

13,03

Рентгеновская рефлектометрия и моделирование параметров эпитаксиальных пленок SiC на Si(111), выращенных методом замещения атомов

© С.А. Кукушкин^{1–3}, К.Х. Нусупов⁴, А.В. Осипов^{1,3}, Н.Б. Бейсенханов⁴, Д.И. Бакранова⁴

¹ Институт проблем машиноведения РАН,
Санкт-Петербург, Россия

² Санкт-Петербургский государственный политехнический университет,
Санкт-Петербург, Россия

³ Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет
информационных технологий, механики и оптики,
Санкт-Петербург, Россия

⁴ Казахстанско-Британский технический университет,
Алматы, Казахстан

E-mail: sergey.a.kukushkin@gmail.com

(Поступила в Редакцию 11 октября 2016 г.)

Впервые методами рентгеновской рефлектометрии, ИК-спектроскопии и атомно-силовой микроскопии, (АСМ) проведено комплексное исследование структуры и состава нанослоев SiC. Пленки SiC были синтезированы новым методом топохимического замещения атомов подложки при различных температурах и давлениях рабочего газа CO на поверхности высокоомного, низкодислокационного монокристаллического кремния *n*-типа ориентации (111). На основании анализа и обобщения экспериментальных данных, полученных с использованием методов рентгеновской рефлектометрии, ИК-спектроскопии и АСМ предложена структурная модель пленок SiC на Si. Согласно данной модели пленки карбида кремния состоят из ряда параллельных подложке слоев, напоминающих „слоеный пирог“. Экспериментально определен состав и толщина каждого слоя, входящего в структуру пленки. Обнаружено, что во всех образцах присутствует в сверхстехиометрическом состоянии углерод, однако, его структура существенно различна для образцов, синтезированных при температурах 1250°C и 1330°C, соответственно. В первом случае поверхность пленок насыщена кремниевыми вакансиями и углеродом, находящимся в структурно „рыхлой“ форме, напоминающей углерод в состоянии НОРГ. В пленках, выращенных при температуре 1330°C, углерод находится в плотной структуре, приближающейся по плотности к алмазу.

С.А. Кукушкин и А.В. Осипов благодарят за финансовую поддержку РФФИ (гранты №№ 15-0306155, 16-29-03149-офи-м). Нусупов К.Х., Бейсенханов Н.Б. и Бакранова Д.И. благодарят за финансовую поддержку Комитет науки МОН РК (гранты ГР №№ 0262/ГФ4, 4327/ГФ4; 2015–2017 гг.).

Часть экспериментальных исследований проводились при использовании оборудования Уникальной научной установки (УНУ) „Физика, химия и механика кристаллов и тонких пленок“ ФГУН ИПМаш РАН.

DOI: 10.21883/FTT.2017.05.44391.379

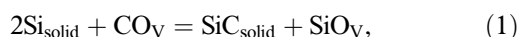
1. Введение

Методы создания гетероструктур путем эпитаксиального роста приводят к удовлетворительным практическим результатам лишь в том случае, если постоянные решетки материала подложки и пленки отличаются не более, чем на 5%. Различие в параметрах решеток карбида кремния (SiC) и монокристаллического кремния (Si) составляет ~ 20%, а разница в их термических коэффициентах расширения ~ 8% [1–3]. Именно поэтому, выращивание высокоориентированных эпитаксиальных слоев SiC на подложке Si является не тривиальной задачей.

В обзорах [2,3] были изложены основные положения нового метода синтеза тонких эпитаксиальных пленок SiC на Si, предложенного теоретически и реализованного экспериментально авторами [4–6]. В его основе лежит

идея топохимического замещения части атомов кремния на атомы углерода внутри кремниевой подложки. Для реализации данного подхода в межузельную позицию решетки кремния предварительно внедряют атом углерода, а соседний с ней атом кремния удаляют, создавая кремниевую вакансию. При этом в приповерхностной области решетки Si образуется ансамбль дилатационных диполей — устойчивых комплексов, состоящих из центров дилатации — атома углерода в межузельной позиции и кремниевой вакансии (C–V_{Si}). В кристалле кубической симметрии эти два центра дилатации упруго взаимодействуют друг с другом. В частности, если дилатационные диполи расположены перпендикулярно плоскости (111) кремния, то они притягиваются друг к другу и практически вся дилатационная упругая энергия, возникшая из-за внедрения атома углерода и образования вакансии, релаксирует. Синтез упругих диполей

осуществляется при помощи химической реакции (1)



протекающей между кремнием и монооксидом углерода (CO). Скорость данной химической реакции максимальна вдоль направления, вдоль которого дилатационные диполи притягиваются, т.е. вдоль направления [111] подложки Si. После завершения процесса химического превращения механические диполи, выполнившие свою роль, распадаются на пленку карбида кремния и поры под ее поверхность. Ориентацию пленки при этом задает „старая“ кристаллическая структура исходной матрицы Si, а не только поверхность подложки, как это обычно реализуется в традиционных методиках выращивания пленок. Температура и давление газа выбираются так, чтобы процесс зарождения зародышей SiC и пор протекал одновременно и с одинаковой скоростью. Образование упругих диполей „атом C–вакансия Si“ позволяет получать эпитаксиальные пленки карбида кремния высокого качества.

Одним из важнейших свойств метода замещения атомов является уникальная возможность с его помощью выращивать не только кубический, но и ряд гексагональных политипов SiC [2,3]. Известно [7–9], что SiC имеет более 250 различных политипов. SiC существует в двух основных кристаллических модификациях — гексагональной α -SiC (6H-SiC ($a = 0.3073$ nm, $c = 1.511$ nm, $E_g = 3.03$ eV); 4H-SiC ($a = 0.3073$ nm, $c = 1.053$ nm, $E_g = 3.26$ eV)) и кубической β -SiC ($a = 0.43596$ nm, $E_g = 2.36$ eV).

Согласно работам [2,3] в процессе синтеза SiC методом замещения атомов, одновременно с зарождением слоя карбида кремния, образуются усадочные поры. Их образование есть следствие различия в объемах, приходящихся на атом материала пленки SiC и материала подложки Si. Образование усадочных пор — нежелательный процесс. В работе [2] показано, что добавлением силана (SiH₄) к основному газу CO можно добиться их полного залечивания. При этом поверхность SiC становится гладкой.

Цель данной работы — комплексное исследование методами рентгеновской рефлектометрии, ИК-спектроскопии и атомно-силовой микроскопии структуры и состава нанослоев SiC, синтезированных на поверхности высокоомного, низкодислокационного монокристаллического кремния *n*-типа ориентации (111). Основное внимание в данной работе уделяется определению состава, плотности, толщины и шероховатости поверхности пленок методом рентгеновской рефлектометрии с использованием специально разработанного метода моделирования [10], ранее не применявшихся к исследованию пленок данного типа. Эти данные будут сопоставляться с результатами исследований, полученных с использованием методов ИК-спектроскопии и атомно-силовой микроскопии [2–6,11–16], пленок SiC, синтезированных методом замещения атомов и пленок SiC, выращенных методом ионной имплантации.

2. Эксперимент

Для синтеза монокристаллических пленок карбида кремния использовались две партии образцов монокристаллического кремния *n*-типа с удельным сопротивлением в пределах 1987–3165 $\Omega \cdot \text{cm}$, ориентации (111), диаметром 20 mm и толщиной 1300 μm , которые были подвергнуты плоскопараллельной двухсторонней шлифовке и полировке до обретения зеркального блеска и толщины 1100 μm . Затем отобранные образцы № 1, 3 и 4 (все, кроме образца № 2) были подвергнуты химическому травлению в смеси кислот в соотношении HF:HNO₃ = 1:10 до толщины 870 μm . Далее все образцы, включая и образец № 2, были подвергнуты травлению в щелочном растворе KOH. После этого все образцы были покрыты слоем водорода (гидрированы) с целью предотвращения образования оксида кремния по методике [17]. Затем, на поверхности этих образцов методом замещения атомов [2,3,6] были выращены пленки SiC. Синтез пленок SiC проводился в специальной, разработанной авторами работ [3,6], установке в смеси газов CO и SiH₄. Условия синтеза были следующими. На образцах с номерами № 1 и 2 синтез пленок SiC проводился при температуре 1250°C и давлении основного газа CO 264 Pa. Время синтеза составило 15 min. На образцах № 3 и 4 синтез SiC проводился в течение 7 min при температуре 1330°C и давлении основного газа CO 395 Pa. Расход газа CO во время синтеза всех пленок составлял 12 sccm, а расход моносилана SiH₄ — 0.25 sccm.

Состав и структура пленок после синтеза были исследованы с использованием ИК-спектрометра Nicolet iS-50 (Thermo Scientific, USA). Программное обеспечение к Nicolet iS-50 позволяет использовать современные программы по разложению инфракрасных спектров на компоненты.

