



СООБЩЕНИЯ  
ОБЪЕДИНЕННОГО  
ИНСТИТУТА  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

94-230

18-97-230

Л.Г.Заставенко, Л.П.Черненко, А.Г.Черненко

ПРЕДЕЛ ЛОКАЛИЗАЦИИ ФОТОНА,  
ИЛИ «К ВОПРОСУ ОБ ОТНОСИТЕЛЬНЫХ  
ИЗМЕРЕНИЯХ ТОЛЩИНЫ ПЛЕНКИ ТЕХНИКОЙ  
ЭМИССИИ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ»

1997

Светлой памяти Ю.М.Останевича посвящается...

Многие применения тонких пленок требуют контроля толщины по площади на равнотолщинность /1/ или/и на однородность состава /2/.

Одним из таких применений, важным с точки зрения измерения фундаментальных констант сверхпроводимости, является измерение рефлектометрией на поляризованных нейтронах /3/ магнитной глубины проникновения /4/ в тонкие пленки сверхпроводников /5-9/. Систематические ошибки определения абсолютных величин фундаментальной константы такой, как лондоновская глубина проникновения /4/, могут происходить из-за неизвестной неоднородности состава или/и неравномерности толщины (например, волнистости и/или микрошероховатости /10/, клиновидности) пленки исследуемого сверхпроводника.

Множество различных методов и приборов может быть использовано для контроля профиля толщины пленочного образца, из которых наиболее важными для нас являются неразрушающие. Одним, из относящихся к делу, является метод резерфордовского обратного рассеяния (РОР) /11/. Однако, когда энергия обратно рассеянной частицы мала настолько, что она не может выйти из анализируемой пленки, возможности метода РОР ограничиваются, несмотря на потенциальные простоту и перспективы совершенствования данного метода.

В данной статье мы рассмотрим некоторые возможности техники эмиссии рентгеновского излучения для оценки абсолютных величин точности относительного измерения профиля толщины "моноэлементной" пленки на примере пленки ниобия, взятой из набора образцов, использованных для калибровки метода нейтронной рефлектометрии /12/.

Пленка ниobia, нанесенная на кремниевую подложку стандартных для электронной промышленности размеров (диаметр и толщина около 76 мм и 0.5 мм соответственно)

методом электронно-лучевого испарения, по условиям приготовления имела неравномерность толщины типа "клина" (клиновидность), определявшуюся несимметричностью расположения подложки и источника ниobia при напылении образца.

По данным нейтронной рефлектометрии, полученным на фрагменте образца (прямоугольной формы, размером 49x28  $\text{мм}^2$ ), использованном в нейтронном опыте, при условии "освещения" нейtronами неопределенной зоны фрагмента (порядка 10% полной площади), толщина в среднем составила 265 нм и размах клина около 30 нм /12/. Неопределенность зоны возникала при упрощении держателя образца и при сохранении высокого углового разрешения рефлектометра за счет относительно высокой гибкости образца с искривлением зажатого в держателе. Кроме снижения скорости набора статистики в нейтронном эксперименте, последнее обстоятельство внесло некоторую систематику в приводимые ниже абсолютные оценки, которой в данной работе можно пренебречь.

Для эмиссии рентгеновского излучения были применены два прибора: растровый электронный микроскоп (РЭМ) марки JSM-840 с регистрацией вторичной эмиссии рентгеновского излучения детектором фирмы LINK-Systems и электростатический генератор (ЭГ-5) ОИЯИ с реализованным на нем методом характеристического рентгеновского излучения при протонном возбуждении /13/.

Было получено /1/, что условия обычного использования РЭМ и ЭГ-5 обеспечивают высокую абсолютную линейную точность относительных измерений толщины пленки по площади, которая соответствует чувствительности примененной техники к 1-3 монослоям вещества.

Для целей калибровки использовалась часть упомянутого фрагмента размером порядка 15 мм на 8 мм, на площади которого было проведено около нескольких десятков проб измерения спектров обоими приборами.

