

ВИЗНАЧЕННЯ ПАРАМЕТРІВ ПОВЕРХНІ ТВЕРДОГО ТІЛА МЕТОДАМИ Х-ПРОМЕНЕВОЇ РЕФЛЕКТОМЕТРІЇ

Подано результати експериментальних і теоретичних досліджень параметрів рельєфу поверхні зразків GaAs, SiO₂ та плівок Cu, Ni, Ge методами дво- та трикристальної Х-променевої рефлектометрії. Визначено вплив параметрів рельєфу поверхні на експериментальні інтегральні та диференційні криві повного зовнішнього відбивання. За допомогою розробленої методики відновлено реальний рельєф поверхні та визначені її параметри.

The results of experimental and theoretical researches of surface parameters of GaAs, SiO₂ samples and Cu, Ni, Ge films by methods two- and three-crystal reflectometry based on the phenomenon of X-ray total external reflection are presented. The influence of the surface relief parameters on experimental integral and differential curves of total external reflection was analysed. The real surface relief was reconstructed and surface parameters were determined by developed method.

Вступ

Важливою задачею сучасної мікро- та оптоелектроніки є визначення параметрів поверхні, які несуть в собі інформацію про рельєф (мікрогеометрію) поверхні, так і про структурні зміни в приповерхневих шарах.

До перспективних неруйнівних методів діагностики поверхні відносяться Х-променеві дифракційні методи [1-3] та методи дво- і трикристальної рефлектометрії, що базуються на явищі повного зовнішнього відбивання (ПЗВ) Х-променів.

Х-променева дифрактометрія на даний час є ефективним методом аналізу структурних порушень у кристалах високого степеня досконалості [4-6]. Висока точність визначення параметрів кристалу, неруйнуючий характер вимірів, їх експресність різко виділяють цей метод серед інших методів дослідження поверхні. За схемою експерименту розрізняють методи дво- та трикристальної Х-променевої дифрактометрії. Використання аналізатора в методі трикристальної дифрактометрії дозволяє проводити кутовий аналіз відбитих променів з роздільною здатністю $\approx 1''$. За фізичною природою розрізняють метод асимптотичної брегівської дифракції та метод дифракції Х-променів в умовах ПЗВ. Метод асимптотичної брегівської дифракції використовується для дослідження тонких поверхневих шарів і базується на вимірюванні інтенсивності дифракційного відбивання далеко від брегівського мак-

симуму. Даним методом можна визначити тип і характер розподілу дефектів у зразку, наприклад після іонної імплантації. При падінні Х-променів на кристал під кутом Брега промені проникають у речовину на глибину екстинкції. Ефективність методу асимптотичної брегівської дифракції полягає в тому, що глибина, з якої виходить дифраговане випромінювання зменшується при віддаленні від кута Брега і для відхилення $\approx 1^\circ$ глибина виходу близька до міжплощинних віддалей.

В методах Х-променевої рефлектометрії параметри поверхні визначаються в результаті розв'язку оберненої задачі на основі аналізу експериментальних кривих відбивання. В силу неоднозначності розв'язку оберненої задачі актуальна проблема пошуку нових підходів в аналізі експериментальних результатів, отриманих за допомогою Х-променевої рефлектометрії. Методами ПЗВ можливо проводити дослідження поверхонь вищих класів чистоти із середньоарифметичною висотою нерівностей $R_a < 10$ нм, проте методики комплексного визначення параметрів поверхні на основі експериментальних кривих знаходяться ще в стадії розробки [8-10]. Для підвищення точності і достовірності методів ПЗВ в ряді досліджень використано результати незалежних методів діагностики поверхні [11,12]. В даній роботі в якості незалежного методу дослідження поверхні твердих тіл вибрано метод атомно-силової мікроскопії (АСМ), який дозволяє визначати параметри рельєфу з субнанометровою і навіть субангстремною роздільною здатністю [13-21].

З метою розробки нових підходів для визначення параметрів, що характеризують стан поверхні вирішено такі задачі: визначено набір параметрів, які найбільш повно характеризують стан поверхні із врахуванням даних, отриманих методом атомно-силової мікроскопії, а також параметри кривих ПЗВ; встановлено кореляційні співвідношення між параметрами, що характеризують експериментальні криві ПЗВ та параметрами, що описують стан рельєфної і профільованої поверхні; розроблено алгоритми та програмне забезпечення розрахунку інтегральних кривих (ІК) та диференціальних кривих (ДК) ПЗВ Х-променів. В якості об'єктів дослідження вибрано спеціально підготовлені зразки GaAs з одномірним та дво-мірним субмікронним рельєфами поверхні, зразки SiO₂ високого класу якості хіміко-механічної обробки поверхні, а також плівки Cu, Ni, Ge.

Методики і схеми експерименту

Для дослідження зразків методами ПЗВ створено автоматизовану експериментальну установку на базі Х-променевого дифрактометра ДРОН-3М [22, 23]. Управління експериментом здійснюється програмою з ІВМ-сумісного комп'ютера через паралельний порт. Безпосередньо керує дифрактометром ДРОН-3М вбудований в апарат комплекс управління дифрактометром (КУД-1). Спеціально розроблена програма дозволяє сканувати заданий кутовий діапазон з визначеним кроком і автоматично зчитувати дані з детектора. В експериментах використано: Х-променевою трубку БСВ25-Cu, кремнієві (220) П-подібний монохроматор і аналізатор для CuKα₁-випромінювання.

Для визначення кутового розподілу відбитого зразком XR₂ пучка в методі диференціальних кривих

ПЗВ (трикристальної рефлектометрії) використано кристал-аналізатор, сигнал XR₃ від якого відбивається під кутом Брега в детектор Д (рис.1). Кути повороту зразка θ і аналізатора α₁, а також кут ψ відбивання відраховуються від осі Ox₀ нерухомої системи координат {x₀,y₀,z₀}, де вісь Ox₀ направлена вздовж вісі первинного пучка XR₁.

При поворотах в горизонтальній площині зразок пов'язаний з рухомою системою координат {x,y,z}, де вісь Ox направлена вздовж поверхні зразка (рис.2). При дослідженні профільованого рельєфу поверхні, тобто рельєфу з орієнтованими нерівностями (борознами), зразок разом з системою координат {x₁,y₁,z₁} повертається у вертикальній площині на кут ν відносно системи координат {x,y,z} (рис.1).

Зазначимо, що суть методу ДК ПЗВ полягає в аналізі кривих гойдання, отриманих від аналізатора А без зразка К (так звана інструментальна крива гойдання) та при його наявності – ДК. При цьому експериментальна ДК є згортокою кривої розсіяння первинного пучка зразком з інструментальною кривою гойдання. Інструментальні криві гойдання близькі по формі до нормального розподілу із середньоквадратичним відхиленням σ_{α1}.

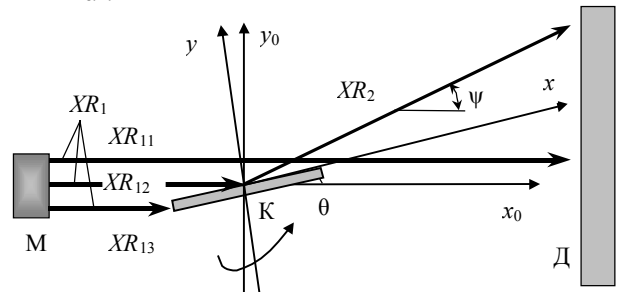


Рис.2. Схема двокристальної рефлектометрії (метод ІК ПЗВ).

