

**АППАРАТУРНЫЕ И МЕТОДИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ
СТРУКТУРНО-ЧУВСТВИТЕЛЬНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ
ПОВЕРХНОСТИ КОНДЕНСИРОВАННЫХ СРЕД И НАНОСТРУКТУР
С ПОМОЩЬЮ СТОЯЧИХ РЕНТГЕНОВСКИХ ВОЛН
(ЧАСТЬ 1)**

Рассмотрены современные проблемы развития структурно чувствительной диагностики поверхности твердых тел под действием рентгеновского зонда в режиме стоячих волн, дан обзорный анализ базовых идей, лежащих в основе этого метода, описана техника стоячих рентгеновских волн, в том числе дифракционный рентгеновский фотоэлектронный спектрометр. Предлагаются новые методики исследования полупроводниковых состояний, включая аспекты предпороговых возбуждений, сопровождающихся электронной эмиссией под действием непрерывного резонансного комбинационного рассеяния.

структурно-чувствительная спектроскопия, стоячие рентгеновские волны), ион, электрон, вакуум, эмиссия, атомные частицы, рентгеновская дифрактометрия, синхротронный источник, оже-электроны.

Экспериментальное изучение (диагностика) структуры поверхности, приповерхностных слоев и границ раздела кристаллов методом, основанным на энергодисперсионных измерениях фото- и оже-электронов, возбуждаемых в кристалле стоячей рентгеновской волной (СРВ), получило название селективного по глубине метода СРВ [10].

Развитие этого метода во многом стимулируется прогрессом микроэлектроники, поскольку параметры и долговечность приборов в значительной степени определяются состоянием кристаллической структуры поверхности и приповерхностных слоев материалов, используемых для их производства.

По сравнению с существующими методами анализа структуры селективный по глубине метод СРВ является одним из самых поверхностно-чувствительных методов структурной диагностики.

По способу формирования стоячей рентгеновской волны можно указать, по крайней мере, два пути выполнения условия реализации селективного по глубине метода СРВ. Первый путь, как показано в обзоре [10], связан с созданием интерференционного поля стоячей волны с помощью рентгеновского интерферометра в пространстве исследуемого образца. В этом случае появляется возможность исследовать не только монокристаллические объекты и различные структуры на их поверхности, но и аморфные состояния твердых тел, включая материалы с нарушенной структурой, в которых невозможна динамическая дифракция рентгеновских лучей.

Однако для применения рентгеновского интерферометра, а именно первых двух блоков трехблочного интерферометра по схеме Лауэ, при аппаратурной

реализации этого способа (в интерференционном рентгеновском фотоэлектронном спектрометре – ИРФЭС) должна быть решена сложная задача взаимной пространственной юстировки, перемещения исследуемого образца и стоячей волны с точностью не хуже $0,001\text{--}0,01$ нм. Такая точность позиционирования реализована в настоящее время в сканирующем туннельном микроскопе (СТМ) на базе применения пьезокерамики.

Кроме того, для обеспечения энергодисперсионных измерений зависимостей электронного выхода от скорости перемещения стоячей рентгеновской волны с энергетическим разрешением 2–3 % исследуемый объект необходимо поместить в электронный спектрометр с высоковакуумной камерой. В ней, помимо образца, должны быть размещены пьезогониометр, электростатический дисперсионный электронный анализатор, средства поверхностной очистки образца от случайных, технологических загрязнений и абсорбированных слоев (в положениях образца, необходимых для проведения измерений).

Помимо указанных составляющих, спектрометр должен включать в себя загрузочно-шлюзовое устройство, системы обеспечения вакуума, включая дифференциальную откачку, если для очистки поверхности применяется ионная пушка с натекателем. В дополнении к этому комплекс включает в себя, конечно же, систему регистрации аналитического сигнала, управления и питания (элементно-конструктивная база такого спектрометра частично разрабатывалась для дифракционного рентгеновского фотоэлектронного спектрометра (ДРФЭС) и будет рассмотрена далее).

Разработки систем позиционирования в СТМ достигли высокого уровня, что позволяет надеяться на возвращение к программе создания и развития ИРФЭС. Однако, несмотря на особые перспективы метода СРВ, развитие получила схема многокристального рентгеновского спектрометра [9; 14]. В этом методе стоячая рентгеновская волна создается в самом исследуемом кристалле, на который направляется плоская волна при обеспечении в нем дифракционных условий. В данном случае перемещение стоячей волны относительно атомов кристалла с точностью смещения $0,001\text{--}0,01$ нм достигается вращением образца вблизи максимума отражения с точностью $0,1$ угл. с, что не требует сверхвысокоточных устройств перемещений, таких, как при рентгеновской интерферометрии.

Тем не менее, как показано в работе [10], аппаратная реализация этого варианта также представляет собой сложную задачу. В спектрометре селективного по глубине метода СРВ должны обеспечиваться энергодисперсионные измерения фото- и оже-эмиссии, возбуждаемые этой волной. В одном и том же приборе необходимо совместить высокую точность угловых перемещений ($0,1$ угл. с), требуемую для позиционирования кристалла в отражающем положении, и смещение его в области полного отражения рентгеновского излучения ($10\text{--}100$ угл. с). Кроме того, необходимо обеспечить формирование плоской рентгеновской волны с параметрами угловой расходимости $0,1\text{--}0,04$ угл. с (присущих рентгенодифракционному эксперименту), и одновременно создать условия для энергоанализа электронов с энер-

гетическим разрешением примерно 2 %, получение чистой поверхности исследуемого образца в сверхвысоком вакууме (10^{-5} – 10^{-8} Па) электронного спектрометра.

К тому же такой способ аппаратурной реализации осложнен тем, что повышение энергетического разрешения энергодисперсионных измерений эмиссии фото- и оже-электронов с уменьшением толщины анализируемого слоя приводит к резкому уменьшению регистрируемого сигнала.

Полностью решает эту проблему измерения слабого сигнала, формируемого очень тонким слоем, создание и применение специальных систем длительного накопления аналитического сигнала. Существуют и другие пути решения этого вопроса, а именно применение высокоинтенсивного зонда от синхротронных источников, мощных рентгеновских трубок с вращающимся анодом, а также анализатора электронов в сочетании с координатным детектором. При этом появляется возможность значительно уменьшить время измерения и повысить чувствительность спектрометра.

Регистрация угловых зависимостей выхода фотоэлектронов с различными потерями энергии в условиях динамической дифракции рентгеновских лучей позволяет получить информацию о структуре слоев, находящихся на различной глубине (определить полный профиль распределения деформации по глубине нарушенного слоя), а при выделении линии нулевых потерь электронов – данные о структуре поверхности кристалла [10].

Известно несколько экспериментальных установок, позволяющих проводить энергодисперсионные измерения фотоэмиссии электронов в условиях дифракции рентгеновских лучей [1; 9; 13; 14]. Эти установки селективного по глубине метода СРВ обеспечивают выполнение одной из важнейших характеристик диагностики – требование неразрушающего послойного анализа структуры приповерхностных слоев кристаллов.

Три из них разработаны на базе серийно выпускаемого трехкристального рентгеновского спектрометра (ТРС) [7]. Для проведения энергоанализа электронов в этих установках [1; 9; 13] использовались газовый пропорциональный проточный счетчик [13] или низковакуумные камеры с давлением остаточных газов $\sim 10^{-3}$ Па в сочетании с электростатическим анализатором типа цилиндрического зеркала [1] или магнитным (соленоидальным) анализатором [9] с разрешениями по энергиям электронов соответственно 16–20 %, 4 %, 3 %. Хотя эти приборы в силу конструктивных особенностей базового ТРС [7] и послужили основой для создания нового направления – селективной по глубине техники СРВ, в спектрометрах не удалось достичь необходимых условий диагностики структуры поверхности кристаллов.

Путь, решающий эту проблему, состоял в создании принципиально нового по сравнению с ТРС [7] вакуумного ДРФЭС.

