

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ДАННЫХ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ОЦЕНКИ ПАРАМЕТРОВ, ХАРАКТЕРИЗУЮЩИХ РАССЕЯНИЯ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НАНОМАСШТАБНЫМИ ШЕРОХОВАТОСТЯМИ ПОВЕРХНОСТИ

В. Л. Миронов, О. Г. Удалов

Институт физики микроструктур РАН, ГСП-105, Нижний Новгород, 603950 Россия,
E-mail: mironov@ipm.sci-nnov.ru

Введение

В настоящее время для характеристики наномасштабных шероховатостей применяются в основном два метода – рентгеновская рефлектометрия (РРМ) и атомно-силовая микроскопия (АСМ). Однако в силу различной природы взаимодействия рентгеновского излучения и АСМ зонда с поверхностью методы РРМ и АСМ дают различную информацию о статистических свойствах шероховатостей. В работах [1, 2] было показано, что для поверхностей, имеющих распределение по высотам, существенно отличающееся от распределения гауссового типа, наблюдаются значительные расхождения в оценках дисперсии шероховатости по данным РРМ и АСМ. Была предложена методика расчета угловых зависимостей зеркальной компоненты отраженного излучения непосредственно по данным АСМ, позволяющая корректно оценивать величину эффективной дисперсии шероховатостей, влияющих на рассеяние рентгеновского излучения. В настоящей работе приводятся результаты сравнительных исследований серии подложек из стекла с различным типом шероховатости методами АСМ и РРМ. Проведены расчеты угловых зависимостей диффузной компоненты рассеянного излучения по данным АСМ, позволяющих оценивать эффективный радиус корреляции $\rho_{эфф}$ и эффективную фрактальную размерность $D_{эфф}$ шероховатостей, влияющих на процессы рассеяния.

Методика эксперимента

РРМ исследования образцов проводились на рентгеновском дифрактометре "Philips - X'Pert Pro" (длина волны $\lambda = 0.154$ нм). На рис. 1 представлена схема рентгеновских измерений. Угловые зависимости интенсивности рассеянного шероховатостями поверхности излучения регистрировались при фиксированных положениях источника (И) и приемника (Д). Изменение углов падения и наблюдения осуществлялось посредством вращения образца (О) (так называемые кривые качания).

АСМ-исследования поверхности проводились с помощью атомно-силового микроскопа "Solver P7LS" (компания "NT-MDT", г. Зеленоград). Максимальное поле обзора составляло 60×60 мкм.

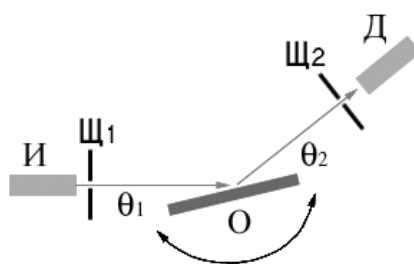


Рис. 1. Схема рентгеновских измерений

Определение характеристик шероховатости поверхности по данным АСМ

Для определения радиуса корреляции и дисперсии шероховатости по АСМ профилям поверхности $Z(x,y)$ с помощью Фурье-преобразования рассчитывался спектр поверхности (спектральная плотность мощности – PSD):

$$PSD(k_x, k_y) = \frac{1}{S} |F[Z(x,y)]|^2. \quad (1)$$

Затем с помощью обратного преобразования вычислялась двумерная функция корреляции:

$$C_{АСМ}(x,y) = F^{-1}[PSD(k_x, k_y)]. \quad (2)$$

Радиус корреляции шероховатостей $\rho_{АСМ}$ определялся как расстояние, на котором функция корреляции спадает в e раз. Дисперсия шероховатости –

$$\sigma_{АСМ} = \sqrt{C_{АСМ}(0,0)}.$$

Для вычисления фрактальной размерности поверхности применялся метод вариаций, описанный в работе [3]. Согласно этому методу, для последовательности расширяющихся ячеек площадью $2n \times 2n$ с центром в точке (i,j) вычислялась средняя по M^2 точкам вариация максимальных и минимальных высот шероховатостей:

$$V_n = \frac{1}{M^2} \sum_{i,j} [Z_{i,j}^{max} - Z_{i,j}^{min}], \quad (3)$$

где $M = N - 2n$, N – количество точек в строке сканирования. После этого строился график зависимости величины $\ln\left[\left(\frac{N}{n}\right)^3 V_n\right]$ от $\ln\left[\frac{N}{n}\right]$ для $n = 1, 2, \dots, n_{max}$. Тангенс угла

