09

Применимость интерферометров белого света для измерения шероховатости рентгенооптических элементов

© М.М. Барышева,[1,2] Н.И. Чхало,[1,2] Ю.А. Вайнер,[1] М.В. Зорина,[1] М.С. Михайленко,[1] Р.М. Смертин[1]

[1]Институт физики микроструктур РАН,
603087 д. Афонино, Кстовский р-н, Нижегородская обл., Россия
[2]Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского,
603022 Нижний Новгород, Россия
e-mail: mmbarysheva@ipmras.ru

Поступило в Редакцию 2 июня 2025 г.
В окончательной редакции 2 июня 2025 г.
Принято к публикации 2 июня 2025 г.

На примере сверхгладкой кремниевой подложки продемонстрировано, что использование современных интерферометров белого света позволило получить достоверные данные даже для высокоточных подложек с субнанометровой шероховатостью поверхности. Для подтверждения достоверности результатов, полученных методом интерференционной микроскопии в среднечастотном пространственном диапазоне, сопоставлены PSD-функции поверхности подложки, полученные при использовании объективов с разным увеличением, а также с помощью методов атомно-силовой микроскопии и рентгеновской дифрактометрии с синхротронным источником. Определена шероховатость подложки на уровне 0.8 nm в диапазоне пространственных частот $1.5 \cdot 10^{-3} - 64\,\mu\mathrm{m}^{-1}$.

Ключевые слова: шероховатость поверхности, интерферометрия белого света, функция спектральной плотности мощности, сверхгладкие поверхности, атомно-силовая микроскопия, диффузное рассеяние рентгеновского излучения, средние пространственные частоты.

DOI: 10.61011/JTF.2025.10.61342.141-25

Введение

Шероховатость поверхности рентгеновских зеркал и их подложек является ключевым параметром, определяющим эффективность использования источника излучения и разрешающую способность приборов, использующих эти зеркала. Для рентгеновских зеркал дифракционного качества необходимо контролировать шероховатости подложек в диапазоне латеральных размеров от 1 nm до 1 mm, причем шероховатости с латеральными размерами $1\,\mu\mathrm{m} - 1\,\mathrm{mm}$ в наибольшей степени влияют на разрешающую способность зеркал. Требования к этим шероховатостям лежат на уровне 1–2 Å [1]. Необходимо учитывать, что в большинстве случаев подложки имеют криволинейную форму. Наиболее распространенными и достоверными методами измерений шероховатости являются атомно-силовая микроскопия (АСМ) и диффузное рассеяние рентгеновского излучения (ДРРИ). Однако они имеют свои ограничения. АСМ — длинноволновая граница латеральных размеров из-за нелинейности сканера на уровне $20-40\,\mu\mathrm{m}$. ДРРИ — невозможность изучения криволинейных поверхностей, ограничения по габаритным размерам детали, ошибки, вносимые нарушенным слоем при коррекции поверхности ионным травлением. В последние годы эта проблема решается за счет использования интерферометров белого света (ИБС) [2]. Однако ряд работ указывает, что метод хорошо работает только для относительно грубых поверхностей [3,4]. В случае атомарно-гладких подложек функции спектральной плотности мощности (PSD-power spectral density) шероховатости, восстановленные по данным измерений, произведенных на интерферометрах Zygo и Talysurf CCI 2000, не перекрывались с данными АСМ и ДРРИ в областях пересечения их рабочих диапазонов пространственных частот. При этом они оставались фактически одинаковыми для различных образцов. Возможными причинами этого являются шумы регистрирующей аппаратуры, качество эталонной поверхности, аберрации регистрирующей части оптической системы, поскольку рабочий и эталонный фронты распространяются через нее с наклоном друг относительно друга, т.е. их пути немного сдвинуты. Таким образом, при измерении атомарно-гладких поверхностей интерферометр фактически измерял не только саму поверхность, но и шумы и аберрации оптической системы.

Вместе с тем полный отказ от интерференционной микроскопии был бы достаточно болезненным: она позволяет осуществлять быстрое сканирование больших площадей и хорошо подходит для изучения плавного рельефа, т.е. неровностей поверхности с характерными размерами $1\,\mu\mathrm{m} - 10\,\mathrm{mm}$. По этой причине в рамках настоящей работы мы возвращаемся к проблеме применения интерферометрии белого света для измерения атомарно-гладких поверхностей на примере измерений кремниевой подложки с помощью ИБС SuperView W1. При оценке адекватности измерений используется тот же принцип — перекрытие PSD-функций шероховатости, измеренных методами ИБС, АСМ и ДРРИ в

области пересечения их рабочих диапазонов. При этом диффузное рассеяние рассматривается в качестве „первопринципного“ метода. Ограничения применимости метода ДРРИ для изучения шероховатости поверхности подробно анализируется в ряде работ, например, [5–8].

В отличие от [3] для расширения диапазона измеряемых пространственных частот шероховатостей в настоящей работе исследуются индикатрисы рассеяния синхротронного излучения. Эксперименты проводились на станции „ФАЗА“ Курчатовского центра синхротронных исследований [9–11]. В настоящей работе мы приводим результаты исследований только для одного образца, что связано с ограниченным доступом к синхротронной инфраструктуре. Однако аналогичные исследования других образцов на лабораторном дифрактометре полностью подтверждают приведенные данные по крайней мере для диапазона пространственных частот от $0.025\,\mu\mathrm{m}^{-1}$ и выше, что позволяет говорить об общности приведенных в настоящей работе данных.

1. Подготовка экспериментального образца

В качестве экспериментального образца использовалась подложка из монокристаллического кремния (001) с геометрическими размерами $145 \times 30 \times 30\,\mathrm{mm}$. Образец был вырезан из кремниевой були. Шлифовка и полировка производились на трехшпиндельном станке 3ПД-350 методом глубокой шлифовки-полировки и последующей химико-механической полировки. Стадия шлифовки производилась с использованием карбид-кремниевых шлифпорошков с размерами абразивного зерна 40, 28 и $10\,\mu\mathrm{m}$ соответственно и металлических шлифовальников. Механическая полировка осуществлялась с использованием смоляного полировальника (СП 5) и водной суспензии микропорошка окиси церия марки apoline с размером зерна $0.5-1\,\mu\mathrm{m}$.

На стадии химико-механической полировки использовалась щелочная суспензия микропорошка окиси кремния с размером зерна менее $100\,\mathrm{nm}$. В качестве полировальника — искусственная замша. По сути, повторялась рецептура изготовления монокристаллических кремниевых пластин для микроэлектроники [12]. Химико-механическая полировка заканчивалась, когда шероховатость, измеренная с помощью АСМ, достигала своего минимального значения и далее не изменялась.

Перед каждым измерением поверхность подложки очищались химическим образом в растворе бихромата калия в серной кислоте с последующей тщательной промывкой деионизованной водой.