Разработанный в Японии вакуумный рентгеновский спектрометр, оснащенный 127-градусным цилиндрическим анализатором с разрешением 1,5 %, позволил впервые осуществить энергодисперсионные измерения фото- и оже-электронов, возбуждаемых СРВ в условиях высокого вакуума ($\sim 10^{-6}$ Па) [14]. Однако данный вариант реализации СРВ не получил широкого распространения

для изучения структуры поверхности и нарушенных приповерхностных слоев кристаллов. Этот факт можно объяснить, по всей видимости, отсутствием в спектрометре системы накопления данных, средств подготовки и очистки поверхности и чрезмерной насыщенности вакуумного объема рабочей камеры прецизионными гониометрическими устройствами.

Для диагностики структуры поверхности, приповерхностных слоев и границ раздела кристаллов селективным по глубине методом СРВ было предложено несколько модификаций ДРФЭС [2; 3; 5; 6; 8; 11; 12].

Первый прибор [2; 8], как и предыдущий – японский, был оснащен 127-градусным цилиндрическим дефлектором, который в силу своих конструктивных особенностей, обеспечивал достаточно широкий диапазон углов дифракции ($2\theta = 12^\circ - 100^\circ$) [2], но из-за низкой светосилы ограничивал чувствительность спектрометра. Поэтому в ходе выполнения работ по повышению чувствительности ДРФЭС был разработан специальный анализатор энергии электронов повышенной светосилы типа электростатического сферического зеркала с идеальной угловой фокусировкой [4].

В настоящей работе нами дается более подробное описание спектрометра, чем в статьях [2; 8], где были представлены общий вид и упрощенная схема ДРФЭС. Описание включает в себя принципиально важные его компоненты с указанием их характеристик и особенностей эксплуатации. Кроме этого, будут рассмотрены новые направления развития техники СРВ.

Дифракционный рентгеновский фотоэлектронный спектрометр

В таблице 1 приведены основные технические характеристики и возможности ДРФЭС (рис. 1).

В спектрометре использована трехкристальная схема дифракции. Первый и второй кристаллы-монохроматоры установлены на параллельных направляющих и вынесены за пределы вакуумного объема рабочей камеры, где расположены исследуемый кристалл и анализатор энергии электронов, кинематически жестко связанные друг с другом. Источник излучения, первый и второй гониометры с кристаллами-монохроматорами могут перемещаться по направляющим, а третий гониометр с исследуемым кристаллом неподвижно закреплен в камере. Ось третьего гониометра совпадает с осью камеры [11; 12].

Таблица 1

Основные технические характеристики
дифракционного рентгеновского фотоэлектронного спектрометра

<i>№ п/п</i>	<i>Наименование</i>	<i>Значение</i>
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
1.	Метод съемки	экваториальный

2.	Рентгенооптическая схема	двух-, трехкристальная схема последовательной симметрично-асимметричной брэгговской дифракции, осуществляемая на отдельных кристаллах
3.	Рентгеновская трубка	БСВ-27
4.	Источник питания рентгеновской трубки: – тип – выходная мощность, <i>кВт</i> – стабильность по току и напряжению за 12 часов (не более) непрерывной работы, %	ПУР5/50 (или ИРИС 0-3) 5 0,1
5.	Диапазон устанавливаемых углов дифракции кристаллов-монокроматоров, <i>град.</i>	12–80
6.	Угловая расходимость рентгеновского пучка, формируемого кристаллами-монокроматорами, <i>угл. с</i>	0,04–0,1
7.	Спектральное разрешение при монохроматизации, <i>нм</i>	$10^{-4} \div 10^{-3}$
8.	Вращение образца вокруг вертикальной оси гониометра	установочное, рабочее
9.	Установочное вращение: – управление – диапазон, <i>град.</i>	ручное 0–360
10.	Рабочее вращение: – управление – диапазон, <i>угл. мин</i> – минимальный шаг, <i>угл. с</i> – скорость, <i>угл. с/мин</i>	автоматическое 0–10 0,1 0–240
11.	Наклон образца: – управление – диапазон, <i>град.</i> – плавность хода, <i>угл. с</i>	ручное -3 – +3 15
12.	Линейное перемещение образца в горизонтальной плоскости: – управление – диапазон, <i>мм</i> – плавность хода, <i>мм</i>	ручное -10 – +10 0,01
13	Диапазон устанавливаемых углов дифракции 2θ , <i>град.</i>	12–100
<i>Окончание таблицы</i>		
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>

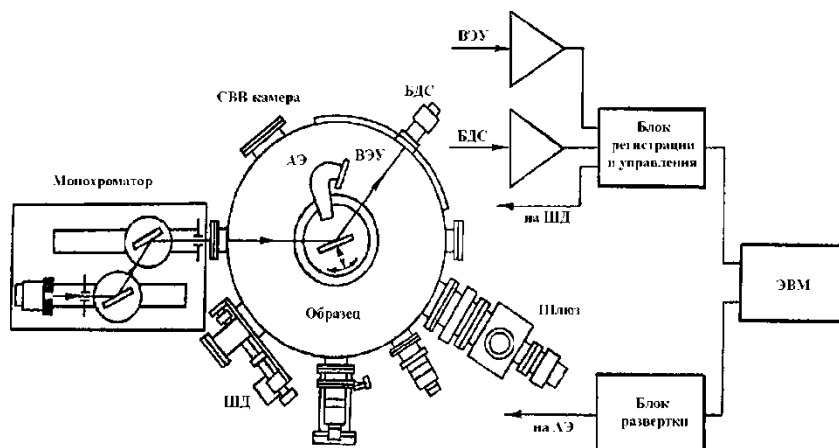
14.	Анализатор энергии электронов: – тип – режим работы – диапазон энергий, <i>кэВ</i> – относительное энергетическое разрешение, % – светосила, %	электростатическое сферическое зеркало с идеальной угловой фокусировкой, постоянное относительное энергетическое разрешение 0–10 3 5
15.	Детектор рентгеновского излучения*	БДС-6 или ВЭУ-7
16.	Детектор электронов	ВЭУ-7, ВЭУ-6
17.	Остаточное давление в рабочей камере, <i>Па</i>	$10^{-6} \div 10^{-8}$
18.	Вычислительная техника: – ЭВМ – память – терминалы	дисплей, графопостроитель
19.	Математическое обеспечение	Программы управления спектрометром и обработки данных

* Регистрация рентгеновского излучения возможна без охлаждения полупроводниковым детектором, устанавливаемым внутрь вакуумной камеры.

а)



б)



в)

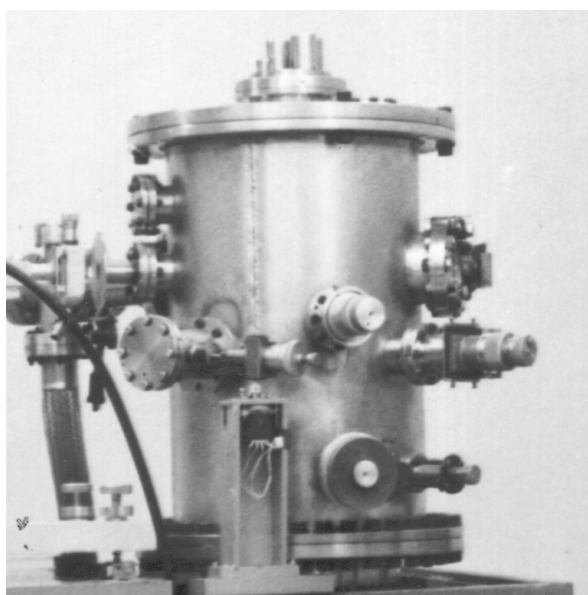


Рис. 1. Дифракционный рентгеновский фотоэлектронный спектрометр (а), функциональная схема спектрометра (б), внешний вид рабочей камеры с юстировочными механизмами (в)

Для передачи движений образцу и управления гониометром на боковой поверхности камеры установлено пять механизмов ввода движений с деформируемыми уплотнительными элементами. Камера (рис. 1б) снабжена бериллиевыми окнами для ввода-вывода рентгеновского излучения и ионной пушкой с дифференциальной откачкой для очистки поверхности образца (рис. 2).