Микроструктура поверхности исследовалась на атомно-силовом микроскопе JSPM5200 Jeol Japan с использованием полуконтактного (AFM AC)-метода. Разрешение микроскопа по плоскости составляет 0.14 nm, вертикальное разрешение — 0.01 nm.

Плотность и толщина пленок определялись при помощи метода рентгеновской рефлектометрии. Измерения этих величин проводились путем регистрации угловой зависимости коэффициента отражения с использованием двух спектральных линий CuK_α (0.154 nm) и CuK_β (0.139 nm) на установке Complexray C6 [18]. Данные рентгеновской рефлектометрии анализировались при помощи пакета программ Release [10].

3. Результаты и обсуждение

3.1. Исследования методом ИК-спектроскопии. Для определения структурного совершенства пленок были сняты ИК-спектры поглощения пленок

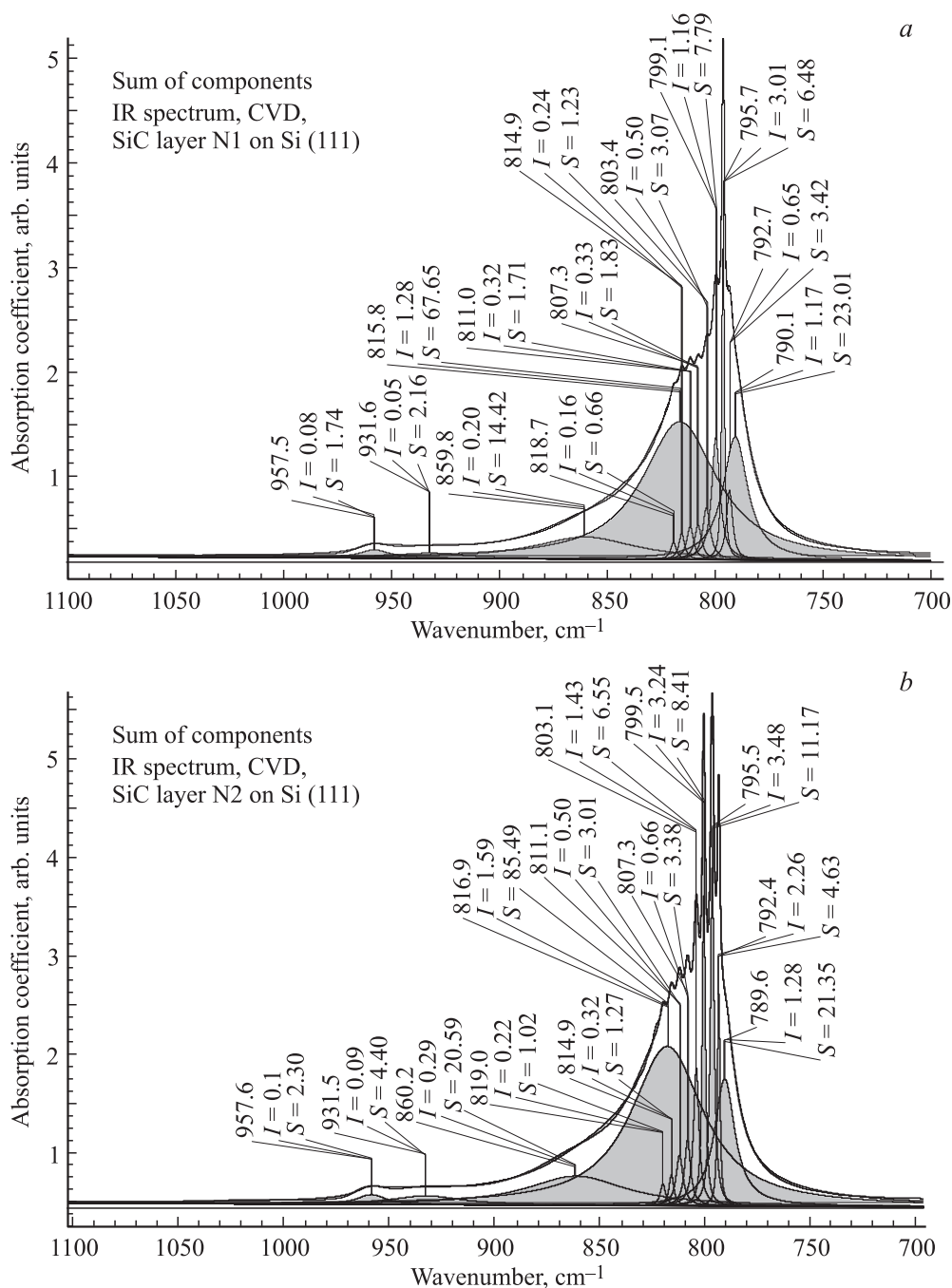


Рис. 1. Математическое разложение ИК-спектра поглощения пленок № 1 (а) и № 2 (b) карбида кремния, синтезированных при температуре 1250°C и давлении 264 Па (S — площадь, I — амплитуда компоненты).

SiC и выполнено их разложение на компоненты. Разложение спектров на составляющие дало возможность определить положение компонент в спектре, вычислить их площадь и измерить их амплитуду. Это, в свою очередь, позволило определить фазовый состав пленок. Полученные данные в ходе исследования ИК-спектров пленок приведены на рис. 1 и 2.

Из этих данных можно сделать следующие выводы. В ИК-спектре образца № 1 наблюдается интенсивный пик монокристаллической фазы карбида кремния с мак-

симумом при 795.7 см⁻¹. Этот же пик наблюдается и в спектре образца № 3, хотя несколько меньшей интенсивности. В спектрах образцов № 2 и 4 данный пик отсутствует. Вместо этого пика в спектре образца № 2 появляется пик при 795.5 см⁻¹, а в спектре образца № 4 — пик с частотой 796.0 см⁻¹. Согласно данным, приведенным в [19], теоретические величины пиков инфракрасного поглощения для кубической, гексагональной и ромбической модификаций следующие: 795.9 см⁻¹ для β -SiC (3C-SiC), 799.5 см⁻¹ для 2H-SiC, 797.6 см⁻¹ для

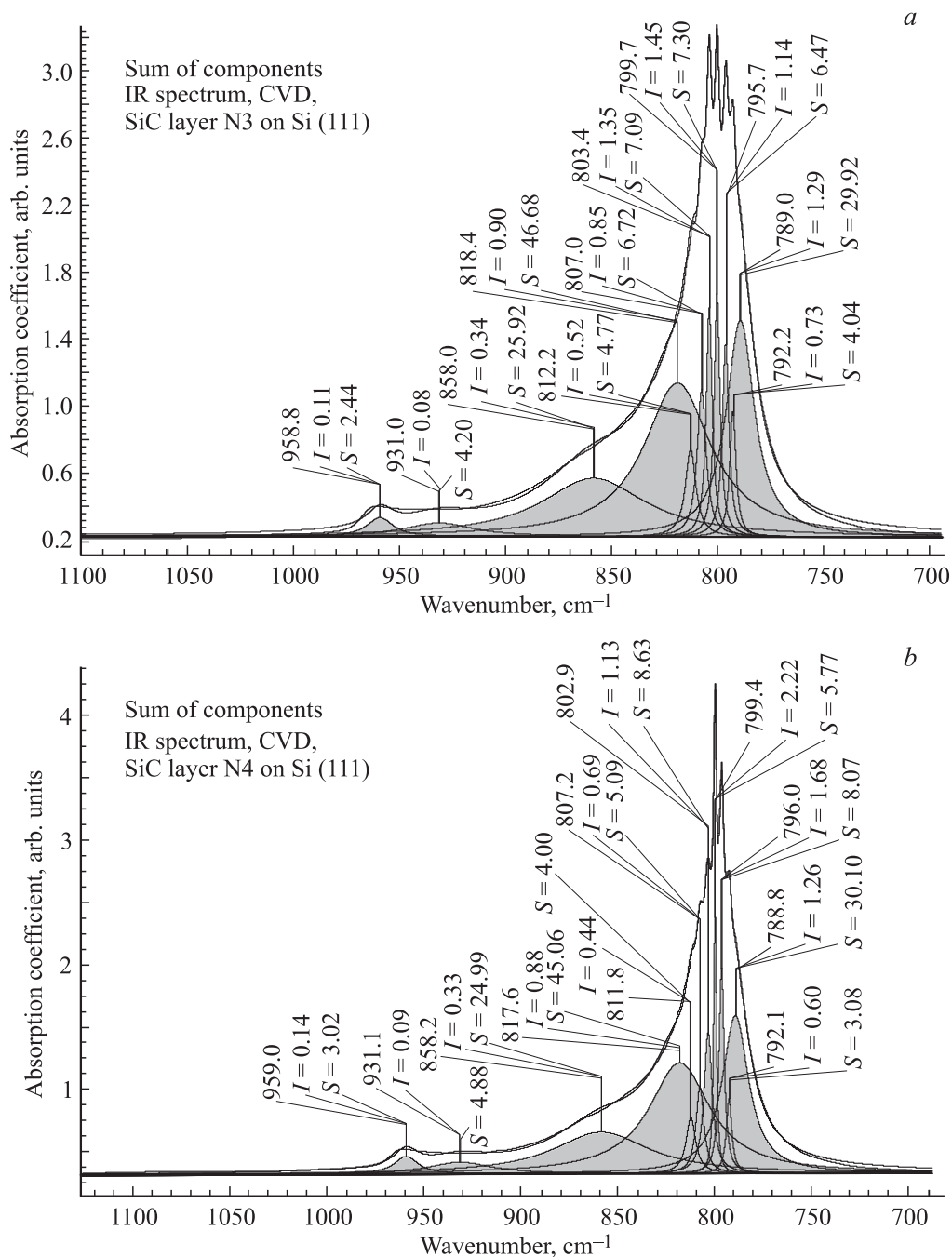


Рис. 2. Математическое разложение ИК-спектра поглощения пленок № 3 (a) и № 4 (b) карбида кремния, синтезированных при температуре 1330°C и давлении 395 Па (S — площадь, I — амплитуда компоненты).