2. Метод ИБС

Интерферометрические оптические методы широко применяются для измерения шероховатости поверхности благодаря высокой точности (до нанометрового уровня), бесконтактности и возможности быстрого сканирования больших площадей. Современные интерферометры, такие как белополосные или фазово-сдвигающие, позволяют получать трехмерные карты рельефа и автоматически рассчитывать стандартные параметры шероховатости. Эти методы применимы для различных материалов, включая металлы, полимеры и полупроводники, хотя требуют достаточной отражающей способности поверхности. Таким образом, интерферометрия сочетает высокое разрешение, скорость измерений и отсутствие механического воздействия, что делает ее одним из наиболее эффективных способов оценки микро- и наношероховатости.

Различают высоко- и низкокогерентную интерферометрию. Однако при измерении шероховатости сверхгладких поверхностей высококогерентная интерферометрия сталкивается с рядом принципиальных ограничений:

1) проблема 2π-неоднозначности — фазовые измерения повторяются с периодом $\lambda/2$, что делает невозможным однозначное определение абсолютной высоты при наличии резких перепадов, превышающих половину длины волны;

2) паразитные интерференционные эффекты — высокая когерентность лазерного излучения приводит к появлению ложных интерференционных картин от внутренних оптических элементов, пылинок и рассеянного света, существенно искажающих результаты измерений [13];

3) эффект мультирассеяния — на шероховатых поверхностях многократное отражение света от различных неровностей создает артефакты в интерференционной картине;

4) ограниченное пространственное разрешение — типичный размер пикселя $\sim 0.1\,\mathrm{mm}$, что соответствует $\sim 0.005\,\mu\mathrm{m}^{-1}$ в пространстве волновых чисел, недостаточен для детального анализа мелкомасштабного микрорельефа.

Этих недостатков лишена низкокогерентная ИБС [2,4,14]. Использование широкополосного источника с малой длиной когерентности ($1-5\,\mu\mathrm{m}$) позволяет однозначно определять положение максимума огибающей интерференционного сигнала, минимизировать влияние паразитных отражений и эффективно работать с поверхностями различной степени шероховатости.

Интерферометрический метод изучения поверхности основан на анализе интерференционной картины, возникающей при взаимодействии когерентных световых пучков от опорного и измерительного плеч интерферометра [15]. В случае ИБС широкополосный источник излучения формирует пучок, который разделяется на два: первый отражается от эталонного зеркала (опорный луч), а второй — от исследуемой поверхности (измерительный луч). Интерференция возникает только при совпадении оптических путей с точностью до длины когерентности источника, что обычно составляет несколько

микрометров. Для получения трехмерного профиля поверхности выполняется вертикальное сканирование (Z-сканирование), в ходе которого регистрируется положение максимума огибающей интерференционной картины для каждой точки изображения. Последующая обработка данных позволяет построить карту высот с субнанометровым разрешением (до 0.1 nm по вертикали), при этом горизонтальное разрешение ограничено дифракционным пределом ($\sim \lambda$). Преимущества метода ИБС включают возможность измерения объектов с низкой отражающей способностью, значительными перепадами высот (от нанометров до миллиметров) и сложным микрорельефом, что делает метод незаменимым для контроля качества оптических компонентов, полупроводниковых структур и микроэлектромеханических систем (MEMS). Однако точность измерений может снижаться при наличии вибраций или при анализе прозрачных многослойных структур, требующих учета дополнительных отражений.

В настоящей работе для измерения шероховатости в диапазоне пространственных частот $\nu \in [10^{-3} - 1]\,\mu\mathrm{m}^{-1}$ применялся ИБС SuperView W1 (Chotest Technology Inc, Китай). Схема интерферометра приведена на рис. 1. ИБС включает в себя последовательно расположенные широкополосный источник излучения *4*, коллиматорную линзу *9*, светоделитель *3*, интерференционный объектив (сочетающий объективную линзу, встроенный светоделитель и эталонное зеркало) на пьезоактуаторе *6*, а также фокусирующую линзу *2* и CCD-матрицу *1*.

Рассмотрим принцип действия интерферометра на примере одного луча, соответствующего одной точке поверхности (рис. 1, *a*): коллимированный пучок света от источника *4* падает на верхний светоделитель *3* и направляется в интерференционный объектив *6*. Проходя через линзу объектива *5*, луч падает на нижний светоделитель *3*, где разделяется на два луча: опорный отражается от эталонного зеркала *8* внутри интерференционного объектива, а измерительный фокусируется объективной линзой на исследуемую поверхность *7*, после отражения оба луча интерферируют. Интерференционная картина в плоскости свет делителя проецируется с помощью линзы *2* на CCD-детектор *1*. Благодаря малой длине когерентности белого света интерференция наблюдается только при близости оптических длин путей (разность хода $\leq$ длины когерентности). Чтобы достигнуть равенства оптических путей, применяется пьезоактуатор, перемещающий интерференционный объектив вдоль вертикали. Детектор измеряет интенсивность света, когда интерферометрический объектив перемещается в вертикальном направлении, и находит максимум огибающей интерференционной картины.

В микроскопе SuperView W1 диапазон, доступный для перемещений в плоскости образца, — 140×100 mm при латеральном разрешении порядка $1\,\mu$m. Максимальный диапазон перемещений по вертикали составляет 100 mm, разрешение по вертикали — 0.1 nm. Прибор позволяет анализировать поверхности любых типов (выпуклые, вогнутые, седлообразные) и вычислять

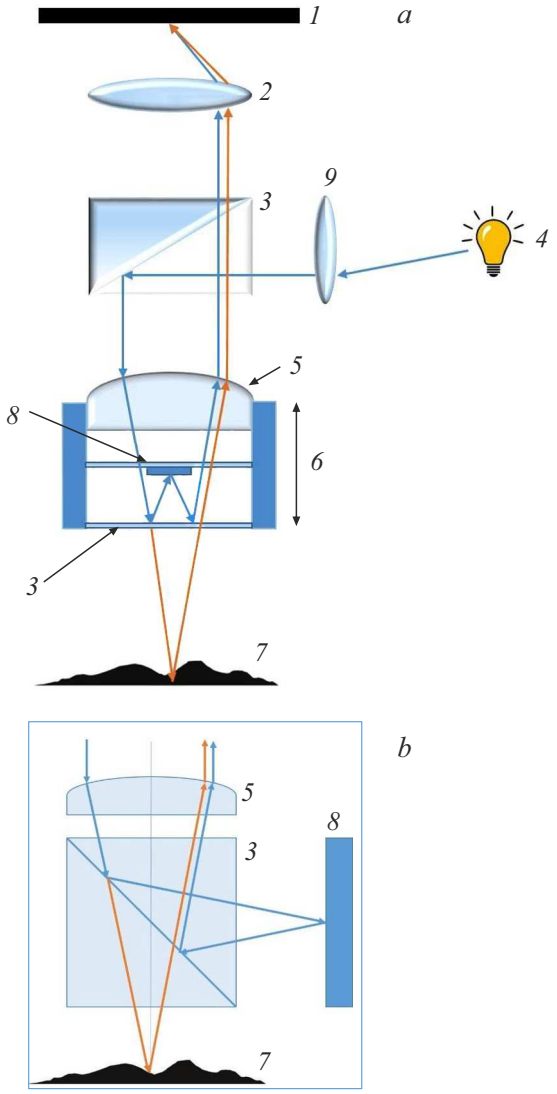

Рис. 1. *a* — схема интерферометра с объективом Мирау (*b* — объектив Майкельсона). *1* — детектор; *2* — линза объектива; *3* — делитель пучка; *4* — источник света; *5* — линза интерференционного объектива; *6* — пьезоактуатор; *7* — исследуемая поверхность; *8* — эталонная плоскость; *9* — коллиматорная линза.

