

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЛЩИН ОТДЕЛЬНЫХ СЛОЕВ МНОГОСЛОЙНОЙ ТОНКОЙ ПЛЕНКИ С ПОМОЩЬЮ ПОЛНОГО ВНЕШНЕГО И ЗЕРКАЛЬНОГО ОТРАЖЕНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

П. А. БЕЗИРГАНЯН, М. А. ЦЕРУНЯН, Я. М. ПОГОСЯН,
Г. О. ШИРИНЯН

Описана методика определения толщины отдельных слоев многослойных тонких металлических пленок. С помощью полного внешнего и зеркального отражений рентгеновых лучей получена дифракционная картина: чередование интерференционных максимумов и минимумов. Измерив расстояние между этими максимумами, определены толщины слоев двухслойной пленки без разрушения образца. Методика позволяет оценить толщину пленки с точностью 0,5%.

Как известно, одним из важных вопросов физики тонких пленок является точное определение их толщин. Среди многочисленных методов определения толщин тонких пленок рентгеновский метод занимает особое место. Этот метод имеет высокую точность и дает возможность определить толщину пленки без ее порчи и разрушения.

Согласно уравнениям Френеля при идеальной поверхности раздела между двумя средами с различными коэффициентами преломления, во всех углах падения вне области полного внутреннего (внешнего) отражения часть энергии падающей волны зеркально отражается, а часть переходит во вторую среду. Однако от реальных поверхностей раздела из-за шероховатости при больших углах падения зеркального отражения не происходит и наблюдается только диффузное рассеяние [1—3].

Максимальный угол скольжения φ_3 зеркального отражения (граничный угол правильного отражения [4]) определяется соотношением

$$\sin \varphi_3 = \frac{\lambda}{16h}, \quad (1)$$

где λ — длина падающей волны,

h — средняя величина расстояния между возвышениями и впадинами шероховатости поверхности раздела.

Как видно из (1), угловая область зеркального отражения (область углов скольжения зеркального отражения простирается от нуля до φ_3) тем меньше, чем больше степень шероховатости поверхности раздела и чем меньше длина падающей волны. Последним и объясняется чрезвычайная малость угловой области зеркального отражения рентгеновых лучей.

Но так как для рентгеновых лучей достаточно мала и угловая область полного внешнего отражения, поэтому обычно для этих лучей

предельный угол скольжения зеркального отражения больше, чем предельный угол скольжения полного внешнего отражения.

В случае, когда подложка нанесена только одним слоем пленки, в пределах углов от граничного угла скольжения полного внешнего отражения до граничного угла скольжения зеркального отражения, часть падающей энергии отражается от передней поверхности пленки, а часть входит в пленку и отражается от передней поверхности подложки. Между этими двумя отраженными волнами происходит интерференция — возникают дифракционные максимумы и минимумы. Как раз эта дифракционная картина используется для определения толщины пленок [4]. Вопрос определения толщины отдельных слоев пленки осложняется, когда пленка состоит из нескольких слоев. Рентгеновскими методами определение толщин отдельных слоев многослойных пленок можно делать только в ходе нанесения отдельных слоев, что связано с большими трудностями, а иногда с разрушением и приведением в негодность пленки для дальнейшего использования. А рентгеновский метод определения толщин разработан только для однослойных пленок.

В настоящей работе описывается рентгеновский метод определения толщин отдельных слоев многослойной пленки, разработанный авторами.

Допустим, необходимо определить толщины отдельных слоев тонкой пленки, состоящей из двух слоев (рис. 1). Пусть коэффициенты преломления этих слоев значительно отличаются друг от друга (здесь имеются в виду коэффициенты преломления для рентгеновых лучей). В рассматриваемом случае ($n_2 > n_1$) предельный угол скольжения полного внешнего отражения от второго слоя больше, чем от первого слоя. Действительно, так как $n_1 = 1 - \delta_1$ и $n_2 = 1 - \delta_2$, следовательно, при $n_2 > n_1$ имеем $\delta_1 > \delta_2$ и $\varphi_1 = \sqrt{2\delta_1} > \varphi_2 = \sqrt{2\delta_2}$.