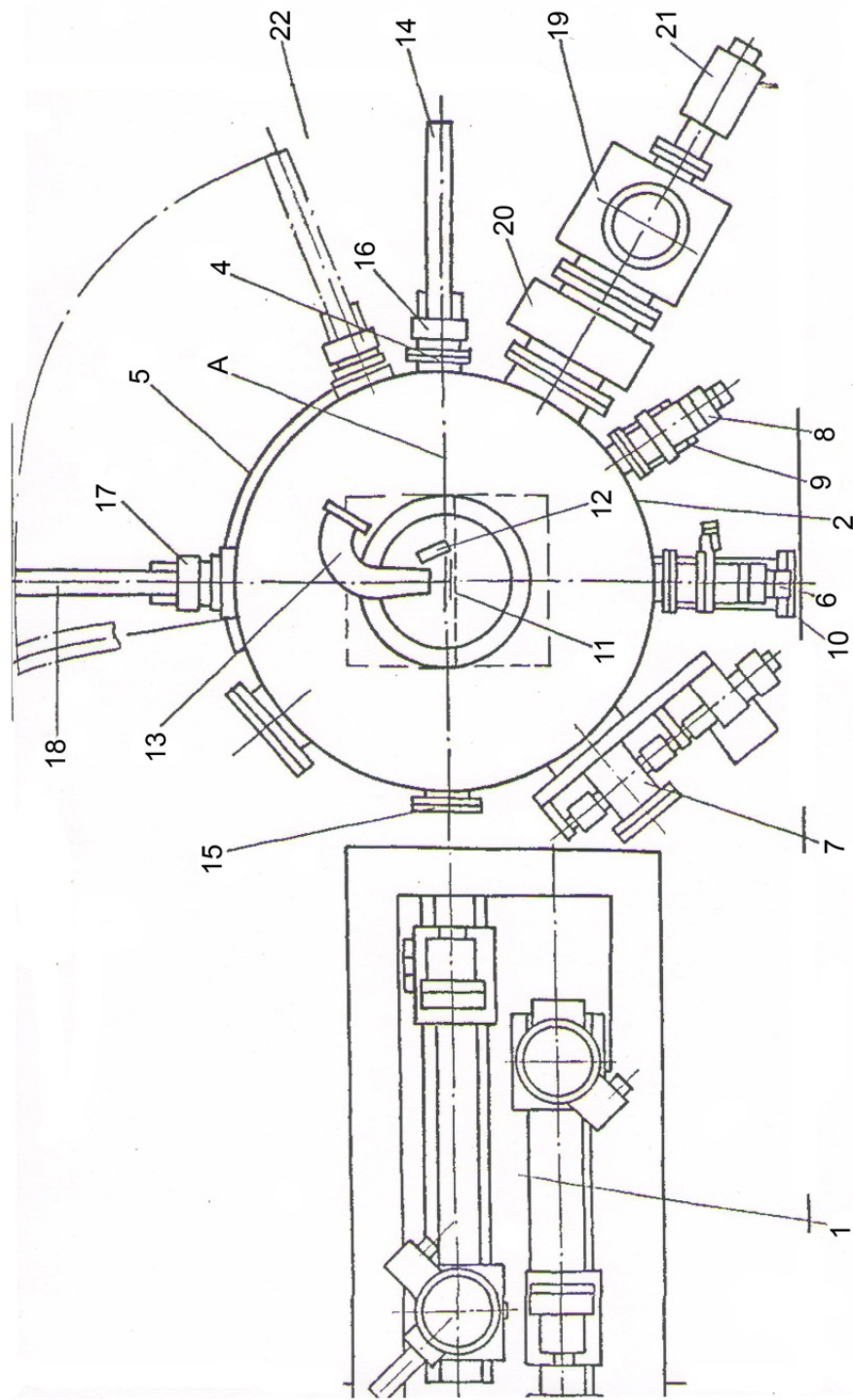


Рис. 2. Электронный спектрометр ДРФЭС (вид сверху)

Последовательно устанавливая в отражающее положение первый и второй кристаллы-монокроматоры, можно направить рентгеновский пучок на третий исследуемый кристалл, который поворачивается в области полного отражения рентгеновского излучения с высокой угловой точностью.

Рентгеновское излучение, дифрагированное исследуемым кристаллом, регистрируется с помощью сцинтилляционного детектора, а электроны, эмитированные образцом, регистрируются вторично-электронным умножителем (ВЭУ-6). Умножитель устанавливается за энергетическим электронным анализатором типа электростатического сферического зеркала с идеальной угловой фокусировкой.

Рентгеновское отражение и фотоэмиссия электронов преобразуются детекторами в электрические импульсы напряжения, которые поступают в систему сбора, накопления, обработки данных и управления спектрометром. Данная система обеспечивает их усиление, дискриминацию, формирование сигналов и отображение энергетического спектра электронов, кривых дифракционного отражения (КДО) и угловых зависимостей выхода электронов на экране монитора, диаграммных лентах графопостроителей и внешних носителях, а также обработку полученных данных.

Для управления прецизионным вращением образца и напряжением развертки, подаваемым на анализатор, а также для сбора, накопления, обработки данных в ДРФЭС используется ЭВМ в режиме непосредственного сопряжения (рис. 1б).

Система сбора, накопления, обработки данных и управления ДРФЭС состоит из четырех относительно независимых подсистем: накопления и обработки данных для регистрации угловых зависимостей электронного выхода и рентгеновского отражения; накопления и обработки данных для регистрации энергетического спектра электронов; питания и управления ионной пушкой; управления вакуумом.

Замена образца с целью достижения высокого вакуума осуществляется с помощью загрузочно-шлюзового устройства, состоящего из шлюзовой камеры, передающего манипулятора, перемещающего образец в основную камеру, и высоковакуумного затвора.

Для предварительной откачки рабочей камеры, дифференциальной откачки ионной пушки и шлюзовой камеры используются механический пластинчато-роторный насос производительностью – 10 л/с и турбомолекулярный насос, имеющий скорость откачки по воздуху не менее 270 л/с. С помощью магниторазрядного диодного насоса производительностью (по азоту) 250 л/с, титанового сорбционно-ионного насоса (с ловушкой, охлаждаемой жидким азотом) со скоростью откачки 850 л/с давление остаточных газов в рабочей камере удастся понизить до 10^{-8} Па. Как правило, при проведении измерений фотоэмиссии электронов давление в рабочей камере поддерживается не хуже 10^{-6} Па.

Описание особенностей процесса юстировки прибора и цикла проведения исследования даны в работах [11; 12].

Монохроматор

Монохроматор предназначен для формирования плоской рентгеновской волны, направляемой на исследуемый объект. Вид сбоку и сверху двухкристального монохроматора представлен на рисунках 3, 4, а основные технические характеристики даны в таблице 1 (пункты 5–7). Он состоит из источника излучения (1), первого и второго гониометров (2, 3) и двух диафрагмирующих устройств (4, 5), установленных на двух параллельных направляющих (6, 7). Монохроматор имеет защитный экран (8) и собран на массивной плите (9), установленной на основании спектрометра (10).

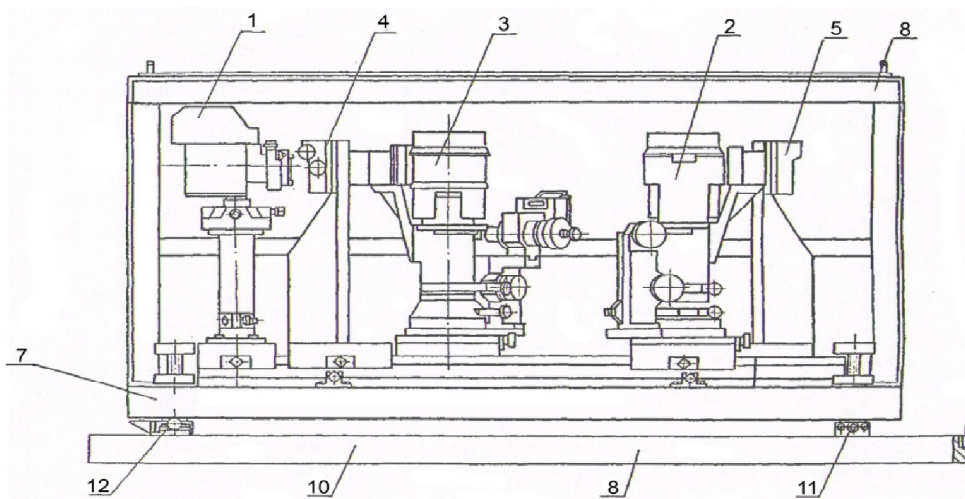


Рис. 3. Двухкристальный монохроматор (вид сбоку)

Для взаимной пространственной юстировки исследуемого образца и рентгеновского пучка, формируемого монохроматором, в нем имеются опорные направляющие (11, 12), позволяющие перемещать монохроматор в направлении, перпендикулярном оси А – А (см. также рис. 2) в пределах ± 20 мм, и поворачивать его относительно направляющей опоры (12) в пределах ± 30 угл. мин.