радиусы кривизны в двух направлениях, начиная с $R = 1$ mm до бесконечности с отражательной способностью 0.05 %–100 %. Встроенное программное обеспечение позволяет проводить измерения поверхности объективами Мирау с различным увеличением $\times 10$, $\times 20$ и $\times 50$ и соответственно с различными полями зрения: $980 \times 980\,\mu$m, $480 \times 480\,\mu$m и $196 \times 196\,\mu$m.

Плюсами объектива Мирау являются компактная конструкция (все в одном объективе) и высокая стабильность по отношению к вибрациям, так как он имеет короткое опорное плечо и жесткую монолитную конструкцию, предполагающую фиксацию всех критических элементов в общем корпусе. Однако необходимо учитывать, что такой объектив плохо подходит для прозрачных

Таблица 1. Значения стандартных отклонений для каждого объектива

Объектив	Стандартное отклонение, nm
$\times 5$	0.07
$\times 10$	0.06
$\times 20$	0.03
$\times 50$	0.16

образцов, так как возможны ложные отражения, а также имеет ограниченный рабочий диапазон из-за фиксированного опорного плеча.

Объектив $\times 5$ с полем зрения $1960 \times 1960\,\mu$m является майкельсоновским, его схема приведена на рис. 1, *b*. В интерферометре Майкельсона опорная поверхность *8* находится в другом положении: из-за увеличения поля зрения опорное зеркало должно быть большего диаметра, поэтому разместить его компактно, как для объектива Мирау, оказывается технически сложным. Такая конструкция позволяет работать с прозрачными образцами, однако она более чувствительна к вибрациям и наклону опорного зеркала по отношению к оптической оси.

Перед проведением измерений был выполнен комплекс подготовительных мероприятий для обеспечения максимальной точности результатов. На первом этапе методом последовательных приближений было определено оптимальное количество усреднений кадров, позволяющее эффективно подавлять шумовые составляющие без существенного увеличения времени измерений. Статистический анализ показал, что усреднение по 10 кадрам обеспечивает оптимальное соотношение между точностью и производительностью для используемых объективов, что подтверждается расчетами стандартного отклонения для каждого из них, приведенными ниже. Выборка проводилась от 1 до 100 усреднений одного кадра. В табл. 1 представлены значения стандартного отклонения для объективов с разным увеличением. Приведенные данные отражают стабильность измерений шероховатости для каждого объектива. Можно видеть, что во всех случаях, за исключением $\times 50$, достигается субагстремная воспроизводимость измеренной шероховатости.

Перед началом измерений образец устанавливался на виброизолированный столик интерферометра и выдерживался в течение 1.5 h для достижения термического равновесия системы и стабилизации возможных термомеханических дрейфов. Процедура измерений включала многократное сканирование поверхности с последующим усреднением полученных данных и их математической обработкой.

Так как исследуемый образец плоский, обработка данных сводилась к коррекции наклона путем вычитания аппроксимированной плоскости. Полученный кадр с размерами $L \times L$ сохранялся в виде квадратной матрицы высот $z(x, y)$ размером 1024×1024 точек. Далее таблица высот поверхности используется для вычисления функции спектральной плотности мощности (PSD). PSD-функция является мощным инструментом анализа поверхности благодаря своей способности детально характеризовать пространственное распределение неровностей. В отличие от традиционных параметров шероховатости, таких как, например, PV (peak-to-valley) и RMS (root-mean-square), PSD позволяет разделять вклад различных пространственных масштабов в результирующую шероховатость. Это важно, так как при формировании изображения в рентгенооптических схемах пространственные дефекты различного масштаба по-разному влияют на изображение [1].

Для квадратного участка поверхности размером $N \times N$ точек с шагом дискретизации L/N по обеим осям, двумерная PSD-функция (PSD2D) может быть вычислена через быстрое фурье-преобразование матрицы высот $z(x, y)$, что позволяет получить полное описание пространственных частотных характеристик поверхности:

$$\mathrm{PSD}_{2D}(v_x, v_y) = \frac{1}{N^2}\frac{L^2}{N^2}\,|\mathrm{FFT}_{2D}[z(x, y)]|^2, \qquad (1)$$

$$v_x = \frac{2\pi n}{L}, \quad v_y = \frac{2\pi m}{L}, \quad n, m = -\frac{N}{2}, \ldots, \frac{N}{2} - 1.$$

Одномерная PSD-функция (PSD_{1D}), являющаяся важным частным случаем, может быть получена либо путем усреднения PSD_{2D} по углам для изотропных поверхностей, что обеспечивает сохранение полной информации о распределении неровностей, либо через прямое преобразование Фурье отдельных линейных профилей, что особенно полезно для быстрого сравнительного анализа:

$$\mathrm{PDS}_{1D}(v_x) = \frac{1}{N_v}\,\langle \mathrm{PSD}_{2D}(v_x, v_y)\rangle\Big|_{v=\sqrt{v_x^2+v_y^2}},$$

где N_v — количество точек в частотном кольце радиусом v, по которому происходит усреднение, либо

$$\mathrm{PSD}_{1D}(v_x) = \frac{1}{N}\frac{L}{N}\,|\mathrm{FFT}_{1D}[z(x)]|^2, \qquad (2)$$

$$v_x = \frac{2\pi n}{L}, \quad n = -\frac{N}{2}, \ldots, \frac{N}{2} - 1.$$

Теоретическая связь между этими представлениями основана на том, что PSD_{1D} представляет собой проекцию двумерного спектра, сохраняя при этом информацию о зависимости шероховатости от пространственного масштаба, но теряя данные об анизотропии поверхности. Важно отметить, что оба подхода требуют строгой нормировки на площадь анализируемого участка (для PSD_{2D}) или его длину (для PSD_{1D}), что обеспечивает корректность количественных сравнений между различными измерениями. Дополнительная нормировка на $1/N$ или $1/N^2$ обеспечивает независимость величины PSD-функции от количества точек на кадре: N влияет только

на количество пространственных частот, для которых определена PSD-функция. Имея в виду быстрое сравнение результатов измерения друг с другом и с данными диффузного рассеяния рентгеновского излучения, будем в дальнейшем пользоваться одномерной PSD-функцией.

3. АСМ и ДРРИ

Опишем теперь альтернативные методики, которые были применены для подтверждения данных, полученных методом интерференционной микроскопии белого света и уточнения диапазона применимости метода в случае сверхгладких поверхностей.

Измерения шероховатости подложек производились на стенде на основе атомно-силового микроскопа Ntegra Prima (компания НТ-МДТ, Зеленоград) для изучения шероховатости крупногабаритных деталей. Стенд установлен в отдельной комнате со звукоизоляцией и контролем температуры и влажности. Развязный фундамент и пассивная виброзащита в виде подвеса на пружинах обеспечивают низкий уровень шума при сканировании [3]. При измерении шероховатости использовался зонд NSG10 фирмы TipsNano с радиусом кривизны кончика зонда 10 nm. Данный метод также позволяет реконструировать карту высот поверхности исследуемого образца. Математически этот подход аналогичен обработке интерференционной картины белого света.

