
МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
им. М.В. ЛОМОНОСОВА
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ
им. Д.В. СКОБЕЛЬЦЫНА

**Черных П.Н., Иферов Г.А., Куликаускас В.С., Черныш В.С.,
Чеченин Н.Г., Чуманов В.Я.**

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ КОМПЛЕКС КГ-MEIS
НИИЯФ МГУ: первые результаты**

Препринт НИИЯФ МГУ – 2007 – 3/802

**P.N.Chernykh, G.A Iferov., V.S.Kulikauskas, V.S.Chernysh,
N.G.Chechenin, V.Ya Chumanov,
E-mail address: Vaclav@anna19.sinp.msu.ru ,
Chernykh-Pavel@yandex.ru , Chechenin@sinp.msu.ru**

EXPERIMENTAL FACILITY KG-MEIS OF SINP MSU: first results

Preprint SINP MSU – 2007 – 3/802

Abstract

For surface nano- and subnano-layers research in SINP MSU the experimental facility KG-MEIS is created which consist of KG-500 accelerator and MEIS chamber, equipped by a toroidal electrostatic analyzer with a detector based on microchannel plates and special position-sensitive collector. The given experimental complex is designed for investigation of surface layers of samples with the depth resolution about one angstrom, using the Medium Energy Ion Spectrometry (MEIS), based on the Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS). In the preprint the experimental facility is outlined, as well as a description and analysis of very first results obtained, using the facility.

**Черных П.Н., Иферов Г.А., Куликаускас В.С., Черныш В.С.,
Чеченин Н.Г., Чуманов В.Я.**

Экспериментальный комплекс КГ-MEIS НИИЯФ МГУ: первые результаты

Препринт НИИЯФ МГУ – 2007 – 3/802

Аннотация

Для исследования поверхностных нано- и субнанослоев в НИИЯФ МГУ создается экспериментальный комплекс КГ-MEIS, который объединил в себе ускоритель КГ-500 и камеру MEIS, оснащенную тороидальным электростатическим анализатором с детектором на основе микроканальных пластин и специального позиционно-чувствительного коллектора. Данный экспериментальный комплекс позволит использовать метод спектроскопии ионов средних энергий (Medium Energy Ion Spectrometry, MEIS), основанный на принципе резерфордского обратного рассеяния (РОР) и исследовать поверхность образцов с разрешением порядка одного ангстрема. В работе дано описание всех узлов экспериментального комплекса, а так же описание и анализ результатов первых экспериментов.

© Черных П.Н. 2007
© Куликаускас В.С. 2007
©Черныш В.С. 2007
©Чеченин Н.Г. 2007
©Чуманов В.Я., 2007
© НИИЯФ МГУ, 2007 <http://www.sinp.msu.ru>

Содержание

1. Введение	4
2. Физические основы метода спектрометрии рассеяния ионов средних энергий (MEIS)	7
2.1. Метод POP	
2.2. Метод спектрометрии рассеяния ионов средних энергий	
3. Экспериментальный комплекс КГ-MEIS	10
3.1. Описание экспериментального комплекса КГ-MEIS	
3.2. Ускоритель КГ-500	
3.2.1. Описание	
3.2.2. Система подавления пульсаций энергии пучка ионов	
3.3. Ионопровод	
3.4. Экспериментальная камера MEIS	
3.4.1. Описание	
3.4.2. Позиционно-чувствительный детектор	
3.5. Обработка сигналов с детектора	
3.5.1. Обработка с помощью блока САМАС	
3.5.2. Обработка на РХИ-компьютере	
4. Первые результаты	18
5. Заключение	23
Список литературы	25

1. Введение

Одним из основных методов определения элементного состава модифицированных твердых тел, изучения профилей распределения по глубине растворенных атомов, а также определения толщин слоев в многослойных образцах и процессов взаимодиффузии в этих слоях является метод резерфордовского обратного рассеяния. Но в связи с постоянным уменьшением толщин исследуемых слоев, метод ROP, реализованный и успешно функционирующий на установке ЭГ-8 НИИЯФ МГУ, не всегда может позволить исследовать такие образцы с необходимым разрешением.

Для исследования таких образцов в НИИЯФ МГУ создается экспериментальный комплекс КГ-MEIS, который объединил в себе ускоритель КГ-500, ультравысоковакуумную камеру, оснащенную тороидальным электростатическим анализатором, объединенным с уникальным детектором на основе микроканальных пластин и специального коллектора. Данный экспериментальный комплекс позволит использовать метод спектроскопии ионов средних энергий (Medium Energy Ion Spectrometry, MEIS), основанный на принципе резерфордовского обратного рассеяния (ROP) и исследовать поверхность образцов с разрешением в несколько ангстрем. Такое высокое разрешение необходимо, например, для исследования состава и толщины границ разделов многослойных структур, которые играют значительную, а иногда и определяющую роль в применимости тех или иных материалов в микроэлектронике.

Первые работы по методике MEIS и само инструментальное ее развитие проводились в 80-х годах прошлого века в FOM-AMOLF институте в Амстердаме. Тогда была продемонстрирована возможность исследования структуры атомарно-чистых поверхностей кристаллов, ее релаксации и реконструкции /1/ с помощью пучка протонов с энергией 100 кэВ. Позже была обнаружена увеличенная амплитуда колебаний атомов металлов в поверхностных слоях по сравнению с колебаниями внутри кристалла /2, 3/ и проплавление поверхности кристалла при температуре, меньшей $T_{\text{плавл}}$ /4/. Указанные эффекты связаны с нарушением трансляционной симметрии атомной решетки вблизи поверхности. В конце 90-х годов в связи с высокотехнологическими приложениями повысился интерес к исследованию таких свойств материалов, как их сопротивление к коррозии и окислению, каталитической активности и особых магнитных/электронных характеристик. Начались исследования сегрегации атомов и их диффузии на ориентированных поверхностях металлов /5/, измерения узкого профиля примесных атомов, имплантированных в полупроводники и его модификации после тепловой обработки /6/ , изучения реконструкции поверхности металла при атомной и молекулярной адсорбции и структуры оксидов со структурой рутила /7/, а также

начальной стадии роста сверхпроводящих и сегнетоэлектрических пленок со структурой перовскита /8/. В последнее время акцент в исследованиях с помощью MEIS, помимо рутинной процедуры определения композитного состава некристаллических пленок на и вблизи поверхности, делается на попытках разработать методику изготовления затворов полевых транзисторов CMOS (complementary metal–oxide–semiconductor technology) структур следующего поколения из оксидов металлов с большим коэффициентом диэлектрической проницаемости. Оксиды циркония и гафния рассматривались, в частности, как возможные заменители SiO₂, позволяющие уменьшить токи утечки и тем самым общее энергопотребление больших чипов, поэтому в ряде работ /9-11/ были исследованы составы тонких пленок этих оксидов и их изменение при температурных режимах CMOS технологий. Также исследовалось влияние технологии изготовления тонких пленок методами химического (CVD – chemical vapor deposition), физического (PVD – physical vapor deposition, иначе распыления лазером или электронным пучком) осаждения из паров металлов и атомного осаждения слоев (ALD – atomic layer deposition) и был обнаружен эффект влияния предварительной подготовки поверхности кремния для последующих нанесений пленок металлов и их оксидов /12-13/.

Уже на ранних этапах развития методики MEIS предпринимались попытки описания экспериментальных спектров высокого разрешения с помощью зависимости энергетических потерь ионов от прицельного параметра их столкновения с атомами мишени /14/. В университете Рутгерса (США) на установке MEIS с энергетическим разрешением $\Delta E \sim 109$ эВ был измерен спектр обратного рассеяния протонов на слое атомов серы толщиной $< 0,4$ ML. Форма спектра – заметно асимметричная с заметным количеством протонов, потерявших более 500 эВ относительно средних потерь энергии в слое, что в стандартном описании указывало бы на заглубливание атомов серы на несколько ангстрем вглубь поверхности /15/. Однако, авторам удалось хорошо описать экспериментальный спектр с помощью зависящего от прицельного параметра ион-атомного столкновения теоретического спектра энергетических потерь. Расчеты проводились в рамках полуклассического приближения (SCA – semiclassical approximation) на основе упрощенной формулы для зависимости средних энергетических потерь от прицельных параметров столкновения /16/. Отметим, что в нашей лаборатории был разработан программно-инструментальный комплекс для измерения угловой зависимости потерь энергии (так называемого эффекта ADEL – Angle Dependence of Energy Loss) на базе установки MEIS в одном из институтов электронной промышленности в г. Москве, на котором были исследованы зависимости от прицельного параметра столкновений средних потерь энергии, страгглинга и вероятностей перезарядки легких ионов (H и He)

на атомах пленки золота толщиной 20 нм /17/. В завершение небольшого обзора исследований, проведенных с помощью метода спектроскопии ионов средних энергий, отметим достоверность результатов, получаемых этим методом. Так, сравнение профилей распределения примесных атомов по глубине при облучении кремния ионами AsF_5 с энергией 5 кэВ методами масс-спектрометрии вторичных ионов (SIMS - Secondary Ion Mass Spectrometry) и MEIS показало практически полную их идентичность от поверхности до глубины 5 нм /18/.