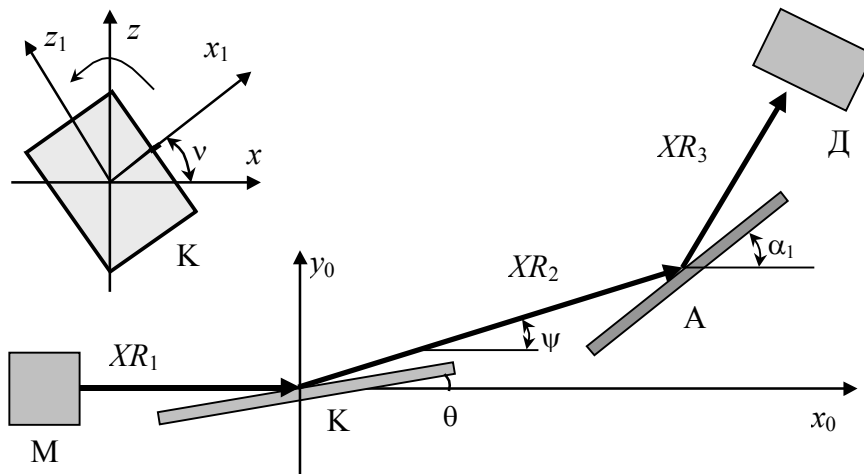


Рис.1. Схема трикристальної X-променевої рефлектометрії (метод ДК ПЗВ).

В методі інтегральних кривих ПЗВ (двокристальної рефлектометрії – рис.2) детектором реєструється інтегральна інтенсивність сигналу, відбитого від зразка, і частини первинного пучка. Для отримання ІК ПЗВ зразок обертається навколо вертикальної осі гоніометра на кут θ в межах від 0 до $0,5^\circ$ відносно напрямку первинного пучка. При цьому первинний пучок XR_1 можна представити як суму трьох променів: промінь XR_{11} проходить повз зразок в детектор, промінь XR_{12} падає на зразок, промінь XR_{13} поглинається бічною гранню зразка та деталями кріплення. Детектор реєструє сумарну інтенсивність відбитого XR_2 та мимобіжного XR_{11} пучків.

Теоретичні співвідношення

Для теоретичного аналізу експериментальних результатів використано наближення геометричної X-променевої оптики. В такому наближенні профіль поверхні зразка розбивається на плоскі ділянки (мікроплощинки) (рис.3), нахилені під кутом γ до середньої лінії профілю.

Нахили мікроплощадок $\gamma(x)$ профілю задаються через функцію розподілу нахилів $F_r(\gamma)$, яка задає ймовірність нахилу мікроплощинки під кутом γ :

$$F_r(\gamma) = \lim_{\Delta\gamma \rightarrow 0} \frac{\Delta S(\gamma, \gamma + \Delta\gamma)}{S_0}, \quad (1)$$

де S_0 – повна площа зразка, ΔS – площа мікроплощадок з нахилами в інтервалі $(\gamma, \gamma + \Delta\gamma)$. Згідно визначення сума всіх значень $F_r(\gamma)$ дорівнює 1.

В наближенні геометричної оптики коефіцієнт відбивання X-променів $I_f(\theta)$ від елементарних мікроплощадок профілю під кутами ПЗВ описується формулою Френеля [24]:

$$I_f(\theta) = \frac{h - \left((\theta/\theta_c) \sqrt{2} (h-1)^{1/2} \right)}{h + \left((\theta/\theta_c) \sqrt{2} (h-1)^{1/2} \right)}, \quad (2)$$

де $h = (\theta/\theta_c)^2 + \left\{ \left[(\theta/\theta_c)^2 - 1 \right]^2 + (\beta/\delta)^2 \right\}^{1/2}$, θ_c – критичний кут ПЗВ, δ, β – одиничні декременти показника заломлення $n = 1 - \delta - i\beta$.

З врахуванням того, що на мікроплощинки з кутом нахилу γ пучок падає під кутом $\phi = \psi/2$ (рис.3), а вони складають $F_r(\gamma)$ -ту частину опроміненої площі зразка, відбита від поверхні інтенсивність X-променів описується виразом:

$$I_K(\theta, \psi) = I_f(\psi/2) F_r(\psi/2 - \theta). \quad (3)$$

Зауважимо, що інтенсивність первинного пучка приймається за одиницю.

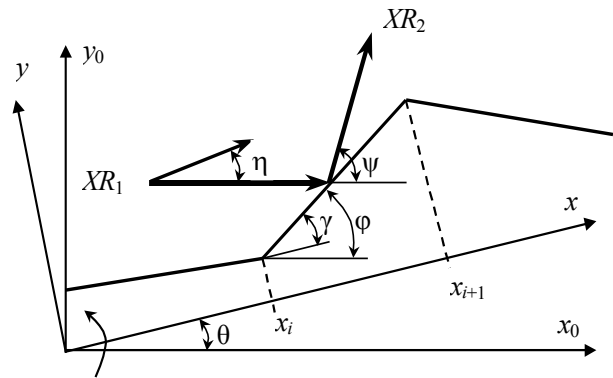


Рис.3. Фрагмент профілю поверхні зразка.

В методі ДК ПЗВ для симетричного випадку дифракції відбита від аналізатора інтенсивність описується виразом

$$I_A(\theta, \alpha) =$$

$$= \int_{\alpha'_{\min}}^{\alpha'_{\max}} F_r(\alpha/2 - \theta - \alpha') \cdot I_f(\alpha/2 - \alpha') \cdot G(\alpha') d\alpha', \quad (4)$$

де $G(\alpha')$ – нормально розподілена функція з середньоквадратичним відхиленням $\sigma_{\alpha'}$, яка задає інструментальну криву гойдання. Функція $G(\alpha')$ враховує розсіювання променів аналізатором внаслідок кутової і спектральної ширини первинного пучка, дисперсії і недосконалості аналізатора.

Для методу ІК ПЗВ нормована інтенсивність пучка, відбитого від зразка, визначається виразом:

$$I_K(L_K, \theta) = 2 \int_0^{y_{01}} I_1(y_0) dy_0 \times \int_{\gamma_{\min}}^{\gamma_{\max}} F_r(\gamma) \cdot I_f(\theta + \gamma, \eta) d\gamma, \quad (5)$$

де * – знак згортки, L_K – довжина зразка, $y_{01} = L_K \theta / 2$. Функції $I_1(y_0)$ та $I_1(\eta)$ описують просторовий і кутовий розподіл інтенсивності первинного пучка (рис.3). Згортка $I_f(\theta + \gamma, \eta)$ з функцією $I_1(\eta)$ враховує кутове розсіювання первинного пучка на профільованій поверхні.

Інтенсивність пучка, що проходить повз зразок у детектор:

$$I_P(L_K, \theta) = I_0 - \int_0^{y_{01}} I_1(y_0) dy_0, \quad (6)$$

де I_0 – половина інтенсивності первинного пучка. Отже, інтегральна інтенсивність променів, що попадають в детектор:

$$I_D(L_K, \theta) = I_K(L_K, \theta) + I_P(L_K, \theta). \quad (7)$$

Аналіз експериментальних результатів

Досліджено такі зразки: кристали GaAs№1-№3 зі створеним методами селективного травлення одно- і двохмірним субмікронним рельєфом поверхні та пластини плавленого кварцу SiO₂№1-№3, що пройшли супертонку хіміко-механічну обробку.

Попередньо поверхні наших зразків GaAs і SiO₂ досліджувались методом АСМ в Інституті фізики напівпровідників НАН України [18]. Характерний фрагмент рельєфу поверхні зразка GaAs, відновлений даним методом, представлений на рис.12а. Отримані зображення рельєфів поверхонь відрізняються по текстурі: для зразків GaAs характерні періодичні орієнтовані борозни, а для зразків SiO₂ рельєф являє собою набір статистично розподілених нерівностей.

