

ОЦЕНКА НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ МЕЖПЛОСКОСТНЫХ РАССТОЯНИЙ В МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ КРЕМНИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЛАБОРАТОРНОГО РЕНТГЕНОВСКОГО ДИФРАКТОМЕТРА

В. П. ГАВРИЛЕНКО^{*}, М. А. ЕРМАКОВА^{}, А. В. ЗАБЛОЦКИЙ^{**},
А. Ю. КУЗИН^{*}, П. А. ТОДУА^{*}, М. Н. ФИЛИППОВ^{***}**

^{*}Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума,
Москва, Россия, e-mail: fgupnicpv@mail.ru

^{**}Московский физико-технический институт, Долгопрудный, Россия

^{***}Институт общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН,
Москва, Россия

Дана оценка неопределенности результатов измерений межплоскостных расстояний в кремнии на лабораторном дифрактометре Bruker D8 DISCOVER с использованием стандартного образца NIST SRM-2000.

Ключевые слова: межплоскостные расстояния, рентгеновская дифрактометрия, неопределенность результата измерения, прослеживаемость.

The estimation of uncertainty of lattice spacing measurements in silicon by means of laboratory diffractometer Bruker D8 DISCOVER with use of certified reference material NIST SRM-2000 is presented.

Key words: lattice spacing, X-ray diffractometry, measurements uncertainty, traceability.

Необходимость повышения точности измерений длины в нанометровом диапазоне и обеспечения прослеживаемости результатов этих измерений к эталонам единиц Международной системы (СИ) требует критической оценки ряда широко применяемых на практике процедур.

В последнее время в нанометрологии в качестве внутреннего стандарта при измерении длины часто используют межплоскостные расстояния в монокристаллах, прежде всего в кремнии. В частности, такой подход применен при разработке государственного стандартного образца ГСО 10030-2011 для калибровки просвечивающих электронных микроскопов [1]. При изготовлении стандартного образца (СО) для обеспечения прослеживаемости значения межплоскостного расстояния

к эталону длины использован метод высокоразрешающей дифрактометрии, который применяют при измерениях в нанoeлектронике на промышленных образцах кремния. Легирование материала и внутренние напряжения могут привести к изменениям межплоскостных расстояний. Поэтому использование в качестве значений межплоскостных расстояний справочных данных часто является неоправданным [2]. Если значение межплоскостного расстояния исследуемого образца применяют для расчета результата измерений (как, например, при калибровке просвечивающих электронных микроскопов с использованием ГСО 10030-2011 [1]), то оно должно определяться экспериментально. Результат таких измерений должен быть прослеживаем к эталону единицы длины.

В данной статье оценена неопределенность результатов измерений межплоскостных расстояний с использованием серийного лабораторного дифрактометра Bruker D8 DISCOVER.

Оценка неопределенности измерений межплоскостных расстояний.

Для измерения параметра кристаллической решетки пластины монокристаллического кремния использована схема измерений угла рассеяния для рефлекса (004) в геометрии на отражение. Для определения длины волны рентгеновского излучения применен СО монокристаллического кремния NIST SRM 2000 с аттестованным значением межплоскостного расстояния $d_{220}=0,1920161$ нм и расширенной неопределенностью 0,0000087 нм (при коэффициенте охвата $k=2$). В этом случае межплоскостное расстояние измеряемого образца определяется по формуле

$$d_{004} = \lambda / \sin\theta = d_{SRM} \sin\theta_{SRM} / \sin\theta,$$

где d_{SRM} — межплоскостное расстояние СО согласно паспорту; θ_{SRM} , θ — средние значения половины угла брэгговского рассеяния, измеренные для СО и исследуемого образца, соответственно.

Бюджет неопределенностей результата измерений межплоскостных расстояний состоит из следующих неопределенностей:

неопределенность, оцениваемая по типу А, обусловленная случайными факторами и оцениваемой статистическими методами;

неопределенности, оцениваемые по типу В:

— неопределенность, обусловленная изменением условий измерений;

— неопределенность, обусловленная преломлением рентгеновского излучения на поверхности образца;

неопределенность аттестации межплоскостного расстояния СО.