Предварительная обработка данных атомно-силовых измерений включала коррекцию топографического наклона путем вычитания опорной плоскости, после чего дальнейший анализ поверхности проводился по методике, описанной выше для данных интерференционной микроскопии белого света. Функция PSD_{1D} вычислялась в соответствии с (2) вдоль строк сканирования и затем усреднялась по всем строкам кадра: хотя сама по себе поверхность подложки изотропна и не обладает какой-либо текстурой на поверхности, при переходе к сверхгладким поверхностям одномерные PSD-функции, посчитанные вдоль и поперек движения зонда при сканировании, начинают несколько отличаться из-за артефактов измерения при переходе зонда со строчки на строчку. Однако эти изменения составили менее 10 % от измеряемой величины, и в данном исследовании этот эффект не учитывался.

Размер анализируемой области определялся компромиссом между временем измерений, аппаратными ограничениями и требуемым разрешением. Число точек измерения равнялось 256×256: увеличение числа точек сканирования вдвое приводит к четырехкратному росту времени измерений, при этом в PSD-функции фактически добавляется лишь одна дополнительная точка. Размеры кадров составляли 40×40 и $2 \times 2\,\mu$m. При превышении размера кадра значения $40 \times 40\,\mu$m начинает сказываться нарастающая нелинейность пьезосканера. Нижний предел ($2 \times 2\,\mu$m) обусловлен артефактами,

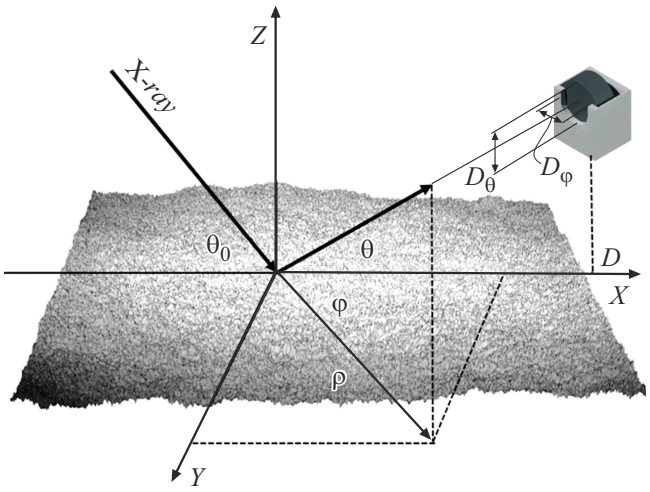

Рис. 2. Геометрия эксперимента по изучению диффузного рассеяния рентгеновского излучения шероховатой поверхностью.

вызванными конечным радиусом закругления измерительного зонда.

Второй метод, с которым сопоставлялись полученные результаты — метод диффузного рассеяния жесткого рентгеновского излучения (длина волны $\lambda \sim 0.1$ nm). Рассматривается геометрия скользящего падения, при которой излучение с длиной волны λ падает на образец под малым углом θ_0, близким к критическому углу полного внешнего отражения, и рассеивается под углами θ, φ. Геометрия эксперимента приведена на рис. 2.

В приближении теории возмущений по величине шероховатости можно получить соотношение, связывающее двумерную индикатрису рассеяния излучения $\Phi(\theta, \varphi)$ с двумерной PSD-функцией шероховатости поверхности $\mathrm{PSD}_{2D}(\nu)$, что было изначально сделано в оптическом диапазоне [14], а затем нашло широкое применение в рентгеновском [5–7]:

$$\Phi(\theta, \varphi) = \frac{|\pi(1-\varepsilon)t(\theta_0)t(\theta)|^2}{\lambda^4 \sin(\theta_0)}\,\mathrm{PSD}_{2D}(\nu), \qquad (3)$$

$$\nu = \frac{1}{\lambda}\,\{\cos\theta\cos\varphi - \cos\theta_0; \cos\theta\sin\varphi\},$$

где ε — диэлектрическая проницаемость материала подложки, θ_0 — скользящий угол падения, θ — угол рассеяния излучения в плоскости падения, угол φ — угол рассеяния в перпендикулярной плоскости; $t(\theta)$, $t(\theta_0)$ — френелевские коэффициенты прохождения для соответствующих углов.

Если a — корреляционная длина шероховатостей, то угловые размеры диаграммы рассеяния могут быть приблизительно оценены как $\delta\theta \sim \lambda/(\pi \cdot a \cdot \sin\theta)$ и $\delta\varphi\lambda/\pi a$, т.е. $\delta\varphi \ll \delta\theta$ при углах, близких к критическому, что означает сильную вытянутость диаграммы рассеяния $\Phi(\theta, \phi)$ вдоль направления θ и позволяет перейти от двумерного распределения $\Phi(\theta, \phi)$ к одномерному