Параметри профілів зразків GaAs№1-№3, визначені методом АСМ, представлені в таблиці 1, де R_a – середньоарифметична висота нерівностей, R_q – середньоквадратичне відхилення висот профілю, C_m – максимальна амплітуда гармоніки профілю, T_m – період гармоніки з максимальною амплітудою, C_v – відносна амплітуда гармоніки профілю (відношення C_m до суми амплітуд всіх гармонік). Для знаходження параметрів C_m , C_v , T_m профіль розкладався в ряд Фур'є за просторовими частотами.

За допомогою методів ІК та ДК ПЗВ для зразків GaAs і SiO₂ отримано серії експериментальних кривих. Оскільки, при повороті зразка у вертикальній площині (рис.4) змінюється проекція переважної орієнтації профілю поверхні по відношенню падаючого пучка, то відповідно змінюється і форма ДК.

Тому для визначення переважної орієнтації нерівностей (борозен) рельєфу при різних поворотах зразка на кут ν визначався параметр A_p через зміну форми (півширини) ДК:

$$A_p = B_\nu / B_{\nu+90^\circ}, \quad (8)$$

де B – півширина ДК, обчислена при представленні кривої функцією Гауса. Для перпендикулярної орієнтації борозен рельєфу до напрямку первинного пучка ($\nu=0^\circ$) A_p - максимальне (рис.4а), а при паралельній орієнтації нерівностей ($\nu=90^\circ$) A_p – мінімальне (рис.4б).

Таблиця 1. Параметри профілів зразків GaAs, отримані методом АСМ.

	R_a , нм	R_q , нм	C_m , нм	T_m , мкм	C_v
№1	2,411	2,875	2,108	3,568	0,125
№2	4,390	5,544	2,847	0,762	0,058
№3	2,984	3,799	2,554	11,665	0,097

Для більш повного аналізу експериментальних ДК визначено їх параметр асиметрії A_K , а також фрактальну розмірність D_f . Параметр асиметрії кривої A_K визначався як відношення площі ДК при $\alpha > 2\theta$ до площі ДК при $\alpha < 2\theta$. Фізично параметр A_K описує особливості відбивання Х-променів від мікроплощадок з від'ємними та додатними нахилами відносно середньої лінії профілю.

Фрактальна розмірність D_f , як відомо [25], характеризує складність форми кривої. Наприклад, для гладкого піка, по формі близького до розподілу Гауса, $D_f \rightarrow 1$, а для кривих більш складної форми (особливо мультиплетних) $D_f > 1$. Фрактальна розмірність ДК вимірювалась методом довжини трикутників [26,27]. У відповідності з даним методом досліджувані криві представлялись набором відрізків, проекція яких на вісь абсцис дорівнює r . Для кожного значення r вимірювалась довжина кривої L . Фрактальна розмірність D_f диференційної кривої визначалась по нахилу прямої, що описує залежність $\ln(L)=f(\ln(r))$ (рис.5). Оскільки ДК – самоподібні криві, то розмірності осей вибрані таким чином, щоб вимірювати локальну, а не глобальну розмірність [25]. Отримані значення D_f диференційних кривих (рис.6), а саме середні значення $D_f(\theta)$, використовувались для обчислення C_m – максимальної амплітуди гармоніки профілю. Отже, для кожного зразка з експериментальних ДК отримано набір параметрів $B(\theta)$, $A_K(\theta)$, $D_f(\theta)$, що характеризують рельєф досліджуваної поверхні.

В ході досліджень виявлено кореляцію між даними, отриманими методами ДК ПЗВ і АСМ. Це дозволило виразити параметри профілю поверхні через характеристики ДК з допомогою емпіричних формул. При визначенні коефіцієнтів емпіричних формул мінімувалась середньоквадратична різниця параметрів розрахованих профілів і профілів, отриманих методом АСМ.

В результаті аналізу ДК встановлено, що залежності їх напівширин $B(\theta)$ (рис.7а) задовільно апроксимуються прямими з коефіцієнтом нахилу b_1 .

На основі даних АСМ залежність між значенням коефіцієнту нахилу b_1 і періодом гармоніки профілю T_m (рис.7б) описується таким емпіричним співвідношенням:

$$T_m(b_1) = k_1 \cdot 2^{b_1} + g_1 \exp\left(\frac{-(b_1 - m_1)}{2d_1}\right) + g_2 \exp\left(\frac{-(b_1 - m_2)}{2d_2}\right), \quad (9)$$

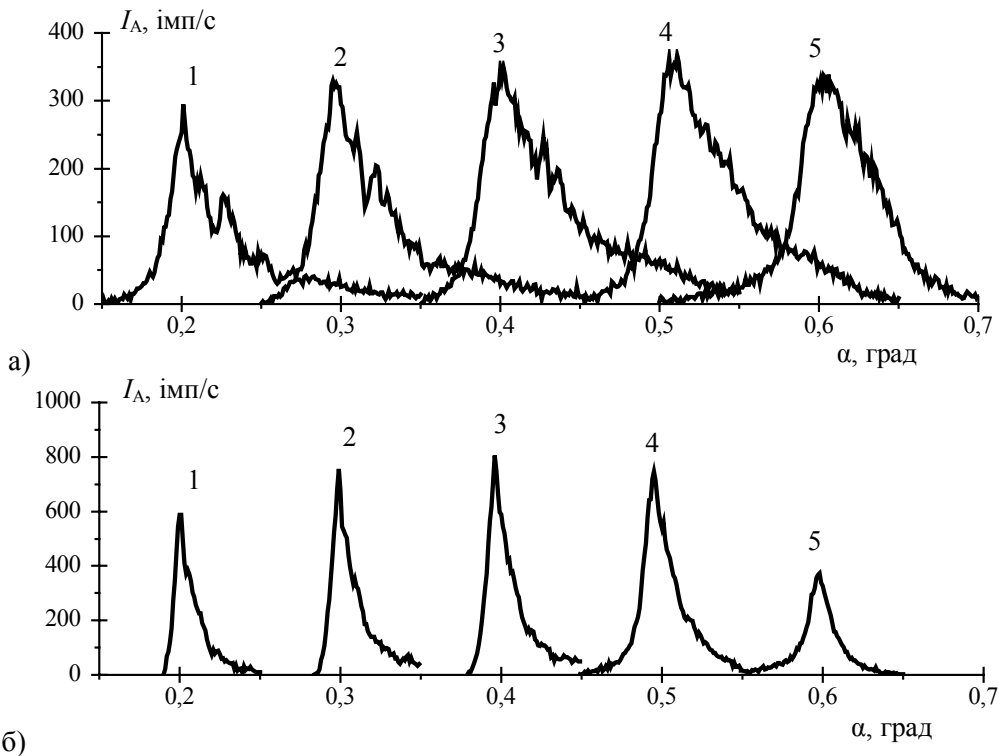


Рис.4. Диференційні криві для GaAs№1. Кут повороту у вертикальній площині $\nu=0^\circ$ (а), $\nu=90^\circ$ (б). Кут повороту θ : $0,1^\circ$ (1), $0,15^\circ$ (2), $0,2^\circ$ (3), $0,25^\circ$ (4), $0,3^\circ$ (5).

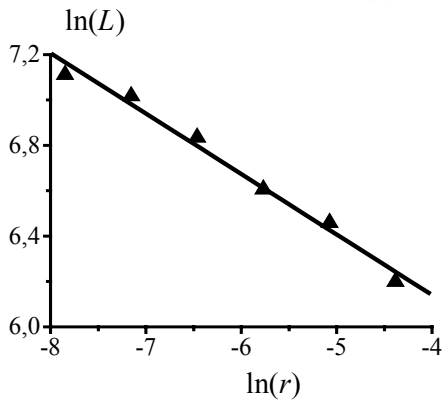


Рис.5. Залежність довжини L диференційної кривої від довжини відрізка r для GaAs№1 ($\nu=0^\circ$, $\theta=0,1^\circ$).