Однако, так как в рассматриваемом случае первый слой граничит

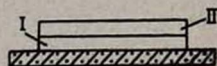


Рис. 1. Схематическое изображение двухслойной пленки Cu и Al.

не с воздухом, а со вторым слоем, то относительный коэффициент преломления первого слоя будет

$$n_{12} = \frac{n_1}{n_2} = \frac{1 - \delta_1}{1 - \delta_2} \approx (1 - \delta_1)(1 + \delta_2) \approx 1 - (\delta_1 - \delta_2),$$

откуда для предельного угла скольжения полного внешнего отражения первого слоя получим

$$\varphi_1 = \sqrt{2\delta_1 - \delta_2}.$$

Как видно из последнего, угловая область полного внешнего отражения первого слоя из-за наличия второго слоя несколько сужается и при $\delta_1 \leq \delta_2$ полного внешнего отражения от этого слоя не происходит (чем ближе δ_2 к δ_1 , тем меньше φ_1).

Теперь перейдем к исследованию интенсивности отражения рентгеновского монохроматического излучения от вышеуказанной двухслойной пленки. Начиная со скользкого падения лучей по мере увеличения угла скольжения до предельного угла скольжения полного внешнего отражения второго слоя, т. е. до угла $\varphi_2 = \sqrt{2\delta_2}$, происходит полное внешнее отражение от второго слоя (в этих угловых пределах излучение не входит в первый слой). В пределах углов от предельного угла скольжения полного внешнего отражения второго слоя до предельного угла скольжения зеркального отражения этого же слоя часть энергии падающего излучения отражается от первого слоя, а часть входит во вторую среду и отражается от первой среды. В этой области углов происходит интерференция между волнами, отраженными от первой и второй среды. Расстояния между интерференционными максимумами и минимумами в этих угловых пределах обусловлены толщиной второго слоя и связаны с углами скольжения следующими уравнениями:

$$2n_2d_2 \sin \varphi_2 = m_2 \lambda \text{ максимумы,}$$

$$2n_2d_2 \sin \varphi_2 = \left(2m_2 + 1\right) \frac{\lambda}{2} \text{ минимумы,} \quad (2)$$

где d_2 — толщина второго слоя,
 m_2 — целое число.

Здесь необходимо отметить, что так как $\delta_1 > \delta_2$, то часть энергии, проходящей через второй слой, полностью отражается от первого слоя (полное внешнее отражение). В области углов от предельного угла скольжения полного внешнего отражения первого слоя до предельного угла скольжения зеркального отражения часть падающей энергии отражается от поверхности первого слоя, а часть от подложки. Между этими отраженными волнами происходит интерференция. В последнем случае расстояния между образующимися максимумами и минимумами обусловлены толщиной первого слоя:

$$2n_1d_1 \sin \varphi_1 = m_1 \lambda \text{ — максимумы,}$$

$$2n_1d_1 \sin \varphi_1 = (2m_1 + 1) \frac{\lambda}{2} \text{ — минимумы,} \quad (3)$$

где d_1 — толщина первого слоя,

m_1 — целое число, порядок максимумов и минимумов.

Согласно (1), на первый взгляд казалось бы, что угловая область зеркального отражения всех слоев и подложки при одинаковых шероховатостях одинакова и зависит от длины монохроматического излучения. Однако надо иметь в виду, что второй слой граничит с воздухом ($n=1$), первый слой со вторым слоем ($n_2 < 1$), а подложка с первым слоем ($n_1 < n_2$). Поэтому в рассматриваемом случае предельный угол зеркального отражения второго слоя можно определить выражением (1), для первого слоя это выражение необходимо несколько видоизменить. Учет указанного обстоятельства для предельного угла зеркального отражения приводит к следующему выражению:

$$\sin \varphi_3 = \frac{\lambda}{16h(n_2 - \delta_2 \operatorname{ctg}^2 \varphi)} \quad (4)$$

Как видно из (4), угловая область зеркального отражения первого слоя значительно больше второго.