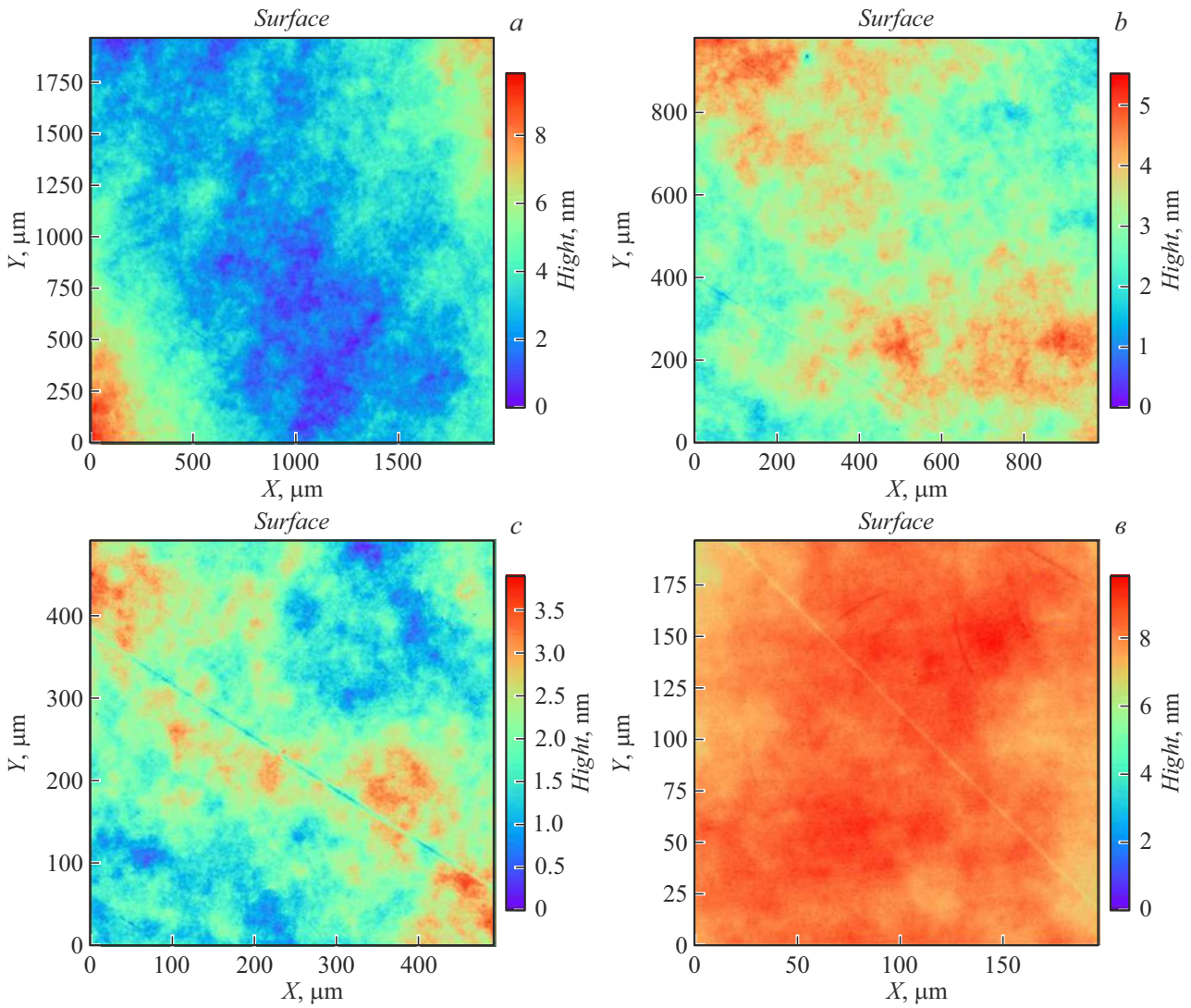

Рис. 3. Карты поверхности сверхгладкой подложки из монокристаллического кремния, полученные с помощью интерференционного микроскопа белого света с использованием объективов с различным увеличением: ×5 (*a*), ×10 (*b*), ×20 (*c*), ×50 (*d*).

$\Pi(\theta) = \int_{-\infty}^{\infty} \Phi(\theta, \phi)$:

$$\Pi(\theta) = \frac{|\pi(1-\varepsilon)t(\theta_0)t(\theta)|^2}{2\lambda^3 \sin(\theta_0)\sqrt{\cos\theta_0 \cos\theta}} \mathrm{PSD}_{1D}(\nu), \qquad (4)$$

$$\nu = \frac{1}{\lambda} |\cos\theta - \cos\theta_0|.$$

На практике в ДРРИ эксперименте для регистрации сигнала рассеяния применяется детектор, расположенный на расстоянии D от образца и имеющий геометрические размеры D_θ (в плоскости падения излучения) и D_φ (в перпендикулярной) — определяются размерами входных щелей. Для перехода к (4) достаточно использования широкой щели $D_\varphi/D \gg \delta\varphi$ в плоскости, перпендикулярной плоскости падения. При этом регистрируемая детектором интенсивность будет определяться $I(\theta) = \Pi(\theta)\mathrm{D}_\theta/l$. Таким образом, интенсивность диффузного рассеяния $I(\theta)$ под углом θ к поверхности однозначно определяется рассеянием на шероховатостях определенной пространственной частоты ν.

Максимальная детектируемая частота $\nu_{\max}$, согласно (4), теоретически не превышает $2/\lambda$, а на практике определяется максимальным углом рассеяния $\theta_{\max}$, для которого еще можно зарегистрировать сигнал, т.е. зависит от динамического диапазона прибора. Соответственно минимальный латеральный размер неровностей, которые регистрируются этим методом, $\sim \lambda/\sin\theta_{\max}$. Минимальная частота $\nu_{\min}$ ($\nu_{\min} = 0$ согласно (4)) ограничена возможностью разделения вкладов в регистрируемый сигнал зеркально отраженной и диффузной компонент, т.е. угловым разрешением экспериментальной установки, что соответствует максимальным пространственным масштабам шероховатостей, которые могут быть зарегистрированы: неровности больших латеральных размеров слабее отклоняют рассеянное излучение, поэтому рассеянный такими шероховатостя-

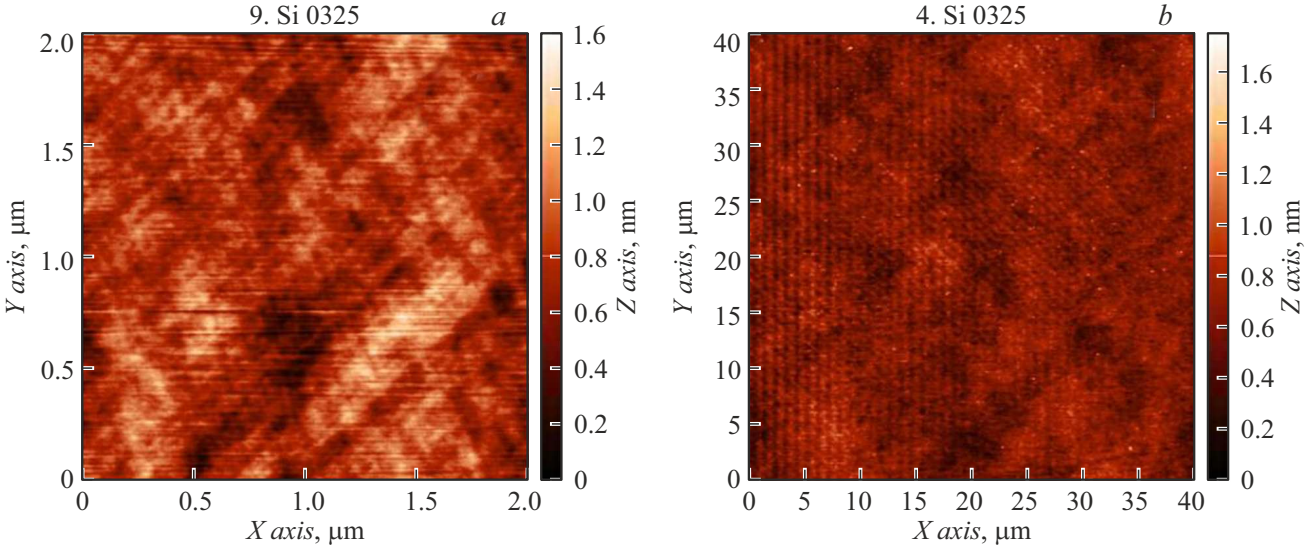

Рис. 4. Карты поверхности сверхгладкой подложки из полированного кремния, полученные с помощью АСМ: кадры $2 \times 2\,(a)$ и $40 \times 40\,\mu$m (b).

ми сигнал все равно попадает в детектор в положении, соответствующем зеркальному отражению (по аналогии с дифракционной решеткой). Чтобы выделить сигнал, обусловленный рассеянием на поверхностных шероховатостях, вклад зеркальной компоненты вычитают из общего сигнала. Затем, используя геометрические параметры эксперимента и оптические константы материала, с помощью аналитического соотношения (3) по полученному распределению $I(\theta)$ вычисляют $\mathrm{PSD}_{1D}(\nu)$. Оптические постоянные материала и френелевские коэффициенты прохождения при этом вычисляются на основании фиттинга экспериментально измеренной кривой зеркального отражения рентгеновского излучения.