4H-SiC, 797.0 cm⁻¹ для 6H-SiC, 797.5 cm⁻¹ для 15R-SiC. Таким образом, можно утверждать, что в образце № 1 в качестве основной кристаллической фазы карбида кремния присутствует монокристаллический кубический политип 3C-SiC. Учитывая, что экспериментальные значения могут незначительно отличаться от расчетных значений [19], можно однозначно утверждать, что фаза 3C-SiC присутствует и в образцах № 2 и 4. Пики, соответствующие значениям 799.1 cm⁻¹ (образец № 1), 799.5 cm⁻¹ (образец № 2), 799.7 cm⁻¹ (образец № 3)

и 799.4 cm⁻¹ (образец № 4) указывают на присутствие довольно редкой гексагональной фазы 2H-SiC. Отметим, что кривые ИК-спектров, описывающих эти пики, узкие (см. рис. 1 и 2). Это однозначно свидетельствует о кристаллическом совершенстве слоев различных политипов SiC. Таким образом, остроконечные максимумы, присутствующие в интервале частот 792.1–799.7 cm⁻¹ согласно [15,19], мы относим к Si-C-связям, характерным для кристаллического SiC различных и, в частности, гексагональных модификаций.

Спектральные компоненты со значениями 790.1 cm^{-1} (образец № 1), 789.6 cm^{-1} (образец № 2), 789.0 cm^{-1} (образец № 3) и 788.8 cm^{-1} (образец № 4) мы отнесли к Si-C-связи в мелких дефектных нанокристаллах. Действительно, ранее при исследовании аморфных слоев карбида кремния, выращенных методом ионной имплантации [11,14,15,20–22], положение максимума SiC-пика, характеризующее вид превалярующих Si-C-связей, находилось в пределах $700\text{--}760 \text{ cm}^{-1}$ и зависело от концентрации углерода. В процессе отжига (900°C) пик смещается вправо до $\sim 795\text{--}800 \text{ cm}^{-1}$, увеличивает свою амплитуду и сужается, указывая на превалярование Si-C-связей тетраэдрической ориентации кристаллического SiC. Однако компоненты как крупнокристаллической, так и мелкокристаллической, и даже аморфной фазы SiC присутствовали и после высокотемпературного отжига. Например, в работе [22] после отжига при температуре 1200°C ИК-спектры были разложены в три гауссовы компоненты: компонента А аморфного SiC с максимумом при 700 cm^{-1} , компонента B_1 (с большей шириной в половине максимума) мелкозернистого β -SiC с максимумом при $795 \pm 1 \text{ cm}^{-1}$ и компонента B_2 (с меньшей полушириной) крупнозернистого β -SiC с максимумом при $795 \pm 1 \text{ cm}^{-1}$. В работе [11] было показано, что после высокотемпературного отжига при $1250\text{--}1400^\circ\text{C}$ слоев SiC, синтезированных имплантацией ионов углерода с энергией 10 keV, 40 keV либо многократной имплантацией ионов различных энергий, максимум SiC-пика и компоненты кристаллической фазы находились выше 793 cm^{-1} , а максимумы компонент аморфной фазы лежали в пределах $736.2\text{--}742.6 \text{ cm}^{-1}$. Исходя из этого, компоненты ИК-спектра после высокотемпературного синтеза с максимумом при 790.1 , 789.6 , 788.8 или 788.7 cm^{-1} мы отождествили с дефектной нанокристаллической фазой SiC.

Как можно видеть на рис. 1 и 2, ситуация существенным образом становится зависящей от температуры синтеза пленки и предварительной обработки подложки кремния. Так, у образца № 1 наблюдается ряд узких пиков с частотами 803.4 , 807.3 , 811.0 , 814.9 , 818.7 cm^{-1} , которые могут отражать поглощение мелкими нанокристаллами. Действительно, авторы работы [19], анализируя работы по изучению эмиссии малых частиц SiC диаметром $0.3\text{--}3 \mu$ в космических объектах, отмечают, что широкий пик в области 11.3μ ($\sim 885 \text{ cm}^{-1}$) был интерпретирован различными авторами как эмиссия малых частиц SiC между частотами поперечных ($\sim 795 \text{ cm}^{-1}$) и продольных ($\sim 960 \text{ cm}^{-1}$) оптических фононов. Авторами наблюдались пики вплоть до 11.9μ ($\sim 840 \text{ cm}^{-1}$) и были отмечены такие трудности при интерпретации ИК-спектров как экстремальная чувствительность профиля пика SiC к влиянию размеров и формы частиц, появление многих различных кристаллических полиморфов SiC и возможность влияния неупорядоченных структур. В связи с этим, вышеуказанные остроконечные пики в интервале $803\text{--}819 \text{ cm}^{-1}$ могут указывать на их принадлежность к группам мелких

нанокристаллов SiC, отличающихся размерами. Помимо этого, присутствует также широкий гауссов пик с максимумом при частоте 815.8 cm^{-1} , который в соответствии с выводами работ [11,15,19] можно отнести к Si-C-связям на поверхности мелких нанокристаллов SiC широкого спектра размеров с превалярованием нанокристаллов, поглощающих при 815.8 cm^{-1} . Эти нанокристаллы могут располагаться как на границе раздела „пленка SiC–подложка“, так и внутри кремниевой подложки, покрывая внутреннюю поверхность пор. Первые нанокристаллы SiC назовем нанокристаллами первого типа, а нанокристаллы, формирующиеся вместе с порами при проникновении молекул CO, нанокристаллами второго типа. Структура этих нанокристаллов в общем случае может быть различной.

Образец № 2 демонстрирует подобную структуру с небольшим сдвигом максимумов частот либо влево, либо вправо вдоль оси волновых чисел. У пленок № 3 и 4, выращенных при более высокой температуре подложки, часть пиков, частоты которых превышают 803 cm^{-1} , стали более широкими и имеют большие площади, и, напротив, широкий пик при $\sim 818 \text{ cm}^{-1}$ имеет существенно меньшую площадь. Это указывает на более интенсивное формирование групп нанокристаллов SiC различных размеров в переходной области „пленка–подложка“. Область частот, лежащую между $818\text{--}959 \text{ cm}^{-1}$ можно отнести преимущественно к укороченным Si-C-связям между атомами в нанокластерах SiC [11,15].

Следует особо выделить пик с максимумом в области $957.5\text{--}959.0 \text{ cm}^{-1}$, присутствующий во всех образцах. Особенно четко этот пик проявился в образце № 3 (958.8 cm^{-1}) и образце № 4 (959.0 cm^{-1}). Ранее, в работе [23] данная полоса была обнаружена в ИК-спектре пропускания пленок SiC/Si, выращенных методом замещения атомов. Как было показано в [23], этот пик соответствует особой механической связи энергии колебаний упругого диполя — упруго взаимодействующих атома углерода в межузельной позиции и кремниевой вакансии ($\text{C}-V_{\text{Si}}$), образующейся в процессе замещения атомов Si на атомы C. Данный объект был впервые описан в работе [5] и назван дилатационным диполем. Образуются дилатационные диполи только при росте SiC на Si методом замещения атомов кремния на углерод в атмосфере CO.

Учитывая ранее полученные экспериментальные данные по электронографии, фотолюминесценции, высоко разрешающей микроскопии, растровой микроскопии, эллипсометрии и рамановской спектроскопии пленок SiC [2–5,12,13], выращенных методом замещения атомов, а также, принимая во внимание теоретический анализ механизма роста пленок SiC [2,5], результаты анализа ИК-спектров поглощения можно интерпретировать следующим образом. Слои SiC, выращенные методом замещения атомов представляют собой сложную слоистую структуру [2–5,12,13]. На поверхности слой является монокристаллическим. Его толщина в зависимости от условий синтеза лежит в пределах $70\text{--}120 \text{ nm}$.

