений.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 06-02-17249-а) и гранта поддержки ведущих научных школ (НШ-1955.2008.2), гранта Президиума РАН № 27.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Джеймс Р. Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей. М.: ИЛ, 1950. 572 с.
2. Каули Дж. Физика дифракции. М.: Мир, 1979. 431 с.
3. Ломов А.А., Караванский В.А., Васильев А.Л. // Кристаллография. 2008. Т. 53. № 5. С. 788.
4. Ломов А.А., Прохоров Д.Ю., Имамов Р.М. и др. // Кристаллография. 2006. V. 51. № 5. С. 49.
5. Sorokin L.M., Bogomolov V.N., Hutchison J.L. et al. // NanoStructured Materials. 1999. V. 12. № 5. P. 1081.
6. Angelescu A., Kleps I., Mihaela M. et al. // Rev. Adv. Mater. Sci. 2003. V. 5. P. 440.
7. Блохин М.А. Физика рентгеновских лучей. М.: ГИТТЛ, 1953. 455 с.
8. Goudeau P., Nandon A., Bomchil G., Herino R. // J. Appl. Phys. 1989. V. 66. № 2. P. 625.
9. Ратников В.В. // ФТТ. 1997. Т. 39. № 5. С. 958.
10. Palacio L., Pradanoc P., Calvo J.I. et al. // Thin Solid Films. 1999. V. 348. P. 22.
11. Lomov A.A., Bellet D., Dolino G. // Phys. Status. Solidi. B. 1995. V. 190. P. 219.
12. Buttard D., Bellet D., Dolino G. et al. // J. Appl. Phys. 1998. V. 83. № 11. P. 5814.
13. Бушнев В.А., Ломов А.А., Сутырин А.Г. // Кристаллография. 2002. Т. 47. № 4. С. 741.
14. Emel'yanov V.I., Eremin K.I., Starkov V.V. et al. // Laser Phys. 2003. V. 13. № 10. P. 1.
15. Сутырин А.Г., Бушнев В.А., Ломов А.А. // Изв. РАН. Сер. физ. 2004. Т. 68. № 4. С. 545.
16. Bellet D., Dolino G. // Phys. Rev. B. 1994. V. 50. P. 162.
17. Zhang X.G., Collins S.D., Smith R.L. // J. Electrochem. Soc. 1989. V. 136. № 5. P. 1561.
18. Ломов А.А., Осипов А.Ф., Сироченко В.П. // Завод. лаб. 1993. № 2. С. 41.
19. Колпаков А.В. Динамическая дифракция рентгеновских лучей. М.: МГУ, 1989. 141 с.