В данной работе приводится описание всех компонентов экспериментального комплекса КГ-MEIS, а также описание и анализ результатов первых экспериментов на установке.

2. Физические основы метода спектрометрии рассеяния ионов средних энергий (MEIS).

2.1. Метод POP

Метод резерфордовского обратного рассеяния (POP) получил широкое распространение для разнообразных исследований в области физики поверхности твёрдого тела благодаря эффективности и универсальности. POP основан на кулоновском взаимодействии ускоренной заряженной частицы с атомами изучаемого вещества. Разные химические элементы мишени, обладая различным кинематическим откликом на воздействующие бомбардирующие ионы позволяют проводить элементный и количественный анализ приповерхностных слоёв вплоть до микронных толщин.

Энергия иона после столкновения с атомом поверхности мишени $E_1 = K_M E_0$ определяется начальной энергией E_0 и кинематическим фактором рассеяния K_M , который зависит от соотношения масс иона M_1 , атома M_2 и от угла рассеяния Θ , поэтому он при известной массе иона служит идентификатором массы атома и определяется выражением:

$$K_M = \left[\frac{\sqrt{1 - \left(\frac{M_1}{M_2}\right)^2 \sin^2(\Theta) + \left(\frac{M_1}{M_2}\right) \cos(\Theta)}}{1 + \frac{M_1}{M_2}} \right]^2$$

На рис.1 показана для примера угловая зависимость $K_M(M_1=1, M_2, \Theta)$ для нескольких атомов с массой M_2 .

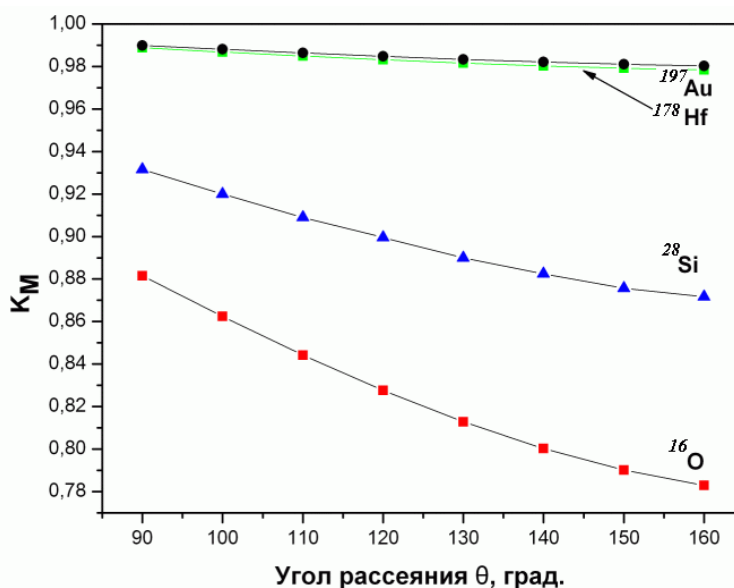


Рис.1. График зависимости кинематического фактора K_M от угла рассеяния протонов на различных атомах мишени.

Дифференциальное сечение упругого (резерфордовского) рассеяния, которое пропорционально квадрату заряда рассеивающего атомного ядра, Z_2^2 и определяет

количество обратно рассеянных ионов. Эти два фактора, кинематическая потеря энергии на отдачу ядра, обуславливающая сдвиг в спектрах рассеяния на разных химических элементах и различие в выходах РОР позволяет определять элементный состав мишени. Потери энергии, связанные с прохождением ионов в мишени до и после рассеяния на большой угол, приводят к уширению парциального спектра данного элемента. Ширина такого парциального спектра связана с толщиной слоя, содержащего этот элемент.

Метод РОР позволяет определять толщину и относительный состав тонких слоев, получать профиль распределения примесей и имплантированных атомов, изучать динамику диффузии атомов, роста диэлектрических слоев и интерметаллидов, оценивать совершенство структуры кристаллов, топографию поверхности (ее шероховатость), изучать состояние границ раздела, устанавливать местоположение примесных атомов в решетке матрицы и пр. В благоприятных случаях предел обнаружения примесей тяжелых элементов в легкой матрице может достигать 10^{12} - 10^{13} атом/см². Глубина анализа достигает 2 мкм, а точность относительных измерений может быть не хуже 1-2%, абсолютная ошибка определения интегрального содержания ~5-20%. Энергия ионов, используемых при анализе методом РОР обычно составляет 0,5 – 2,0 МэВ.

2.2. Метод спектрометрии рассеяния ионов средних энергий

Метод спектроскопии ионов средних энергий (Medium Energy Ion Spectrometry, MEIS) является разновидностью метода РОР. Отличительной особенностью MEIS является использование ионов с меньшей энергией, чем в традиционном РОР. В этом методе используются ионы с энергиями в области максимума их торможения в веществе. Для протонов – это энергии от 50 до 200 кэВ, для ионов гелия энергии могут достигать 400 кэВ. Благодаря наибольшим потерям ионов в указанной области энергий с помощью метода MEIS можно исследовать слои лишь с толщиной до 200 Å, но с более высоким разрешением по глубине. Существенное различие содержится в инструментах измерения.

Для анализа обратнорассеянных ионов в традиционном методе РОР используются кремниевые детекторы, имеющие разрешение ~7 кэВ для протонов и ~15 кэВ для ионов гелия, что позволяет анализировать образцы с разрешением по глубине до 200 Å. Метод MEIS использует ионы с меньшей энергией, которые могут быть отклонены с помощью электростатического анализатора, разрешение которого определяется электрическим полем и размерами входной щели (см. рис.2). Благодаря этому, электростатический анализатор позволяет анализировать энергию рассеянных ионов с разрешением в ~100 эВ и, следовательно, исследовать поверхность образца с разрешением в ангстрем, конечно, это требует высокой монохроматичности анализирующего пучка ионов (порядка 100 эВ и менее). Применение в методе MEIS вместо цилиндрического анализатора тороидального

(TESA – Toroidal ElectroStatical Analyser) дает дополнительное важное преимущество. Энергия и угол рассеянных ионов анализируются в TESA одновременно и позволяют измерять атомную массу, толщину и поверхностную структуру мишеней, в частности, кристаллических.

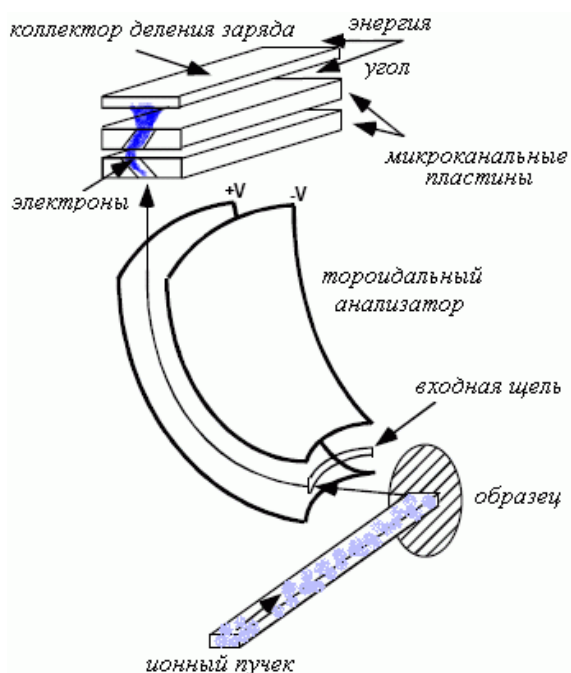


Рис.2. Схема MEIS /5/. Рассеянные назад ионы попадают в тороидальный электростатический анализатор и детектируются МКП и коллектором электронов.

На рис.3 показан внешний вид и интерьер камеры MEIS, предназначенной для исследования состава и толщины разделов многослойных структур с высоким разрешением в НИИЯФ МГУ.



Рис.3. Камера MEIS в комплексе КГ-MEIS: (а) внешний вид, (б) вид сверху.