В зависимости от условий синтеза этот слой может состоять либо только из слоя 3С-SiC, либо представляет собой многослойный „сэндвич“ с чередующимися прослойками слоев кубического и гексагональных политипов SiC. Многослойная структура наиболее выгодна с энергетической точки зрения, поскольку в этом случае происходит дополнительная релаксация механических упругих напряжений, образующихся из-за большого различия в параметрах решеток Si и SiC. В нашем случае таким гексагональным политипом является неустойчивый в обычном состоянии, но устойчивый в многослойной структуре, политип 2H-SiC. По нашему мнению, именно подобная структура и ответственна за образование узких полос в ИК-спектре в области частот $792.1-799.7\text{ см}^{-1}$.

Монокристаллический слой, как показано в [2,4], лежит на поверхности пор, подобно мосту на сваях. Внутренняя поверхность пор покрыта текстурированным слоем SiC различных модификаций [2]. При дальнейшем продвижении от поверхности слоя в глубь подложки Si, концентрация углерода уменьшается, что приводит к образованию неупорядоченных нанокластеров, содержащих связи Si-C различной длины. По нашему мнению, именно эти кластеры и поглощают ИК-излучение в области частот $818-957\text{ см}^{-1}$.

3.2. Исследования методом атомно-силовой микроскопии. На рис. 3 приведены изображения поверхности пленок № 1–4, полученные при помощи атомно-силового микроскопа (АСМ). Характерной особенностью морфологии поверхности всех образцов является „визуализация“ плоскостей ($\bar{1}10$), вдоль которых, согласно [2], лежат дилатационные диполи, и это хорошо видно на рис. 3. Наиболее отчетливо эти плоскости видны на поверхности образца № 3. Они проявляются и на образцах № 1 и 4. На боковых гранях в нижней части выступов на поверхности образца № 2 хорошо видно начало образования этих плоскостей. Образование подобного рода ансамбля плоскостей связано с особенностями роста SiC методом замещения атомов. Согласно работам [2,5] именно в этой плоскости и лежат дилатационные диполи „C-V_{Si}“. В процессе химического замещения часть атомов кремния удаляется из подложки, переходя в газообразную фазу SiO, а часть превращается в SiC. Поскольку объемы, приходящиеся на атом в Si и на молекулу в SiC сильно отличны друг от друга, то образуется слоистая структура, частично выходящая на поверхность и приводящая к увеличению ее шероховатости. В подобных „стопках“ слоев могут присутствовать отдельные слои различных политипов SiC, что и показывает ИК-анализ, описанный выше. Чем выше температура синтеза и чем больше была протравлена исходная поверхность Si, тем более четко выявляются эти плоскости [2]. Для получения более гладкой поверхности (при постоянной температуре), как показано в работе [2], необходимо повышать либо давление газа CO, либо его поток. На рис. 3, *a, b* видно, что на поверхности образца № 1 более отчетливо, по сравнению с образцом № 2, проявились плоскости ($\bar{1}10$).

Этот экспериментальный факт объясняется тем, что поверхность образца № 1 более „перетравлена“, чем поверхность образца № 2. Если необходимо синтезировать SiC при температуре 1330°C с более гладкой поверхностью, чем поверхность образца, изображенного на рис. 3, *c*, то необходимо повысить давление газа CO. Это давление должно быть выше давления, при котором выращивался образец № 3.

Наши измерения показали, что средние шероховатости R_a пленок № 1–4 были следующими: $R_{a1} = 1.58\text{ nm}$; $R_{a2} = 6.19\text{ nm}$; $R_{a3} = 2.95\text{ nm}$; $R_{a4} = 1.77\text{ nm}$. Большая шероховатость R_{a2} пленки № 2, по сравнению с шероховатостью R_{a1} пленки № 1, связана с тем, что исходная поверхность образца № 1 не только отполирована, как поверхность образца № 2, но и протравлена в HF:HNO₃. Таким образом, при дополнительном травлении средняя шероховатость уменьшается при одновременном возрастании структурной фрагментации плоскостями ($\bar{1}10$).

3.3. Исследования методом рентгеновской рефлектометрии. Метод рентгеновской рефлектометрии основан на измерении отражательной способности рентгеновских лучей поверхностью материала вблизи угла полного внешнего отражения. При углах скольжения, меньших критического θ_c , происходит явление полного внешнего отражения рентгеновских лучей, при котором излучение не заходит во вторую среду и практически полностью отражается на границе раздела.

Критический угол чрезвычайно мал и зависит от электронной плотности материала. Чем выше угол падающего рентгеновского пучка по отношению к критическому углу, тем глубже рентгеновские лучи проникают в материал. Для материалов, поверхность которых можно считать идеально плоской, отражательная способность резко уменьшается при углах больших критического. Если поверхность материала шероховатая, это вызывает более резкое снижение отражательной способности. Если материал с плоской поверхностью используется в качестве подложки и равномерно покрыт слоем другого материала, имеющего отличную электронную плотность, то отражения рентгеновских лучей от поверхности тонкой пленки и от границы раздела между подложкой и тонкой пленкой будут либо усиливаться, либо ослабляться, интерферируя друг с другом и образуя осцилляционный рисунок. В первом приближении, интенсивность, рассеянная образцом, пропорциональна квадрату модуля Фурье-преобразования электронной плотности. Таким образом, профиль плотности электронов можно вывести из измеренной интенсивности, а затем могут быть определены толщины слоев, их шероховатость и ряд других свойств. В частности, толщина пленки может быть определена из периодичности колебаний и информации о поверхности и границах пленок по угловой зависимости амплитуды колебаний. Метод рентгеновской рефлектометрии начал широко использоваться в последнее время для определения толщины, плотности и шероховатости как однослойных,

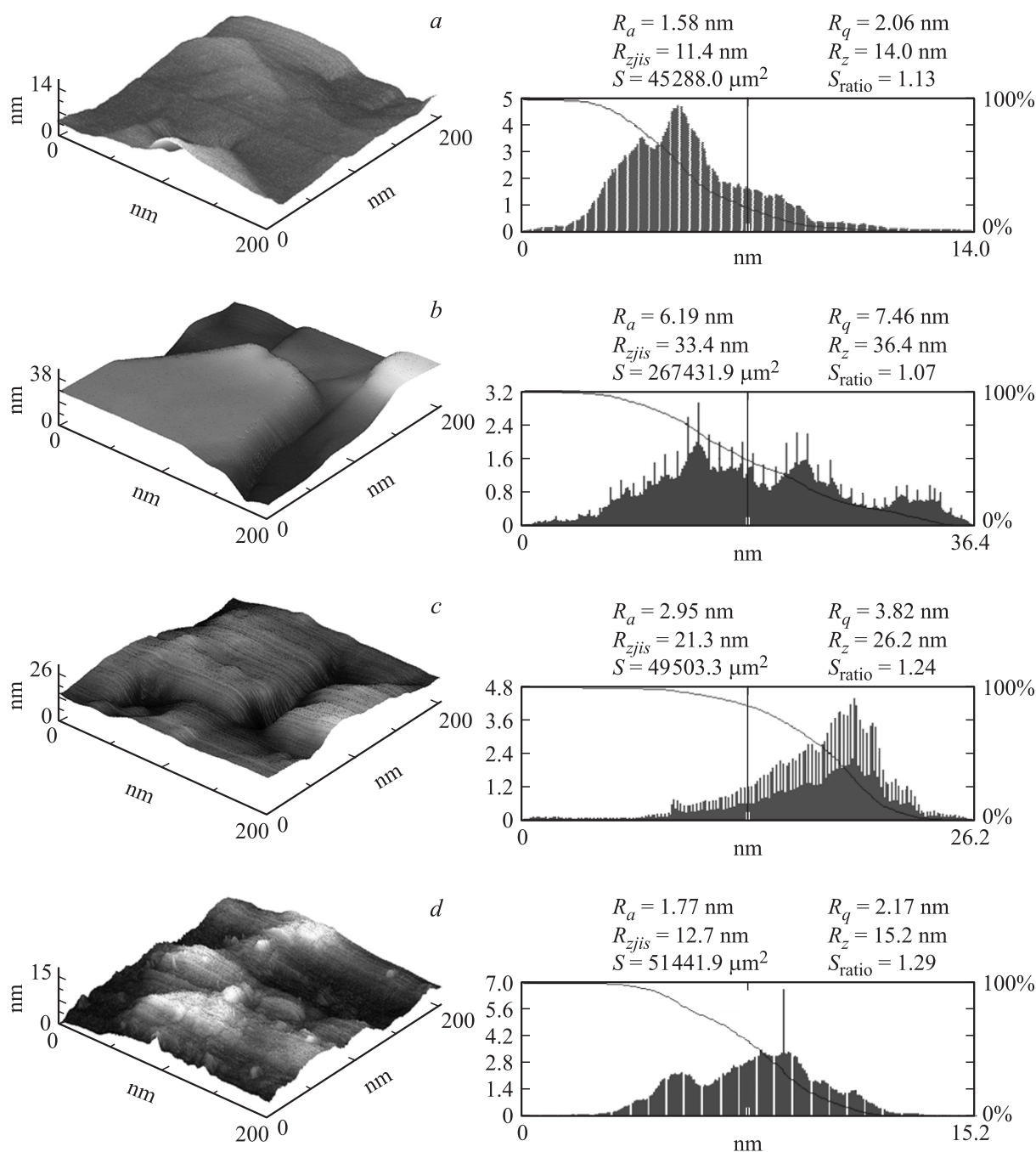


Рис. 3. Топография и шероховатость поверхностей пленок SiC № 1–4 (a–d), синтезированных методом замещения атомов в кристаллической решетке кремния: R_a — средняя шероховатость; R_{zjis} — средняя шероховатость по 10 точкам; R_z — разность между максимумом и минимумом высоты анализируемого изображения; R_q — корень квадратный из квадрата шероховатости; S_{ratio} — площадь изображения; справа приведены гистограммы распределения высот (ось абсцисс — высота в nm, ось ординат — k -частота повторяемости значений высот).