Описанная модель и ее фундаментальные ограничения подробно обсуждаются в обзоре [5]. При выводе формулы (4) не накладывались никакие дополнительные ограничения на характер шероховатости, закон ее распределения, корреляционную функцию. Единственное требование — применимость теории возмущений, что в случае фрактальной модели поверхности (PSD-функция спадает по обратному степенному закону) может быть записано в виде

$$\frac{2\pi}{\lambda}\sigma\theta_c \ll 1, \tag{5}$$

где σ соответствует величине среднеквадратичного отклонения, θ_c — критический угол полного внешнего отражения, $\theta_0 \cong \theta_c$. В случае рентгеновского излучения с длиной волны $\lambda \cong 0.1$ nm и $\theta_c \sim 0.1^\circ$ условие (5) выполняется для поверхностей с величинами шероховатостей $\leq 1-2$ nm. Для таких поверхностей метод ДРРИ можно рассматривать в качестве первопринципного, т. е. как эталонный по отношению к АСМ и ИБС.

Еще одним фактором, ограничивающим применимость метода ДРРИ, является рассеяние рентгеновского излучения на объемных неоднородностях. Впервые этот эффект был описан в работе [15], а затем детально исследован в [8]. В этих исследованиях предложена методика, позволяющая выявить вклад рассеяния от подложки и тем самым избежать ошибочной интерпретации экспериментальных данных.

Диффузное рассеяние рентгеновского излучения шероховатыми подложками изучалось на станции ФАЗА КИСИ-Курчатов с синхротронным источником. В случае синхротронного источника было применено излучение с энергией 12.05 keV (длина волны $\lambda \approx 1.03$ Å) и интенсивность пробного сигнала $\sim 10^7$ photons/s. Рассеянное излучение регистрировалось детектором xHuber 9910, установленным на расстоянии 1050 mm от образца, с вертикальной щелью перед ним $100\,\mu$m. Время экспозиции варьировалось в диапазоне $1-30$ s в зависимости от интенсивности сигнала, а для минимизации фонового рассеяния использовались щелевые и конусные коллиматоры.

Таким образом, для сравнительного анализа качества поверхности различных образцов будут сопоставлены их функции спектральной плотности мощности (PSD) в соответствующем диапазоне пространственных частот. Вместе с тем для количественной оценки удобнее использовать эффективную шероховатость σ_{eff}, которая представляет собой интегральную характеристику микрорельефа в заданном частотном диапазоне:

$$\sigma_{\mathrm{eff}} = \left(\int_{\upsilon_{\min}}^{\upsilon_{\max}} \mathrm{PSD}_{1D}(\upsilon)d\upsilon\right)^{1/2}, \tag{6}$$

где $\upsilon_{\min}$ и $\upsilon_{\max}$ определяют границы анализируемого масштаба длин. В предельном случае, когда интегрирование проводится по всем доступным пространственным частотам, вычисленная таким образом величина совпадет

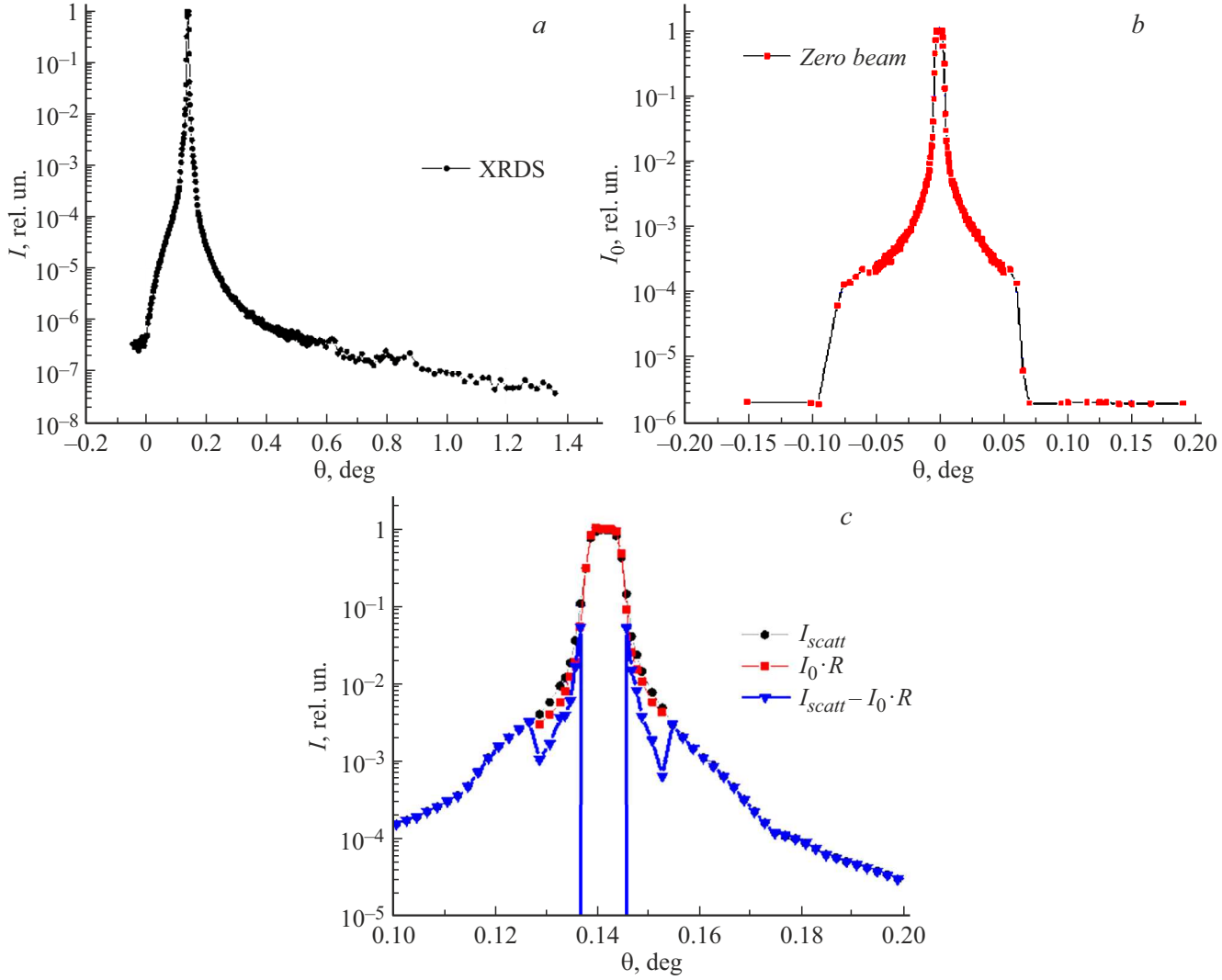

Рис. 5. Индикатриса диффузного рассеяния сверхгладкой подложки из полированного кремния (a), распределение интенсивности пробного пучка (b) и вычисление разности индикатрисы рассеяния и углового распределения пробного пучка (c). Угол падения излучения на образец $\theta = 0.1413°$.

