

## Применение мягкого рентгеновского излучения для исследования сверхгладких оптических поверхностей и многослойных элементов

© М.М. Барышева, Ю.А. Вайнер, Б.А. Грибков, М.В. Зорина, А.Е. Пестов, Н.Н. Салащенко, Н.И. Чхало, А.В. Щербаков

Институт физики микроструктур РАН,  
603950 Нижний Новгород, Россия  
e-mail: chkhalo@ipmras.ru

(Поступило в Редакцию 16 ноября 2012 г.)

Работа посвящена развитию метода диффузного рассеяния мягкого рентгеновского излучения для аттестации оптических элементов дифракционного качества и их подложек на рабочей длине волны. Предложен прибор, позволяющий производить процедуру аттестации в лабораторных условиях за счет динамического диапазона, приближающегося к синхротронным источникам. Приводятся результаты экспериментов, сопоставленные с данными альтернативных методов исследования.

### Введение

Изготовление оптических элементов для приборов и систем изображающей оптики дифракционного качества (EUV- и DUV-литография, рентгеновская микроскопия) требует сохранения точности формы и шероховатости поверхности на субнанометровом уровне:  $3\text{--}5 \text{ \AA}$  в диапазоне пространственных частот  $10^{-6}\text{--}10^3 \mu\text{m}^{-1}$  [1–3]. В зависимости от характерного латерального размера и рабочей длины волны дефекты оптических элементов приводят к искажению изображения как целого (низкие частоты,  $10^{-6}\text{--}10^{-3} \mu\text{m}^{-1}$ ), его размытию (среднечастотная область,  $10^{-3}\text{--}1 \mu\text{m}^{-1}$ ) или ослаблению интенсивности излучения (высокие частоты,  $1\text{--}10^3 \mu\text{m}^{-1}$ ). Требования высокой гладкости налагаются как на сами оптические элементы, представляющие собой многослойные рентгеновские зеркала, так и их на подложки.

Для доведения формы подложек оптических элементов до требуемой точности в настоящий момент наиболее широко применяются методы ионного травления и нанесения многослойных покрытий [4–6]. Это итерационные процедуры, на каждом этапе требующие контроля формы подложки, а также выбора режима травления, не приводящего к развитию шероховатостей высоко- и среднечастотного пространственного диапазона. Отсюда возникает необходимость развития методов лабораторного контроля поверхностей подложек атомарной гладкости во всем указанном диапазоне пространственных частот.

Задаче аттестации подложек, в том числе сверхгладких, в прошлом уделялось достаточно много внимания. В области низких пространственных частот проблема решена с помощью интерферометра с дифракционной волной сравнения [3,5,7], в высокочастотном диапазоне методы зеркального отражения жесткого рентгеновского излучения (для плоских поверхностей) и атомно-силовой микроскопии (АСМ) позволяют достоверно описывать поверхность и предсказывать характеристики наносимых многослойных зеркал [8–12]. Наибольшее число вопросов в настоящий момент вызывает область

средних пространственных частот. Стандартно применяемая здесь оптическая интерференционная микроскопия (ОИМ) в случае подложек атомарной гладкости приводит к ряду противоречивых результатов для разных интерферометров [3,8,9], что объясняется применением эталонной поверхности и влиянием пропускающей оптики. Сопоставление данных аттестации ансамбля сверхгладких Si образцов и SiC эталона (ОИМ „Talysurf CCI 2000“) показало, что в области пространственных частот более  $10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$  измеренные функции спектральной плотности мощности шероховатостей образцов совпадают и повторяют соответствующую характеристику эталона (что существенно противоречит данным АСМ) и, таким образом, в этом диапазоне полученные с помощью ОИМ результаты не могут характеризовать исследуемые образцы.

Принципиальной особенностью изображающих оптических схем является кривизна оптических элементов: радиус кривизны может варьироваться от нескольких миллиметров до метра, стрелка прогиба достигать 10 mm, фактически запрещает использование жесткого рентгеновского излучения для исследования поверхностей подложек и коэффициентов отражения многослойных рентгеновских зеркал. (Отметим, что применение жесткого рентгеновского излучения возможно в рамках метода, основанного на эффекте шепчущей галереи [13], однако к настоящему моменту его использование для аттестации поверхностей находится в стадии разработки.) Применение методов АСМ в среднечастотной области также осложнено из-за особенностей учета нелинейности пьезокерамики [14]. Комплекс исследований плоских Si и SiO<sub>2</sub> подложек на микроскопе „Solver PRO“ (NT-MDT) показал, что в случае больших кадров сканирования,  $10\text{--}100 \mu\text{m}$ , нелинейность пьезокерамики полностью не компенсируется даже при работе с емкостными датчиками: после вычитания наклона изображение поверхности имеет ярко выраженную параболическую форму. Для восстановления реальной структуры образца необходимо вычитать поверхность второго и даже третьего порядка (кадры более  $50 \mu\text{m}$ ),

что не может быть применено для поверхностей большой кривизны без опасности потери информации о ней.