так и многослойных структур. Метод рентгеновской рефлектометрии может быть с успехом использован для определения толщины и состава как кристаллических, так и аморфных материалов.

Методом рентгеновской рефлектометрии нами были измерены все образцы № 1–4. Для большей точности измерений были использованы две спектральные линии

CuK_α (0.154 nm) и CuK_β (0.139 nm). Вследствие размытой границы раздела „пленка–подложка“ максимумы имели низкую амплитуду, что затрудняло анализ слоев SiC. Полученные данные приведены на рис. 4–7. Для всех образцов, кроме образца № 2, были обнаружены осцилляции интенсивности, отнесенные к интерференции рентгеновских отражений в слое SiC_x , где

$x = N_C/N_{Si}$ — отношение концентрации атомов углерода к концентрации атомов кремния [11,14–16]. Если $x = 1$, т.е. $SiC_x = SiC_1$, то это означает, что мы имеем дело со стехиометрическим карбидом кремния, т.е. на один атом углерода приходится один атом кремния. Если $x = 0$, т.е. $SiC_x = SiC_0$, то данное вещество является чистым кремнием $SiC_0 = Si$. Отметим, что при написании формульного состава пленки карбида кремния мы используем введенное Ормонтом правило [24]. Согласно этому правилу, до тех пор, пока не удастся установить, является ли данное вещество однофазным или содержит

две фазы, целесообразно приводить формулу вещества в виде AB_x .

Для образца № 1 основной максимум отражения на рефлектограмме с интенсивностью $I_1 = 72926$ импульсов наблюдался под углом $2\theta = 0.458^\circ$. Величина угла полного внешнего отражения была оценочно определена как угол, где интенсивность отражения приблизительно равна половине главного максимума $I = I_1/2 = 36463$ импульса, то есть $2\theta_c = 0.511^\circ$ (рис. 4, b), или $\theta_c = 0.2555^\circ = 4.459$ mrad. У образца № 2 осцилляции интенсивности, отнесенные к интерференции рентгенов-

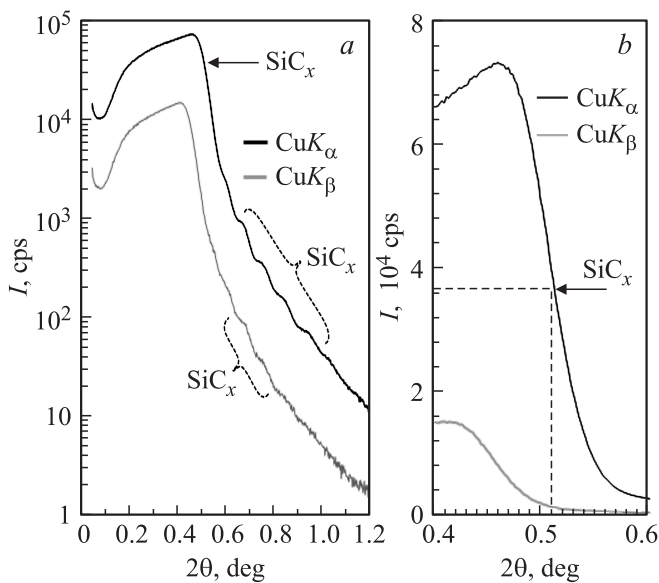


Рис. 4. Рентгеновская рефлектометрия с использованием двух спектральных линий CuK_α (0.154 nm) и CuK_β (0.139 nm) пленки Si_yC образца № 1 в логарифмическом (a) и натуральном (b) масштабах.

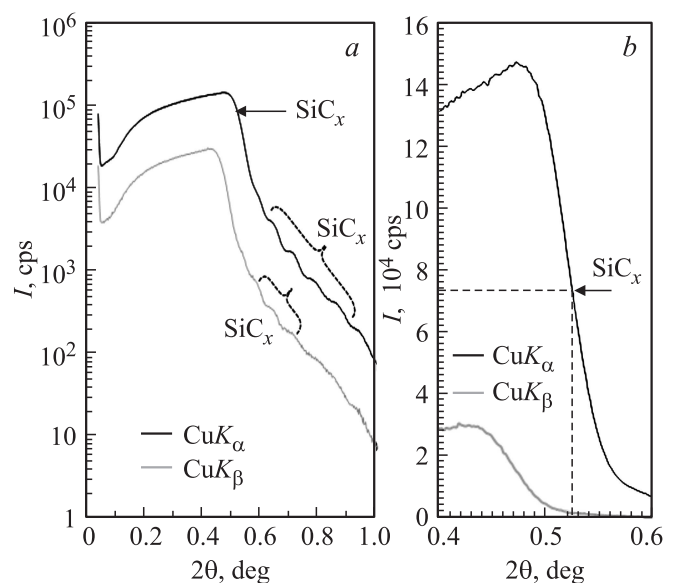


Рис. 6. Рентгеновская рефлектометрия пленки Si_yC образца № 3 в логарифмическом (a) и натуральном (b) масштабах.

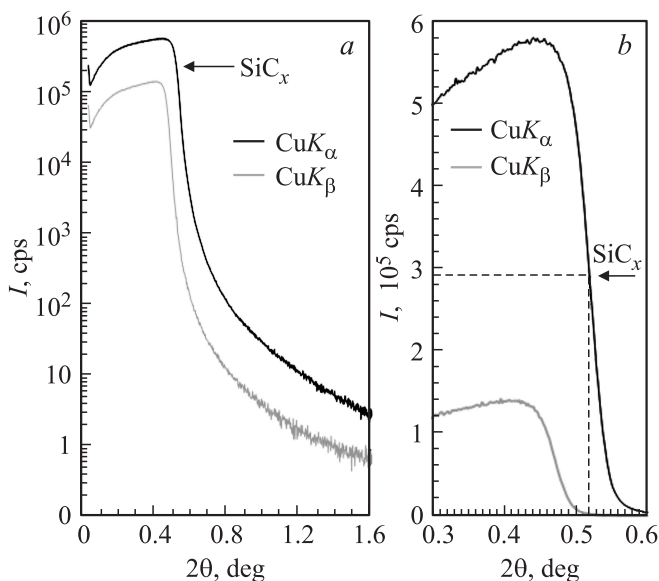


Рис. 5. Рентгеновская рефлектометрия пленки Si_yC образца № 2 в логарифмическом (a) и натуральном (b) масштабах.

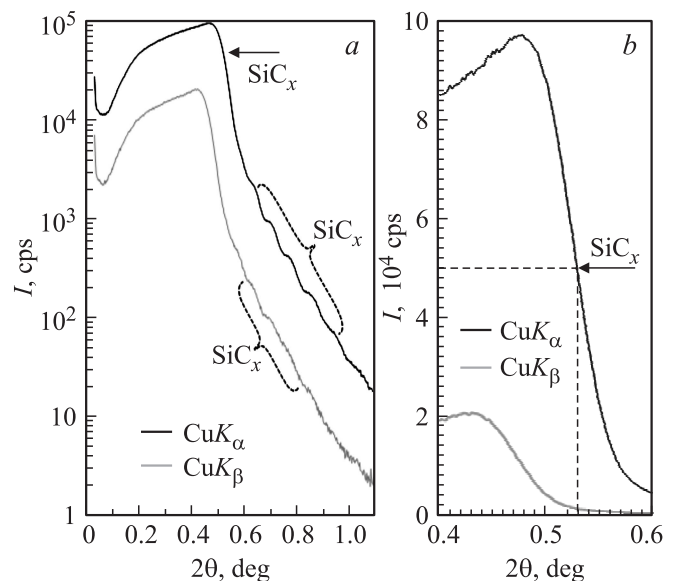


Рис. 7. Рентгеновская рефлектометрия пленки Si_yC образца № 4 в логарифмическом (a) и натуральном (b) масштабах.

