

09

## Измерение высоты ступенек на поверхности монокристаллов методом фазового контраста в синхротронном излучении

© Т.С. Аргунова<sup>1</sup>, В.Г. Кон<sup>2</sup>, Д.-Х. Лим<sup>3</sup>, В.М. Крымов<sup>1</sup>, А.В. Анкудинов<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup> Национальный исследовательский центр „Курчатовский институт“,  
Москва, Россия

<sup>3</sup> Источник синхротронного излучения „Pohang Light Source“,  
Поханг, Республика Корея

E-mail: argunova@mail.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 30 апреля 2024 г.

В окончательной редакции 28 октября 2024 г.

Принята к публикации 30 октября 2024 г.

Проведено экспериментальное и теоретическое исследование синхротронных фазово-контрастных изображений микроступенек на поверхности базисно-ограниченной сапфировой ленты, выращенной по методу Степанова. Обсуждается сравнение полученных результатов с данными метода атомно-силовой микроскопии. Установлено, что высоту ступенек порядка  $1\ \mu\text{m}$  можно определить с помощью простой схемы метода фазово-контрастного изображения на просвет.

**Ключевые слова:** синхротронное излучение, фазовый контраст, микрорельеф, сапфир, метод Степанова.

DOI: 10.61011/FTT.2024.12.59595.6479PA

### 1. Введение

Сапфировые ленты, ограниченные поверхностью (0001), не содержат ступеней в идеальных условиях. Однако если толщина немного уменьшается от середины к краям ленты, на ее поверхности образуются ступеньки. При отклонении поверхности ленты от базисной плоскости на углы меньше  $1^\circ$  структура ее поверхности изменяется. Сегменты сингулярной грани прерываются ступенями, плотность которых невелика; но вицинальная грань ленты становится негладкой. Для рельефной поверхности характерно небольшое различие оптических свойств, что является одной из причин технического брака оптического сырья.

Микроморфологию изучают методами оптической микроскопии. В частности, микроскопия Номарского, многолучевая интерферометрия и фазово-контрастная световая микроскопия на отражение очень чувствительны к обнаружению небольшого рельефа. Для веществ, поверхность которых выдерживает изготовление реплик, используют отражательную электронную микроскопию (ОЭМ). Всю поверхность образца можно рассмотреть методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Однако метод ОЭМ имеет разрушающий характер, а у метода СЭМ сравнительно невысокое разрешение. К этому следует добавить, что анализ морфологии поверхностей значительного размера методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) — занятие достаточно затруднительное.

Одним из относительно новых методов оценки микронеровности в кристаллах является метод фазово-

контрастного изображения (ФКИ) в синхротронном излучении (СИ) [1]. Параллельный пучок рентгеновского излучения, прошедший через образец с неоднородной электронной плотностью, может сформировать изображение в пространстве за образцом, если изменение фазового сдвига приведет к возникновению интерференционной картины. При этом когерентность является необходимым условием наблюдения интерференции. Компьютерное моделирование вычисляет распределение интенсивности для некоторой модели объекта. Подгоняя расчетные кривые под профили на детекторе, устанавливают параметры объекта [2,3]. В сопоставлении с вышеперечисленными методами ФКИ имеет безусловные преимущества. В отличие от световой микроскопии, методом ФКИ выявляются мелкие неоднородности в объеме непрозрачных объектов независимо от их толщины, снимая ограничение, вызванное коротким фокусным расстоянием оптического объектива. По сравнению с методами рентгеновской или электронной микроскопии, которые не позволяют получить статистически значимую информацию, ФКИ предоставляет исследователю довольно большую площадь, регистрируемую на пиксельном детекторе путем перемещения образца. При этом малый размер пикселя детектора определяет высокое разрешение.

Благодаря тому, что структура ступеней на вицинальной поверхности базисно-ограниченной (БО) ленты простая, а плотность ступеней невелика, ленты являются удобным модельным объектом для симуляции ФКИ. В настоящей работе выявлены закономерности изменения фазового контраста, сделана оценка высоты мик-

роступеньки и проведено сравнение этого результата с другим независимым методом — АСМ.

## 2. Эксперимент

Источник СИ Pohang Light Source (PLS) в г.Поханг работает при энергии электронов 3.0 GeV. PLS располагает станциями 6С и 9D для получения ФКИ и топограмм. На станции 6С в качестве вставного устройства работает вигглер, а монохроматор выделяет узкий пик при заданной энергии из диапазона 23–50 keV. Благодаря большому расстоянию от вигглера до образца (35 м) и малому вертикальному размеру источника (29  $\mu\text{m}$ ) длина пространственной когерентности составляет несколько десятков микрон.