Источник излучения (1), гониометры (2, 3) и диафрагмирующие устройства (4, 5) могут передвигаться по направляющим (6, 7).

Расположив соответствующим образом источник (1) с рентгеновской трубкой, можно последовательно направить рентгеновский пучок на первый и второй кристаллы-монохроматоры, установленные под углом Брэгга. При этом, передвигая гониометры по направляющим, добиваются того, чтобы рентгеновский пучок, дифрагировавший на первом кристалле, проходил через ось второго гониометра.

Сечение пучков, падающих на первый и третий кристаллы, ограничивается диафрагмирующими устройствами (4, 5), а их интенсивность измеряется с помощью сцинтилляционного счетчика типа БДС8-03, который может устанавливаться на гониометрах (2, 3).

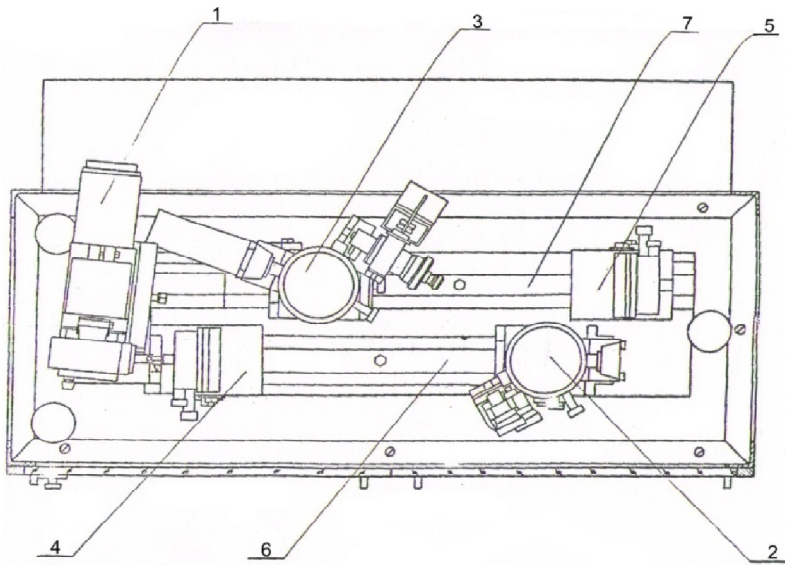


Рис. 4. Двухкристальный монохроматор (вид сверху)

Первый гониометр предназначен для установки первого кристалла-монохроматора в отражающее положение (вид сбоку в разрезе изображен на рис. 5).

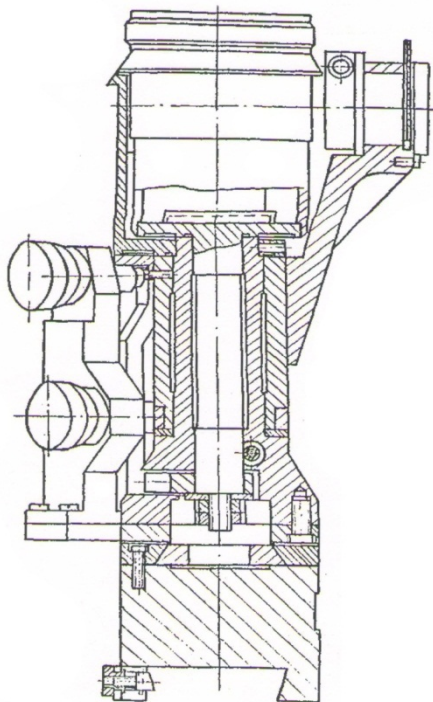


Рис. 5. Первый гониометр двухкристального монохроматора (вид сбоку)

Кристаллодержатель (1) может поворачиваться вокруг вертикальной оси гониометра «грубо» и точно с плавностью подхода к отражающему положению кристалла-монохроматора не хуже $0,01\text{ мм}$ с помощью микрометрического винта (2). Конструкция кристаллодержателя (1) такая же, как кристаллодержателя монохроматора спектрометра УАР.ПП.80-001 [7].

Для установки счетчика излучения на гониометре предусмотрен кронштейн (3), имеющий механизм точной подстройки с помощью микрометрического винта (4) с плавностью установки не хуже $0,01\text{ мм}$.

Второй гониометр предназначен для установки второго кристалла-монохроматора в отражающее положение. Вид сбоку (в разрезе) изображен на рисунке 6. Его основная отличительная черта от первого гониометра (рис. 5) – наличие привода вращения (1) кристаллодержателя (2) вокруг вертикальной оси гониометра. Привод может работать в ручном и автоматическом режимах.

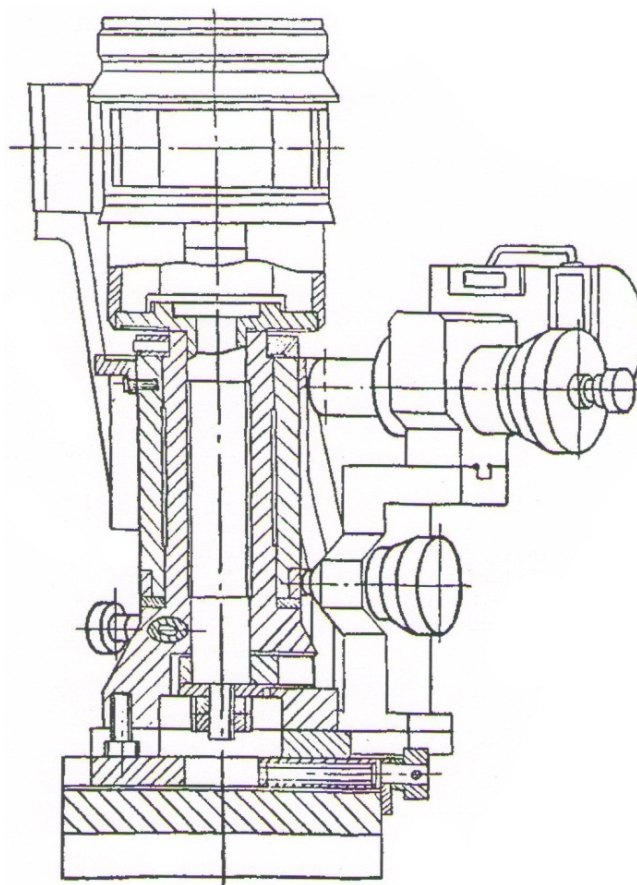


Рис. 6. Второй гониометр
двухкристального монохроматора (вид сбоку)

Измерительное устройство

Устройство предназначено для формирования, перемещения стоячей рентгеновской волны в приповерхностной области кристалла и проведения в этих условиях энергодисперсионных измерений электронного выхода и рентгеновского отражения.

Вид сбоку и сверху устройства представлены на рисунке 7, а основные технические характеристики даны в таблице 1 (пункты 8–13).

Измерительное устройство состоит из вакуумной камеры (1) диаметром 400 мм и высотой 620 мм, в которой на плите (2) в центре установлен третий гониометр (3). Чтобы плита не деформировалась при откачке, ее толщина равна 10 мм. Нижний фланец (4) камеры соединен с откачной системой вакуумного блока. Управление гониометром (3) осуществляется с помощью юстировочных механизмов – приводов (5–9), которые крепятся на боковой поверхности камеры с помощью фланцевых соединений. Рядом с механизмами (5–9) расположены два смотровых окна (10, 11), которые необходимы для наблюдений при юстировке. Для освещения камеры в крышке-фланце (12) имеются два окна (13, 14).