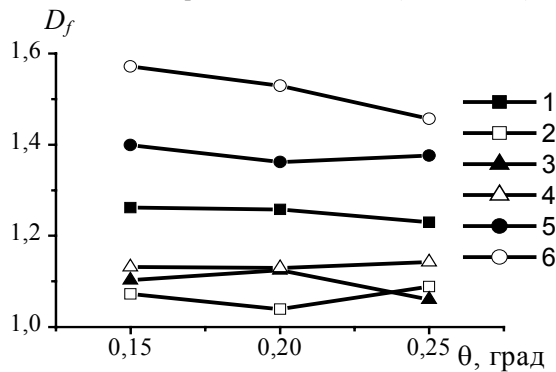


Рис.6. Фрактальна розмірність D_f диференційних кривих для зразків GaAs: №1, $\nu=0^\circ$ (1); №1, $\nu=90^\circ$ (2); №2, $\nu=0^\circ$ (3); №2, $\nu=90^\circ$ (4); №3, $\nu=0^\circ$ (5); №3, $\nu=90^\circ$ (6). ν – кут повороту у вертикальній площині.

Таблиця 2. Параметри поверхні зразків GaAs та SiO₂, отримані методами АСМ і ДК ПЗВ.

зразок	$\nu,^\circ$	$R_a, \text{ нм}$		$T_m, \text{ мкм}$	
		АСМ	ДК	АСМ	ДК
GaAs					
№1	0	2,411	2,48	3,57	3,47
№1	90	1,43	1,87	6,35	5,56
№2	0	4,39	5,01	0,76	0,79
№2	90	3,56	3,05	0,42	0,40
№3	0	2,984	2,44	11,67	11,38
№3	90	3,24	3,33	11,91	11,85
SiO ₂					
№1	0	0,263	0,34	0,81	0,80
№2	0	0,54	0,62	0,69	0,72
№3	0	1,851	1,13	0,83	0,81

Таблиця 3. Параметри профілю поверхні сталевих зразків.

	$B, 10^{-2} \text{ град}$	$R_a, \text{ нм}$	$T_m, \text{ мкм}$
№1	7,27	32	4,79
№2	3,21	10	3,39
№3	3,23	6	2,02
№4	2,59	3	1,26

де $k_1=0,48$, $g_1=6,0$, $g_2=5,16$ – вагові коефіцієнти, $m_1=1,07$, $m_2=3,23$ – математичні сподівання для функції Гауса, $d_1=1,15$, $d_2=0,92$ – дисперсії. Значення періоду T_m , обчислені за формулою (9) та отримані методом АСМ, приведені в таблиці 2.

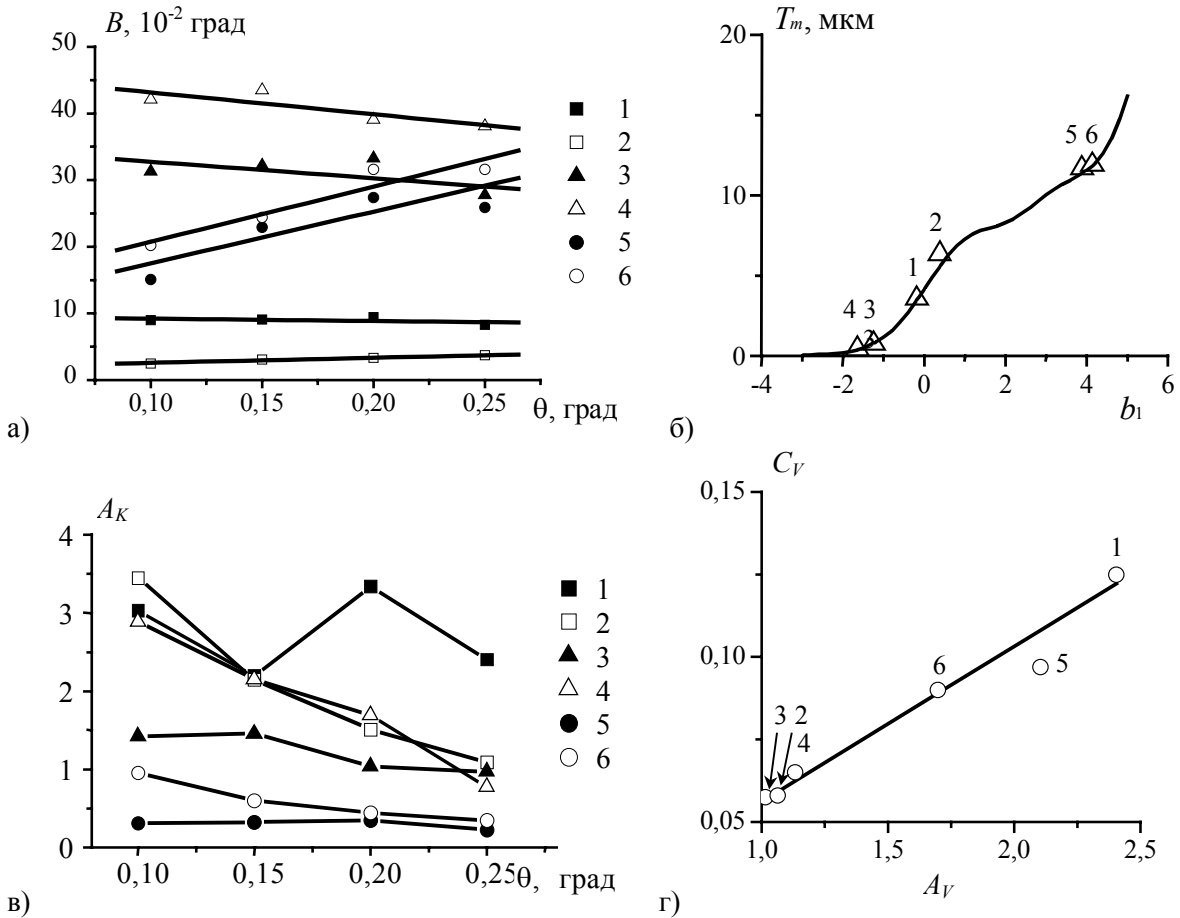


Рис.7. Кореляційні залежності параметрів ДК і профілю поверхні для зразків GaAs №1-№3: а) нахили залежності $B(\theta)$ ДК, б) кореляція нахилу b_1 напівширини ДК і періоду гармоніки профілю T_m , в) залежність параметру асиметрії $A_K(\theta)$ ДК, г) кореляція параметру відносної асиметрії A_V ДК та відносної амплітуди профілю C_V .
 №1, $\nu=0^\circ$ (1); №1, $\nu=90^\circ$ (2); №2, $\nu=0^\circ$ (3); №2, $\nu=90^\circ$ (4); №3, $\nu=0^\circ$ (5); №3, $\nu=90^\circ$ (6).

Значення параметру асиметрії $A_K(\theta)$ диференціальних кривих (рис.7в) послідовно наближуються до деякої величини при куті θ , близькому до критичного кута θ_c (для зразків GaAs при $\theta=0,25^\circ$). Тому для подальшого аналізу враховано значення A_K при даному θ . Якщо перейти від параметру асиметрії A_K до параметра відносної асиметрії A_V за правилом: $A_V=A_K$ при $A_K>1$ і $A_V = \sqrt{1/A_K}$ при $A_K<1$, то спостерігається залежність між значеннями A_V і відносною амплітудою гармоніки профілю C_V (рис.7г). Тоді з врахуванням даних АСМ залежність $C_V(A_V)$ описується виразом

$$C_V = c_1 + c_2 A_V, \quad (10)$$

де $c_1=0,0092$, $c_2=0,047$.