Действительно, несмотря на то, что δ_2 малая величина ($\delta_2 \sim 10^{-5} \sim 10^{-6}$), но в этих угловых пределах ($\varphi \sim 1'$) величина $\operatorname{ctg}^2 \varphi \sim 10^5$, поэтому $\delta_2 \operatorname{ctg}^2 \varphi \sim 1$, и знаменатель правой части (4) значительно уменьшается, а φ_3 увеличивается.

Этим объясняется то обстоятельство, что с увеличением угла скольжения сначала появляется дифракционная картина, обусловленная вторым слоем, а потом появляется картина, обусловленная первым слоем, интерференции между волнами, отраженными от первого и второго слоев, не наблюдается (см. ниже).

Описание эксперимента и обсуждение результатов

Для исследования были изготовлены двухслойные пленки вакуумным испарением. На стеклянной подложке сначала была нанесена медь, а потом алюминий. Для контрольных исследований были изготовлены и однослойные пленки меди и алюминия на стеклянной подложке. Исследование проводилось с монохроматическим излучением $\text{CuK}\alpha$ ионизационным и фотографическим методами. Исследования были проведены на дифрактометрах УРС-50 ИМ и ДРОН-1. Как от двухслойной пленки (Cu—Al), так и от однослойных пленок (компонентов Cu и Al) были получены диаграммы—записи регистрации ионизацией и рентгенограммы фоторегистрации. На рис. 2—4 приведены рентгенограммы, полученные от однослойных пленок Al (рис. 2) и Cu (рис. 3) и от двухслойной пленки Cu—Al (рис. 4). Рентгенограмма



Рис. 2. Интерференционная картина, полученная от алюминиевой пленки.



Рис. 3. Интерференционная картина, полученная от медной пленки.

приведенная на рис. 4, показывает, что дифракционные максимумы, обусловленные толщиной алюминиевого слоя двухслойной пленки, получились под углом скольжения от $16,5'$ до $22,5'$, а максимумы, обус-

ловленные толщиной медного слоя этой пленки, получились под углами скольжения от $26,5'$ до $43,6'$.

Контрольные рентгенограммы, полученные от однослойных пленок алюминия и меди (рис. 2—3), показывают, что, действительно,



Рис. 4. Интерференционная картина, полученная от двухслойной пленки Cu и Al.

дифракционные максимумы, полученные в углах $16'39''$ — $22'31''$ (рис. 2), обусловлены слоем алюминия двухслойной пленки, а максимумы, полученные в углах $26'11''$ — $43'40''$ (рис. 3), обусловлены слоем меди этой же пленки.

Контроль измеренной толщины осуществляется с помощью оптической многолучевой интерференции [6—8] с того же участка образца. С помощью специального устройства двухслойные образцы были получены с резкими краями, смещенными друг относительно друга, а после измерения толщины рентгеновским методом вся поверхность покрывалась непрозрачным слоем серебра и измерялись высоты двух ступенек, соответствующих толщинам слоев Al и Cu.

Оказалось, что результаты измерений оптическими и рентгеновскими методами мало отличаются.

Результаты рентгеновских измерений приведены в таблице.

№ образца	Слой	Толщина в Å
1	медный	431
1	алюминиевый	585
2	медный	424
2	алюминиевый	572
3	медный	420
3	алюминиевый	578

На рис. 4 приведены только рентгенограммы, полученные от первого образца двухслойной пленки. Углы дифракционных максимумов определены с точностью $6''$, которой соответствует точность определения толщины пленок до $0,6\%$.

Из полученных результатов можно сделать следующие выводы:

1) Разработана методика для определения толщины отдельных слоев многослойной пленки без ее разрушения.

2) Точность методики, главным образом, зависит от резкости дифракционных максимумов и от точности определения их угловых размеров.