ских отражений в слое SiC_x (рис. 5, *a*) отсутствуют. Основной максимум отражения имеет интенсивность $I_2 = 581448$ импульсов. Величина угла полного внешнего отражения, соответствующая половине главного максимума $I_2/2 = 290724$ импульса, равна $2\theta_c = 0.519^\circ$ (рис. 5, *b*), или $\theta_c = 0.25965^\circ = 4.532 \text{ mrad}$. В образце № 3 вновь обнаруживаются осцилляции интенсивности, отнесенные к интерференции рентгеновских отражений в слое SiC_x (рис. 6, *a*). Основной максимум отражения имеет интенсивность $I_3 = 147030$ импульсов, которая значительно меньше, чем интенсивность I_2 отражения образца № 2. Величина угла полного внешнего отражения составила $2\theta_c = 0.525^\circ$ (рис. 6, *b*), или $\theta_c = 0.2625^\circ = 4.581 \text{ mrad}$. На рефлектограммах образца № 4 также можно увидеть осцилляции интенсивности (рис. 7, *a*). Основной максимум отражения имеет интенсивность $I_4 = 97629$ импульсов, которая значительно меньше I_2 и сравнима с I_3 . Величина угла полного внешнего отражения составила $2\theta_c = 0.529^\circ$ (рис. 7, *b*), или $\theta_c = 0.2647^\circ = 4.620 \text{ mrad}$.

Для определения химического состава, структуры слоев SiC_x и их плотности мы использовали программу Henke [25]. Эта программа позволяет по величине критического угла θ_c определить плотность пленки. Было получено, что величине критического угла полного внешнего отражения 4.459 mrad для пленки SiC_x образца № 1 соответствует значение плотности 3.069 g/cm^3 . Измеренная плотность слоя SiC_x в образце № 2 составила 3.17 g/cm^3 , в образце № 3 — 3.233 g/cm^3 , и 3.29 g/cm^3 в образце № 4.

На основании этих данных определим состав слоя SiC_x . Для этого поступим следующим образом. Сложность анализа данной системы заключается в том, что необходимо определить, является ли данное соединение однофазным или оно состоит из двух фаз [24]. Выше мы отмечали, что процесс замещения атомов Si на C в подложке кремния проходит в несколько стадий [2–5,26], в процессе которых образуются промежуточные фазы, содержащие кремниевую вакансию и углеродный атом в межузельном пространстве Si. Подобные фазы имеют менее плотную, чем у SiC кристаллическую решетку. Более того, измерения остаточных упругих напряжений в пленках, выполненных ранее [2,13] на образцах подобных данным, показывают, что пленки могут быть как упруго сжаты, так и растянуты. Это зависит как от подготовки подложки Si к синтезу, так и от условий роста. В связи с этим, определение состава слоев по измерению плотности может привести к неоднозначным или даже неверным результатам. Поэтому, для более точного определения состава слоев SiC мы привлекли метод эллипсометрии и использовали при анализе эллипсометрических спектров эллипсометрическую модель, разработанную ранее в работах [2,13,26] специально для анализа пленок SiC. Конкретный вид эллипсограмм в данной работе мы не приводим, поскольку для подобной системы эллипсограммы были многократно опубликованы [2,13,26]. Из эллипсограмм

снятых с пленок образцов № 1–4 следует, что имеются различия в параметрах и структуре пленок SiC образцов № 1–4. Так, согласно эллипсометрическим спектрам, толщины слоев SiC на образцах № 1–4 примерно составляют: № 1 — 99.5 nm , № 2 — 99.5 nm , № 3 — 110 nm , № 4 — 117 nm . Расчеты, проведенные с использованием эллипсометрической модели [2,13,26], показали, что в образце № 1 содержится около 8% вакансий Si, № 2 — 5% вакансий Si, в образцах № 3 и 4 — 6.5% вакансий Si. Кроме того, образец № 4 содержит в объеме Si под слоем пленки около 50% пор от объема самой пленки.

Эти данные и данные, полученные нами на основании анализа ИК-спектров, позволяют предположить, что низкое значение плотности образца № 1 связано с высокой концентрацией кремниевых вакансий. Это означает, во-первых, что образец имеет несколько меньшую плотность чем стехиометрический, находящийся в идеальных условиях SiC, во-вторых, что в данном образце в качестве второй фазы может присутствовать углерод. Отметим, что фаза монокристаллического углерода НОРГ была впервые обнаружена в работе [13], а недавно наличие углерода в особом кристаллическом состоянии было подтверждено в работе [27], в которой методом синхротронного излучения в диапазоне энергий фотонов $120\text{--}450 \text{ eV}$ была исследована электронная структура нанointерфейса SiC/Si. Таким образом, в случае синтеза пленки SiC методом замещения атомов, содержащей в избытке вакансии Si, следует вместо формулы SiC_x , в которой переменной величиной является содержание углерода, записать формулу в виде Si_yC , где $y = N_{\text{Si}}/N_{\text{C}}$, в которой переменной величиной является содержание кремния.

Как известно [11], состав слоев Si_yC можно приближенно определить исходя из простой пропорции вида

$$\frac{y - y_1}{\rho_y - \rho_1} = \frac{y_2 - y_1}{\rho_2 - \rho_1}, \quad (2)$$

в которой $\rho_2 = 3.21 \text{ g/cm}^3$ — плотность стехиометрического ненапряженного слоя SiC, $y_1 = 0$, $y_2 = 1$, $\rho_y = 3.069 \text{ g/cm}^3$, а $\rho_1 = 2.23 \text{ g/cm}^3$ плотность графита (углерода, в различных, кроме алмаза состояниях). Отсюда $y = 0.86$, т.е. на 100 атомов углерода приходится 86 атомов кремния и $\text{Si}_y\text{C} = \text{Si}_{0.86}\text{C}$. Перепишем химическую формулу $\text{Si}_{0.86}\text{C}$ через процентные соотношения между атомами Si и C, т.е. обозначим состав нашей пленки следующим образом $\text{Si}_z\text{C}_{1-z}$. Коэффициенты y и z взаимосвязаны выражением $\text{Si}_y\text{C}_1 = \text{Si}_{1-z}\text{C}_z$. Отсюда $y/1 = (1-z)/z \rightarrow 1-z = yz, \rightarrow 1 = z(1+y) \rightarrow z = 1/(1+y)$. Тогда $\text{Si}_y\text{C} = \text{Si}_{1-z}\text{C}_z = \text{Si}_{1/(1+y)}\text{C}_{1/(1+y)}$, и

$$\text{Si}_y\text{C} = \text{Si}_{y/(1+y)}\text{C}_{1/(1+y)}. \quad (3)$$

Отсюда имеем, $\text{Si}_{0.86}\text{C} = \text{Si}_{0.46}\text{C}_{0.54}$, т.е. содержание атомов кремния и углерода в образце № 1 составляет 46 и 54% соответственно. Отметим, что если бы были не известны данные ИК-спектроскопии, эллипсометрии