с общепринятым параметром RMS, характеризующим среднеквадратичное отклонение высот поверхности:

$$\mathrm{RMS} = \left(\int_0^\infty \mathrm{PSD}_{1D}(v) dv \right)^{1/2}. \qquad (7)$$

Сопоставление (6) и (7) объясняет различия величин шероховатости, получаемых разными методами при описании поверхности единственным параметром — среднеквадратичной высотой неровностей: каждый из них определяет эффективную шероховатость в своем частотном диапазоне. Использование спектральной плотности мощности (PSD) для полного описания топографии поверхности позволяет избежать подобных несоответствий, поскольку PSD учитывает распределение неровностей по всем пространственным частотам.

4. Результаты и обсуждение

На рис. 3 и 4 приведены карты поверхности сверхгладкой подложки из полированного кремния, образец Si0325, полученные по данным АСМ и интерференционной микроскопии белого света. Кадры характерны для поверхностей высокого качества без загрязнения.

Результаты исследования методом диффузного рассеяния, проведенного с использованием синхротронного источника, представлены на рис. 5. На рис. 5, a показана нормированная индикатриса рассеяния, полученная при угле падения излучения на образец $\theta = 0.1413°$. Как видно из рис. 5, a, динамический диапазон интенсивности составил более 7 порядков, что позволяет продвинуться в область более высоких пространственных частот по сравнению с лабораторными дифрактометрами. На рис. 5, b приведено распределение интенсивности проб-

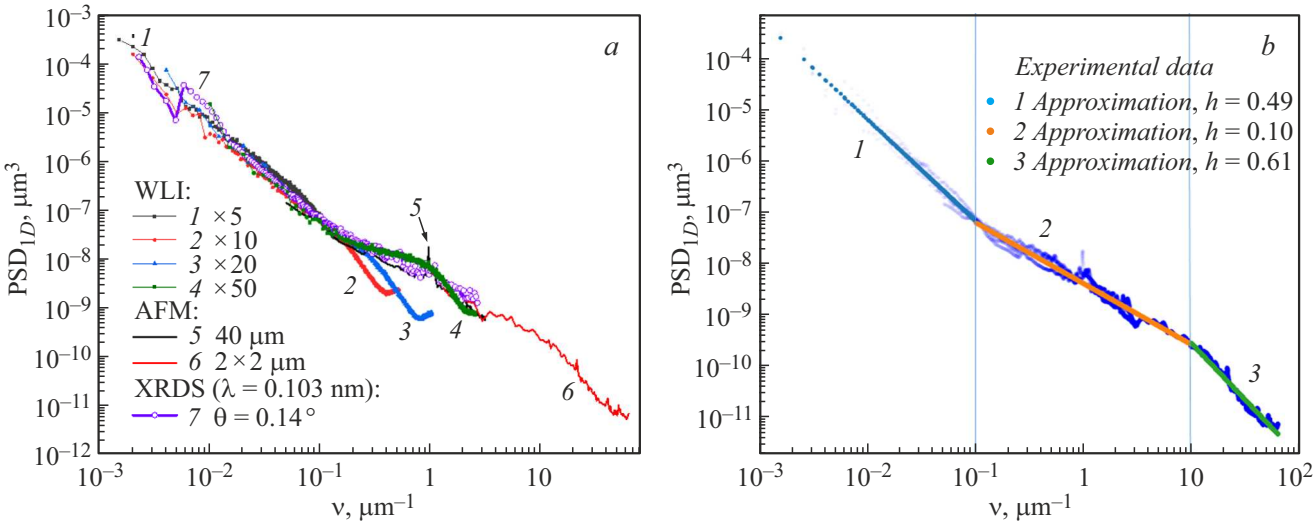

Рис. 6. PSD-функции сверхгладкой подложки из полированного кремния, полученные методами АСМ, интерференционной микроскопии белого света и диффузного рассеяния рентгеновского излучения (*a*) и усредненная итоговая PSD-функция (*b*).

Таблица 2. Эффективные шероховатости сверхладкой подложки из полированного кремния, полученные различными методами аттестации

Метод	Характеристики	$[\nu_{\min};\ \nu_{\max}],\ \mu\mathrm{m}^{-1}$	σ_{eff}, nm
AFM	кадр $40 \times 40\,\mu$m	$[2.5 \cdot 10^{-2};\ 3.17]$	0.14
	кадр $2 \times 2\,\mu$m	$[0.5; 63.5]$	0.11
WLI	объектив $\times 5$	$[1.5 \cdot 10^{-3}; 0.26]$	0.73
	объектив $\times 10$	$[2 \cdot 10^{-3}; 0.52]$	0.49
	объектив $\times 20$	$[4 \cdot 10^{-3}; 1.04]$	0.43
	объектив $\times 50$	$[1 \cdot 10^{-2}; 2.6]$	0.29
XRDS	$E = 2.05$ keV, $\lambda \approx 1.03$ Å, $\theta_0 = 0.1413°$	$[2 \cdot 10^{-3}; 2.7]$	0.55

ного пучка, когда образец убран. Измерение произведено с помощью углового сканирования детектором.

Наибольшую проблему представляет корректный учет зеркально отраженной интенсивности, который, собственно, и определяет длинноволновую границу метода ДРРИ. Во-первых, образец имеет ограниченный размер, поэтому часть „крыльев“ падающего пучка проходит мимо образца, не внося вклад в интенсивности отраженного или рассеянного сигнала. На рис. 5, *c* кривая $I_0 * R$ (красные квадраты) соответствует отраженной части пробного пучка, а также приведена разность индикатрисы рассеяния и углового распределения пробного пучка (при расчете учтена инверсия отраженного пучка относительно падающего). Для угла падения $\theta = 0.1413°$ и размера образца 145 mm это означает проекцию отраженного пучка в плоскости детектора $\cong 0.36$ mm, что сравнимо с размером щели детектора 0.1 mm. Артефакт такого расчета — скачкообразное изменение на кривой, соответствующей сигналу рассеяния, из которого вычтена зеркальная компонента (синие треугольники). Вторая проблема, связанная с исследованием протяженного образца, состоит в том, что в детектор одновременно попадают компоненты, рассеянные от его разных участков под разными углами, что соответствует диапазону углов рассеяния $\Delta\theta = \theta \cdot S/D$, где S — размер образца и D — расстояние образец-детектор [7]. Например, для рассматриваемого кремниевого образца при угле рассеяния $\theta = 0.15°$ получим $\Delta\theta \cong 0.02°$. Корректный учет позволил бы сгладить нефизический скачок на кривой рассеяния, однако в настоящий момент такая процедура нам недоступна. Кроме того, есть и паразитное рассеяние от краев щелей, стенок камеры образца, элементов внутри источника, что также не может быть достоверно учтено при расчетах.

PSD-функции, рассчитанные на основе представленных данных, показаны на рис. 6, *a*. В табл. 2 приведены значения эффективной шероховатости, полученные для каждого метода в соответствии с (6). Кривые PSD, соот-

ветствующие разным методам измерений, демонстрируют сходный наклон и перекрываются в области средних пространственных частот. Скачок на PSD-функции, полученной методом диффузного рассеяния, является артефактом процедуры вычитания отраженного сигнала, не имеет физического смысла и в реальности сглаживается. При этом метод диффузного рассеяния охватывает диапазон пространственных частот от $2 \cdot 10^{-3}$ до $2.7\,\mu\mathrm{m}^{-1}$, т. е. три порядка, что на порядок превышает возможности лабораторного дифрактометра [3,8] и позволяет использовать его для оценки корректности результатов измерений на ИБС.