На рис.1 приведены два спектра рентгеновского излучения из серии измеренных обоими приборами, показывающие окно в интервале энергий рентгеновского излучения, в котором видны два гауссовоподобных пика излучения (левый - от кремния в подложке и правый - от ниobia в пленке). Статистика в пиках пропорциональна и обратно пропорциональна толщине пленки в точке зондирования, соответственно, для ниобиевого и кремниевого пиков. Для относительных измерений площади в пиках отнормированы на площадь одного из левых пиков с вычитанием квазипостоянной фоновой подложки под пиками. Статистика в обоих спектрах примерно одинаковая. Интегральная интенсивность в пиках согласно пуассоновской статистике определяет статистическую ошибку измерения. Ее абсолютная величина в переводе на линейные размеры толщины пленки, опираясь на нейтронные данные средней толщины пленки, 265 нм,

при относительной статистической ошибке порядка 1%, должна быть около 2.6 нм в однократном измерении. Легко понять, что несколько десятков измеренных спектров позволяют улучшить точность примерно в пять раз.

Таким образом, объявленная в /1/ абсолютная точность относительных измерений толщины пленки 0.5 нм - правильная. Следует только поправиться, что оценка для РЭМ, почти в три раза хуже /1/, произошла не из-за принципиальных причин, а из-за некоторых деталей проведенных измерений. К ним относится, в частности, нестабильность фокусировки РЭМ в период измерений.

Размах клина, 30 нм, по нейтронным данным и база между точками, в которых проводилась проба рентгеновских спектров, служат дополнительными исходными данными для проверки правильности как оценки абсолютной ошибки относительных измерений толщины техникой эмиссии рентгеновского излучения, так и состоятельности нетривиальной оценки размаха клина в нейтронном методе.

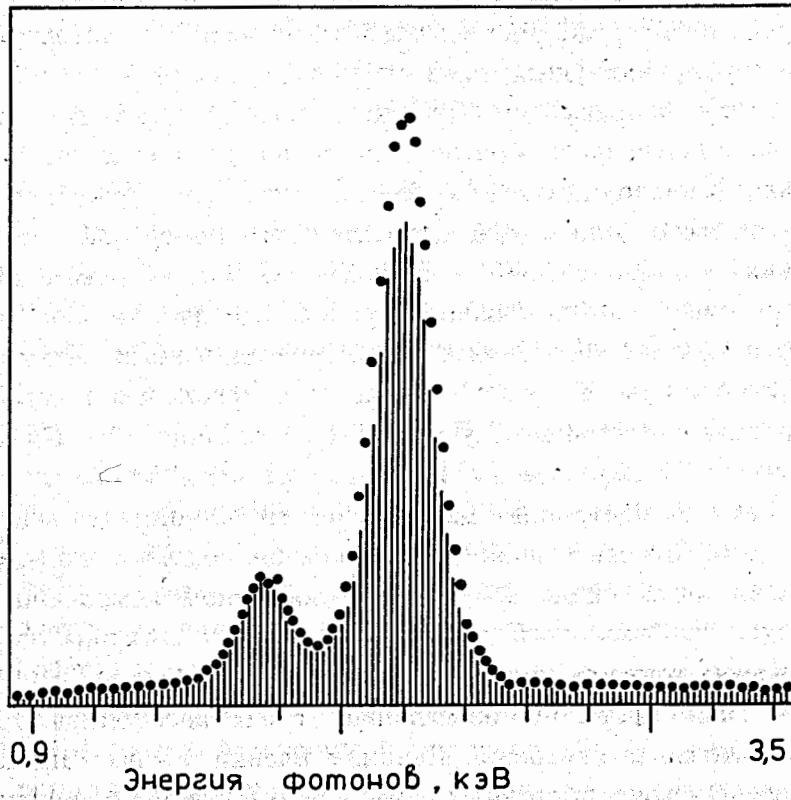


Рис.1. Спектры эмиссии рентгеновских фотонов РЭМ.

Работа по усовершенствованию обоих приборов может быть продолжена на равных обоснованиях до тех пор, пока не будет достигнут предел типа "предела Аббе" в каждом из приборов, определяемый также соотношением типа "соотношение неопределенности Гейзенberга". Данный предел назовем пределом локализации фотона. Считаем, что данное определение важно для современных методов изучения малых количеств вещества на поверхности твердого тела как в микромире (микроскопии), так и в макромире (космосе).

Может быть высказано возражение, что предел локализации достигается легко из-за конечности времени набора статистики. Однако это не так. Природа в этом отношении беспредельна, а все, что мы от нее получаем в качестве информации относится к "моменту определенности", когда объект исследования можно считать неизменным (Шеллинг, классическая немецкая философия).