наклона данного графика к оси абсцисс дает величину фрактальной размерности $D_{АСМ}$. По известной фрактальной размерности вычислялся коэффициент Херста h :

$$h_{АСМ} = 3 - D_{АСМ}. \quad (4)$$

Рассеяние рентгеновского излучения шероховатостями поверхности

Сечение рассеяния для зеркальной и диффузной компонент отраженного излучения в борновском приближении искаженных волн (distorted wave Born approximation – DWBA) определяется следующими выражениями [4]:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_{spec} = S_0 k_0^2 \sin^2(\theta_1) |\tilde{R}(\vec{k}_1)|^2 \delta(q_x) \delta(q_y),$$

$$|\tilde{R}(\vec{k}_1)|^2 = \left| R(\theta_1) \frac{1}{S_0} \int_{S_0} dx dy \exp(-i\sqrt{q_z} q'_z Z(x, y)) \right|^2, \quad (5)$$

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_{diff} = \left\langle \frac{|k_0^2(1-n^2)|^2}{16\pi^2} |T(\vec{k}_1)|^2 |T(\vec{k}_2)|^2 |F(\vec{q}')|^2 \right\rangle, \quad (6)$$

$$F(\vec{q}') = \frac{i}{q'_z} \iint_{S_0} dx dy (\exp(-iq'_z Z(x, y)) - 1) \exp(i(q_x x + q_y y)).$$

Здесь $T(\vec{k})$ и $R(\vec{k})$ – френелевские коэффициенты прохождения и отражения; S_0 – площадь облучаемой источником части поверхности образца; \vec{k}_1, \vec{k}_2 – волновые векторы падающей и рассеянной волны соответственно; $k_0 = 2\pi/\lambda$; $\vec{q} = \vec{k}_2 - \vec{k}_1$; $\vec{q}' = \vec{k}_2' - \vec{k}_1'$ (рис. 2); n – показатель преломления вещества; $Z(x, y)$ – профиль поверхности.

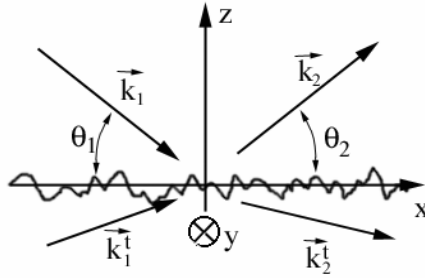


Рис. 2. Диаграмма рассеяния излучения шероховатой поверхностью

Связь между регистрируемой в эксперименте интенсивностью отраженного излучения I_{scat} и сечением рассеяния выражается следующим образом [5]:

$$I_{scat} = I_0 \frac{\Delta\Omega}{A} \left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right), \quad (7)$$

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right) = \left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_{diff} + \left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_{spec},$$

где I_0 – интенсивность падающего излучения, $\Delta\Omega$ – угловой размер детектора, A – площадь сечения пучка.

Когда шероховатости поверхности имеют гауссово распределение высот, выражение для сечения рассеяния принимает следующий вид:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_{diff} = \frac{|k_0^2(1-n^2)|^2}{16\pi^2} |T(k_1)|^2 |T(k_2)|^2 S(q_i), \quad (8)$$

$$S(q_i) = \frac{\exp(-((q_z^t)^2 + (q_z^{t*})^2)\sigma^2/2)}{|q_z^t|^2} \iint_{S_0} dXdY (\exp(|q_z^t|^2 C(X,Y)) - 1) \exp(i(q_x X + q_y Y)).$$

В этом случае рассеяние определяется корреляционной функцией поверхности $C(X, Y)$, и ее вид можно восстановить по кривым рассеяния.