Существующие в настоящий момент микроскопы также не оснащаются гониометрами, что не позволяет достаточно точно скорректировать локальный наклон поверхности. Проблема здесь состоит в том, что для сохранения субатомарного разрешения высот шероховатостей диапазон вертикального перемещения зонда в процессе сканирования не должен превышать  $1 \mu\text{m}$ . В случае наклона поверхности по отношению к оси зонда диапазон возможного латерального сканирования уменьшается, что приводит к ограничению диапазона регистрируемых пространственных частот шероховатостей. Так, для наклона  $\sim 3^\circ$  размер кадра не может превышать  $\sim 20 \mu\text{m}$  [14]. Реальная оптика имеет локальные наклоны поверхности к оси на порядок больше. Создание специализированного АСМ, оснащенного четырехосным гониометром для изучения шероховатостей в среднечастотном диапазоне, в настоящее время активно обсуждается. Поэтому по-прежнему существует необходимость развития альтернативных первопринципных методов контроля качества неплоских подложек и поверхностей многослойных элементов, а также межслоевых границ многослойных структур. В качестве такого метода нами рассматривается рассеяние мягкого рентгеновского или EUV-излучения. В рамках данной работы описан универсальный лабораторный рефлектометр, разработанный и применяемый в ИФМ РАН для решения этой задачи. Основной акцент сделан на изучении плоских сверхгладких подложек. Также приводятся данные по отражению и рассеянию мягкого рентгеновского излучения подложкой неплоской формы и многослойным Mo/Si зеркалаом.

## 1. Методика

Развитию методологии применения диффузного рассеяния рентгеновского излучения (ДРР) для изучения поверхностей подложек и тонких пленок в прошлом было уделено достаточно внимания [11–12,15–16]. Мы будем использовать подход, основанный на теории возмущений и подробно описанный в [11], позволяющий восстановить PSD-функцию поверхности (Power Spectral Density — функция плотности спектральной мощности шероховатостей) непосредственно из результатов эксперимента (без априорных предположений о ее форме) благодаря пропорциональной зависимости между индикатрисой рассеяния и PSD-функцией. Так, если излучение с длиной волны  $\lambda$  падает под скользящим углом  $\theta_0$  (рис. 1) на поверхность, характеризующуюся корреляционной длиной  $a$ , ширины индикатрисы рассеяния  $\Phi(\theta, \varphi)$  в перпендикулярных направлениях  $\theta$  и  $\varphi$  (рис. 1) могут быть оценены как  $\delta\theta \sim \lambda/\pi a \sin \theta_0$  и  $\delta\varphi \sim \lambda/\pi a$ , что для рентгеновского излучения в силу  $\theta_0 \ll 1$  означает  $\delta\varphi \ll \delta\theta$ . На практике [9–12,15] в рентгеновском диапазоне угловой размер детектора в азимутальном направлении  $\Delta\varphi$  существенно превышает  $\delta\varphi$ , т.е. интегрирование сигнала рассеяния по щели

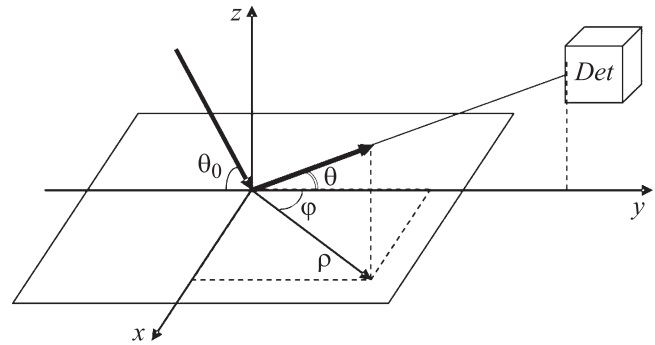


Рис. 1. Диффузное рассеяние рентгеновского излучения. Геометрия задачи.