3) При достаточно резких дифракционных максимумах с помощью дифрактометра ДРОН-1 можно добиться точности определения толщины пленок до $0,3\%$.

4) С дальнейшим увеличением точности определения углов дифракции можно повысить и точность определения толщины пленки; при определении углов с точностью $\pm 5 \cdot 10^{-6}$ радиан, толщину пленки можно определить с точностью $0,1\%$.

Երևանский государственный университет,
Институт физ. исследований АН АрмССР

Поступила 8.XII.1969

Լ Ի Թ Ե Դ Ա Ր Ա

1. *Wien-Harms*, Handb. d. Exp. Phys., 18, S. 285, Leipzig, 1928.
2. *W. Feussner*, Winkelmann, Hdb. d. Phys., 11. Aufl., Bd VI, 1906, S. 956 ff.
3. *W. Feussner*, Sitzges. Ber. d. Ges. z. Bef. d. Nat.-Wiss. Marburg, 1903, S. 76.
4. *С. Метфесель*, Тонкие пленки, их изготовление и измерение. Госэнергоиздат, М.—Л., 1963.
5. Hdb. d. Phys. Bd XX, S. 13, Berlin, 1933.
6. *И. Н. Шкляревский*, Оптика и спектр., 5, 617 (1958).
7. *Я. М. Полюсян*, Изв. АН АрмССР, 16, 131 (1963).
8. *Я. М. Полюсян, П. А. Безирганян, Т. А. Полюсян*, Оптика и спектроскопия, 4, 613 (1969).

ՄԵՏԱՂԱԿԱՆ ԲԱԶՄԱՇԵՐՏ ԲԱՐԱԿ ԹԱՂԱՆԹԻ ԱՌԱՆՁԻՆ ՇԵՐՏԵՐԻ
ՀԱՍՏՈՒԹՅԱՆ ՈՐՈՇՈՒՄԸ ՌԵՆՏԳԵՆՅԱՆ ՃԱՌԱԳԱՅԹՆԵՐԻ ԼՐԻՎ ՆԵՐՔԻՆ ԵՎ
ՀԱՅԵԼԱՅԻՆ ԱՆԴՐԱԳԱՐՁՄԱՆ ՄԻՋՈՑՈՎ

Պ. Հ. ԲԵԶԻՐԳԱՆՅԱՆ, Մ. Հ. ՄԵՐՈՒՆՅԱՆ, ՅԱ. Մ. ՊՈԴՂՈՍՅԱՆ, Գ. Հ. ՇԻՐԻՆՅԱՆ

Նկարագրված է բազմաշերտ մետաղական բարակ թաղանթների առանձին շերտերի հաստության որոշման մեթոդիկան: Ռենտգենյան ճառագայթների լրիվ արտաքին և հայելային անդրադարձման միջոցով ստացված են դիֆրակցիոն պատկերներ՝ ինտերֆերենցիոն մաքսիմումների և մինիմումների հաջորդականություն: Չափելով այդ մաքսիմումների միջև եղած հեռավորությունը առանց թաղանթի բայթայման որոշված է երկշերտ մետաղական թաղանթի առանձին շերտերի հաստությունը:

Տվյալ մեթոդով կարելի է որոշել թաղանթի հաստությունը $0,5\%$ -ի ճշտությամբ:

DETERMINATION OF THICKNESS OF LAYERS OF A POLYLAYER THIN FILM BY THE METHOD OF COMPLETE EXTERIOR AND MIRROR REFLECTION OF X-RAYS

P. H. BEZIRGANIAN, M. A. TSERUNIAN, Y. M. POGHOSSIAN,
G. SHIRINIAN

A method of determination of thickness of different layers of a polylayer thin metallic film is presented. An X-ray diffraction pattern is obtained by complete exterior and mirror reflection. By measuring the distance between the interference maxima the thickness of the layers of a double layer film is determined, without destructing the specimen. By the proposed method the thickness may be determined with an error of not more than 0.5% .