Суммарная неопределенность измерений межплоскостного расстояния рассчитывается как

$$u_c(d_{004}) = [(\sin\theta_{SRM}/\sin\theta)^2 u_c^2(d_{SRM}) + (d_{SRM}/\sin\theta)^2 \times \\ \times (\cos^2\theta_{SRM} + (\sin\theta_{SRM}/\tan\theta)^2) u_c^2(\theta) + u_j^2(\delta_{all}d)]^{1/2}, \quad (1)$$

где $u_c(d_{SRM})$ – суммарная неопределенность межплоскостного расстояния d_{004} СО согласно паспорту; $u_c(\theta)$ – суммарная неопределенность измерений брэгговского угла рассеяния; $u_j(\delta_{all}d)$ – неопределенность, обусловленная преломлением рентгеновского излучения в веществе. Слагаемое $u_c(\theta)$ зависит от изменений внешних условий при выполнении измерений в лаборатории, например от невозможности поддерживать постоянное значение температуры во время измерений $u_j(\delta_T\theta)$, и случайного вклада $u_i(\theta)$, отвечающего за все остальные неучтенные факторы, определяемое при проведении измерений в условиях, соответствующих внутрилабораторной прецизионности:

$$u_c^2(\theta) = u_i^2(\theta) + u_j^2(\delta_T\theta).$$

Для оценки всех составляющих $u_c(d_{004})$ проведены 8 серий измерений в условиях, соответствующих внутрилабораторной прецизионности, включая измерения в разное время суток, разные дни и с разными операторами. Для расчета влияния изменений температуры окружающей среды выполнена серия измерений в диапазоне температур образца 21,5–28,0 °С, причем изменялась температура всей комнаты, однако контролировали только температуру образца в момент проведения измерений. В результате установлено, что первое слагаемое в (1) составляет $6,20 \cdot 10^{-6}$ нм, второе – $3,10 \cdot 10^{-6}$ нм, третье – $4,0 \cdot 10^{-6}$ нм. Расширенная неопределенность измерений межплоскостного расстояния d_{004} кремния при $k = 2$ составила $1,5 \cdot 10^{-5}$ нм, а для параметра решетки кремния – $6,0 \cdot 10^{-5}$ нм.

Прослеживаемость результатов дифрактометрических измерений.

С целью обеспечения единства измерений параметров решетки необходима привязка результатов измерений к единицам СИ. Физические основы решения этой задачи создали в 1965 г. Бонзе и Харт. [3], разработавшие специальный тип трехкристального интерферометра, в котором возникала картина рентгеновского муара. Совмещение данного прибора с оптическим лазерным интерферометром положило начало методу оптико-рентгеновской интерферометрии. При помощи подобной

установки была осуществлена привязка межплоскостного расстояния кристалла кремния к длине волны стабилизированного He–Ne-лазера путем подсчета количества максимумов интенсивности, измеренных детектором при перемещении одного из кристаллов интерферометра на значение длины волны He–Ne-лазера. Относительная неопределенность измерений параметров решетки кремния данным методом составила $0,15 \cdot 10^{-6}$.

Существенным преимуществом оптико-рентгеновской интерферометрии является тот факт, что результаты измерений не зависят от длины волны используемого рентгеновского излучения. При проведении измерений с использованием стандартного лабораторного оборудования в схеме с измерением угла рассеяния рентгеновского излучения и последующем использовании соотношения Брэгга необходимо учитывать значение и неопределенность длины волны рентгеновского излучения. Несмотря на то, что длина волны характеристического излучения материалов рентгеновских трубок известна с высокой точностью (для линии меди $K\alpha_1$ неопределенность положения центра спектральной линии составляет $6 \cdot 10^{-8}$ нм [4]), характерная относительная ширина спектральной линии рентгеновского излучения равна $3 \cdot 10^{-4}$ [5]. Использование кристаллов, вырезающих отдельную область спектра, для монохроматизации рентгеновского излучения сдвигает среднее значение длины волны и таким образом вносит неопределенность измерений до $5 \cdot 10^{-5}$ нм.

На базе прецизионного оптико-рентгеновского интерферометра института РТВ (ФРГ) и рентгеновского компаратора, соответствующего стандарту NIST (США), был создан CO SRM-2000, использованный в данной работе. Аттестованным значением для этого образца является межплоскостное расстояние в монокристаллическом кремнии d_{220} . Схема прослеживаемости результатов измерений межплоскостных расстояний на лабораторном дифрактометре с использованием в качестве внешнего стандарта SRM 2000 может быть представлена в виде, показанном на рисунке. Изображенный на схеме CO NIST SRM 1976a используется для калибровки угловой шкалы дифрактометра.

Выводы. Установлено, что при измерениях межплоскостных расстояний кремния на лабораторном дифрактометре с применением внешнего стандарта (CO NIST SRM 2000) расширенная неопределенность измерения межплоскостного расстояния d_{004} кремния при $k = 2$ составила $1,5 \cdot 10^{-5}$ нм, а для параметра решетки кремния — $6,0 \cdot 10^{-5}$ нм.