детектора соответствует измерению одномерной индикатрисы  $\Pi(\theta) = \int_0^{2\pi} \Phi(\theta, \varphi) d\varphi$ , для которой получена [16] связь с одномерной PSD-функцией в виде

$$\Pi(\theta) = \frac{\pi^2 |1 - \varepsilon|^2 |t(\theta_0)t(\theta)|^2}{2\lambda^3 \sin \theta_0 \sqrt{\cos \theta_0 \cos \theta}} \text{PSC}_{1D}(v),$$

$$v = \frac{1}{\lambda} |\cos \theta - \cos \theta_0|, \quad (1)$$

где  $\varepsilon$  — диэлектрическая проницаемость вещества,  $v$  — пространственная частота шероховатости,  $t(\theta)$  — френелевский коэффициент прохождения

$$t(\theta) = 2 \sin \theta / (\sin \theta + \sqrt{\varepsilon - \cos^2 \theta}). \quad (2)$$

Этот подход ранее успешно использовался при аттестации поверхностей по измерениям в жестком ( $\lambda = 0.154 \text{ nm}$ ) и мягком ( $\lambda = 4.47 \text{ nm}$ ) [17] рентгеновском диапазоне. В случае  $\lambda = 13.5 \text{ nm}$  при характерном значении  $a = 100 \mu\text{m}$  и  $\theta_0 = 10^\circ$  имеем  $\delta\theta \cong 0.25 \cdot 10^{-3}$  и  $\delta\varphi \cong 0.4 \cdot 10^{-4}$ , т.е. оценка  $\delta\varphi \ll \delta\theta$  справедлива.

Частотный диапазон метода в области низких пространственных частот ограничен геометрическими параметрами экспериментальной установки — ненулевой шириной пучка и щели детектора, делающими невозможным отделение сигнала рассеяния от зеркально отраженного; в высокочастотной области предельно достижимые частоты определяются соотношением сигнал–шум, т.е. динамическим диапазоном прибора и качеством поверхности. Физические ограничения применения ДРР в виде (1) проявляются для подложек с существенно пористой поверхностью: падающее излучение выходит из угла полного внешнего отражения и, таким образом, индикатриса рассеяния соответствует более гладкой, чем в реальности, поверхности, что было показано ранее для жесткого рентгеновского излучения [9,10]. В случае наличия нарушенного слоя под поверхностью [3,9,17] метод демонстрирует объемную чувствительность: полученные результаты отвечают рассеянию на нарушенном слое, а не на достаточно гладкой (по данным АСМ) поверхности подложки.

Число работ, посвященных применению рассеяния мягкого рентгеновского излучения для характеристики поверхностей, невелико. Можно отметить [18], где использование синхротронного источника излучения (Synchrotron Radiation Center, University of Wisconsin-Madison) и  $\lambda = 0.93 \text{ nm}$  для Si подложек с шероховатостью на уровне единиц Å позволило исследовать диапазон пространственных частот  $0.1-10^3 \mu\text{m}^{-1}$ . На установке UKROP (Снежинский Ядерный центр) [19] с рентгеновской трубкой с углеродным анодом ( $\lambda = 4.47 \text{ nm}$ ) подложки с ангстремной шероховатостью были аттестованы в диапазоне  $0.05-4 \mu\text{m}^{-1}$ . При этом динамический диапазон на уровне  $\sim 10^6-10^7$  достигался за счет достаточно низкой монохроматизации — фактически работает вся углеродная линия, поскольку в качестве монохроматора использовалось двукратное отражение от полированных стеклянных пластин и толстый полиэтиленовый фильтр на детекторе.

Однако в лабораторных условиях в настоящий момент в основном применяется жесткое рентгеновское излучение, что в первую очередь связано с необходимостью получения оперативной информации при разработке технологий, а также с достаточно большой интенсивностью лабораторных источников рентгеновского излучения (рентгеновских трубок) в этом диапазоне. Например, стандартный рентгеновский 4-кристалльный дифрактометр PANalitical X'Pert PRO ( $\lambda = 0.154 \text{ nm}$ ) обладает интенсивностью зондирующего пучка до  $10^5 \text{ photon/s}$  (при шуме детектора  $< 1 \text{ photon/s}$  за счет использования накопления это дает динамический диапазон  $10^6$ ), что позволяет исследовать подложки с ангстремной шероховатостью для пространственных частот  $0.07-2 \mu\text{m}^{-1}$  [7-9,14]. В то же время в мягком диапазоне существующие лабораторные рефлектометры с решеточными монохроматорами (например, на базе РСМ-500, [20]) демонстрируют интенсивность на уровне нескольких тысяч фотонов и динамический диапазон  $\sim 10^4$ . Таким образом, применение методики в мягком диапазоне требует разработки качественно иных лабораторных рефлектометров с увеличенным динамическим диапазоном.