3. Экспериментальный комплекс КГ-MEIS

3.1. Описание экспериментального комплекса КГ-MEIS

Экспериментальный комплекс КГ-MEIS включает в себя каскадный ускоритель КГ-500 и установку MEIS. Схема экспериментальной установки MEIS изображена на рис.4. Установка состоит из ионопровода, экспериментальной камеры, которые разделены вакуумным затвором (4), а также камеры для смены образцов, которая также отделена от экспериментальной камеры вакуумным затвором. Возможность разделения всех трех составляющих экспериментального комплекса по вакууму, позволяет производить исследования образцов в экспериментальной камере при сверхвысоком вакууме.

В камере для смены образцов расположена «карусель» на 5 образцов. Камера оснащена собственной вакуумной системой откачки, что позволяет производить быструю смену образцов. Шток (9) имеет возможность перемещаться из камеры для смены образцов в экспериментальную камеру.

Рассмотрим отдельно каждый из узлов установки. Пучок ионов из ускорителя (1), после поворота на 90° и выделения необходимых ионов в электромагнитном анализаторе (2), проходит через щелевой прибор и систему квадрупольных линз (3), где дополнительно фокусируется перед входом в экспериментальную камеру. Попадая в камеру, пучок ионов проходит через систему диафрагм (5). Диаметр пучка ионов на мишени составляет 0,5-1 мм.

Далее ионы попадают в систему мониторинга, состоящую из электростатических отклоняющих пластин и цилиндра Фарадея. Ионы, прошедшие мониторинговую систему (при отсутствии высокого напряжения на пластинах), попадают на исследуемый образец. Исследуемый образец (7) устанавливается на гониометрической системе, которая осуществляет вращение образца вокруг трёх взаимноперпендикулярных осей. Заряд, попадающий на исследуемый образец, регистрируется с помощью интегратора тока **И** (10), а обратнорассеянные ионы – при помощи тороидального электростатического анализатора (11). На выходе электростатического анализатора расположены микроканальные пластины и специальный коллектор-делитель заряда. Описание работы коллектора детектора приведено ниже.

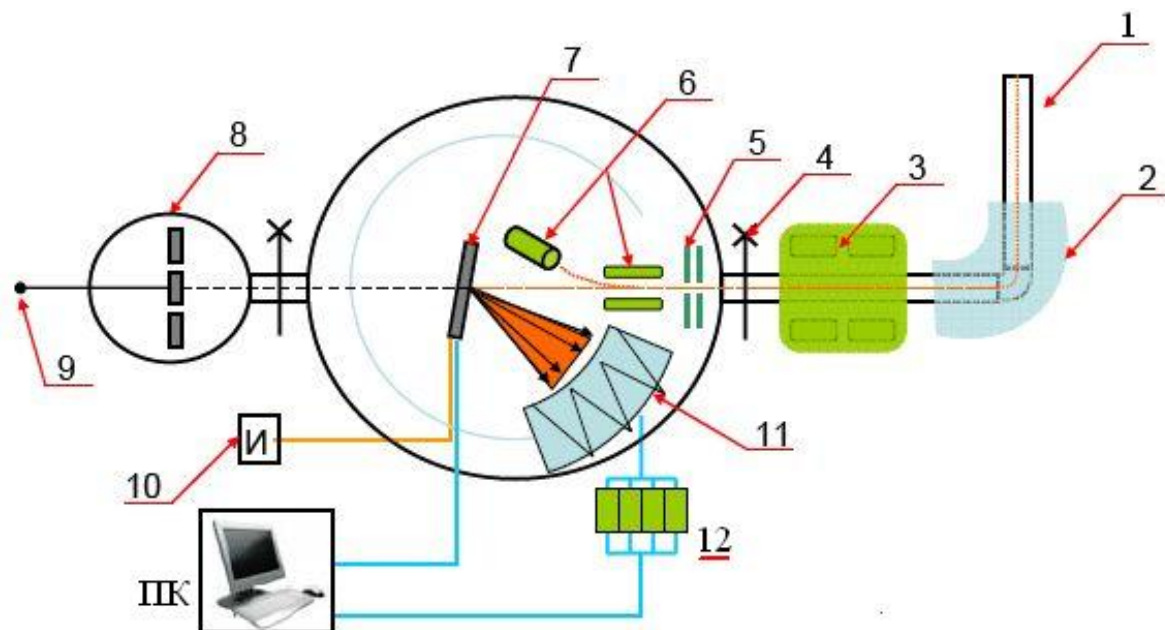


Рис.4. Экспериментальный комплекс КГ-МЕИС для исследования тонкопленочных структур:

1 - пучок ионов, 2 – электромагнитный анализатор, 3 – система квадрупольных линз, 4 – вакуумная задвижка, 5 – система диафрагм, 6 – система мониторинга пучка, 7 – исследуемый образец, 8 – камера смены образцов, 9 – шток, 10 – интегратор тока на мишени, 11 – тороидальный электростатический анализатор с двумерным позиционно-чувствительным детектором, 12 – блок обработки сигнала с детектора

3.2. Ускоритель КГ-500

3.2.1. Описание

Экспериментальный комплекс создан на базе существующего в НИИЯФ МГУ ускорителя КГ-500 (рис.5). Установка работает в режиме ускорения легких ионов при энергиях до 500 кэВ и токах до 0,3 мА и представляет собой ускоритель прямого действия, источником высокого напряжения в котором является каскадный генератор с 13 - кратным умножением напряжения, работающим от генератора переменного тока повышенной частоты ГЛ-20 (рабочая частота - 10 кГц) и максимальной мощности 20 кВт. В ускорителе применена многосекционная фарфоровая трубка с воронкообразными



Рис.5. Высоковольтный зал ускорителя КГ-500.

электродами из нержавеющей стали. Распределение потенциала вдоль трубки осуществляется двумя цепочками из высоковольтных сопротивлений по 100 Мом. Длина ускорительной трубки составляет 2400 мм, наружный диаметр трубки – 440 мм. В ускорительной трубке поддерживается рабочий вакуум $\sim 5 \cdot 10^{-6}$ мм рт.ст. (торр). Ионным источником служит безанодный источник радиочастотного типа с рабочей частотой 50 МГц и газовым давлением 10^{-2} мм рт.ст.

3.2.2. Система подавления пульсаций энергии пучка ионов

Для повышения стабильности энергии пучка ионов была разработана система подавления пульсаций, схема работы которой представлена на рис.6. Для мониторинга пульсаций энергии пучка ионов было предложено использовать щелевой прибор, установленный в ионопровод за электромагнитным анализатором 2 (см. рис.4). При смещении пучка ионов на одну из пластин щелевого прибора возникает сигнал, который усиливается. По величине данного сигнала можно судить о величине пульсаций пучка ионов. Система подавления пульсаций энергии пучка ионов состоит из двух усилителей, трансформатора и регулятора фазы. В качестве исходного сигнала используется сигнал с задающего генератора, после усиления сигнал попадает на регулятор фазы, вновь усиливается и попадает на трансформатор. Сигнал с трансформатора подается на колонну ускорителя. В итоге на ускорительной колонне мы имеем сумму двух сигналов – усиленного до необходимой коррекции энергии пучка сигнала с генератора, а также и сигнала с системы подавления пульсаций. Устанавливая с помощью регулятора фазу сигнала с системы стабилизации, нам удалось добиться уменьшения амплитуды сигнала на щелевом приборе, что свидетельствует о работе системы подавления пульсаций. Уменьшения пульсаций энергии пучка ионов сопровождается значительным увеличением тока пучка на исследуемой мишени.

3.3. Ионопровод

На ускорителе НИИЯФ МГУ КГ-500 проводится широкий спектр экспериментальных исследований, которые продолжаются одновременно с созданием комплекса КГ-МЕИС, для которого был разработан, сконструирован и построен новый тракт с электромагнитным анализатором, системой квадрупольных линз, щелевым прибором и набором диафрагм. На рис.7 показана схема этого тракта. Пучок ускоренных частиц по вертикальному ионопроводу проводится в помещение с установкой МЕИС, находящееся непосредственно под экспериментальным залом КГ-500 и поворачивается анализирующим магнитом в горизонтальную плоскость. Радиус поворота в магните – 500 мм, напряженность магнитного поля до 14000 Эрстед. Обмотки магнитного анализатора

питаются от генератора постоянного тока (до 400 А). Поле анализатора позволяет заворачивать однозарядные ионы до $Z_1 = 24$ с энергией до 500 кэВ.