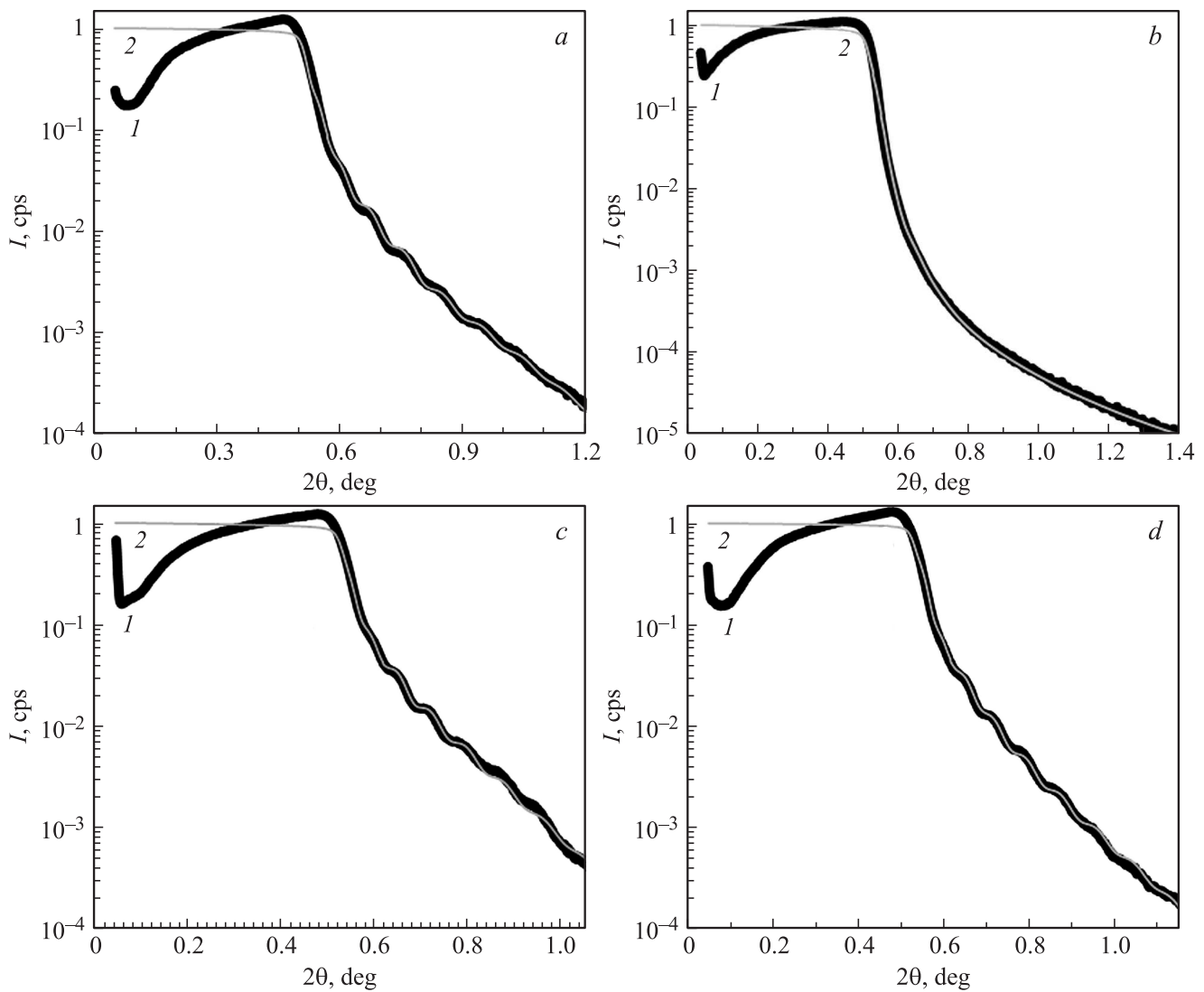


Рис. 8. Моделирование с помощью программы Release данных рентгеновской рефлектометрии по определению параметров многослойной системы Si_yC для образцов № 1 (a), № 2 (b), № 3 (c), № 4 (d): 1 — экспериментальная кривая, 2 — теоретическая кривая.

и результаты, полученные в [2,13,27], то результат мог бы быть противоположным, поскольку, исходя из формулы SiC за граничную точку отсчета ρ_1 , с полным правом, мы могли выбрать плотность чистого кремния $\rho_1 = 2.33 \text{ g/cm}^3$. Это было бы верно в случае сплошных слоев SiC_x , синтезированных методом ионной имплантации, как было показано в [11]. В противоположность этому, в случае слоев Si_yC , синтезированных методом замещения атомов и содержащих вакансии кремния, это привело бы к неверному результату, что слой содержит избыток кремния. Отметим, что в данном случае к неоднозначности приводят близкие значения плотностей кремния и углерода, не позволяющие, используя только метод рефлектометрии, сделать однозначный вывод о составе слоя.

Для пленки Si_yC с плотностью $\rho_x = 3.17 \text{ g/cm}^3$ образца № 2, используя аналогичные рассуждения, получаем

следующий состав $\text{Si}_{0.96}\text{C} = \text{Si}_{0.49}\text{C}_{0.51}$, т.е. содержание атомов кремния и углерода в пленке Si_yC образца № 2 составляет 49% атомов Si и 51% атомов C, соответственно, что очень близко к стехиометрическому составу.

Для пленок образцов № 3 и 4 ситуация несколько меняется. Плотности этих пленок выше, чем плотность стехиометрического SiC и предполагает присутствие более плотных структур, например, углерода в состоянии алмаза (3.51 g/cm^3). В этом случае анализ дает однозначные результаты, поскольку граничные фазы (SiC и алмаз) не включают в себя кремний или графит и существенно отличаются по плотности. Состав слоя записывается в виде Si_yC , где Si_1C соответствует карбиду кремния стехиометрического состава, а $\text{Si}_0\text{C} = \text{C}$ — алмазу. Из пропорции, аналогичной (2), для образца № 3 получена величина $y = 0.923$ и $x = 1/y = 1.083$ и состав

<i>a</i>	<i>b</i>
layer 1: SiC+Si _{vac} (1.58 nm, 7.0 nm, 0.5 g/cm ³)	layer 1: SiC+Si _{vac} (6.19 nm, 3.0 nm, 2.91 g/cm ³)
layer 2: Si _{0.86} C (1.05 nm, 25 nm, 3.07 g/cm ³)	layer 2: Si _{0.96} C (0 nm, 25 nm, 3.17 g/cm ³)
layer 3: Si _{0.77} C (2.0 nm, 30 nm, 2.98 g/cm ³)	layer 3: Si _{0.69} C (4.0 nm, 30 nm, 2.91 g/cm ³)
layer 4: Si _{0.74} C (2.0 nm, 7.5 nm, 2.95 g/cm ³)	layer 4: Si _{0.65} C (4.0 nm, 10.0 nm, 2.87 g/cm ³)
layer 5: Si + voids (9.0 nm, 14 nm, 2.1 g/cm ³)	layer 5: Si + voids (9.0 nm, 15 nm, 2.0 g/cm ³)
substrate: Si (1.5 nm, ∞, 2.33 g/cm ³)	substrate: Si (4.0 nm, ∞, 2.33 g/cm ³)

<i>c</i>	<i>d</i>
layer 1: SiC+Si _{vac} (2.95 nm, 9.4 nm, 0.6 g/cm ³)	layer 1: SiC+Si _{vac} (1.77 nm, 7.3 nm, 0.4 g/cm ³)
layer 2: Si _{0.92} C (1.0 nm, 34 nm, 3.23 g/cm ³)	layer 2: Si _{0.73} C (1.17 nm, 30 nm, 3.29 g/cm ³)
layer 3: Si _{0.80} C (5.0 nm, 27 nm, 3.01 g/cm ³)	layer 3: Si _{0.84} C (4.0 nm, 37 nm, 3.05 g/cm ³)
layer 4: Si _{0.63} C (4.0 nm, 10.0 nm, 2.85 g/cm ³)	layer 4: Si _{0.69} C (4.0 nm, 6.0 nm, 2.91 g/cm ³)
layer 5: Si + voids (9.5 nm, 15 nm, 2.0 g/cm ³)	layer 5: Si + voids (9.0 nm, 14 nm, 2.11 g/cm ³)
substrate: Si (1.6 nm, ∞, 2.33 g/cm ³)	substrate: Si (1.4 nm, ∞, 2.33 g/cm ³)

Рис. 9. Модель многослойной структуры образцов № 1–4, рассчитанная на основании экспериментальных данных при помощи программы Release [10]; в скобках для каждого слоя приведены значения шероховатости поверхности слоя (nm), его толщины (nm) и плотности (g/cm³).

пленки Si_yC = Si_{0.923}C = SiC_{1.083}. Таким образом, на 100 атомов C приходится 92 атома Si, или на 100 атомов Si приходится 108 атомов C, из которых 8 атомов являются избыточными и могут образовать нановключения алмаза, либо прочные углеродные кластеры, например, содержащие кратные связи и обладающие высокой плотностью, сравнимой с плотностью алмаза. О принципиальной возможности формирования углеродных структур в виде нанокластеров в случае ионной имплантации сообщали авторы [11,15,28]. В работе [28] часть имплантированного углерода формирует аморфные кластеры элементарного углерода с характером связей, свойственным графиту или алмазу. С учетом (3) для образца № 3 может быть записано SiC_{1.083} = Si_{0.923}C = Si_{0.480}C_{0.520}, т.е. содержание атомов кремния и углерода составляет 48.0% и 52.0% соответственно.

Для образца № 4 подобная химическая формула будет иметь вид SiC_{1.364} = Si_{0.733}C = Si_{0.423}C_{0.577}, т.е. содержание атомов кремния и углерода в этом образце составляет 42.3% и 57.7% соответственно. Таким образом, в данном образце, как и в образце № 3, можно ожидать присутствия включений в виде углеродных нанокластеров.

Для оценки толщины пленок мы использовали формулу $2d \cdot \sin \theta = \lambda$, в которой λ — длина волны излучения CuK_α (0.154 nm) и CuK_β (0.139 nm), а $2\theta = (0.998 - 0.644)/4 = 0.0885^\circ = 1.545 \text{ mrad}$ — среднее расстояние между минимумами пика. При малых углах θ , $\sin \theta \approx \theta$, поэтому $d = \lambda/2\theta \text{ nm}$.

Толщина слоя Si_yC образца № 1 определялась нами методом рефлектометрии с использованием CuK_α-излучения и CuK_β-излучения и составила около 100 nm (см. рис. 4). При этом толщина слоя, измеренная по 4 пикам CuK_α-излучения, оказалась ~ 99.8 nm, а по двум пикам CuK_β-излучения ~ 98.5 nm, т.е. получено приемлемое совпадение. Отсутствие явно выраженных осцилляций интенсивности (рис. 5, *a*) на кривой рентгеновской рефлектометрии не позволяет точно оценить толщину пленки на образце № 2. Толщина слоя Si_yC образца № 3 при измерении по пикам излучения CuK_α оказалось равной 122.7 nm, а в случае CuK_β — 124.6 nm. Таким образом, толщина слоя Si_yC образца № 3 ~ 124 nm. Толщина слоя Si_yC образца № 4 была оценена нами около 115 nm.