Выбор оптимальной рабочей длины волны представляет собой компромисс между необходимостью получения больших углов падения  $10-20^\circ$ , что предполагает увеличение  $\lambda$  (большие критические углы), и желанием исследовать мелкомасштабные неоднородности поверхности, что естественным образом требует ее уменьшения. (Отметим, что в [18] и [19] этот выбор никак не обосновывается и, вероятнее всего, определяется возможностями экспериментальной техники, в частности, источника рентгеновского излучения.) Для нахождения оптимальной  $\lambda$  были построены кривые рассеяния рентгеновского излучения с длинами волн  $13.5 \text{ nm}$  (Si  $K_\alpha$ ),  $11.3$ ,  $6.7 \text{ nm}$  (В  $K_\alpha$ ) и  $4.47 \text{ nm}$  (С  $K_\alpha$ ) кварцевой поверхностью, PSD-функция которой описывается так называемой ABC-моделью [12]:

$$\text{PSD}_{1D}(v) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{\Gamma(h+1/2)}{\Gamma(h)} \frac{\sigma^2 \alpha}{(1 + \alpha^2 v^2)^{h+1/2}}, \quad (3)$$

где  $\alpha = 100 \mu\text{m}$  — корреляционная длина,  $h = 0.2$  — фрактальный параметр Херста,

$$\sigma = \left( \int_0^\infty \text{PSD}_{1D}(v) dv \right)^{1/2} = 0.5 \text{ nm}$$

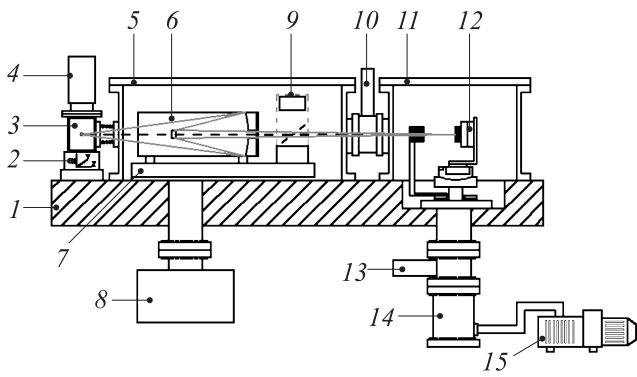
— среднеквадратичная шероховатость. Интенсивность сигнала рассеяния, регистрируемая детектором, вычислялась как

$$I_{\text{scatt}}(\theta) = \int_{-\Delta\varphi/2}^{\Delta\varphi/2} d\varphi \int_{\theta-\Delta\theta/2}^{\theta+\Delta\theta/2} \cos(\theta) \Phi(\theta, \varphi) d\theta, \quad (4)$$

$\Delta\theta = 3 \text{ mm}/136 \text{ mm}$  и  $\Delta\varphi = 10 \text{ mm}/136 \text{ mm}$  — угловые размеры детектора в соответствующих направлениях (размеры щелей соответствуют используемой экспериментальной установке), угол падения излучения  $\theta_0 = 10^\circ$ . Для рассматриваемых длин волн при динамическом диапазоне прибора  $10^8$  были получены значения  $v_{\text{max}}$  от  $20 \mu\text{m}^{-1}$  для  $13.5 \text{ nm}$  до  $30 \mu\text{m}^{-1}$  для  $4.47 \text{ nm}$ . Расширение динамического диапазона еще на порядок увеличит  $v_{\text{max}}$  в  $\sim 2$  раза. На первый взгляд, такие оценки позволяют сделать вывод о предпочтительности более коротких длин волн, однако в числовом выражении при разумных значениях динамического диапазона прибора это отличие незначительно. В то же время для  $\lambda = 13.5 \text{ nm}$  существует высококачественная многослойная оптика на основе Mo/Si, аналогов которой для более коротких длин волн нет. Наличие такой оптики, как будет показано в следующем разделе, позволит создать рефлектометр со значительно более широким динамическим диапазоном, что в конечном итоге означает исследование поверхности в большем диапазоне пространственных частот. Кроме того, излучение с длиной волны  $13.5 \text{ nm}$  применяется в современных схемах EUV-литографии, т.е. применение его в рефлектометре позволит исследовать элементы многослойной оптики для литографии непосредственно на рабочей длине волны.