Обычно анализ экспериментальных данных проводится на основе выражения (8). Для определения латеральных параметров шероховатостей поверхности экспериментальные угловые зависимости интенсивности рассеянного излучения аппроксимируются теоретическими зависимостями, рассчитанными по формулам (8) с корреляционной функцией вида

$$C(X, Y) = \sigma^2 e^{-\left(\frac{\sqrt{X^2+Y^2}}{\rho}\right)^{2h}}. \quad (9)$$

При этом параметры σ , ρ и h , для которых достигается наилучшее совпадение расчетных и экспериментальных кривых, принимаются за параметры шероховатостей поверхности.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

В настоящей работе методами РРМ и АСМ были исследованы несколько подложек из стекла с различным типом шероховатости. Характерные АСМ-изображения поверхности двух подложек приведены на рис. 3. Образцы имели поверхности, отличающиеся величиной шероховатости и характером функции распределения по высотам.

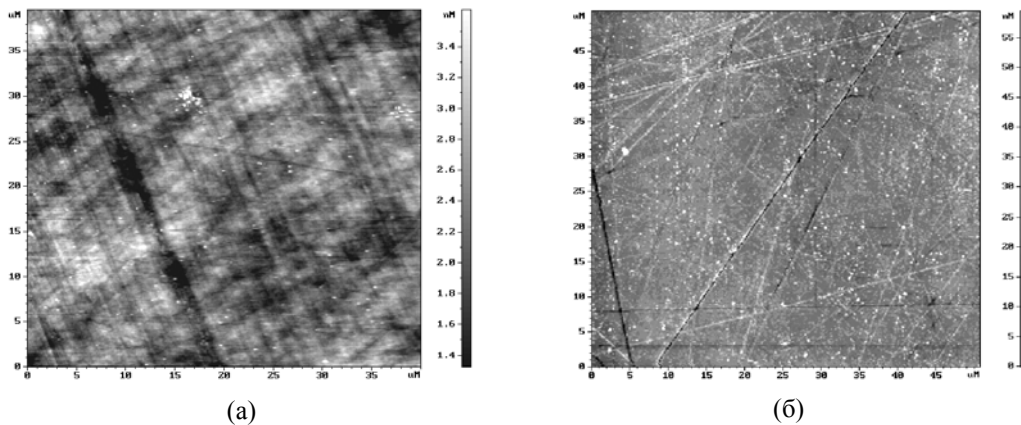


Рис. 3. АСМ изображения поверхности образцов 1 (а) и 2 (б).

Из рисунков 3, 4 видно, что образец 2 имел более развитый рельеф поверхности и распределение по высотам, существенно отличающееся от распределения гауссового типа. Для каждой из подложек были оценены три параметра шерохо-

ватости – дисперсия ($\sigma_{АСМ}$), радиус корреляции ($\rho_{АСМ}$) и параметр Херста ($h_{АСМ}$) (табл. 1).

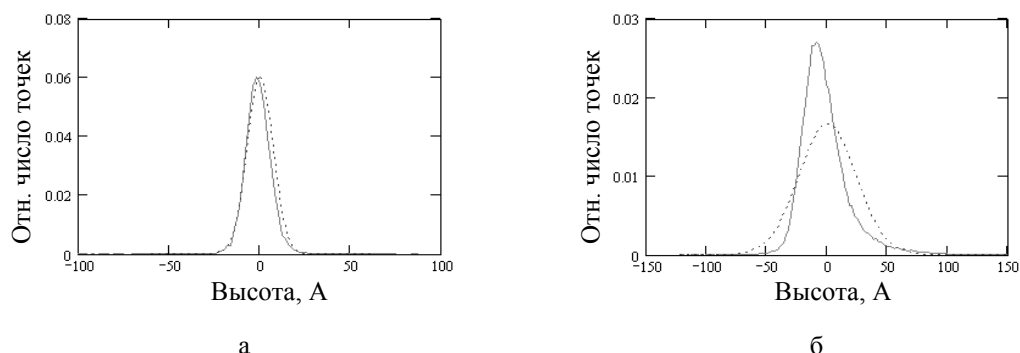


Рис. 4. Функции распределения по высотам для образцов 1 и 2 (сплошная линия). Для сравнения пунктирной линией показана гауссова функция распределения с дисперсией, рассчитанной непосредственно по АСМ-изображениям поверхности. а – образец 1, б – образец 2