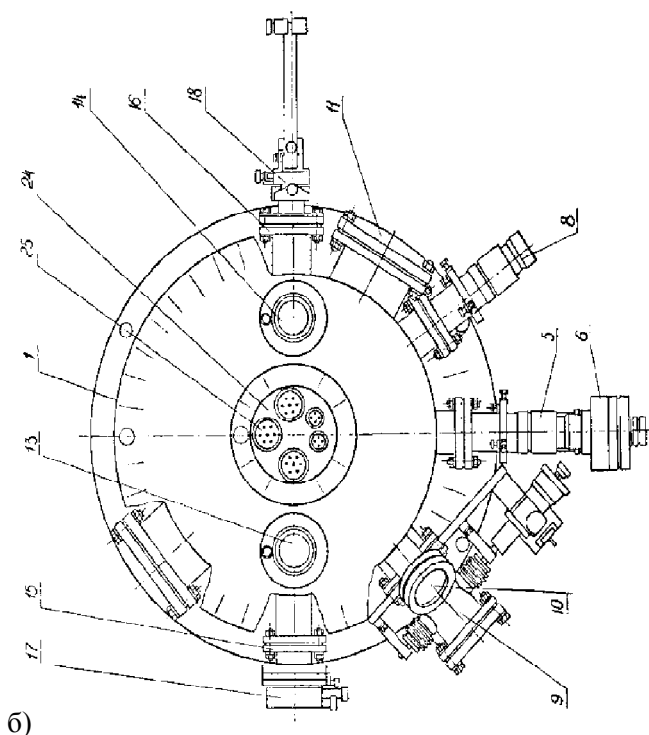
Рентгеновский пучок входит в камеру через бериллиевое окно толщиной 0,2 мм диаметром 14 мм и падает на образец, установленный на кристаллодержателе третьего гониометра (3). Отраженный образцом рентгеновский пучок выходит из камеры через бериллиевое окно секторного типа (рис. 2, поз. 5). Бериллиевое окно (16) служит для юстировки прибора.

Сечение падающего в камеру рентгеновского пучка ограничивается диафрагмирующим устройством (17), собранным на фланце входного окна (15). Для измерения интенсивности падающего и отраженного кристаллом пучков служат сцинтилляционные детекторы типа ВДС-6-03, установленные на механизмах перемещения (18) (рис. 2, поз. 17).

После того, как установка исследуемого кристалла в нужное положение произведена, приводы (5–9) расцепляются с гониометром (3), так что никакие деформации, возникающие, например, при откачке камеры, не влияют на юстировку гониометра. Камера (1) надежно защищает гониометр от колебаний температуры и других внешних воздействий, что повышает его механическую стабильность.

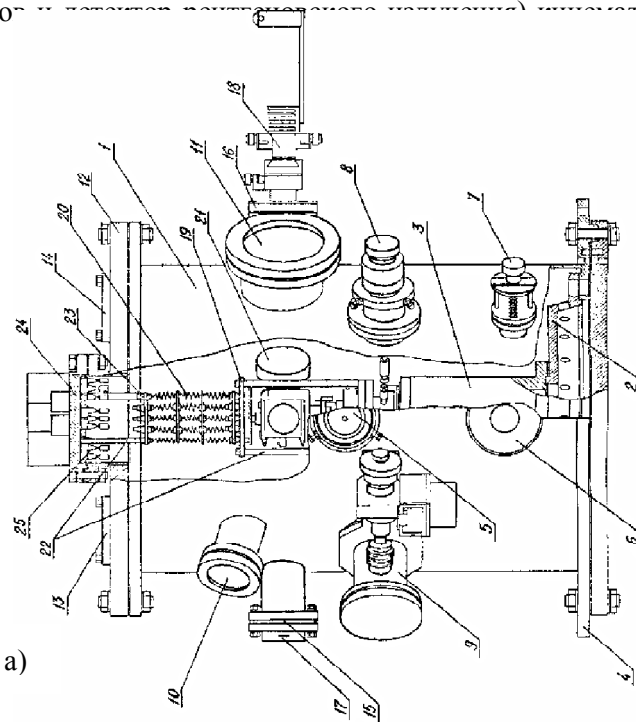
Внутри камеры на нижней платформе (19) токосъемника (20) установлены анализатор (с детектором) электронов (21) (рис. 2, поз. 13) и детектор рентгеновского излучения (рис. 2, поз. 12) в положениях, необходимых для одновременного измерения электронного выхода и рентгеновского отражения. С помощью цилиндрических стержней (22) верхняя платформа (23) соединена с фланцем (24), имеющим гермовводы (25) для подключения анализатора и детекторов

к системе регистрации и управления спектрометром, а нижняя платформа (19) – к верхней платформе гониометра (3).



б)

Таким образом, составляющие устройства (кристалл, трубка, камера высокого вакуума, камера детектора, электронная система регистрации) соединены между собой механически.



а)

Рис. 7. Измерительное устройство дифракционного рентгеновского фотоэлектронного спектрометра; (а – вид сбоку, б – вид сверху):

- 1 – камера высоковакуумная рабочая; 2 – плата; 3 – третий гониометр; 4 – нижний фланец камеры; 5–9 – юстировочные механизмы (приводы); 10, 11 – смотровые окна; 12 – верхний фланец камеры; 13, 14 – окна для освещения; 15, 16 – бериллиевые окна; 17 – диафрагмирующее устройство; 18 – устройство перемещения детектора; 19 – нижняя платформа токосъемника; 20 – токосъемник; 21 – энергоанализатор электронов; 22 – стержни; 23 – верхняя платформа токосъемника; 24 – фланец; 25 – гермовводы

с другом. Это позволяет, во-первых, исключить «паразитное» влияние углового распределения эмитируемых электронов на форму зависимости электронного выхода от угла поворота кристалла. Во-вторых, удастся избежать применения секторного окна (рис. 2, поз. 5) в вакуумной камере промышленного образца спектрометра, а в-третьих, избежать применения устройств независимого поворота анализатора (21) и детектора (рис. 2, поз. 13) и устройств ввода перемещений в вакуумный объем для управления ими.

Все части прибора, расположенные в вакууме, кроме отдельных деталей, выполнены из вакуумных немагнитных материалов. Соединение фланца секторного окна (рис. 2, поз. 5) уплотнено витоновой прокладкой, что позволяет сравнительно быстро вскрывать вакуумный объем; все остальные фланцевые вакуумные соединения из меди.

Вакуумный гониометр. Третий вакуумный гониометр предназначен для установки исследуемого кристалла в отражающее положение и последующего вращения этого кристалла в области брэгговской дифракции. Вид сбоку (в разрезе) третьего гониометра дан на рисунке 8.

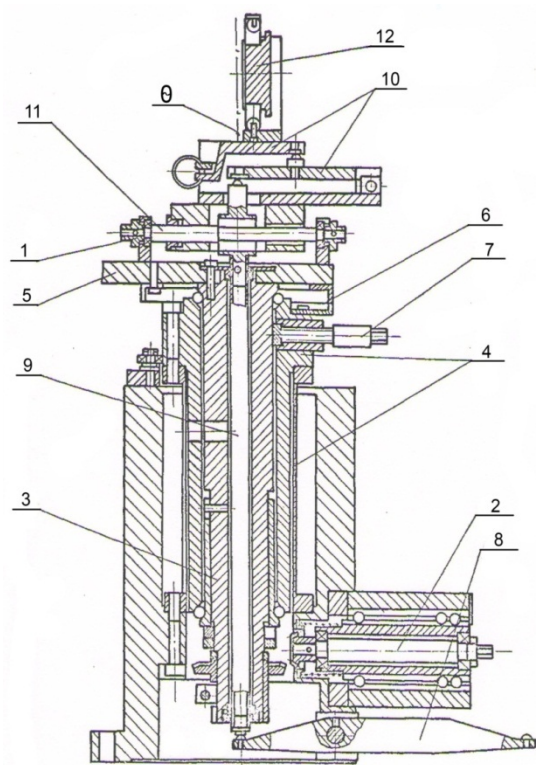


Рис. 8. Третий гониометр (вид сбоку)

Гониометр расположен в вакуумной камере. Для перемещения образца имеются пять механизмов, приводимых в движение юстировочными устрой-

вами – приводами, установленными вне вакуумного объема камеры. Это механизмы возвратно-поступательного перемещения кристаллодержателя (1), вращения его вокруг вертикальной оси гониометра (2, 3), прецизионного вращения (4, 5), а также механизмы зажима (7) и наклона (8, 9, 10).