Фізично співвідношення (10) відображає той факт, що для профілів з статистично розподіленими нерівностями ($C_V \ll 1$) форма ДК майже симетрична, а для періодичних профілів ($C_V \approx 1$) форма ДК асиметрична і навіть мультиплетна (рис.4а).

Враховуючи результати, отримані методами ДК ПЗВ і АСМ значення середньоарифметичної висоти нерівностей профілю R_a задається емпіричною формулою:

$$R_a = r_0 \cdot B \cdot T_m \frac{1}{\mu_s C_V}, \quad (11)$$

де $r_0 = 9,2 \cdot 10^{-4}$, B – середнє значення півширин ДК, отриманих для одного кута повороту у вертикальній площині. Масштабний коефіцієнт μ_s , призначений для корекції значень R_a , описується виразом:

$$\mu_s = 1 - \frac{1}{\exp[(T_m - \Lambda \mu_1)/(\Lambda \mu_2)] + 1} \mu_3, \quad (12)$$

де $\mu_1=0,42$, $\mu_2=0,057$, $\mu_3=0,922$, Λ – товщина шару половинного ослаблення Х-променів. Значення R_a , обчислені за формулою (11) та отримані методом АСМ, приведені в таблиці 2.

У випадку синусоїдального профілю поверхні амплітуда просторової гармоніки – $C_m=(\pi/2)R_a$.

В загальному випадку максимальна амплітуда гармоніки для реального профілю така:

$$C_m = \pi / 2 \cdot R_a (C_V)^{p_1} (D_f)^{p_2}, \quad (13)$$

де $p_1=0,38, p_2=0,9$.

Апробацію пропонованого підходу аналізу експериментальних ДК ПЗВ проведено на серії сталевих еталонів з відомими значеннями середньоарифметичної висоти нерівностей R_a (таблиця 3). Для даних зразків на рис.8 приведено ДК ПЗВ, з яких визначено їх напівширину B . Значення R_a для сталевих зразків попадають у діапазон від 3 нм до 32 нм, в той же час, невідомими є просторові параметри профілю, які характеризуються періодом нерівностей T_m . Параметр T_m нескладно знайти за допомогою співвідношення (9), якщо відомі значення B та R_a (таблиця 3). Отримані значення періоду T_m є пропорційними до середньоарифметичної висоти нерівностей R_a , що характерно для реальних полірованих поверхонь.

Отже, пропонована методика аналізу ДК ПЗВ з врахуванням даних АСМ, є коректною при визначенні параметрів шорсткості поверхонь широкого класу матеріалів.

На рис.9 приведені експериментальні інтегральні криві ПЗВ для зразків GaAs, з одновірним і двовірним рельєфами поверхні, одержані для значень $\nu=0^\circ$ і $\nu=90^\circ$. Орієнтація борозен визначалася з напівширини ДК. Для зразків SiO₂ з статистично розподіленими нерівностями поверхні ІК ПЗВ отримані в двох довільних взаємно перпендикулярних положеннях зразка.

За формою експериментальних ІК визначені такі параметри поверхні зразків: критичний кут ПЗВ θ_{ce} , середньоарифметична висота нерівностей R_a і густина поверхневого шару ρ . Критичний кут θ_{ce} визначався як кут θ , при якому інтенсивність інтегральної кривої $I_D(\theta)=I_D(\theta=0^\circ)$. Проте значно точніше параметри поверхні зразків визначені на основі ІК в результаті розв'язку оберненої задачі (результати приведені нижче), при комплексному врахуванні умов проведення експерименту.

Методами ІК та ДК ПЗВ досліджено також плівки (рис.10), вирощені на кварцових підкладках [28]: Cu№1 – товщина 60,3 нм, Ni№1 – 88 нм, Ge№1 – 48,5 нм, а також плівки після відпалу (Cu№2, Ni№2 і Ge№2). Розмір кварцових підкладок досить великий (3,8×5,1см²), тому для кутів повороту зразка $\theta>0,2^\circ$ весь первинний пучок падав на поверхню зразка, а ІК представляла собою залежність коефіцієнту відбивання $I_f(\theta)$.

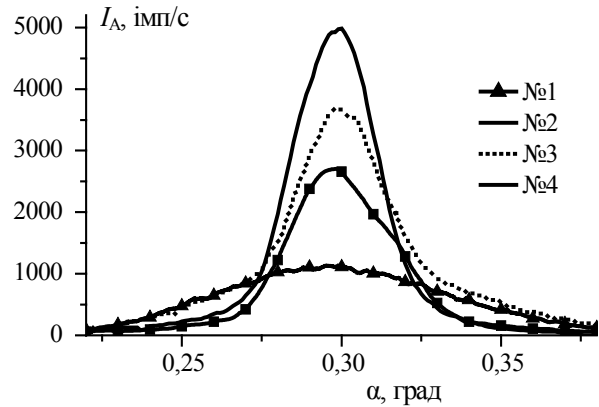


Рис.8. Диференційні криві для сталевих зразків №1-№4 при $\theta=0,15^\circ$.

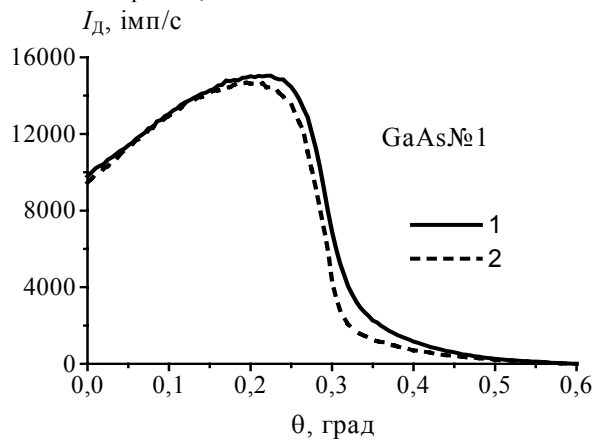


Рис.9. ІК для зразка GaAs№1: $\nu=0^\circ$ (1), $\nu=90^\circ$ (2).

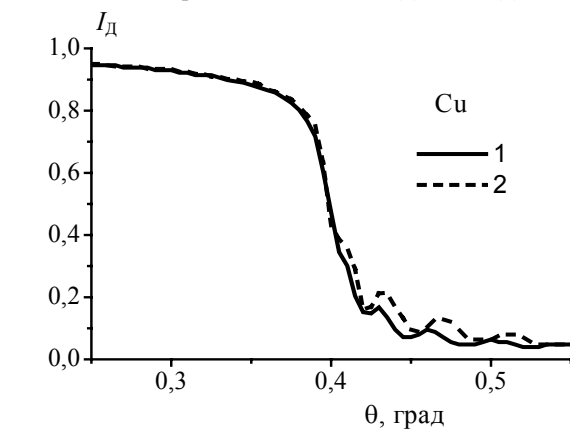


Рис.10. ІК для плівок Cu: №1 (1), №2 (2).

Числові розрахунки і отримані дані

1. Пряма та обернена задачі в дослідженні параметрів шорсткості поверхні зразків GaAs і SiO₂ методом ДК ПЗВ

На основі даних профілів, отриманих методом АСМ, розраховані ДК ПЗВ за формулами (1-4). Для узгодження теоретичних і експериментальних ДК проведена корекція розрахунку параметрів профілю поверхні, функції розподілу нахилів $F_r(\gamma)$ та значення δ матеріалу зразків. При корекції $F_r(\gamma)$

враховано проникнення X-променів у матеріал зразка, асиметрію експериментальних ДК, а також багатократні відбивання від поверхні.