В заключение работы один из авторов (Л.П.Ч.) приносит извинения European Microbeam Analysis Society за задержку информации о доказательной стороне вопроса, объявленного в абстракте на 4th EUROPEAN WORKSHOP, в котором он планировал участвовать и получил право от упомянутого ОБЩЕСТВА полной оплаты всех издержек на участие в мероприятии.

Признателены многочисленным коллегам и друзьям, вовлеченным в историю вопроса.

## ЛИТЕРАТУРА

1. L.P.Chernenko, A.P.Kobzev, V.A.Altyunov and O.L.Orelovich "FILM THICKNESS MEASUREMENTS BY THE X-RAY EMISSION TECHNIQUE" Труды XI Совещания по электростатическим ускорителям/Сборник докладов XI Совещания по электростатическим ускорителям (Обнинск, 27-30 ноября 1995 г) Обнинск 1996, 236c.

2. David G. Rickerby. "Low Voltage Field Emission SEM and Microanalysis of Multilayer Films". EUROPEAN MICROSCOPY AND ANALYSIS, JANUARY 1994 ISSUE 27 p. 9-11.

Ding Ze-jun and Wu Ziqin. "Monte Carlo calculation of x-ray depth profiles in Si substrate coated with films"; J.Phys.D:Appl.Phys.27(1994)387-392.  
Printed in the UK.

3. Д.А.Корнеев. "Рефлектометрия". Физическая энциклопедия т.4 (1995) стр.384.

4. В.Букkel. "СВЕРХПРОВОДИМОСТЬ. Основы и приложения". М.:Мир, 1977, гл.5, с.140-185.

5. С.В.Гапонов, Е.Б.Докукин, Д.А.Корнеев, Е.Б.Клюенков, В.Лебнер, В.В.Пасюк, А.В.Петренко, Х.Ржаны, Л.П.Черненко "Определение глубины проникновения магнитного поля в сверхпроводящую тонкую монокристаллическую пленку YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> методом отражения поляризованных нейтронов", Препринт ОИЯИ, Р3-89-1, Дубна, 1989, опубликовано в "Письма в ЖЭТФ", (1989)

6. A.Mansour, R.O.Hilleke, G.P.Felcher, R.B.Laibowitz, P.Chaudhair, S.S.Parkin, Physica B 156&157 (1989) p.867.

7. Д.А.Консев, Л.П.Черненко, А.В.Петренко, Н.И.Балалыкин, А.В.Скрипник. "Аномальное поведение диамагнитного профиля сверхпроводящего ниобия у границы с вакуумом" Письма в ЖЭТФ, т. 55, вып.11, с.653-656 (10 июня 1992 г.).

8. Huai Zhang, J.W.Lynn, C.F.Majkrzak, S.K.Satija, J.H.Kang, X.D.Wu "Measurements of magnetic screening length in superconducting Nb thin films by polarized neutron reflectometry", Private Communication (1995) published in Phys.Rev B.

9. В.В.Лаутер-Пасюк "Прямое измерение глубины проникновения магнитного поля в Nb и YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> сверхпроводящие пленки методом

рефлектометрии поляризованных нейтронов" устный доклад на Национальной конференции по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования материалов, Дубна, 1997 г., 25-29 мая.

10. Л.А.Смирнов, Т.Д.Сотникова, Ю.И.Коган. "Диффузное рассеяние при полном внешнем отражении рентгеновских лучей от шероховатой поверхности" Оптика и Спектроскопия, 1985, т. 58, вып.2, с. 400-405.

11. W.K.Chu, J.W.Mayer and M.-A.Nicolet, "Backscattering Spectrometry" Academic Press, New York (1978).

12. L.P.Chernenko, D.A.Korneev, A.V.Petrenko, N.I.Balalykin, A.V.Skripnik "Measurement of magnetic field penetration depth in niobium polycrystalline films by polarized neutron reflection method" preprint JINR, E3-91-330, Dubna 1991, p. 1-4, Submitted to the Proc. of the Int. Intern. Conf. on Surf. X-ray and Neutron Scattering, Bad Honnef, Germany, (1991) June 25-28.

13. С.М.Блохин, А.А.Власов, А.П.Кобзев, Д.М.Широков "Рентгеноспектральное определение толщины пленочных материалов при протонном возбуждении". Сообщение ОИЯИ, Р14-91-458, Дубна, 1991.