Образец, закрепленный в держателе (12), выводится на ось вращения гониометра винтом (11) механизма (1). После этого при помощи механизма вращения (2, 3) он поворачивается в отражающее положение с фиксацией положения механизмом зажима (7). Установка исследуемого кристалла в вертикальной плоскости осуществляется механизмом наклона (8, 9, 10), представляющим систему рычагов. Прецизионные угловые установки и сканирование образца так же, как и в гониометре [14], осуществляются механизмом перемещения торсиона (4, 5), выполненным в виде полого разрезного тонкостенного цилиндра, установленного в подшипниках, и рычага для передачи вращения.

Вакуумные манипуляторы. Механизмы третьего гониометра (рис. 8) приводятся в движение юстировочными устройствами – приводами, установленными на боковой поверхности вакуумной камеры с помощью фланцевых соединений (рис. 7, поз. 5–9). Для повышения стабильности работы гониометра предусмотрена возможность расцепления юстировочных устройств, находящихся вне вакуумной камеры, с элементами гониометра, находящимися внутри камеры. Практически все части приводов, работающие в вакууме, выполнены из вакуумных, немагнитных материалов.

Для передачи возвратно-поступательных движений образца используется привод перемещения (рис. 10), изображенный на рисунке 7 (поз. 5). Привод имеет два движения: вращение, необходимое для передачи движения механизму (1) (рис. 8) гониометра при юстировке, и линейное перемещение для расцепления этих узлов при дальнейшем выполнении работ.

Привод вращения (рис. 7, поз. 6; рис. 10) предназначен для вращения кристалла вокруг вертикальной оси гониометра (рис. 8) в широком угловом диапазоне ($0-180^\circ$) с помощью механизма вращения гониометра (рис. 9, поз. 2, 3).

Для передачи вращательного движения в вакууме в приводе применен герметичный волновой ввод вращения (1), позволяющий передавать движение в вакуум без дополнительных изолирующих оболочек с высокой точностью поворота; погрешность составляет не более 2 *угл. мин* на оборот вала. Привод имеет ускоренное вращение за счет применения редуктора (2) с повышающим передаточным отношением. Угол поворота кристалла измеряется по нониусу гониометра с точностью $0,1^\circ$, а точная подстройка осуществляется с помощью ручки (3) по максимуму интенсивности отражения кристаллом рентгеновского пучка.

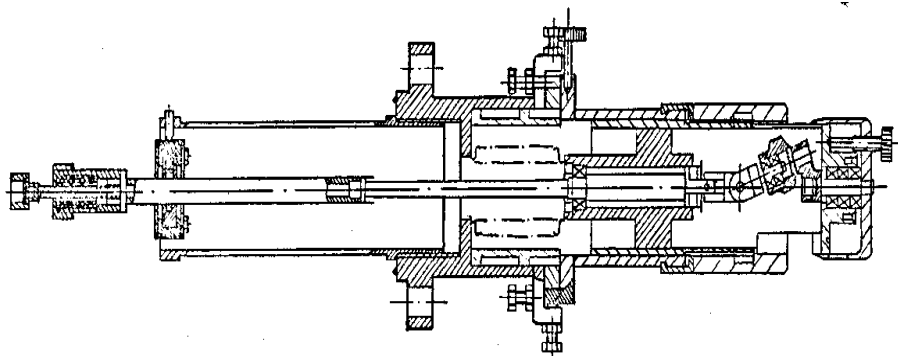


Рис. 9. Привод для передачи возвратно-поступательного движения

После окончания настройки кристалла для устранения дополнительных нагрузок, возникающих при повороте торсиона, гониометр и привод разъединяются механизмом линейного перемещения (4). Для упрощения процесса соединения механизма гониометра (рис. 8, поз. 2) с приводом насадка (5) выполнена в виде вала, перемещающегося в шариковых направляющих.

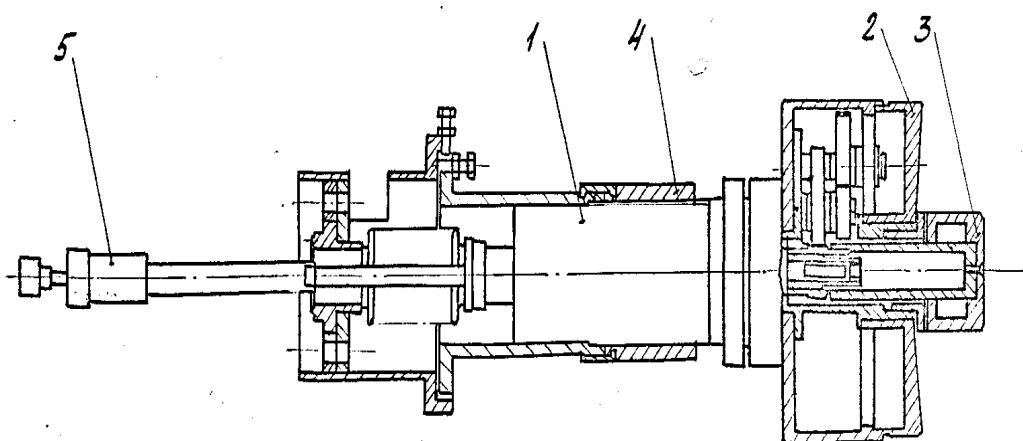


Рис. 10. Привод грубого вращения в диапазоне углов 0–180°

Установки кристалла в вертикальной плоскости, то есть для управления механизмом наклона (рис. 8, поз. 8, 9, 10), обеспечивает привод наклона (рис. 7, поз. 7; рис. 11). Привод выполнен в виде винта, установленного вне камеры, передающего движение в вакуум через сильфон с валом, имеющим шариковые направляющие. Цена деления барабана винта 0,01 мм, что соответствует повороту кристалла на 15 с.

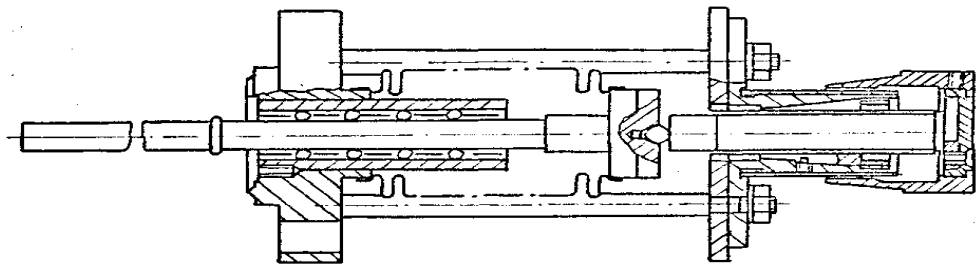


Рис. 11. Привод наклона

После выполнения юстировочных операций по установке кристалла в отражающее положение, соответствующее углу Брэгга, необходимо зафиксировать положение вала гониометра приводом зажима (рис. 7, поз. 8; рис. 9). Он имеет вращательное движение, необходимое для зажима винта гониометра (рис. 8, поз. 7), и линейное перемещение для расцепления этого соединения.

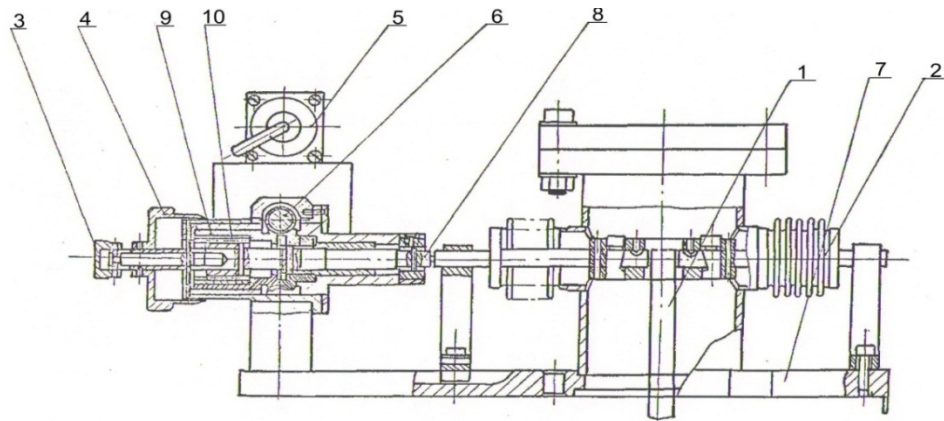


Рис. 12. Привод торсиона

Привод перемещения торсиона (рис. 7, поз. 9, рис. 12) предназначен для прецизионного вращения кристалла относительно положения, соответствующего углу Брэгга. Привод передает движение на рычаг торсиона (рис. 9, поз. 4, 5) длиной 309 мм. Торсион (рис. 8, поз. 4) представляет собой тонкостенный цилиндр, угол закручивания которого в пределах области упругой деформации равен 10 мин. Привод собран на фланце (7) вакуумного уплотнения, позволяющего перемещать рычаг без нарушения вакуума, что достигается применением двух симметрично расположенных сильфонов (2), уравнивающих силы меняющегося атмосферного давления. Привод может передавать движение как в ручном, так и в автоматическом режиме.