Параметри корекції підбиралися так, щоб мінімізувати середньоквадратичну різницю теоретичної та експериментальної ДК. З допомогою описаної вище корекції вдалося досягнути задовільної кількісної відповідності розрахованих і експериментальних ДК (рис.11).

Як уже зазначалося, для характеристики стану реальної поверхні – профілю і рельєфу, в багатьох випадках, ефективним є фрактальний підхід [29,30]. При розрахунку параметрів профілю на основі експериментальних ДК ПЗВ використано фрактальний профіль як суму N синусоїд [25]. Амплітуда A і період T гармонік профілю задавалися так:

$$A_1 = C_m, \quad T_1 = T_m, \quad (14)$$

$$A_n = A_{n-1}V_A, \quad T_n = T_{n-1}V_T, \quad n = 2..N,$$

де $V_A=0,67, V_T=0,65, N=8$. Значення параметрів V_A, V_T, N вибрано з умови максимального узгодження розрахованого профілю і профілю, отриманого методом АСМ.

Після задання початкових умов проводилася підгонка теоретичної ДК до експериментальної, в якості змінних параметрів використано амплітуди гармонік профілю. В результаті підгонки отримано задовільне узгодження розрахованого профілю (рис.12б) і профілю, відновленого методом АСМ (рис.12а). На основі взаємно перпендикулярних профілів, отриманих методом ДК для кожного зразка, відновлено фрагменти рельєфу поверхні зразків (рис.13).

2. Прямі та обернені задачі в дослідженні поверхні зразків GaAs і SiO₂ методом ІК ПЗВ

На основі даних поверхні, отриманих методами АСМ, розраховані ІК ПЗВ за формулами (5-7). В процесі розрахунків, враховуючи шорсткість поверхні, отримано добру відповідність теоретичної та експериментальної ІК ПЗВ. При розрахунках визначалася не тільки сумарна інтенсивність, що попадає в детектор, але й окремо значення відбитої інтенсивності та інтенсивності, що падає повз зразок у детектор (рис. 14).

З врахуванням розв'язків прямої задачі розроблено алгоритм та створено програмне забезпечення, що дозволяє визначати параметри профілю з аналізу експериментальних ІК. Після знаходження наближених параметрів профілю поверхні проводилася підгонка теоретичної і експериментальної ІК ПЗВ. В якості підгоночних параметрів вибрано: R_a, β, δ . Цільова функція, яка визначалася як середньоквадратична різниця експериментальних і теоретичних ІК, в процесі підгонки мінімувалася. В результаті розв'язку оберненої задачі отримано добре узгодження теоретичних і експериментальних інтегральних кривих ПЗВ.

На основі визначених значень δ матеріалу зразка обчислено експериментальний критичний кут ПЗВ. Оскільки значення критичного кута ПЗВ залежить від густини речовини, то на основі значень об'ємної густини ρ , теоретичних θ_c і експериментальних θ_{ce} значень критичного кута, визначено реальну густину поверхневого шару зразка

$$\rho_e = \rho(\theta_{ce} / \theta_c)^2. \quad (15)$$

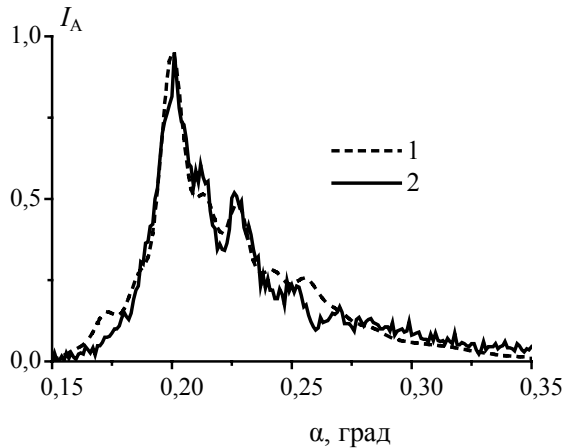


Рис.11. Розрахунок ДК ПЗВ для GaAs№1 при $\nu=0^\circ$: теоретична ДК на основі АСМ профілю (1), експериментальна ДК (2).

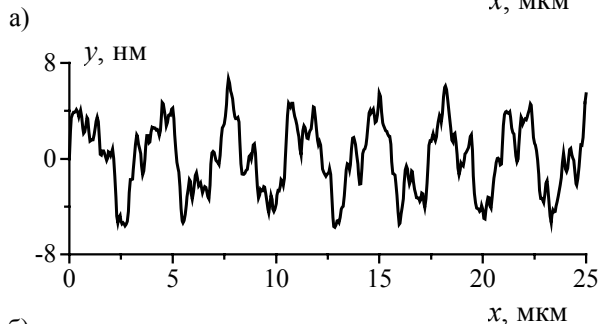
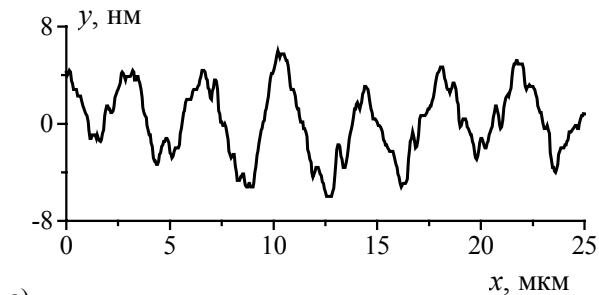


Рис.12. Профілі поверхні зразка GaAs№1 при $\nu=0^\circ$, отримані методами: АСМ(а), ДК ПЗВ(б).

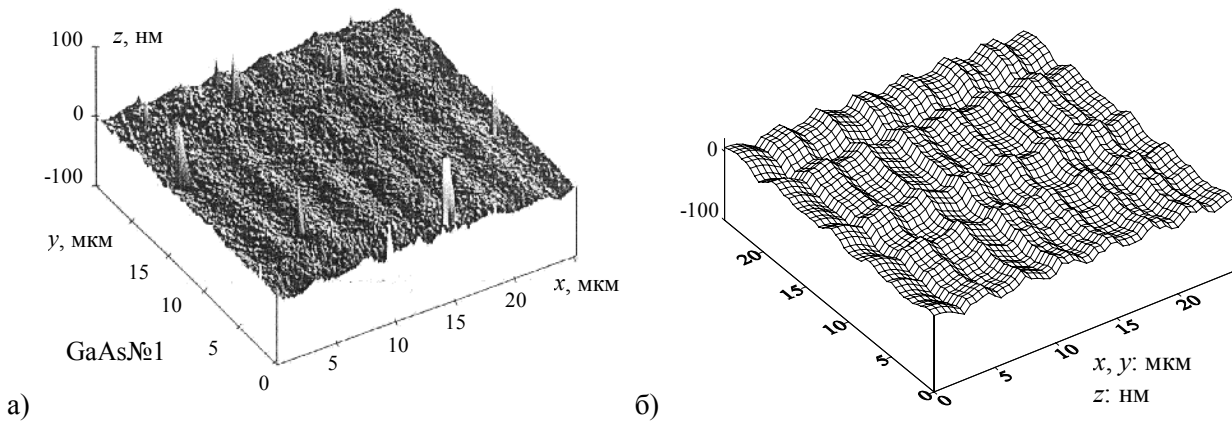


Рис. 13. Фрагменти рельєфу поверхні зразка GaAs№1, отримані методами: АСМ(а), ДК ПЗВ(б).