В свою очередь, PSD-функции, полученные методом интерференционной микроскопии, также хорошо совпадают друг с другом для разных объективов в среднечастотном диапазоне, но демонстрируют резкое падение сигнала на высоких пространственных частотах, причем точка „обрушения“ смещается в зависимости от увеличения объектива. Это явление обусловлено ограничениями оптического разрешения системы, которое определяется числовой апертурой (NA) объектива и длиной волны источника света. Во-первых, этот метод, как и любой оптический, подчиняется критерию Рэлея, согласно которому минимальное разрешение составляет $\sim \lambda/(2\mathrm{NA})$. При увеличении увеличения объектива его NA растет, что смещает предельную детектируемую частоту в сторону более высоких значений, чем объясняется зависимость точки обрушения PSD от увеличения. Также влияние оказывает конечный размер пикселя камеры: даже если оптическая система сама по себе теоретически способна разрешить мелкие неровности, их регистрация требует достаточной дискретизации. При недостаточной плотности пикселей высокочастотные компоненты рельефа „усредняются“, что приводит к занижению PSD.

Если отбросить заваливающиеся в высокочастотной области края „оптических“PSD функций и ограничиться частотным диапазоном $1.5 \cdot 10^{-3} - 64\,\mu\mathrm{m}^{-1}$, усредненную по разным измерениям PSD-функцию рассматриваемой подложки можно аппроксимировать тремя линейными (в логарифмическом масштабе) участками разного наклона, как показано на рис. 6, *b*. Поверхность, таким образом, имеет мультифрактальный или мультимасштабный характер. Характер поверхности может быть описан с помощью параметра Херста h, задающего PSD-функцию в виде [7]:

$$\mathrm{PSD}_{1D} \cong \frac{C}{\nu^{2h+1}}, \quad 0 < h < 1. \tag{8}$$

Значения параметра h для каждого участка приведены на рис. 6, *b*.

Совокупная эффективная шероховатость, рассчитанная по апроксимированным данным в диапазоне $1.5 \cdot 10^{-3} - 64\,\mu\mathrm{m}^{-1}$, составила $\sigma_{\mathrm{eff}} = 0.8\,\mathrm{nm}$, что соответствует подложкам достаточно высокого качества.

Заключение и выводы

Проведенное исследование демонстрирует, что современные методы анализа шероховатости поверхности — АСМ, интерференционная микроскопия белого света и диффузное рассеяние рентгеновских лучей дают согласующиеся результаты в перекрывающемся диапазоне пространственных частот. Использование современных ИБС позволяет получать достоверные данные даже для высокоточных подложек с субнанометровой шероховатостью поверхности, что устраняет существовавшие ранее сомнения в надежности этого метода. Показано, что использование даже одного объектива обеспечивает достоверные результаты в области средних пространственных частот, применение нескольких объективов с разными увеличениями позволяет расширить исследуемый диапазон. Полученные результаты имеют большое значение для метрологии поверхностей со сверхмалыми неровностями.

Финансирование работы

В части метрологии работа выполнена в рамках государственного задания FFUF-2024-0022, а в части интерпретации экспериментальных данных — при поддержке гранта РНФ № 21-72-20108-П.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

[1] U. Dinger, F. Eisert, H. Lasser, M. Mayer, A. Seifert, G. Seitz, S. Stacklies, F.-J. Stickel, M. Weiser. Proc SPIE, **4146**, 35 (2000). DOI: 10.1117/12.406674

[2] S. Iles, J. Nelson. SPIE, **11175**, 246 (2019). DOI: 10.1117/12.2536683

[3] М.М. Барышева, Ю.А. Вайнер, Б.А. Грибков, М.В. Зорина, А.Е. Пестов, Д.Н. Рогачев, Н.Н. Салащенко, И.Л. Струля, Н.И. Чхало. Известия РАН. Серия физическая, **75** (1), 71 (2011). [M.M. Barysheva, Y.A. Vainer, B.A. Gribkov, M.V. Zorina, A.E. Pestov, D.N. Rogachev, N.N. Salashchenko, N.I. Chkhalo. Bull. Russ. Academy Sci.: Phys., **75** (1), 67 (2011). DOI: 10.3103/S1062873811010059]

[4] J. Chen, T. Sun, J. Wang. SPIE, **7656**, 583 (2010). DOI: 10.1117/12.863268

[5] V.E. Asadchikov, I.V. Kozhevnikov, Y.S. Krivonosov. Crystallography Reports, **48** (5), 836 (2003). DOI: 10.1134/1.1612604

[6] I.V. Kozhevnikov, V.E. Asadchikov, I.N. Bukreeva, A. Duparre, Yu.S. Krivonosov, C. Morawe, V.I. Ostashev, M.V. Pyatakhin, E. Ziegler. Proc. SPIE, **4099**, 267 (2000). DOI: 10.1117/12.405809

[7] V.E. Asadchikov, I.V. Kozhevnikov, Yu.S. Krivonosov, R. Mercier, T.H. Metzger, C. Morawe, E. Ziegler. Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A, **530**, 575 (2004). DOI: 10.1016/j.nima.2004.04.216

[8] M.M. Barysheva, N.I. Chkhalo, M.N. Drozdov, M.S. Mikhailenko, A.E. Pestov, N.N. Salashchenko, Yu.A. Vainer, P.A. Yunin, M.V. Zorina. J. X-Ray Sci. Technol., **27**, 857 (2019). DOI: 10.3233/XST-190495
[9] *Kurchatov Center for Synchrotron Radiation and Nanotechnology. PHASE beamline*. http://kcsni.nrcki.ru/pages/main/sync/beamlines/phaza/index.shtml
[10] A.A. Chernyshov, A.A. Veligzhanin, Y.V. Zubavichus. Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A, **603**, 95 (2009). DOI: 10.1016/j.nima.2008.12.167
[11] R. Senin, M. Borisov, E. Mukhamedzhanov, M. Kovalchuk. Acta Crystallogr. A, **73**, C862 (2017). DOI: 10.1107/S2053273317094028
[12] *TELSTV. Silicon wafers*. http://www.telstv.ru/?page=en_silicon_wafers
[13] E.V. Petrakov, N.I. Chkhalo, A.K. Chernyshev, E.I. Glushkov. Opt. Eng., **63**, 114104 (2024). DOI: 10.1117/1.OE.63.11.114104
[14] S.C.H. Thian, W. Feng, Y.S. Wong, J.Y.H. Fuh, H.T. Loh, K.H. Tee, Y. Tang, L. Lu. J. Phys.: Conf. Ser., **48**, 1435 (2006). DOI: 10.1088/1742-6596/48/1/265
[15] R.K. Leach, L. Brown, X. Jiang, R. Blunt, M. Conroy, D. Mauger. *Guide to the measurement of smooth surface topography using coherence scanning interferometry. Measurement Good Practice Guide N 108* (National Physical Laboratory, Teddington, 2008), http://eprintspublications.npl.co.uk/id/eprint/4099