В ручном режиме привод работает с помощью механизма (4), вращающего микрометрический винт с дифференциальной резьбой, обеспечивающей шаг 0,05 мм при выключенном переключателе режима работы (3), в автоматическом – от двигателя (5) с шагом перемещения 3°. Движение передается на микрометрический винт через червячный редуктор (6) с передаточным отношением 1:33. Диапазон прецизионного перемещения винта равен 0,9 мм, что соответствует повороту образца на 10 угл. мин. Плавность перемещения в ручном режиме 0,1–0,5 угл. с. Возвратно-поступательное движение винта (8) осуществляется в автоматическом режиме через червячное колесо (9), при перемещении в осевом направлении – в направляющих качения (10).

Анализатор энергий электронов. Процесс выхода электронов из кристалла, возбуждаемых рентгеновским излучением, носит вероятностный характер. Электроны, выходящие с фиксированных глубин, имеют статистический разброс энергетических потерь. Корреляция между глубиной образования (выхода) электронов и энергетическими потерями определяется функцией $P(z, \Delta E)$. Если корреляция достаточно сильная, то можно получить спектр энергетических потерь электронов, соответствующих определенной глубине выхода электронов. Как установлено, функция $P(z, \Delta E)$ сохраняет еще достаточно резкий характер при энергетическом разрешении около 2 %; дальнейшее повышение разрешения не приводит к повышению точности в определении глубины выхода электронов (z).

Повышение энергетического разрешения при анализе электронов вызывает уменьшение регистрируемого электронного сигнала. При этом возникают две проблемы. Во-первых, необходимо добиться таких условий, чтобы сигнал, регистрируемый детектором на выходе энергетического анализатора, был больше уровня фонового сигнала (темнового тока) детектора (например, ВЭУ-7). При регистрации углового выхода электронов с энергетическим разрешением интенсивность регистрируемого сигнала составляет 1–10 *имп./с*. Для детектора электронов ВЭУ-7 плотность скорости счета темновых импульсов равна 1–3 *имп./с/см²*.

При площади анода ВЭУ-7, равной примерно 6 *см²*, интенсивность фонового сигнала от ВЭУ-7 составляет около 5–20 *имп./с*. Если же площадь анода ВЭУ-7 сделать равной площади выходной щели анализатора ($\approx 0,2$ *см²*), то интенсивность фонового сигнала от ВЭУ-7 будет меньше 1 *имп./с*, что позволит выделить в режиме накопления регистрируемый сигнал. Во-вторых, измерение малых сигналов (режим счета) требует применения системы накопления сигналов, а также систем динамической стабилизации углового положения исследуемого кристалла и второго кристалла-монохроматора. При этом регистрация угловых зависимостей выхода электронов и рентгеновского отражения проводится в режиме непрерывного сканирования по углу. Накопление сигнала производится суммированием выхода электронов, получаемого при одном цикле сканирования. В качестве «реперной» точки при такой процедуре служит центр тяжести кривой рентгеновского отражения.

Кроме того, использование энергоанализаторов электронов с достаточно большой светосилой и оптимизация параметров анализатора позволяют повысить эффективность регистрации слабого сигнала.

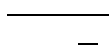
Задача оптимизации входных параметров пучка заключается в том, чтобы выбором соотношений светимости и разрешением, а также формой щелей добиться максимального значения светимости при заданной ширине аппаратной функции на половине высоты.

При выборе типа энергоанализатора, помимо таких его характеристик, как разрешение, светосила, светимость, форма источника, существенное значение имеет его габаритный размер, определяемый в данном случае диаметром камеры и схемой дифракции рентгеновских лучей.

Наиболее рациональный вариант решения проблемы увеличения разрешения при энергетическом анализе эмитируемых электронов, улучшение пространственного разрешения по глубине при селективном методе СРВ состоит в увеличении светосилы электронно-оптической системы. В данной работе эта задача была решена применением анализатора типа сферическое зеркало.

Анализ распределения фотоэлектронов по энергиям осуществляется сферическим анализатором с идеальной угловой фокусировкой (рис. 13). Конструктивно этот анализатор представляет собой две полусферы, внутренняя из которых либо выполнена целиком из сетки, либо имеет затянутые сеткой окна, а внешняя – сплошная.

Особенностью анализатора является то, что если источник возбуждения находится на продолжении внутренней сферической поверхности (точка O), то при подаче определенного потенциала на внешнюю сферу



где E – энергия электронов, r , R – радиусы сфер. Электроны фокусируются на диаметрально противоположной точке внутренней сферы (идеальная угловая фокусировка).

Дисперсия анализатора направлена по диаметру, соединяющему OO' , и составляет $2r$ (два радиуса внутренней сферы).

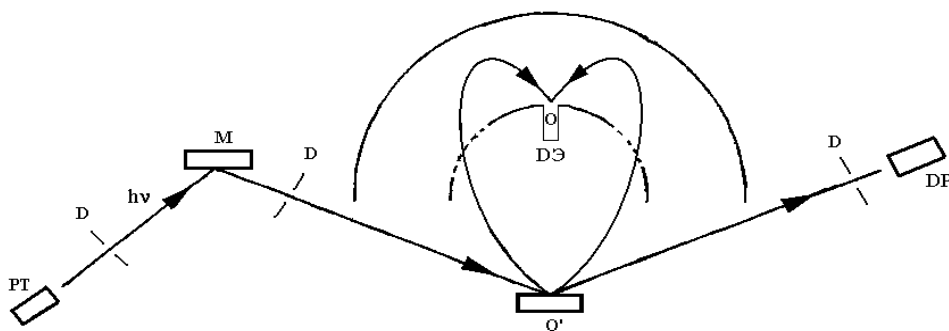


Рис. 13. Анализатор типа сферического зеркала с идеальной угловой фокусировкой.

РТ – рентгеновская трубка, D – щелевое устройство, М – монохроматор, DЭ – детектор электронов, DP – детектор рентгеновского излучения

Светосила определяется размерами источника и приемной диафрагмы. Для конкретного анализатора разрешение находится в пределах 1–2 % от энергии электронов (E). Светосила анализатора определяется телесным углом входа электронов в анализатор и для конкретного прибора примерно составляет 14 % (от 4π).

Накопление и обработка данных

Проблема накопления слабого сигнала электронного выхода здесь решена программно на основе применения ЭВМ. По рентгеновскому каналу в этом случае производится усреднение вновь полученных данных с ранее накопленными в основном массиве по формуле

$$y_i = [y_{i-1}(i-1) + x_i]/i, \quad (1)$$

где y_i – новое накопленное значение, y_{i-1} – старое накопленное значение, x_i – новое полученное значение, i – номер реализации.

Из-за люфта, вибраций и других факторов кривые дифракционного отражения различных реализаций могут быть сдвинуты друг относительно друга вдоль оси абсцисс (по углу).

Для коррекции положения кривых перед суммированием данных производится вычисление абсцисс центра тяжести принятых и накопленных данных. При разных значениях абсцисс определяется усредненное положение центра тяжести и сдвиг кривых в соответствующих направлениях.

Одновременно по второму каналу производится регистрация электронов. В этом случае процесс суммирования вновь полученных данных с ранее накопленными производится по формуле

$$y_i = y_{i-1} + x_i. \quad (2)$$

Однако из-за низких значений интенсивностей счета электронов невозможно перед суммированием данных провести коррекцию дрейфа кривых фотоэмиссии, вызванного люфтом, вибрацией и другими факторами, путем вычисления абсцисс центра тяжести и сдвига кривых выхода электронов, как это делается по рентгеновскому каналу.