С другой стороны, по данным АСМ для каждой из подложек в приближении DWBA были рассчитаны угловые зависимости зеркальной и диффузной компонент отраженного рентгеновского излучения. АСМ профили поверхности в виде функции $Z(x,y)$ непосредственно подставлялись в выражения (5), (6) и (7). Усреднение в формулах (5), (6) проводилось по набору кадров. Расчеты выполнялись с учетом реального распределения интенсивности по поперечному сечению рентгеновского пучка. На рис. 5 приведены графики экспериментальных угловых зависимостей интенсивности рассеянного рентгеновского излучения, а также результаты расчета кривых качания по АСМ-изображениям поверхности для образцов 1 и 2. Как видно из рис. 5, PPM и АСМ кривые достаточно хорошо согласуются для обоих образцов.

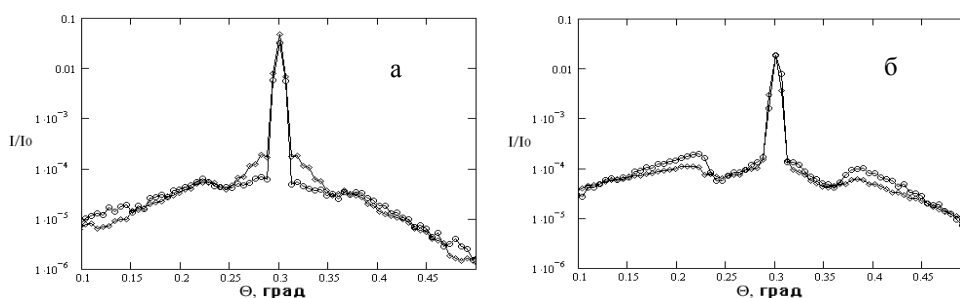


Рис. 5. Угловые зависимости интенсивности отраженного излучения: кружки – данные PPM экспериментов, ромбики – расчеты по АСМ кадрам. а – образец 1, б – образец 2

По экспериментальным кривым качания, при использовании методики, описанной выше, были оценены параметры σ_{PPM} , ρ_{PPM} , h_{PPM} , а по расчетным АСМ кривым - эффективные параметры шероховатости $\sigma_{эфф}$, $\rho_{эфф}$, $h_{эфф}$ (см. табл. 1).

Таблица 1. Параметры рельефа поверхности образцов.

	$\sigma_{АСМ}$ (нм)	$\sigma_{РРМ}$ (нм)	$\sigma_{эфф}$ (нм)	$АСМ$ (нм)	$РРМ$ (нм)	$\rho_{эфф}$ (нм)	$h_{АСМ}$	$h_{РРМ}$	$h_{эфф}$
1	0.9±0.1	0.84±0.0 7	0.82±0.0	1000±10	1100±10	1100±10	0.37±0.0	0.27±0.0	0.3±0.05
2	2.7±0.2	1.6±0.1	1.3±0.1	200±40	500±50	440±50	0.7±0.05	0.6±0.1	0.6±0.1

Из табл. 1 видно, что оценки параметров шероховатости поверхности, сделанные с помощью разных методов, отличаются друг от друга. Однако для образца 1, имеющего небольшую шероховатость и практически гауссово распределение по высотам, отличие невелико.