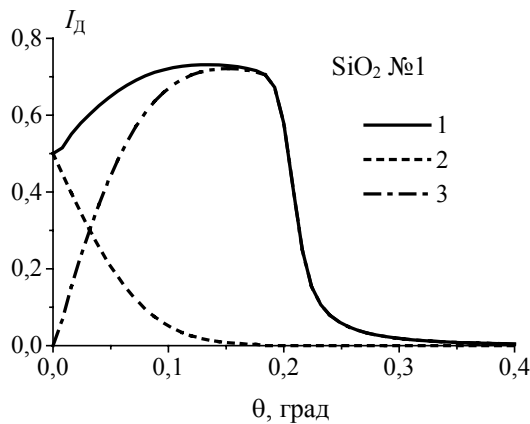


Рис. 14. Теоретична ІК для SiO₂ №1, поворот $\nu=0^\circ$: повна інтенсивність (1), інтенсивність пучка, що проходить повз зразок (2), відбита від зразка інтенсивність (3).

Таблиця 4. Параметри поверхні зразків GaAs та SiO₂, отримані методом ІК ПЗВ.

зразок	$\nu,^\circ$	$\theta_{ce},^\circ$	$\rho_e, \text{г/см}^3$	$\Delta\rho, \%$
GaAs		0,305	5,001*	
№1	0	0,3000	4,835	-3,32
№1	90	0,2997	4,826	-3,51
№2	0	0,3003	4,845	-3,12
№2	90	0,2994	4,816	-3,70
№3	0	0,2988	4,797	-4,09
№3	90	0,2986	4,790	-4,22
SiO ₂		0,236	2,65*	
№1	0	0,2276	2,465	-6,99
№2	0	0,2348	2,623	-1,01
№3	0	0,2342	2,610	-1,52

* - значення параметрів взято з довідника [31].

На основі (15) визначені значення густини поверхневого шару для всіх зразків, а також їх відносну зміну $\Delta\rho = (\rho_e - \rho) / \rho$ (таблиця 4). Для всіх зразків спостерігалось приблизно однакове зменшення густини поверхневого шару: для GaAs – на 3,8%, а для зразків SiO₂ – на 3,2%. Даний результат відповідає даним інших досліджень.

[24], в яких також спостерігалось зменшення густини поверхневого шару в порівнянні з об'ємом матеріалу.

3.Пряма та обернена задачі в дослідженні структурних параметрів плівок Cu, Ni та Ge методом ІК ПЗВ

На основі формул Паррата [24], які описують відбивання X-променів від плівок, і враховуючи результати досліджень багатошарових структур [32-35], розраховано ІК для плівок Cu, Ni та Ge. При дослідженні плівок розглядалось три середовища: повітря ($n=1$), плівка ($n=2$) і підкладка ($n=3$). В якості початкових параметрів задано товщини плівок d_n , параметри δ_n, β_n матеріалу плівок і підкладки, а також середньоквадратичне відхилення висот для границь розділу середовищ R_{qn} .

Враховуючи розв'язки прямої задачі визначено структурні параметри плівок на основі аналізу ІК ПЗВ. Розв'язок оберненої задачі, тобто визначення параметрів d_2, δ_2 і R_{q2} , проведено в результаті підгонки розрахованих ІК до експериментальних, при цьому мінімізувалася середньоквадратична різниця кривих.

В результаті розв'язку оберненої задачі отримано добре узгодження теоретичних і експериментальних ІК (рис.15), розраховані при цьому параметри плівок приведені в таблиці 5. Розраховане значення товщин плівок d_2' отримане близьким до відомих значень d_2 . Незначну невідповідність товщин d_2' і d_2 можна пояснити окисленням плівок та впливом шорсткості границь розділу.

На основі розрахованого значення δ_2 обчислено критичний кут θ_c , а також густину поверхневого шару ρ та відносну зміну густини $\Delta\rho$. Для всіх зразків отримано зменшення густини в середньому на 8%, що узгоджується з даними інших досліджень [28], оскільки густина тонких плівок звичайно менше об'ємної.

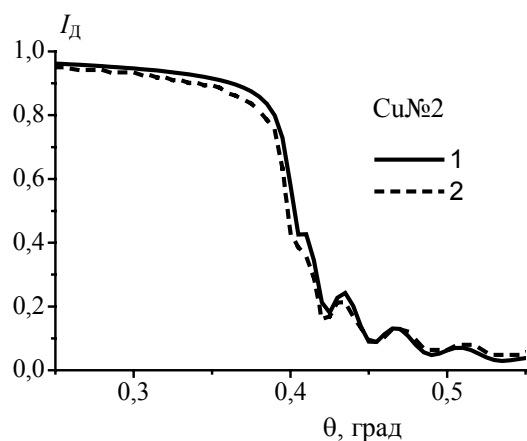


Рис.15. ІК для плівки Cu№2: теоретична ІК (1), експеримент (2).

Таблиця 5. Параметри плівок Cu№1-2, Ni№1-2, Ge№1-2, отримані методом ІК ПЗВ.

плівка	d_2' , нм	R_{q2} , нм	δ , 10^{-6}	θ_c , °	$\Delta\rho$, %
Cu			26,13*	0,4142	
Cu№1	64	3,7	24,13	0,3980	-7,65
Cu№2	62	2,6	24,13	0,3980	-7,65
Ni			26,89*	0,4202	
Ni№1	90	2,8	24,59	0,4018	-8,55
Ni№2	83	2,8	24,59	0,4018	-8,55
Ge			15,06*	0,3144	
Ge №1	48,0	3,2	13,76	0,3006	-8,63
Ge №2	47,5	3,2	13,76	0,3006	-8,63

* – значення параметрів взято з довідника [31].

Для плівок також визначено середньоквадратичну висоту нерівностей R_{q2} , яка в середньому дорівнює 3 нм (таблиця 5). За рахунок шорсткості границь розділу для розрахованих ІК отримано розмиті інтерференційні максимуми, що й спостерігається на експериментальних кривих.

Висновки

В результаті проведених досліджень розроблено нові підходи визначення параметрів, що характеризують стан реальної поверхні за допомогою інтегральних та диференціальних кривих ПЗВ Х-променів. В якості об'єктів дослідження використано зразки GaAs з однимірним та двоірним рельєфами поверхні, а також зразки SiO₂ високого класу якості хіміко-механічної обробки поверхні. Для дослідження явища ПЗВ Х-променів від багат шарових структур використано експериментальні ІК для плівок Cu, Ni та Ge.

Запропоновано оригінальні підходи до розв'язку прямої та оберненої задач. В прямій задачі для узгодження розрахованих кривих, отриманих за допомогою Х-променевої оптики Френеля, з експериментальними кривими, використано дані атомно-силової мікроскопії. При розв'язку обер-

неної задачі використано дані прямої задачі, що дозволяє більш точно й достовірно визначати характеристики стану поверхні з експериментальних кривих ПЗВ.

За допомогою методів ПЗВ можливо достатньо точно визначити параметри, що характеризують реальний рельєф поверхні зразків, параметри яких знаходяться в діапазоні за висотою: $-1,4 \text{ нм} < R_q < 4,4 \text{ нм}$, по періоду $-0,4 \text{ мкм} < T_m < 11,9 \text{ мкм}$.

Розроблені методики можуть бути використані для діагностики нанорельєфу поверхонь сучасної нано- та оптоелектроніки.