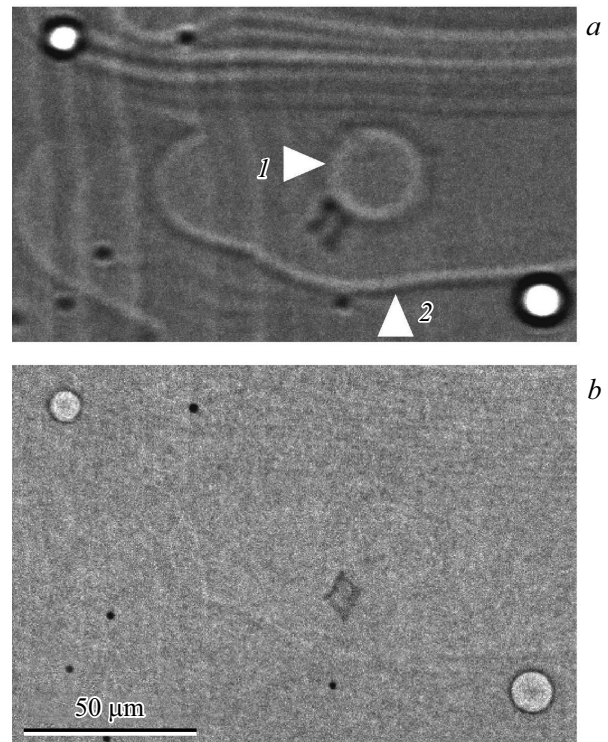
Система регистрации изображений имеет конструкцию светового микроскопа, проецирующего увеличенное люминесцентное изображение со сцинтилляционного экрана на матрицу приборов с зарядовой связью (ПЗС). Максимальное разрешение в вертикальной плоскости определяется размером пикселя ПЗС-чипа, увеличением и качеством экрана. ФК-изображения были получены в излучении с длиной волны  $\lambda = 0.054 \text{ nm}$ . Детектор PCO Edge (PCO AG, Kelheim, Germany) с размером пикселя  $6.5 \times 6.5 \mu\text{m}^2$  и разрешением  $2560 \times 2160$  пикселей записывал изображения, увеличенные при помощи объектива  $20\times$ . Сцинтилляционный экран YAG:Ce практически не имел нарушений.

БО-лента была выращена из расплава методом Степанова со скоростью роста  $1 \text{ mm/min}$  до размера  $10 \times 0.4 \times 100 (W \times H \times L) \text{ mm}^3$ . Разориентация поверхности ленты относительно базисной грани составляла несколько угловых минут. В схеме экспериментальной установки метода ФКИ других элементов, кроме детектора, монохроматора и источника СИ, не требуется.

## 3. Результаты

На рис. 1 представлены ФКИ одного и того же участка сапфировой ленты, записанные на детектор на разных расстояниях от образца. На изображении (а) ( $z = 20 \text{ cm}$ ) отчетливо виден сложный рельеф поверхности. Однако на близком (b) расстоянии ( $z = 8 \text{ mm}$ ) рельеф поверхности сливается с фоном.

Период когерентных осцилляций ФКИ можно оценить по радиусу первой зоны Френеля:  $r_1 = (\lambda z)^{1/2} = 0.66 \mu\text{m}$ , где  $\lambda = 0.054 \text{ nm}$  и  $z = 8 \text{ mm}$ . Радиус неровности в нижней части рис. 1, b равен  $6.5 \mu\text{m}$ . И он почти на порядок больше  $r_1$ . Период осцилляций в этом случае меньше разрешения доступных твердотельных детекторов. С увеличением  $z$  от миллиметрового к сантиметровому диапазону расстояний на краях неровности период осцилляций интенсивности увеличивается. И все же мелкие осцилляции сливаются между собой, остаются только самые первые, формируя широкий