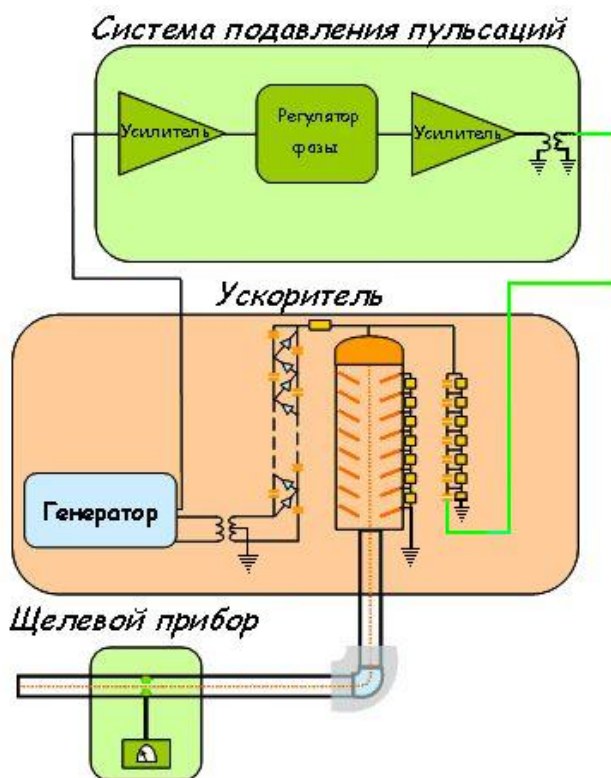


Рис.6. Схема работы системы подавления пульсаций.

Анализирующий магнит расположен на юстировочном столе, имеющем 4 вертикальных домкрата и 4 горизонтальных. Такая система позволяет перемещать магнит в произвольном направлении и поворачивать его вокруг произвольной оси в пределах нескольких градусов. Это необходимо для точной юстировки всей системы. Камера анализатора разработана таким образом, что имеется возможность визуального наблюдения юстировки пучка в прямом направлении и юстировки по лазерному лучу в сторону экспериментальной камеры. Миновав анализирующий магнит, пучок проходит через щелевой прибор, который включен параллельно основному, установленному в первом экспериментальном зале. Щелевой прибор обеспечивает стабилизацию ускоряющего напряжения по стабилизированному магнитному полю на уровне $\sim 10^{-4}$. За щелевым прибором расположена система квадрупольных линз, позволяющая произвести фокусировку пучка ионов перед входом в систему диафрагм. Блок питания квадрупольных линз позволяет производить фокусировку как независимо по двум взаимно перпендикулярным направлениям пучка, так и синхронизовано по обоим направлениям.

Вакуумная откачка ионного тракта осуществляется с помощью турбомолекулярного насоса. При достижении вакуума в 10^{-6} мбар ($0,75 \cdot 10^{-6}$ торр) в

ионном тракте, вакуумные системы ускорителя и ионопровода объединяются и дальнейшее поддержание рабочего вакуума ионного тракта производится с помощью магниторазрядного насоса.

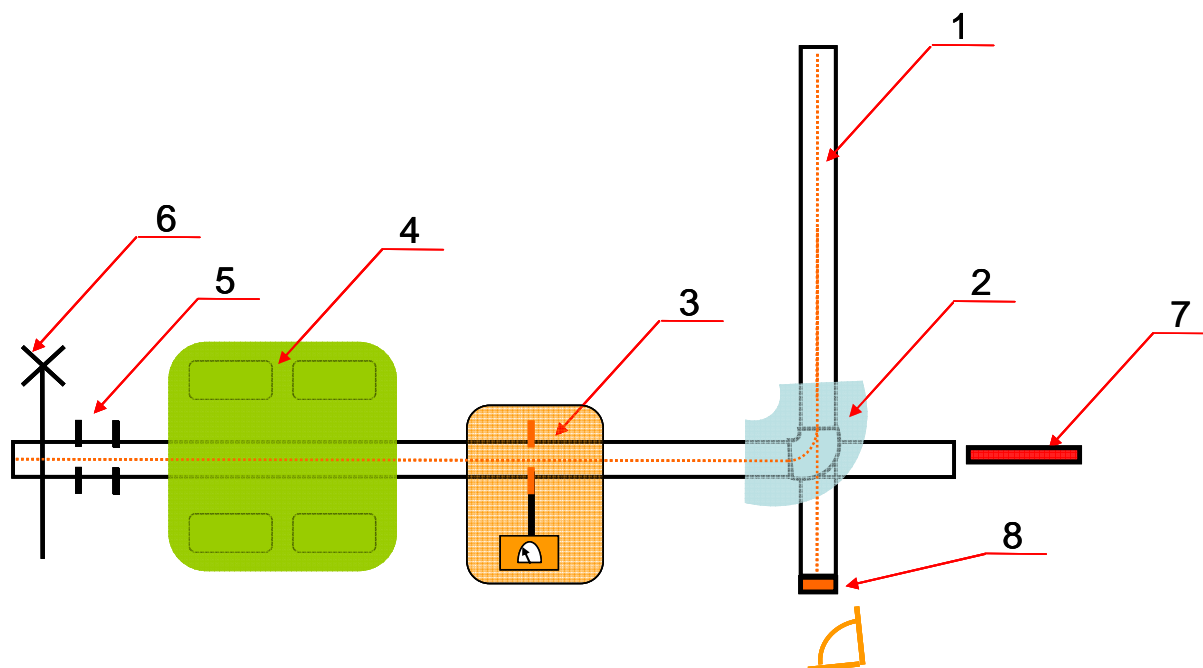


Рис.7. Схема ионопровода экспериментального комплекса КГ-MEIS для исследования тонкопленочных структур:

1 - пучок ионов, 2 – электромагнитный анализатор, 3 – щелевой прибор, 4 - система квадрупольных линз, 5 – система диафрагм, 6 – вакуумная задвижка, 7 – лазер, 8 – кварцевая мишень.

3.4. Экспериментальная камера MEIS

3.4.1 Описание

Экспериментальная камера содержит систему мониторинга интенсивности пучка, гониометрическую систему для крепления и точного вращения образца, электростатический анализатор и двумерный детектор.

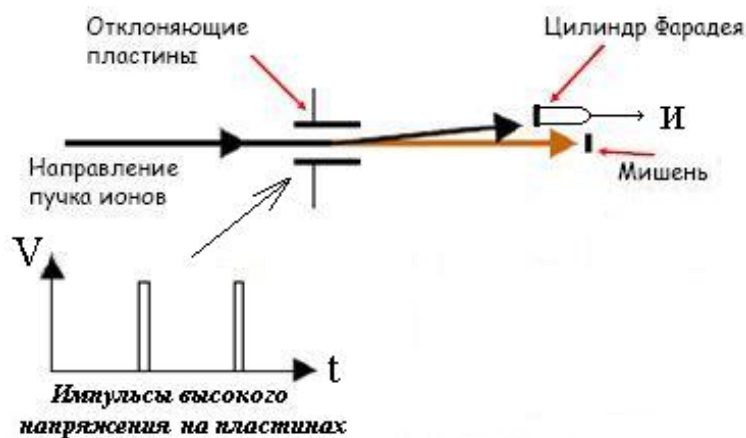


Рис.8. Система мониторинга пучка ионов.

На входе в экспериментальную камеру пучок ионов проходит систему диафрагм, после которой попадает в систему мониторинга интенсивности пучка (рис.8) представляющую две параллельные пластины, на которые с частотой 1 МГц подаются импульсы высокого отклоняющего

напряжения. Отклоненный пучок попадает в цилиндр Фарадея, к которому подсоединен интегратор тока, по данным которого и происходит мониторинг интенсивности пучка ионов. Ионы, прошедшие мониторинговую систему (в моменты отсутствия высокого напряжения на пластинах), попадают на исследуемый образец, который устанавливается на гониометрической системе, позволяющей осуществлять вращение образца вокруг трёх взаимноперпендикулярных осей. Вращение гониометра производится с помощью шаговых двигателей (с шагом $0,1^\circ$). Точность выполнения поворотов на большие углы составляет не хуже 1%. Управление шаговыми двигателями производится с компьютера. Заряд, попадающий на исследуемый образец, также можно регистрировать с помощью интегратора тока. Обратные рассеянные мишенью ионы попадают в тороидальный электростатический анализатор. Угловое положение анализатора относительно мишени можно изменять в плоскости рассеяния по окружности, центр которой совпадает с центром вращения гониометра. Электростатический анализатор - тороидальный сектор радиусом 200 мм, состоящий из двух электродов с расстоянием между ними 12 мм, позволяющий регистрировать ионы в 20° -ном диапазоне углов рассеяния. Энергия ионов, проходящих вдоль центральной оси анализатора, определяется полем, образованным электродами анализатора, на которые подается высокое стабильное напряжение. На выходе электростатического анализатора расположены две микроканальные пластины и специальный позиционно-чувствительный коллектор-делитель заряда.