Для образца 2 все параметры шероховатостей, рассчитанные непосредственно по данным АСМ, существенно отличаются от величин, получаемых по данным РРМ экспериментов. Как было показано в [1,2], для поверхностей, имеющих негауссово распределение по высотам, оценка дисперсии по данным АСМ оказывается завышенной из-за того, что глубокие царапины, являющиеся причиной негауссовости функции распределения по высотам, слабо рассеивают рентгеновское излучение, но при этом вносят существенный вклад в величину дисперсии шероховатости. Расхождение же в оценках корреляционных длин для данного образца связано с тем, что в исследуемом диапазоне углов интенсивность рассеянного рентгеновского излучения определяется в основном низкочастотными составляющими спектра поверхности, в то время как реальный спектр данной поверхности содержит интенсивные компоненты в области высоких пространственных частот. Наличие высокочастотных компонент в спектре реальной поверхности приводит к тому, что расстояние, на котором точки поверхности коррелированы между собой, оказывается меньше радиуса корреляции, оцененного по данным РРМ экспериментов.

Таким образом, как показывают проведенные расчеты, параметры шероховатостей, получаемые по данным РРМ, могут существенно отличаться от реальных параметров шероховатостей поверхности. Атомно-силовая микроскопия в этом смысле дает более адекватную информацию о параметрах рельефа поверхности. Однако для негауссовых поверхностей с сильно развитым рельефом параметры $\sigma_{АСМ}$, $\rho_{АСМ}$, $h_{АСМ}$ не могут быть использованы для характеристики рассеяния рентгеновского излучения поверхностью. С другой стороны, как видно из таблицы, эффективные параметры $\sigma_{эфф}$, $\rho_{эфф}$, $h_{эфф}$, полученные по угловым зависимостям, рассчитанным на основе АСМ данных, хорошо согласуются с экспериментальными параметрами $\sigma_{РРМ}$, $\rho_{РРМ}$, $h_{РРМ}$.

Заключение

Таким образом, в работе проведены сравнительные АСМ и РРМ исследования шероховатости серии подложек из стекла. Показано, что оценки параметров шероховатости, сделанные по АСМ данным и по угловым зависимостям интенсивности рассеянного рентгеновского излучения, могут существенно отличаться друг от друга. Для исследованных подложек при использовании рельефа поверхности, полученного с помощью атомно-силового микроскопа, проведены расчеты угловых зависимостей интенсивности рентгеновского излучения, рассеянного

шероховатостями. По полученным зависимостям были сделаны оценки эффективных параметров шероховатости, определяющие рассеяние рентгеновского излучения. Показано, что величины $\sigma_{эфф}$, $\rho_{эфф}$, $h_{эфф}$ хорошо совпадают с аналогичными величинами, полученными непосредственно в РРМ экспериментах, и могут служить для оценок параметров рельефа поверхности, характеризующих рассеяние рентгеновского излучения.

Авторы выражают благодарность С.А. Трескову, Б.А. Грибкову, В.Б. Шевцову, Н.И. Чхало, Ю.А. Вайнеру, Н.А. Коротковой за АСМ и РРМ измерения, а также С.В. Гапонову, Н.Н. Салашенко и А.А. Фраерману за интерес к работе и полезные обсуждения.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект № 04-02-16556).

Литература

1. Востоков Н.В., Гапонов С.В., Миронов В.Л., Панфилов А.И., Полушкин Н.И., Салашенко Н.Н., Фраерман А.А., Haidl M.N. // Поверхность. 2001. № 1. С. 38.
2. Грибков Б.А., Миронов В.Л. // Заводская лаборатория. 2003. Т. 69, № 5. С. 29.
3. Spanos L., Irene E.A. // J. Vac. Sci. Technol. 1994. A 12(5), P. 2646.
4. Sinha S.K., Sirota E.B., Garoff S., Stanley H.B. // Phys. Rev. B. 1988. Vol. 38, № 4. P. 2297.
5. Stone V.W. // Ph.D. thesis, Université catholique de Louvain. 1999.
6. Stone V.W., Jonas A.M., Nysten B., Legras R. // Phys. Rev. B, 1999. Vol. 60, № 8.