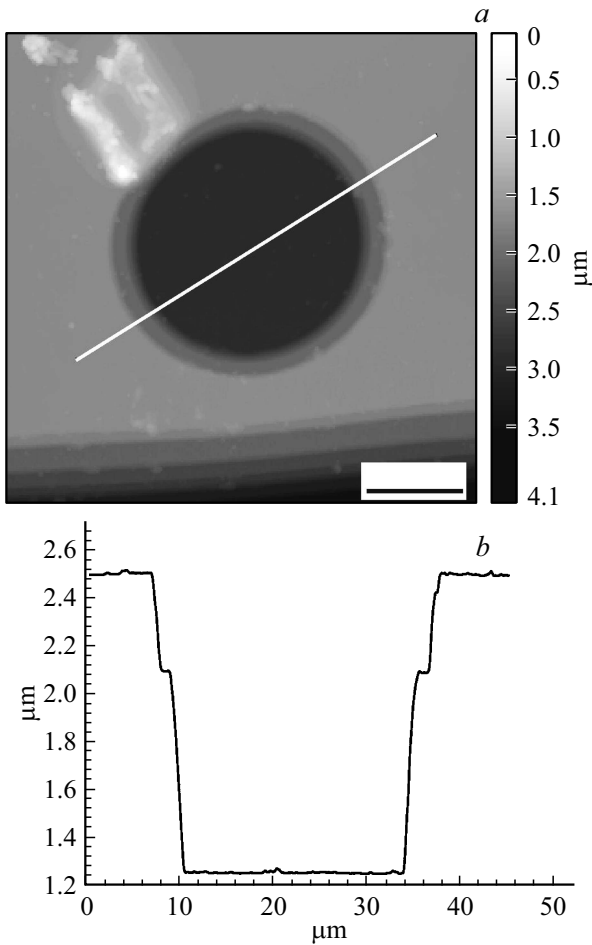
**Рис. 1.** Фазово-контрастные изображения поверхности сапфировой ленты, полученные на разных расстояниях образец–детектор  $z$ : а)  $z = 20 \text{ cm}$ , б)  $z = 8 \text{ mm}$ .

темный ободок вокруг светлой середины. Закономерности формирования контраста микропор рассмотрены, например, в работах [4,5]. Однако фазовый контраст микроскопических ступенек на поверхности кристаллов ранее не исследовался.

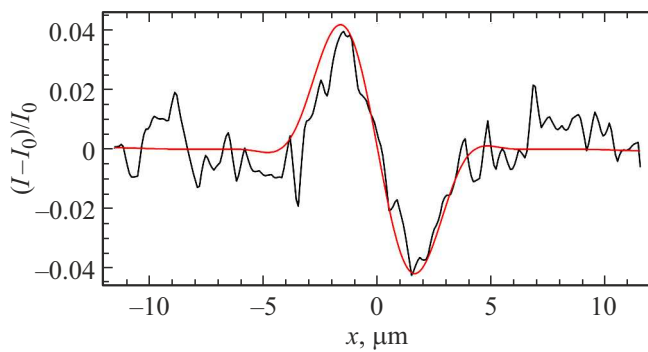
В качестве объектов наблюдения выбраны особенности, расположенные в центральной области участка образца на рис. 1, а. Цифрами 1 и 2 обозначены соответственно круглая и волнообразная границы характерного черно-белого контраста. Во втором случае мы имеем дело с изображением, похожим на другие изображения аналогичных ступенек, которые повторяют форму фронта кристаллизации. Природа фигуры 1, возможно, связана с локальным перегревом поверхности, вызванным осаждением горячей частицы молибдена в эту точку на некотором удалении от фронта кристаллизации.

Прямое измерение рельефа круглой границы 1 сделано при помощи атомно-силового микроскопа „Интегра Аура“ (НТ-МДТ, Зеленоград, Москва). На рис. 2 представлены рельеф поверхности (а) и профиль (b) фигуры 1, которая оказалась впадиной. Отметим, что ФКИ это сразу определяет по ориентации контраста. Из графика следует, что края впадины имеют вид слегка наклонных ступенек высотой  $1.24 \mu\text{m}$ .

В методе ФКИ ступенька имеет вид черно-белой полосы. Высота ступеньки проявляется только через контраст. Для правильного сравнения эксперименталь-



**Рис. 2.** *a)* Изображение поверхности сапфировой ленты методом АСМ. Масштаб 10 μm. *b)* Профиль толщины ступенек в том же месте образца.



**Рис. 3.** Профили распределения интенсивности поперек фазово-контрастного изображения микроступеньки: экспериментальный (черный цвет) и теоретический (красный цвет).

ного ФКИ с расчетом необходимо тщательно измерить экспериментальный профиль интенсивности. Однако паразитное рассеяние мешает получению сильных полезных сигналов. Отношение сигнал/шум для границы 2 оказалось больше, чем для границы 1. Экспериментальные изображения записывались на ПЗС-матрицу

и сохранялись в формате TIFF, 16 bit с диапазоном значений от 0 до 65536. TIFF-файлы конвертировались в матрицу чисел, из которой вырезались фрагменты, предназначенные для моделирования. Измерение профилей интенсивности вдоль линий, перпендикулярных выбранной полосе контраста, выполнялось на картинках, вновь полученных из матриц.