3.4.2 Позиционно-чувствительный детектор

На выходе электростатического анализатора расположена пара микроканальных пластин (МКП). К пластинам приложено высокое равное напряжение. Делитель напряжений оснащен системой защиты от пробоев. При возникновении пробоя в микроканальной пластине в цепочку делителя включается сопротивление 4 Мом, напряжение на пластинах падает и подается звуковой сигнал. Для повторного включения необходимо отключить блок питания микроканальных пластин, а затем снова включить блок питания и медленно поднять питающее напряжение.

При попадании обратно рассеянного иона в микроканал пластины, из его стенки выбиваются электроны, которые ускоряются электрическим полем, созданным напряжением, приложенным к концам канала.

Вторичные электроны летят по параболическим траекториям, пока не попадут на стенку канала, в свою очередь, выбивая еще большее количество вторичных электронов. Этот процесс по мере пролета вдоль канала повторяется многократно и на выходе микроканальных пластин формируется электронная лавина, которая попадает на позиционно-чувствительный детектор (рис.9). На каждый падающий на МКП ион

образуется на выходе двух МКП облако из $\sim 10^6$ электронов с суммарным зарядом в 1 пикокулон. Позиционно-чувствительный детектор служит для определения количества ионов, рассеянных на определенный угол. В установке используется двумерный

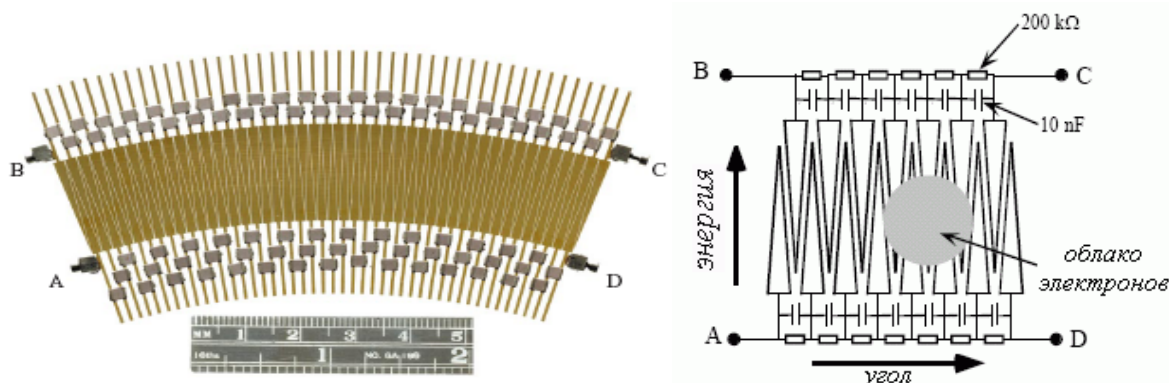


Рис.9. Позиционно-чувствительный детектор.
Слева – вид коллектора-делителя, справа – схема, поясняющая его работу.

позиционно-чувствительный детектор. Такой детектор имеет вдвое лучшее разрешение по энергии и в пять раз большую скорость счета, чем одномерный детектор. Детектор представляет из себя специальный коллектор, который имеет вид «поля для нарда» с упорядоченными по дуге секторами. Заряд, созданный на позиционно-чувствительном детекторе падающей электронной лавиной, разделяется между четырьмя выходами детектора (см. рис.9 - справа). По отношению величин зарядов на каждом из выходов можно определить точное место попадания иона, а, следовательно, его энергию и угол рассеяния.

3.5. Обработка сигналов с детектора

Сигналы с позиционно-чувствительного детектора подаются на четыре зарядо-чувствительных предусилителя, затем усиливаются и обрабатываются. Первоначально обработка сигналов производилась с помощью блоков САМАС, а также с использованием суммирующего дискриминатора. В настоящее время для оцифровки и обработки сигналов используется РХИ-компьютер.

3.5.1. Обработка с помощью блока САМАС

В данном случае усиленные импульсы попадают в суммирующий дискриминатор, в случае превышения амплитудой суммарного импульса некоторого порогового значения дискриминатор дает сигнал на оцифровку импульсов.

Сигнал на оцифровку импульсов с суммирующего дискриминатора поступает с задержкой в несколько микросекунд, поэтому необходимо производить задержку всех четырех импульсов на такое же время для корректной оцифровки сигнала. Оцифрованные с помощью 4-х АЦП САМАС импульсы передаются в компьютер, где происходит обработка полученных значений (рис.10).

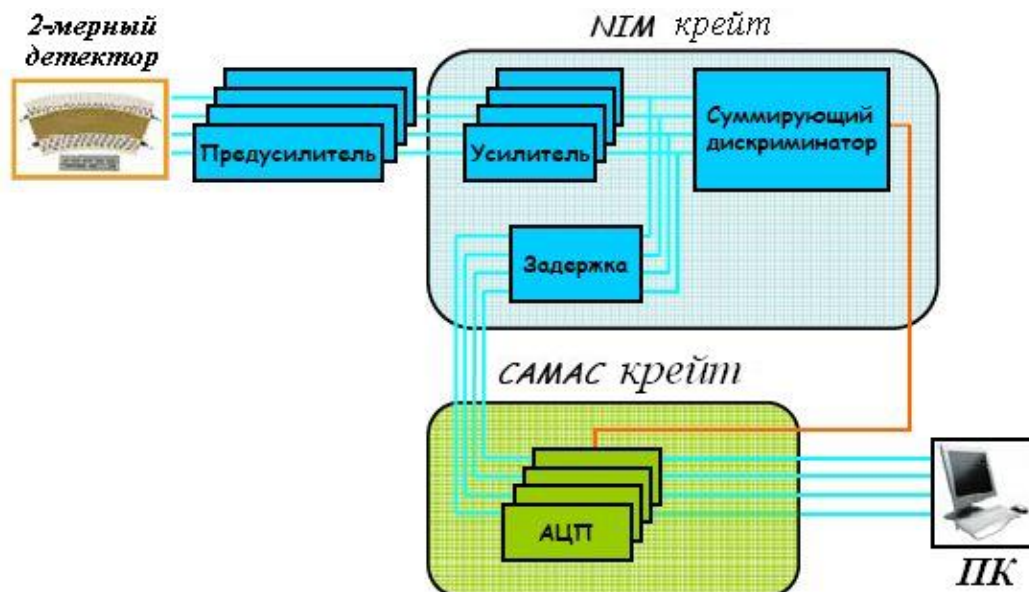


Рис.10. Схема обработки сигнала с позиционно-чувствительного детектора экспериментального комплекса КГ-МЕИС с помощью блока САМАС.

3.5.2. Обработка на PXI-компьютере

Обработка импульсов с помощью PXI-компьютера (здесь PXI - PCI eXtensions for Instrumentation, а шина стандарта PCI – Peripheral Component Interconnect) отличается от метода обработки сигналов, описанного выше. А именно, из-за наличия задержки между выходным сигналом на оцифровку с сумматора и входными сигналами было принято решение исключить его из цепочки и использовать блок непрерывного суммирования сигналов с усилителя. В таком случае мы имеем суммарный сигнал, не отстающий по времени от входных сигналов, который мы и подаем на запускающий триггер платы оцифровки. Суммирование именно всех четырёх сигналов с детектора, а не дополнительное усиление одного из сигналов очень важно, из-за возможного разного распределения сигналов по амплитуде и, следовательно, велика опасность потери данных по причине низкого уровня запускающего триггера. В качестве платы оцифровки сигнала используется PXI-6115 с частотой дискретизации 10 МГц, что позволяет производить оцифровку сигнала с высокой точностью. Программа для сбора и обработки данных написана на языке LabView. LabView (Laboratory Virtual Instrumentation Engineering Workbench) – платформа и среда разработки для графического языка программирования, разработанного фирмой National Instruments [19]. Схема обработки импульсов представлена на рис.11.

Координаты обратно рассеянного иона в обоих случаях обработки сигнала программно вычисляются с помощью следующих уравнений:

$$\theta = \frac{C + D}{A + B + C + D},$$

$$E = \frac{B + C}{A + B + C + D},$$

где A, B, C, D – величина амплитуды сигнала.