Математическое моделирование и анализ микроскопической структуры слоев пленок проводился нами с использованием программы Release [10]. Это позволило получить модельные теоретические кривые (рис. 8) и сравнить их с экспериментальными кривыми рентгеновской рефлектометрии. На основании этих данных мы определили структуру слоев SiC. Результаты моделирования структуры слоев SiC представлены на рис. 9.

Согласно проведенному анализу и экспериментальным данным пленки SiC № 1–4 состоят из пяти слоев различной толщины и состава. Толщина, плотность и состав этих слоев меняются с глубиной от поверхности образца. Как следует из рис. 9, верхний слой (layer 1) у всех образцов, кроме образца № 2, имеет низкую плотность и представляет собой обогащенный углеро-

дом и вакансиями кремния слой SiC, через который рентгеновский луч проходит под малым скользким углом. Отметим, что низкая средняя плотность этого слоя может быть обусловлена большим количеством ямок травления и дислокаций, которые образовались при предварительной обработке подложек Si этих образцов в смеси кислот $\text{HF}:\text{HNO}_3 = 1:10$. Как показано в работе [2], наличие большой плотности дислокаций в исходной подложке кремния приводит к неконтролируемому зарождению SiC и образованию многочисленных дефектов на его поверхности. Только поверхность образца № 2, который не был предварительно обработан травящими растворами, наиболее близка по составу к SiC. Следующий слой (layer 2) имеет наибольшую плотность и наиболее близок по составу к SiC. В нижележащих слоях (layer 3 и 4) содержание углерода уменьшается. Уменьшается так же и плотность слоев, составляя величины ниже 3.21 g/cm^3 , поэтому состав этих слоев определяется по той же схеме, как для пленок в образцах № 1 и 2. Плотность последнего пятого слоя (layer 5) меньше плотности Si. Этот слой, как показано в [2–4], представляет собой кремний, состоящий из пор, покрытых слоем SiC различных политипов и структуры. Отметим, что с увеличением температуры синтеза, увеличивается зона (layer 2) стехиометрического состава пленок. В образце № 4 более интенсивные процессы науглероживания привели к интенсивному выделению углерода в прочные нанокластеры повышенной плотности в layer 2. Это вызвало как уменьшение доли атомов кремния в слое, так и интенсивное образование карбида кремния в прилегающем к подложке слое. Это может сопровождаться интенсивным формированием пор, как подтверждается данными эллипсомерии.

Средние шероховатости поверхности выращенных пленок SiC образцов № 1, 3 и 4 сравнимы между собой и совпадают с данными атомно-силовой микроскопии для средней шероховатости участков размером $200 \times 200 \text{ nm}$. Шероховатость поверхности пленки SiC для образца № 2 также совпадает с данными атомно-силовой микроскопии на таком участке. Однако, она существенно больше шероховатости образцов № 1, 3 и 4. Но по остальным параметрам, а именно по составу и структуре, пленка № 2 наиболее совершенна. Она имеет состав $\text{Si}_{0.49}\text{C}_{0.51}$, наиболее близкий к стехиометрическому.

4. Заключение

Методами рентгеновской рефлектометрии и ИК-спектроскопии на поглощение исследована структура и состав пленок карбида кремния на кремнии, выращенных за счет топомимического замещения части атомов подложки кремния на углерод при химической реакции кремниевой подложки с монооксидом углерода. Предложена модель, позволяющая по данным рефлектомерии и ИК-спектроскопии определять структуру и состав

пленок карбида кремния. Показано, что пленки карбида кремния состоят из ряда параллельных подложке слоев, состав и структура которых существенно изменяется от поверхности пленки по направлению к подложке. Верхние слои являются монокристаллическими, а нижние слои, лежащие в глубине подложки, содержат преимущественно мелкозернистую нанокристаллическую фазу карбида кремния различных политипов. Обнаружено, что верхние слои пленок карбида кремния, в зависимости от условий синтеза насыщены кремниевыми вакансиями и углеродом в упорядоченном состоянии, что подтверждает теоретически предсказанное ранее существование упругого диполя — упруго взаимодействующих атома углерода в межузельной позиции и кремниевой вакансии.

Список литературы

- [1] L. Calcagno, P. Musumeci, F. Roccaforte, C. Bongiorno, G. Foti. *Appl. Surf. Sci.* **184**, 123 (2001).
- [2] S.A. Kukushkin, A.V. Osipov. *J. Phys. D* **47**, 313001 (2014).
- [3] С.А. Кукушкин, А.В. Осипов, Н.А. Феоктистов. *ФТТ* **56**, 1457 (2014).
- [4] С.А. Кукушкин, А.В. Осипов. *ФТТ* **50**, 1188 (2008).
- [5] S.A. Kukushkin, A.V. Osipov. *J. Appl. Phys.* **113**, 024909-1 (2013).
- [6] S.A. Kukushkin, A.V. Osipov, N.A. Feoktistov. *Patent* № 2363067 (2008).
- [7] G.R. Fisher, P. Barnes. *Philosophical Mag.* В **61**, 217 (1990).
- [8] J.K.N. Lindner. *Appl. Phys. A* **77**, 27 (2003).
- [9] M.J. Pelletier. *Analytical applications of Raman spectroscopy*. Blackwell Science, UK. (1999). 496 p.
- [10] С.А. Апрельов. Многоволновая рентгеновская рефлектометрия для анализа многокомпонентных пространственноупорядоченных структур. Автореф. канд. дис. МГИЭТ, М. (2007). 28 с.
- [11] К.Х. Нусупов, Н.Б. Бейсенханов, С.К. Жариков, И.К. Бейсембетов, Б.К. Кенжалиев, Т.К. Ахметов, Б.Ж. Сейтов. *ФТТ* **56**, 2231 (2014).
- [12] T.S. Perova, J. Wasyluk, S.A. Kukushkin, A.V. Osipov, N.A. Feoktistov, S.A. Grudinkin. *Nanoscale Res. Lett.* **5**, 1507 (2010).
- [13] С.А. Кукушкин, А.В. Осипов. *ФТП* **47** 1575 (2013).
- [14] K.Kh. Nussupov, N.B. Beisenkhanov, I.V. Valitova, K.A. Mit', D.M. Mukhamedshina, E.A. Dmitrieva. *J. Mater. Sci.: Mater. Electron.* **19**, 254 (2008).
- [15] K.Kh. Nussupov, N.B. Beisenkhanov. In: *Silicon carbide—materials, processing and applications in electronic devices* / Ed. M. Mukherjee. Ch. 4. InTech, Croatia (2011). P. 69.
- [16] K.Kh. Nussupov, V.O. Sigle, N.B. Beisenkhanov. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **82**, 69 (1993).
- [17] И.П. Калинин, С.А. Кукушкин, А.В. Осипов. Способ обработки поверхности монокристаллической пластины кремния. Патент № 2323503 РФ. Приоритет 05.06.2006.
- [18] A.G. Touryanski, A.V. Vinogradov, I.V. Pirshin. *US Patent* № 6041098 (2000).
- [19] H. Mutschke, A.C. Andersen, D. Clément, T. Henning, G. Peiter. *Astron. Astrophys* **345**, 187 (1999).
- [20] J.A. Borders, S.T. Picraux, W. Beezhold. *Appl. Phys. Lett.* **18**, 509 (1971).

- [21] Е.К. Баранова, К.Д. Демаков, К.В. Старинин, Л.Н. Стрельцов, И.Б. Хайбуллин. Докл. АН СССР **200**, 869 (1971).
- [22] D. Chen, W.Y. Cheung, S.P. Wong. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B **148**, 589 (1999).
- [23] С.А. Грудинкин, В.Г. Голубев, А.В. Осипов, Н.А. Феоктистов, С.А. Кукушкин. ФТТ **57**, 2469 (2015).
- [24] Б.Ф. Ормонт. Современное содержание стехиометрических законов. Фазы и соединения переменного состава. Нестехиометрические соединения. В сб.: Соединения переменного состава. Химия, Ленинград (1969). С. 10–63.
- [25] V.L. Henke, E.M. Gullikson, J.C. Davis. In: Atomic Data and Nuclear. Data Tables **54**, 2 (1993). 181 p. (http://henke.lbl.gov/optical_constants/).
- [26] С.А. Кукушкин, А.В. Осипов. Письма в ЖТФ **42**, 16 (2016).
- [27] Г.В. Бенеманская, П.А. Дементьев, С.А. Кукушкин, М.Н. Лапушкин, А.В. Осипов, Б.В. Сеньковский. ФТП **50**, 1348 (2016).
- [28] А.И. Белов, А.Н. Михайлов, Д.Е. Николичев, А.В. Боряков, А.П. Сидорин, А.П. Грачев, А.В. Ершов, Д.И. Тетельбаум. ФТП **44**, 1498 (2010).