## 2. Экспериментальная установка

Первые экспериментальные работы по аттестации поверхностей методом диффузного рассеяния мягкого рентгеновского излучения [17] проводились на синхротронных источниках. Использование синхротронов решает проблему интенсивности сигнала, однако плохо применимо для диагностики подложек в рамках итерационной процедуры изготовления и коррекции. Для применения данного метода в лабораторных условиях в ИФМ РАН разработан рефлектометр со светосильной оптической схемой, оснащенный объективом Шварцшильда в качестве монохроматора (рис. 2) [21]. Подобный монохроматор не позволяет осуществлять перестроение по частоте, как, например, дифракционная решетка: рабочая длина волны полностью определяется



**Рис. 2.** Схема рефлектометра с объективом Шварцшильда: 1 — точная оптическая плита, 2 — 3-координатный прецизионный столик для рентгеновской трубки, 3 — рентгеновская трубка, 4 — ионный источник для чистки мишени, 5 — камера монохроматора, 6 — сферический объектив Шварцшильда, 7 — точное основание для монохроматора и монитора, 8 — магниторазрядный насос, 9 — монитор интенсивности зондирующего пучка, 10 — шибер, 11 — камера для исследуемых образцов, 12 — пятиосный гониометр, 13 — шибер, 14 — турбомолекулярный насос, 15 — форвакуумный безмасляный насос.

многослойным покрытием зеркал объектива. Некоторое расширение возможностей (при понижении пропускной способности) может быть осуществлено за счет запыления каждого из зеркал в некоторых долях разными многослойными покрытиями. В нашем случае использованы Mo/Si зеркала, т.е. схема оптимизирована на излучение с длиной волны 13.5 nm.

Подобный объектив обладает рядом существенных преимуществ по сравнению с решеточным монохроматором: большая апертура ( $\Omega = 3 \cdot 10^{-2}$  st); широкая спектральная полоса зондового пучка ( $\Delta\lambda = 0.38$  nm); высокие коэффициенты отражения зеркал ( $R \sim 60\%$ ), что в сочетании с фильтрами на источнике и детекторе ( $T \sim 50\%$ ) дает коэффициент пропускания оптической схемы  $R^2T^2 \sim 10\%$ ; сочетание монохроматора и изображающей схемы в одном позволяет фокусировать пучок на образце без применения дополнительных оптических элементов, как показано в [22]. Использование многослойных зеркал нормального падения позволяет получить выигрыш в эффективности оптической схемы порядка  $10^3$  раз по сравнению с решеточным монохроматором.

Сопоставление эффективностей оптической схемы объектива Шварцшильда при использовании разных длин волн и многослойных покрытий

$\lambda$ , nm	Зеркало	$R$ , %	$\Delta\lambda$ , nm	$R^2\Delta\lambda$ , nm	Ссылка
13.5	Mo/Si	69% ( $\theta_0 = 90^\circ$ )	0.56 nm	$2.4 \cdot 10^{-1}$	[3]
11.3	Mo/Be	70% ( $\theta_0 = 90^\circ$ )	0.18 nm	$8.6 \cdot 10^{-2}$	[22]
6.7	La/B <sub>4</sub> C	45% ( $\theta_0 = 90^\circ$ )	0.06 nm	$1.2 \cdot 10^{-2}$	[23]
4.47	Co/C	15%	0.03 nm	$6.8 \cdot 10^{-4}$	[24]