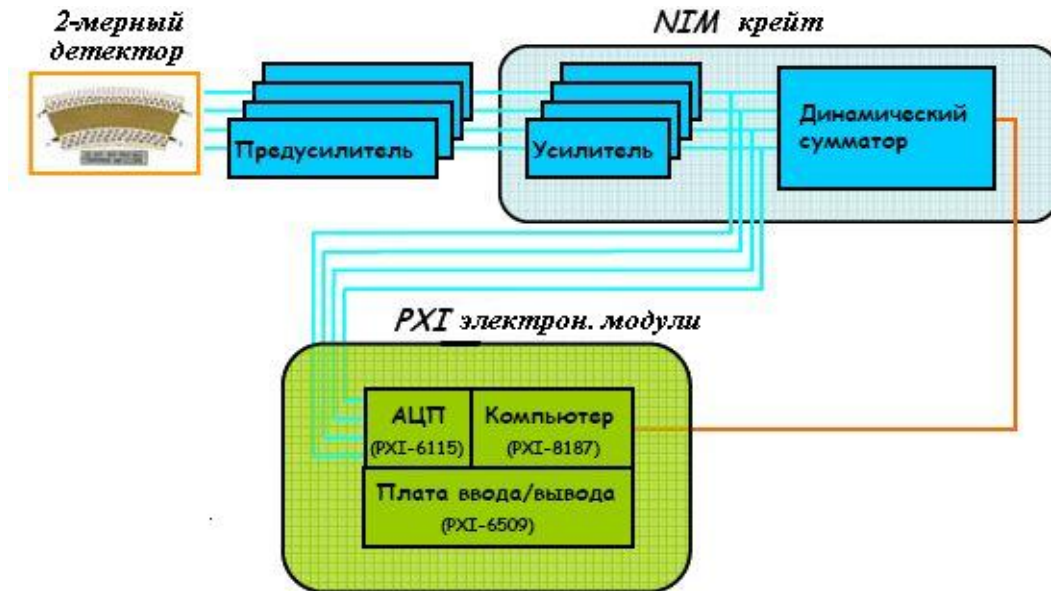


Рис.11. Схема обработки сигнала с позиционно-чувствительного детектора экспериментального комплекса КГ-МЕИС с помощью РХИ-компьютера

В случае использования для обработки сигнала блока САМАС в качестве АЦП используется амплитудочувствительная плата и величина, полученная с нее, сразу может использоваться в расчетах. В случае использования РХИ-компьютера для сбора данных необходим программный поиск максимума пика, но при том, мы сразу определяем и синхронизацию по времени между пиками. Величина времени очень важна для определения расхождения в формировках импульсов в каждом из каналов.

4. Первые результаты

После юстировки ионного тракта и наладки вакуумного оборудования нами были произведены эксперименты по измерению тока пучка на мишени, регистрируемого с помощью интегратора тока. Величина тока на мишени составляла до 100 нА. Использование системы квадрупольных линз для дополнительной фокусировки пучка позволило повысить ток на мишени до 150 нА.

Калибровка напряжений на электростатическом анализаторе и микроканальных пластинах, наладка системы сбора и оцифровки сигналов производились с помощью экспериментов на образцах известного состава и толщины. Эксперименты проводились при энергии анализирующего пучка протонов от 80 до 150 кэВ. Первой мишенью служила

пленка с напыленным слоем HfO_2 толщиной 3 нм на кремниевой подложке. Детектор располагался под углом рассеяния 115° . Потери энергии протонов на мишени HfO_2 толщиной 3 нм составляют ~ 2 кэВ. Это очень важно, так как энергетическое окно при неизменном напряжении на электростатическом анализаторе составляет 2% от энергии анализирующего пучка. То есть в наших экспериментах это окно $\sim 1,6$ -3 кэВ.

Вначале для проверки работы детектора был проведен следующий эксперимент. Все четыре сигнала с детектора (с выходов А, В, С и D, см. рис.9) суммировались и после обработки в одноканальном дискриминаторе подсчитывались и сохранялись. Таким образом, меняя ступенчато напряжение на электростатическом анализаторе, мы смогли получить энергетический спектр обратного рассеяния протонов на образце, правда, с ухудшенным разрешением из-за конечного значения энергетического окна тороидального анализатора (и усреднения данных по всем углам в фокальной плоскости TESA). Один из экспериментальных спектров приведен на рис.12.

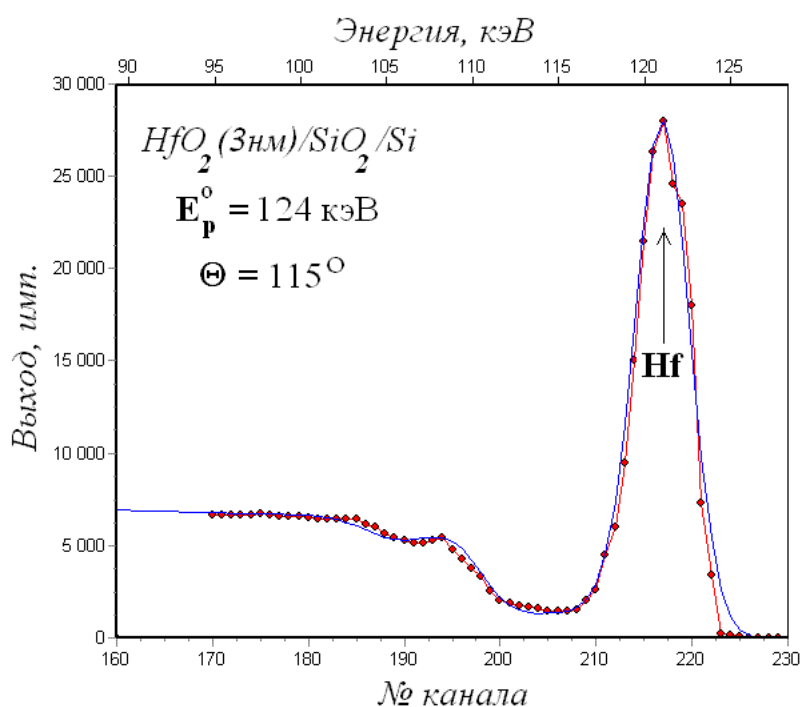


Рис.12. Энергетический спектр обратного рассеяния протонов с энергией 124 кэВ на образце $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2/\text{Si}$. Экспериментальные данные показаны точками, сплошная линия – симуляция спектра при помощи программы SIMNRA /21/.

На сегодняшний день аналогичные эксперименты, в которых учитывается только число регистрируемых детектором частиц в зависимости от напряжений на пластинах электростатического анализатора, используются для быстрого определения примерного состава исследуемой мишени. Эксперименты реализованы в полностью автоматическом режиме с помощью платы PXI-6115, которая оснащена 2-мя 12 битными ЦАП-каналами с аналоговым выходом. Напряжение на одном из этих каналов устанавливается программно

и подается на низковольтный управляющий вход высоковольтного блока питания электростатического анализатора.

Симуляция энергетического спектра обратного рассеяния проводилась с помощью стандартных программ RUMP, SIMNRA и др. /20-23/, общее описание метода измерений ROP, например, опубликовано в книге /24/. Пик от атомов Hf на рис.12 имеет ширину $\sim 3,6$ кэВ. С учетом энергетического окна TESA (2,4 кэВ) и энергетических потерь в слое окисла гафния (2 кэВ) получаем, что разброс энергии пучка протонов в данном случае составлял $\sim 1,77$ кэВ. Такая ширина разброса связана с тем, что во время проведения данного эксперимента система подавления пульсаций была отключена. Эксперименты, проведенные с образцом HfO_2 на кремниевой подложке, позволили провести калибровку напряжений на электростатическом анализаторе и микроканальных пластинах, произвести наладку системы сбора и оцифровки сигнала.

Для определения величины пульсаций и их уменьшения с помощью разработанной системы подавления пульсаций, было решено проводить эксперименты на более тонких образцах. Для этого было изготовлено еще два образца. Второй образец изготовлен методом импульсного лазерного осаждения. С помощью строго заданного числа лазерных импульсов на мишень Sb был осуществлен рост тонкого слоя сурьмы толщиной $\sim 0,4$ нм на кремниевой подложке. Третий образец для наших экспериментов - Au/Si, был изготовлен методом термического испарения золота на кремниевую подложку. Толщина слоя Au $\sim 0,5$ нм.