Экспериментальное распределение интенсивности поперек границы 2 на рис. 1, *a* показано черной линией на рис. 3. Можно видеть, что отклонения минимума и максимума от среднего значения примерно равны. Так и должно быть, исходя из теории ФКИ от ступеньки. Можно показать, что относительная интенсивность на изображении ступеньки в параллельном и монохроматическом излучении описывается функцией

$$I/I_0 = 1 + \varphi[S(x/x_0) - C(x/x_0)],$$

$$\varphi = K\delta t, \quad x_0 = (\lambda z/2)^{1/2}. \quad (1)$$

Здесь  $S(x)$  и  $C(x)$  — синус- и косинус-интегралы Френеля,  $z$  — расстояние от объекта до детектора,  $\varphi$  — сдвиг фазы волны на ступеньке. Кривая теоретического контраста имеет множество осцилляций. Однако экспериментальное изображение не является достаточно четким. Оно не показывает мелкие детали, видимые на расчетных кривых. Этот факт заставляет предполагать, что, кроме разрешения детектора и размера источника, необходимо учитывать и другие факторы искажения изображения, например, вибрации. В процессе каждого эксперимента необходимо проводить исследование степени когерентности излучения на модельных объектах. Однако конкретный пользователь не может как либо увеличить эту степень.

Для учета всех факторов при теоретическом моделировании вычислялась свертка распределения интенсивности с функцией Гаусса заданной полуширины, которая была известна из анализа многих других экспериментальных данных на этой станции. Полуширина гауссиана равна 3 μm. В этом случае теоретический контраст равен  $0.2\varphi$ . Сравнивая с экспериментом получаем, что  $\varphi = 0.2$ . При  $E = 23$  keV значение декремента показателя преломления для сапфира  $\delta = 1.532 \cdot 10^{-6}$  [6]. В результате из простого расчета определяем высоту ступеньки  $t = 1.12 \mu\text{m}$ . Учитывая, что поверхность ленты состоит из ступенек, образованных гладкими участками сингулярной грани шириной десятки микрон [7], высоту соседних ступеней на рис. 1, *a* допустимо считать почти одинаковой.

#### 4. Заключение

Таким образом, исследованный участок ленты содержит микроступени высотой порядка 1 μm, что совпадает с результатом метода АСМ. Метод АСМ работает при содействии довольно сложной аппаратуры. В то же время нам удалось определить столь малую высоту с

помощью чрезвычайно простого метода ФКИ, т. е. в геометрии на просвет. Ступенчатая структура ростовой поверхности характерна не только для сапфировых лент, но и для других материалов. Описанное исследование раскрывает новый аспект использования ФКИ для количественного анализа морфологии почти совершенных кристаллов.

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] J.-Y. Buffiere, J. Baruchel. In: *Synchrotron Radiation: Basics, Methods and Applications* / Eds S. Mobilio, F. Boscherini, C. Meneghini. Springer-Verlag, Berlin, Germany (2015). Ch. 13, p. 389. ISBN 978-3-642-55314-1.  
<https://doi.org/10.1007/978-3-642-55315-8>
- [2] A. Snigirev, I. Snigireva, V. Kohn, S. Kuznetsov, I. Schelokov. *Rev. Sci. Instrum.* **66**, 12, 5486 (1995).  
<https://doi.org/10.1063/1.1146073>
- [3] S. Agliozzo, P. Cloetens. *J. Microsc.* **216**, 1, 62 (2004).  
<https://doi.org/10.1111/j.0022-2720.2004.01385.x>
- [4] S. Zabler, H. Riesemeier, P. Fratzl, P. Zaslansky. *Opt. Express* **14**, 19, 8584 (2006). <https://doi.org/10.1364/OE.14.008584>
- [5] Т.С. Аргунова, В.Г. Кон. *УФН* **189**, 6, 643 (2019). [T.S. Argunova, V.G. Kohn. *Phys. — Uspekhi* **62**, 6, 602 (2019).  
<https://doi.org/10.3367/UFNe.2018.06.038371>
- [6] V.G. Kohn. Available online: <https://kohnvict.ucoz.ru/jsp/2-irpar.htm> (Accessed on 02 May 2024).
- [7] В.М. Крымов, В.С. Юферев. *Поверхность* **11**, 53 (2005). [V.M. Krymov, V.S. Yuferev. *J. Surf. Invest.* **11**, 53 (2005).]

*Редактор Е.В. Толстякова*