В данном случае при угловой коррекции перед суммированием данных используются результаты зачислений абсцисс центров тяжести принятых и накопленных данных и результаты определения усредненных положений центров тяжести и сдвигов кривых, полученных по рентгеновскому каналу, где регистрируется высокоинтенсивное рентгеновское излучение, инициирующее выход электронов, и производится сдвиг кривых фотоэмиссии, тождественный по величине и направлению сдвига кривых рентгеновского отражения. Усредненные данные по двум каналам выводятся (одновременно или раздельно) на ТВ-монитор в виде графиков (рис. 14).

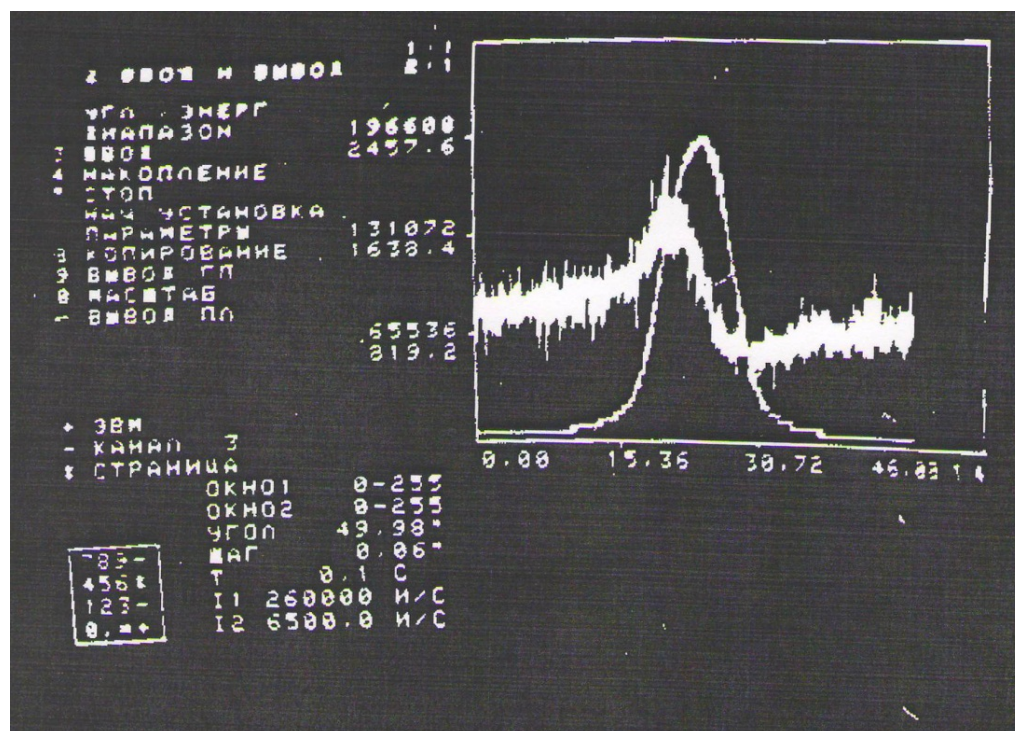


Рис. 14. Усредненные данные по двум каналам

На наш взгляд, такой путь решения проблемы накопления слабого сигнала электронного выхода для техники стоячих рентгеновских волн более перспективен по сравнению с предложенным в работе [10] способом, основанном на применении пьезопроводов, индуктивных и емкостных датчиков, поскольку не требует дополнительных аппаратурных средств.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Александров, П.А. Установка для исследования внешнего фотоэффекта при дифракции рентгеновских лучей [Текст] / П.А. Александров [и др.] // Приборы и техника эксперимента. – 1986. – № 1. – С. 198–201.
2. Гравшин, Ю.М. Дифракционный рентгеновский фотоэлектронный спектрометр [Текст] / Ю.М. Гравшин [и др.] // Электронная промышленность. – 1989. – Вып. 4. – С. 23–25.
3. Гравшин, Ю.М. Рентгеновский автоматизированный пьезогониометр, управляемый ЭВМ [Текст] / Ю.М. Гравшин [и др.] // Электронная промышленность. – 1989. – Вып. 4. – С. 25–27.

4. Зашквара, В.В. Электронно-оптические свойства электростатического сферического зеркала и систем на его основе [Текст] / В.В. Зашквара, Л.С. Юрчак, А.Ф. Былинкин // Журнал технической физики. – 1988. – Т. 58. – Вып. 10. – С. 2010–2020.
5. Зельцер, И.А. Дифракционный рентгеновский фотоэлектронный спектрометр [Текст] / И.А. Зельцер, О.Н. Крютченко // Материалы Всероссийского симпозиума по эмиссионной электронике, 17–19 сентября 1996. – Рязань, 1996. – С. 188–200.
6. Зельцер, И.А. Метод дифракционной рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии для исследования структуры поверхности и приповерхностных областей полупроводниковых кристаллов [Текст] / И.А. Зельцер, М.В. Ковальчук, Р.С. Сеничкина // Материалы VII Междунар. конф. по микроэлектронике, 16–18 октября 1990 г. – Т. 1. – Минск, 1990. – С. 285–286.
7. Зельцер, И.А. Трехкристалльная рентгеновская дифрактометрия в исследовании тонких кристаллических слоев [Текст] / И.А. Зельцер [и др.] // Электронная промышленность. – 1982. – Вып. 10–11. – С. 63–67.
8. Ковальчук, М.В. Дифракционный вакуумный рентгенофотоэлектронный спектрометр [Текст] / М.В. Ковальчук [и др.] // Приборы и техника эксперимента. – 1987. – Т. 3. – С. 191–195.
9. Ковальчук, М.В. Новый метод энергодисперсионного измерения фотоэлектронной эмиссии, возбужденной стоячей рентгеновской волной [Текст] / М.В. Ковальчук, А.С. Семилетов // Физика твердого тела. – 1986. – Т. 28. – № 2. – С. 558–562.
10. Ковальчук, М.В. Рентгеновские стоячие волны – новый метод исследования структуры кристаллов [Текст] / М.В. Ковальчук, В.Г. Кон // Успехи физических наук. – 1986. – Т. 149. – Вып. 1. – С. 69–103.
11. Устройство для исследования совершенства структуры монокристаллических слоев [Текст] : а. с. № 1226210 / А.Г. Денисов, И.А. Зельцер, Р.С. Сеничкина, М.В. Ковальчук, Ю.Н. Шилин ; № 3792952, заявл.; приоритет от 21.09.84; зарегистр. 22.12.85.
12. Устройство для исследования совершенства структуры монокристаллических слоев [Текст] : а. с. № 1396023 / А.Г. Денисов, И.А. Зельцер, А.Г. Коряков, Р.С. Сеничкина ; № 3984694, заявл.; приоритет от 04.11.85; зарегистр. 15.01.88.
13. Hertel, N. A new method of measuring electron emission from monocrystals under X-ray diffraction conditions [Text] / N. Hertel [et al.] // Phys. Lett. A. – 1980. – Vol. 75. – N. 6. – P. 501–502.
14. Kikuta, S. Double – Crystal Vacuum X – Ray Diffractometer [Text] / S. Kikuta [et al.] // Rev. Scient. Instrum. – 1977. – Vol. 48. – N 12. – P. 1576–1580.

I.A. Zeltser, E.N. Moos

**METHODOLOGICAL AND INSTRUMENT ASPECTS
OF STRUCTURAL-SENSITIVE X-RAY SPECTROSCOPY
OF THE SURFACES OF CONDENSED MEDIA AND NANOSTRUCTURES
(PART 1)**

The paper analyzes the method of structural-sensitive x-ray spectroscopy of solid surfaces and describes the method of x-ray photoelectron spectroscopy. The article also treats new methods of semiconductor investigation, it analyzes pre-threshold trigger and electron emission caused by continuous resonance combinational dispersion.

structural-sensitive spectroscopy, x-rays, ion, electron, vacuum, emission, atomic particles, x-ray diffraction, synchrotron radiation, auger-electron.