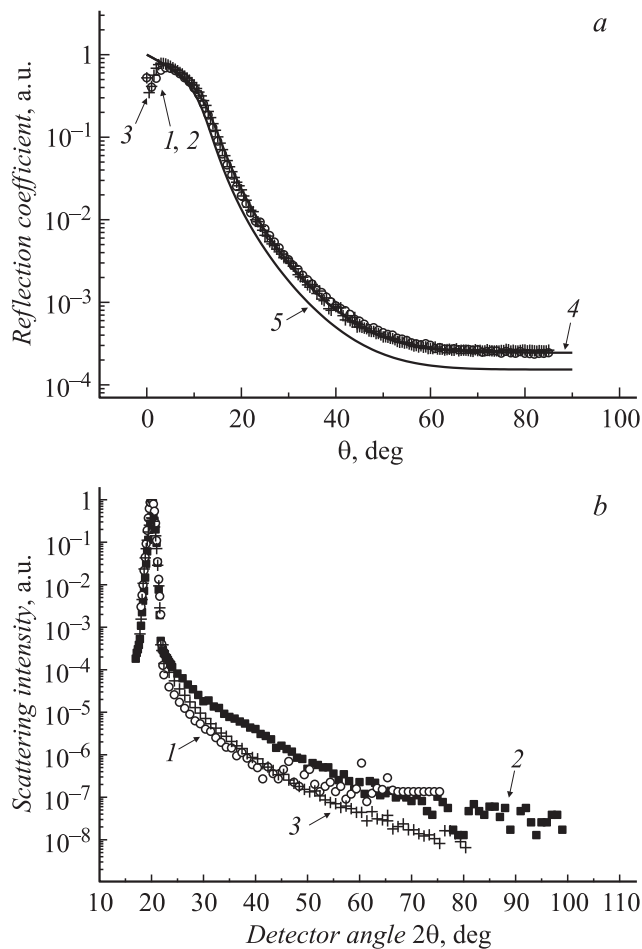
Указанные выше числовые значения коэффициентов отражения и спектральной селективности приведены для реальных Mo/Si зеркал, технологический максимум для таких структур к настоящему моменту соответствует 69% при спектральной полосе  $\Delta\lambda = 0.5$  nm. Выбор оптимальной длины волны для проведения исследований шероховатости, кроме вышеприведенных соображений, определяется динамическим диапазоном прибора, т.е., фактически, интенсивностью излучения источника, эффективностью оптической схемы и чувствительностью детектора. Для различных  $\lambda$  параметры наилучших многослойных зеркал ([23–25]) приведены в таблице. Апертура  $\Omega$  определяется только геометрическими параметрами схемы, пропускание фильтров существенно не различается [26], так что применение различных многослойных покрытий существенно повлияет на эффективность оптической схемы  $R^2\Delta\lambda$  (см. таблицу). Исходя из этих оценок применение Mo/Si зеркал (т.е.  $\lambda = 13.5$  nm) позволяет расширить динамический диапазон прибора почти на три порядка по сравнению с лучшими зеркалами для 4.47 nm и в 20 раз по сравнению с La/B<sub>4</sub>C структурами. Кроме того, как будет показано ниже, при использовании лазерно-плазменного источника на длине волны 13.5 nm удастся получить сигнал, до четырех раз больший, чем на линиях бора и углерода.

В настоящий момент в качестве источника рентгеновского излучения применяется рентгеновская трубка с Si анодом, при рабочих параметрах (энергия электронов 7 keV, ток пучка от 0.4 до 1.5 A) поток фотонов на образце с учетом пропускания системы (включая подвижный Mg/Si фильтр после объектива, коэффициент пропускания 1.39%) составляет  $\sim 10^6$  photon/s.

В качестве детектора рентгеновского излучения в установке используется вторичный электронный умножитель ВЭУ-6, оснащенный CsI фотокатодом. Диапазон линейной регистрации для данного детектора при рабочих параметрах составляет  $10^4$  photon/s. За счет использования накопления динамический диапазон прибора может быть существенно расширен. Размеры щелей детектора могут варьироваться между измерениями при открытии вакуумного объема, обычно  $\Delta\theta = 3$  mm и  $\Delta\phi = 10$  mm, расстояние образец–детектор составляет 136 mm.

### 3. Результаты и обсуждение

Описанная установка была применена для аттестации ансамбля различных плоских образцов. Сверхгладкие ( $\sigma \approx 0.45$  nm по данным отражения на длине волны 0.154 nm) суперполированные образцы из плавленого кварца были произведены в России ОАО „Композит“, Москва (образцы № 1 и 2 на рис. 4–7), и в США компанией General Optics (образец № 3). Эти подложки проходили процедуру механической и химической полировки, но не подвергались ионному травлению. Также исследовались Si подложка ( $\sigma \approx 0.6$  nm по отражению  $\lambda = 0.154$  nm) и Nb-пленка ( $\sigma \approx 1.5$  nm по отражению