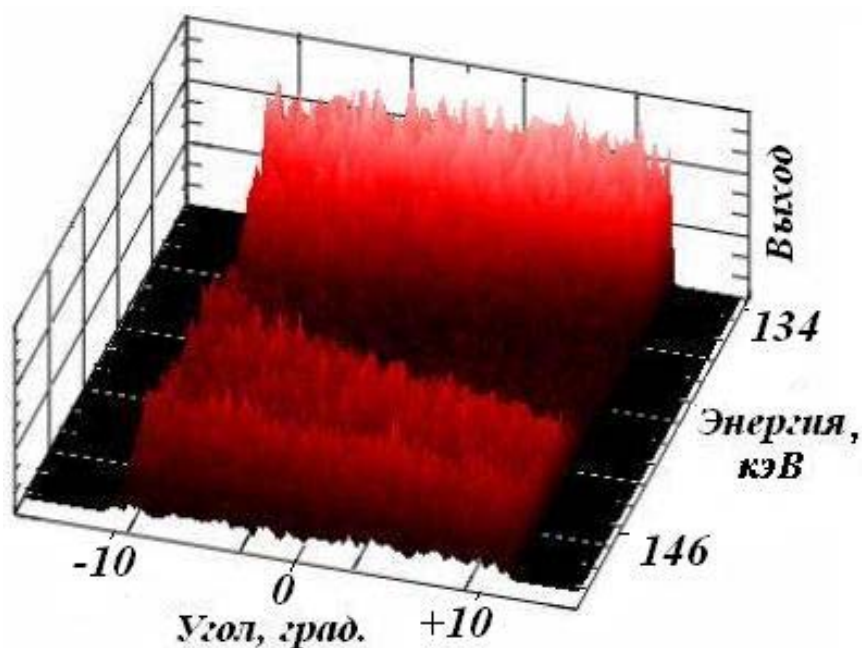


Рис.13. Спектрально-угловое распределение рассеянных протонов с энергией 150 кэВ от образца $\text{Si/Sb}(4\text{\AA})/\text{SiO}_2/\text{Si}$. Выход на атомах Sb показан в нижней части рисунка. В верхней части спектра находится пик Si.

Измерение данных двух образцов производилось при помощи системы обработки данных, основанной на РХИ-компьютере и с дистанционным управлением высоковольтными блоками электростатического анализатора TESA. Спектрально-угловое распределение рассеянных ионов от образца $\text{Si/Sb}(\sim 4\text{\AA})/\text{SiO}_2/\text{Si}$ представлено качественно на рис.13. Детектор располагался под углом рассеяния 115° . Энергия пучка протонов составляла ~ 150 кэВ. Спектр, представленный на рис.13 - результат совмещения 8 различных спектрально-угловых распределений, полученных последовательным изменением напряжений на электростатическом анализаторе. Сканирование по энергии производилось с шагом в $\sim 1,5$ кэВ. Пики в нижней части рисунка показывают структуру слоя сурьмы, в верхней части – большой выход от атомов кремния.

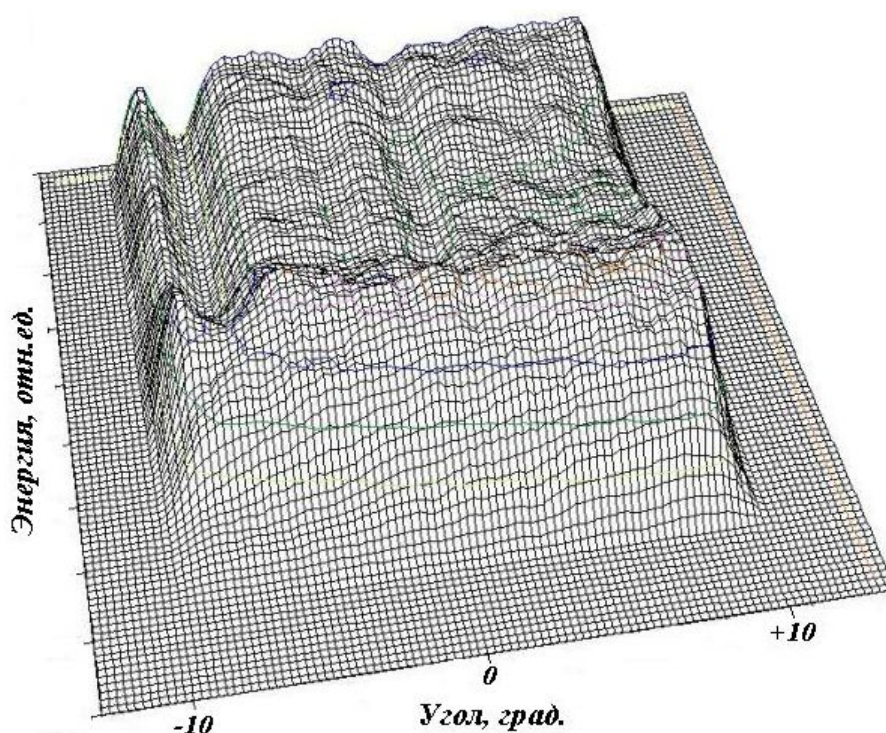
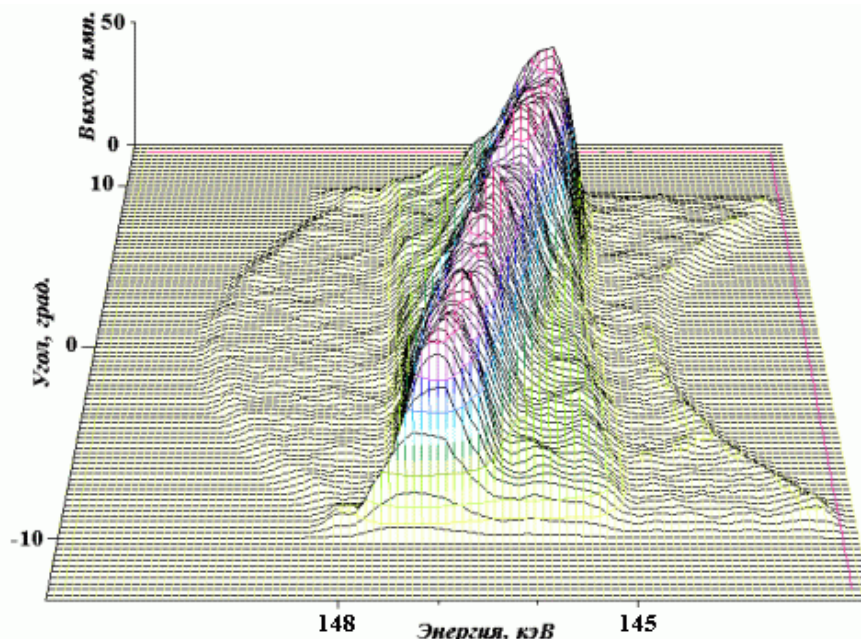


Рис.14. Спектрально-угловое распределение рассеянных протонов с энергией 150 кэВ от образца $\text{Si/Sb}(\sim 4\text{\AA})/\text{SiO}_2/\text{Si}$. Наблюдается лунка в выходе протонов для углов на детекторе порядка -9° .

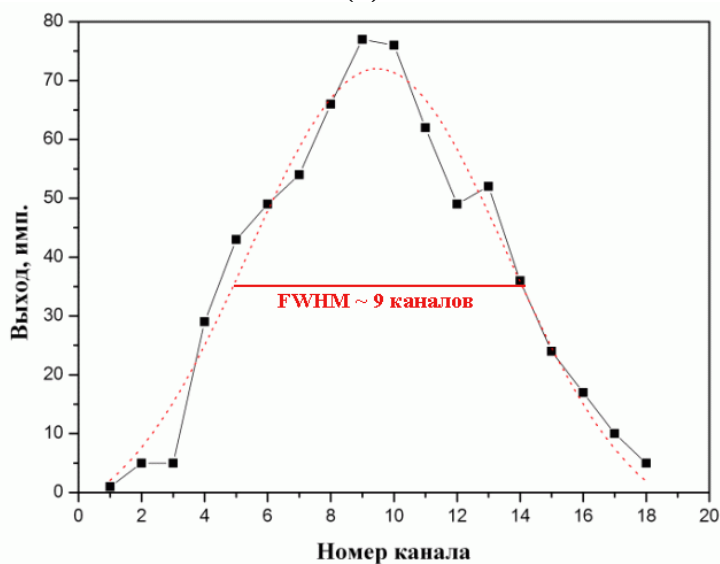
Была предпринята попытка измерения данного образца в прямой геометрии (иначе, в геометрии тени или блокировки) с целью нахождения плоскостных каналов кремниевой подложки. Спектр измерения образца $\text{Si/Sb}(\sim 4\text{\AA})/\text{SiO}_2/\text{Si}$ в прямой геометрии представлен на рис.14. Видно наличие плоскостного канала для углов порядка -9° , а также характерный пик на границе кремниевой области спектра. Просматриваются и более слабые каналы в выходе от сурьмы (в верхней части рис.).