В даній роботі представлені результати, що увійшли в статті, які прийняті до публікації в журналі "Металлофізика и новейшие технологии" у 2003р.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Афанасьев А.М., Александров П.А., Имамов Р.М. Рентгенодифракционная диагностика субмикронных слоев. - М.: Наука, 1980.
2. Афанасьев А.М., Имамов Р.М., Ломов А.А., Маргушев З.Ч., Маслов А.В. Реальная поверхность монокристалла антимонида индия по данным метода АБД. - М., 1989. - (Препр./ Институт кристаллографии АН СССР: №7).
3. Кютт Р.Н., Ратников В.В., Мосина Г.Н., Щеглов М.П. Структурное совершенство эпитаксиальных слоев GaN по данным рентгеновской дифракции // Физика твердого тела. - 1999. - **41**, №1. - С.30-37.
4. Кютт Р.Н. Трехкристалльная дифрактометрия сверхрешеток и других многослойных эпитаксиальных структур // Металлофізика и новейшие технологии. - 2002. - **24**, №4. - С.497-512.
5. Robinson I.K. Use of coherent X-ray diffraction to image surface structure // The 7th International Conference on Surface X-Ray and Neutron Scattering, 23-27 September, 2002. - Granlibakken Conference Center, California, USA. - P.32.
6. Omote K., Ito Y., Inaba K. Grazing incidence small angle x-ray scattering for measuring particle/pore size distributions in thin films // The 7th International Conference on Surface X-Ray and Neutron Scattering, 23-27 September, 2002. - Granlibakken Conference Center, California, USA. - P.33.
7. Stepanov S.A. X-ray diffuse scattering from interfaces in semiconductor multilayers /Exploration of Subsurface Phenomena by Particle Scattering/ Ed.N.Q.Lam, C.A. Melendres, S.K.Sinha. - IASI Press, 2000. - P.119-137.
8. Александров П.А., Афанасьев А.М., Степанов С.А. Фактор асимметрии при дифракции рентгеновских лучей в условиях полного внешнего отражения // Кристаллография. - 1984. - **29**, №2. - С.197-202.

9. *Имамов Р.М., Кондрашкина Е.А., Новиков Д.В., Степанов С.А.* Экспериментальное исследование влияния шероховатостей поверхности кристаллов на дифракцию рентгеновских лучей в условиях полного внешнего отражения. // Кристаллография. - 1987. - **32**, №4. - С.852-856.
10. *Geue T., Henneberg O., Pietsch U.* X-ray Reflectivity from Sinusoidal Surface Relief Grating // Cryst. Res. Technol. - 2002. - **37**, No.7. - P.770-776.
11. *Синайский В.М., Сиденко В.И.* Рентгеновская рефлектометрия (обзор) // ПТЭ. - 1974. - №6. - С.131-160.
12. *Фодчук І.М., Паранський А.М., Кішевецька М.Л., Баловсяк С.В.* Трьохкристальна рентгенівська рефлектометрія // Науковий вісник ЧДУ. Вип.32: Фізика. - Чернівці: ЧДУ, 1998. - С.45-52.
13. *Koleske D.D., Lee G.U., Gans B.I., Lee K.P., DiLella D.P., Wahl K.J., Barger W.R., Whitman L.J., Colton R.J.* Design and calibration of scanning force microscope for friction, adhesion and contact potential studies // Rev. Sci. Instrum. - 1995. - **66**, No.9. - P.4566-4574.
14. *Арутюнов П.А., Толстихина А.Л.* Феноменологическое описание характеристик поверхности, измеряемых методом атомно-силовой микроскопии // Кристаллография. - 1998. - **43**, №3. - С.524-534.
15. *Дедков Г.В., Рехвиашвили С.Ш.* Нанотрубки и силовые взаимодействия в атомно-силовом микроскопе // ЖТФ. - 1999. - **69**, №8. - С.124-127.
16. *Чирик С.А., Дубравин А.М., Ан Х.С.* Атомно-силовая микроскопия твердых материалов в режиме фазового контраста // Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтр. исслед. - 2000. - №11. - С.51-55.
17. *McKay H.A., Feenstra R.M., Schmidling T., Pohl U.W.* Arrangement of nitrogen atoms in GaAsN alloys determined by scanning tunneling microscopy // Applied Physics Letters. - 2001. - **78**. - No.1. - P.82-84.
18. *Литвин О.С., Прокопенко І.В.* Вивчення морфології поверхні полікристалічних плівок методом атомно-силової микроскопії // Науковий вісник ЧНУ. Вип.112: Фізика. Електроніка. - Чернівці: ЧНУ, 2001. - С.5-10.
19. *Apetrii G., Fischer S.F., Kunze U., Reuter D., Wieck A.D.* Influence of processing parameters on the transport properties of quantum point contact fabricated with an atomic force microscope // Semiconductor Science and Technology. - 2002. - **17**. - P.735-739.
20. *Parry H.J., Ashwin M.J., Neave J.H., Jones T.S.* Surface morphology of InP thin films grown on InP(001) by solid source molecular beam epitaxy // Semiconductor Science and Technology. - 2002. - **17**. - P.1209-1212.
21. *Рехвиашвили С.Ш.* Современные методы сканирующей зондовой микроскопии и спектроскопии // ПТЭ. - 2002. - №5. - С.149-152.
22. *Фодчук І.М., Баловсяк С.В.* Розробка контролера і програмного забезпечення для керування рентгенівським дифрактометром ДРОН-3М // Науковий вісник ЧНУ. Вип. 92: Фізика. Електроніка. - Чернівці: ЧНУ, 2000. - С.32-33.
23. *Фодчук І.М., Баловсяк С.В.* Розробка універсальної програми для автоматизації фізичного експерименту на рентгенівських дифрактометрах // Науковий вісник ЧНУ. Вип. 133: Фізика. Електроніка. - Чернівці: ЧНУ, 2002. - С.42-43.
24. *Parratt L.G.* Surface Studies of Solids by Total Reflection of X-Rays. // Ph. Rev. - 1954. - **95**, No.2. - P.359-369.
25. *Федер Е.* Фракталы. - М.: Мир, 1991.
26. *Clarke K.S.* Computation of the fractal dimension of topographic surfaces using the triangular prism surface area method // Computers and Geosciences. - 1986. - **12**, No.5. - P.713-722.
27. *Ангельський О.В., Максимяк П.П.* Кореляційно-оптична діагностика випадкових та фрактальних шорстких поверхонь // Науковий вісник ЧНУ. Вип.112: Фізика. Електроніка. - Чернівці, ЧНУ, 2001. - С.37-47.
28. *Wainfan N., Parratt L.G.* X-Ray Reflection Studies by the Use of Some Annealed and Oxidized Film // Ann. of Appl. Phys. - 1960. - **31**, No.8. - P.1331-1337.
29. *Angelsky O.V., Maksimyak P.P., Hanson S.G., Ryukhtin V.V.* New Feasibilities for Characterizing Rough Surfaces by Optical-Correlation Techniques // Applied Optics. - 2001. - **40**, No.31. - P.5693-5707.
30. *Гоженко В.В., Пінчук А.О., Семчук О.Ю.* Розсіювання електромагнітних хвиль фрактальною поверхнею // УФЖ. - 2000. - **45**, №9. - С.1129-1134.
31. *Акустические кристаллы.* Справочник / Под ред. М.П.Шаскольской. - М.: Наука, 1982.
32. *Lederman D., Zhonghai Yu., Myers H., Richards-Babb M.R.* Surface morphology of GaN films determined from quantitative x-ray reflectivity // Applied Physics Letters. - 1997. - **71**, No.3. - P.368-370.
33. *Rodrigues W., Sakata O., Lee T.L., Walko D.A., Marasco D.L., Bedzyk M.J.* X-ray scattering studies of surfactant mediated epitaxial growth of Si/Ge/Si(001) heterostructures // Journal of Applied Physics. - 2000. - **88**, No.5. - P.2391-2394.
34. *Jiang L., Verman B., Kim B., Platonov Y., Al-Mosheky Z., Smith R., Grupido N.* Application of multilayer optic to X-ray diffraction system // The Rigaku journal. - 2001. - **18**, No.2. - P.13-22.
35. *Бушуйев В.А., Сутырин А.Г.* К вопросу о корректном учете межслойных шероховатостей в рекуррентных формулах Паррата // Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтр. исслед. - 2000. - №1. - С.82-85.