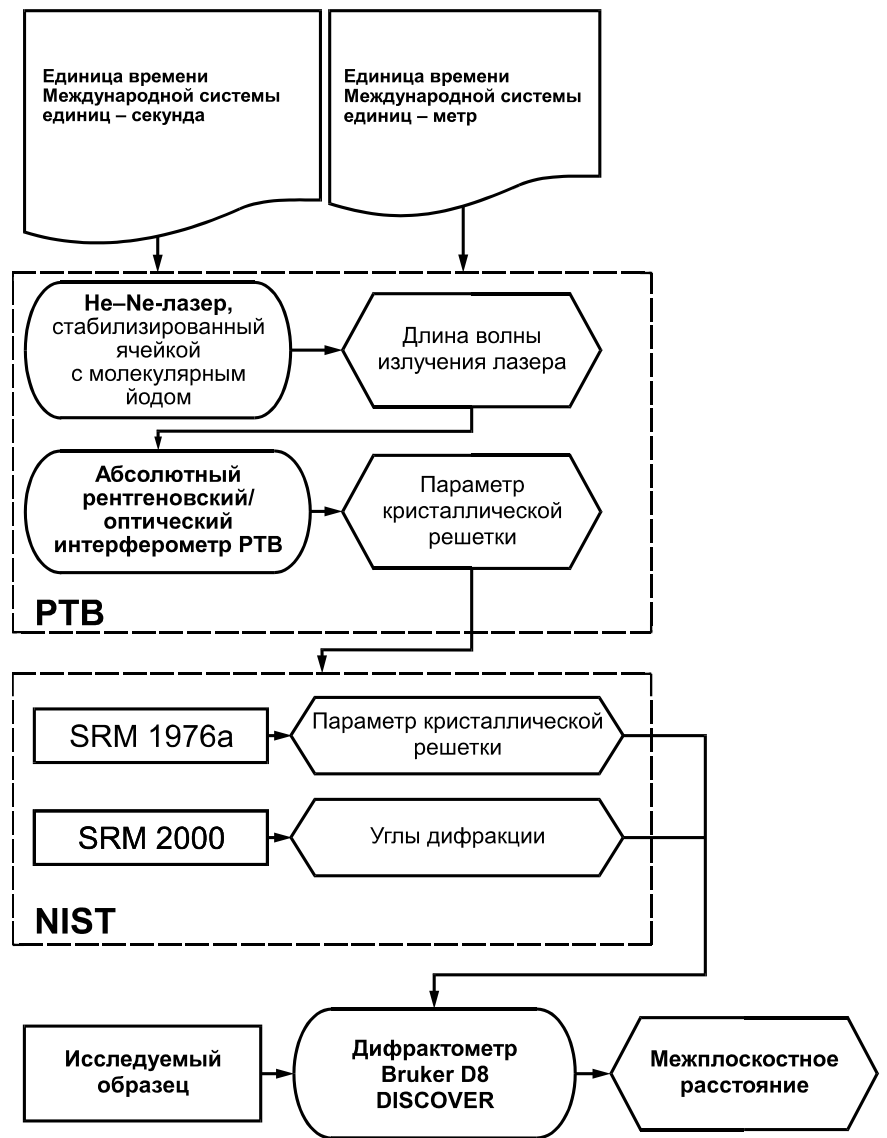


Схема прослеживаемости результатов измерений межплоскостных расстояний на лабораторном дифрактометре

Авторами предложена схема прослеживаемости результатов дифрактометрических измерений к единицам СИ.

Данная работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ с привлечением оборудования Центра коллективного пользования уникальным научным оборудованием в области нанотехнологий МФТИ (государственный контракт № 16.552.11.7070).

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. **Бодунов Д. С. и др.** Стандартный образец для калибровки просвечивающих электронных микроскопов // Измерительная техника. 2012. № 10. С. 16–18; **Bodunov D. S. et al.** Standard sample for calibration of transmission electron microscopes nanometrology // Measurement Techniques. 2013. V. 55. N 10. P. 1137–1140.
2. **Fewster P. F.** Absolute lattice parameter measurement // J. Mat. Sci. 1999. V. 10. P. 175–183.
3. **Bonse U., Hart M.** An X-Ray interferometer // Appl. Phys. Lett. 1965. V. 6. P. 155–156.
4. **ГССД 252–2011.** Энергия характеристического рентгеновского излучения при переходах в электронных оболочках атомов химических элементов с атомным номером от 4 до 100. Таблица стандартных справочных данных.
5. **Becker P.** History and progress in the accurate determination of the Avogadro constant // Rep. Prog. Phys. 2001. V. 64. P. 1945–2008.

Дата принятия 17.07.2013 г.