Измерение третьего образца $\text{Au}(\sim 5\text{\AA})/\text{Si}$ позволило получить спектр, показанный на рис.15. На рисунке представлено спектрально-угловое распределение от атомов золота, из которого видно, что слой Au очень тонкий. Энергетический спектр от атомов золота при

некоторых углах детектора не превышает одной четверти от энергетического окна TESA, т.е. порядка 750 эВ (см. рис. 15(б)). При суммировании по углам, однако, ширина спектра может повышаться до 1,2 кэВ (FWHM – полная ширина на половине высоты). Подчеркнем, что при измерениях работала система подавления пульсаций энергии ускорителя КГ-500. Для более точного определения толщины Au необходимо измерение спектра с большей статистикой, а также измерение спектров по энергии до области кремния (для нормировки на уровень кремниевой подложки при симуляции спектров).



(а)



(б)

Рис. 15. Спектрально-угловое распределение протонов с энергией 150 кэВ, рассеянных атомами Au на образце Au($\sim 5\text{\AA}$)/Si (а). На рис. (б) представлено фиттирование энергетического спектра при определенном угле детектора распределением Гаусса (пунктирная линия).

5. Заключение

На настоящий момент проведены следующие работы:

1. Завершен монтаж ионопровода, вакуумного оборудования и экспериментальной камеры.
2. Налажена удовлетворительная работа вакуумного оборудования ионопровода и экспериментальной камеры. Вакуум в ионопроводе – не выше 10^{-6} мбар, вакуум в экспериментальной камере составлял - 10^{-8} мбар.
3. Проведена юстировка ионного тракта и экспериментальной камеры. Максимальный ток на мишени во время проведенных экспериментов достигал 1,5 мкА. Стандартное значение тока на мишени составляет 150-200 нА.
4. Отлажена работа с микроканальными пластинами. Напряжение на МКП подается с помощью специального делителя с защитой от пробоев, которые возникают при ухудшении значения вакуума.
5. Налажена работа с электростатическим анализатором TESA. Проведена калибровка по энергиям и напряжению на пластинах анализатора. Установка напряжения на пластинах анализатора производится с помощью PXI-компьютера и программы написанной на языке LabView.
6. Первоначально анализ и обработка спектров производились с помощью блока САМАС, но в настоящее время сбор и обработка данных полностью переведены на PXI-компьютер.
7. Введена в эксплуатацию система подавления пульсаций энергии анализирующего пучка ионов.

Некоторые проблемы и нерешенные на данный момент задачи:

1. Проблема с низким вакуумом в экспериментальной камере и необходимость проведения экспериментов при пониженном вакууме $5 \cdot 10^{-6}$ мбар из-за наличия непрерывных помех на микроканальных пластинах при использовании для вакуумной откачки камеры магниторазрядных насосов.
2. Определение величины пульсаций энергии анализирующего пучка ионов и изготовление или заказ необходимого для этого тонкого образца из тяжелого элемента.
3. Ввод в эксплуатацию камеры для смены образцов, что позволит производить быструю смену образцов без напуска атмосферы в экспериментальную камеру, что негативно влияет на работу МКП и детектора, а также

исключает возможность быстрого использования магнитоэлектрических насосов.

4. Ввод в эксплуатацию полупроводникового детектора, расположенного на блоке электростатического анализатора, который позволит быстро определить примерный состав и толщину исследуемой мишени для дальнейшего исследования её с помощью электростатического анализатора.
5. Перевод управления гониометром на РХИ-компьютер с использованием платы ввода-вывода РХИ-6509.
6. Необходимо продолжить работы по развитию программной поддержки измерений на комплексе КГ-МЕИС.

Авторы благодарят А.Л. Афанасьева, Ю.Д. Зонненберга и Г.П. Похила за большую помощь на разных стадиях настоящей работы.

Список литературы

1. J.F. van der Veen, Surf. Sci. Rep. 5 (1985) 199.
2. E. P. Gusev, H. C. Lu, E. Garfunkel, and T. Gustafsson, Surf. Sci. 352/354 (1996) 21.
3. B.W. Busch and T. Gustafsson, Phys. Rev. B61 (2000) 16097.
4. A. W. D. Denier van der Gon, R. J. Smith, J. M. Gay, D. J. O'Connor, and J. F. van der Veen, Surf. Sci. 227, 143 (1990).
5. B.W. Busch, T. Gustafsson, T.H. Viefhaus, C. Uebing, Surf. Sci. 463 (2000) 145.
6. S. Abo, S. Ichihara, T. Lohner, F. Wakaya, T. Eimori, Y. Inoue, M. Takai, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B237 (2005) 72.
7. D.P. Woodruff, Nuclear Instr. and Methods in Phys. Research B256 (2007) 293.
8. V.V. Afrosimov, R.N. Il'in, S.F. Karmanenko, A.A. Melkov, V.I. Sakharov, I.T. Serenkov, Thin Solid Films 492 (2005) 146.
9. M.-Y. Ho, H. Gongga, G. D. Wilk, B. W. Busch, M. L. Green, W. H. Lin, A. See, S.K. Lahiri, M. E. Loomans, Petri I. Raisanen, T. Gustafsson, Appl. Phys. Lett. 81 (2002) 4218.
10. S. Sayan, S. Aravamudhan, B. W. Busch, W. H. Schulte, F. Cosandey, G. D. Wilk, T. Gustafsson, E. Garfunkel, J. Vac. Sci. Technol. A20 (2002) 507.
11. T. Gustafsson, H.C. Lu, B. W. Busch, W. H. Schulte, E. Garfunkel, Nuclear Instr. and Methods in Physics Research B183 (2001) 146.
12. J.J. Chambers, B.W. Busch, W. H. Schulte, T. Gustafsson, E. Garfunkel et al., Appl. Surf. Sci. 181 (2001) 78.
13. W. Tsai, R.J. Carter, H. Nohira et al., Microelectronic Engineering 65 (2003) 259.
14. P.E.A. Alkemade, W.C. Turkenburg, W.F. van der Weg, Nuclear Instr. and Methods in Physics Research B28 (1987) 161.
15. W. H. Schulte, B.W. Busch, E. Garfunkel, T. Gustafsson, G. Schiwietz, P.L. Grande, Nuclear Instr. and Methods in Physics Research B183 (2001) 16.
16. P.L. Grande, G. Schiwietz, Phys. Rev. A58 (1998) 3796.
17. A.A. Bednyakov, V.Ya. Chumanov, O.V. Chumanova, G.A. Iferov, V.S. Kulikauskas, I.I. Razgulyaev, Yu.N. Zhukova, Nuclear Instr. and Methods in Physics Research B115 (1996) 168.
18. S.W. Novak, C.W. Magee, T. Buyulimanli, Nuclear Instr. and Methods in Physics Research B242 (2005) 321.
19. <http://www.ni.com/labview/>
20. L.R. Doolittle, Nuclear Instr. and Methods in Physics Research B9 (1985) 344.
21. M. Mayer, K. Arstila, K. Nordlund, E. Edelmann, J. Keinonen, Nucl. Instr. and Methods in Physics Research B249 (2006) 823; SIMNRA: Simulation of RBS, ERD and NRA spectra. Available at home page <http://www.rzg.mpg.de/~mam/>
22. V. Bohác, D. M. Shirokov, Nuclear Instr. and Methods in Physics Research B84 (1994) 497.
23. C. Jeynes, N.P. Barradas, P.K. Marriott, G. Boudreault, M. Jenkin, E. Wendler and R.P. Webb, J. Phys. D: Appl. Phys. 36 (2003) R97.
24. Л.Фельдман, Д.Майер. Основы анализа поверхности и тонких пленок. М.-изд-во «Мир», 1989.

Павел Николаевич Черных
Григорий Аркадьевич Иферов
Вацлав Станиславович Куликаускас
Владимир Савельевич Черныш
Николай Гаврилович Чеченин
Владимир Яковлевич Чуманов

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ КОМПЛЕКС КГ-MEIS НИИЯФ МГУ:
ПЕРВЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ**

Препринт НИИЯФ МГУ – 2007 – 1/822

Работа поступила в ОНТИ 28.03.2007