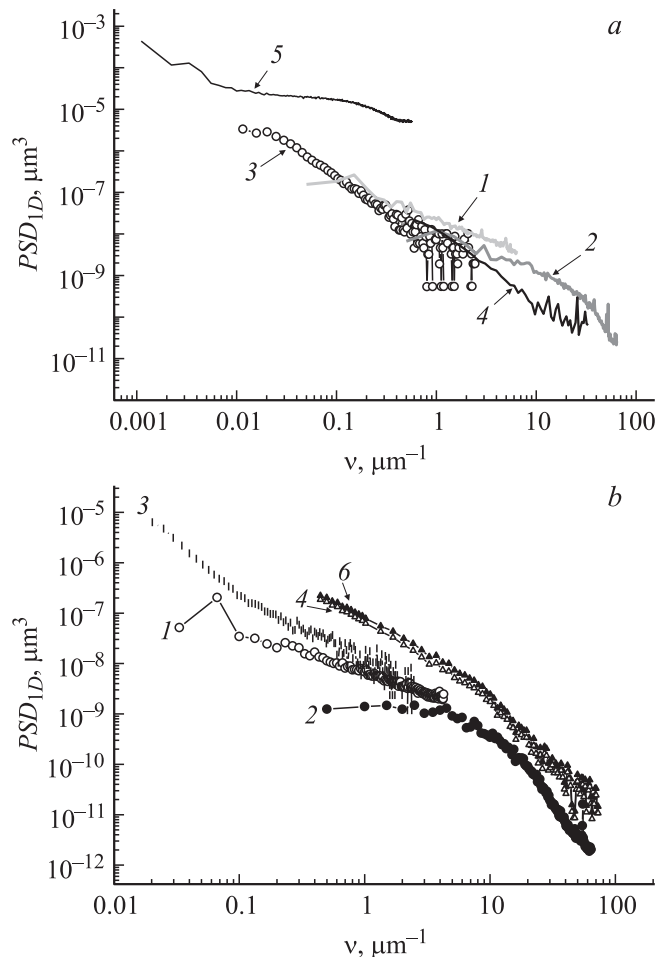
**Рис. 3.** Экспериментальные данные. Отражение (а) и рассеяние (б) излучения с длиной волны  $\lambda = 13.5$  nm плоскими кварцевыми подложками: 1 — образец № 1 (Россия), 2 — образец № 2 (Россия), 3 — образец № 3 (США), 4 — теоретическая кривая, диэлектрическая проницаемость кварца  $\epsilon_{\text{сорт}}$ , 5 — теоретическая кривая, табличное значение  $\epsilon$ .

$\lambda = 13.5$  nm). Наиболее подробно остановимся на данных аттестации, полученных для сверхгладких  $\text{SiO}_2$  подложек российского производства, в остальных случаях ограничимся краткими комментариями.

На рис. 3, а приведены отражательные характеристики на длине волны 13.5 nm, полученные для описанных выше подложек из плавленого кварца. Видно, что кривые полностью совпадают между собой и демонстрируют значительное отличие оптических констант  $\text{SiO}_2$  от табличного значения  $\epsilon_{\text{таб}} = 1 - 0.044 + 0.022i$  в области аномальной дисперсии кремния. В результате подгонки ( $\sigma = 0$ , не оказывает влияния вблизи критического угла) получено скорректированное значение  $\epsilon_{\text{сорт}} = 1 - 0.054 + 0.029i$ , более достоверно описывающее полученный экспериментальный результат. Отметим, что аналогичное несоответствие табличных констант вблизи 13.5 nm в еще большей степени наблюдалось нами для кремниевых образцов.

Кривые ДРП, снятые при угле падения  $\theta_0 = 10^\circ$  (соответствует зеркальному отражению  $R = 40\%$ ), приведены на рис. 3, б. Достигнут динамический диапазон прибора на уровне  $10^8$ , для чего при больших углах рассеяния время сканирования в каждой точке увеличивалось до 200 с. Сопоставление кривой рассеяния и диагностического пучка показывает, что истинный сигнал рассеяния (без примеси отражения) наблюдается для  $\nu > 0.4 - 0.5 \mu\text{m}^{-1}$ .

На рис. 4, а приведена построенная по этим данным PSD-функция образца № 1, сопоставленная с результатами измерений методами диффузного рассеяния жесткого рентгеновского излучения, ACM и также на ОИМ белого света Talysurf CCI 2000. PSD-функции, полученные разными методами, хорошо совпадают, за исключением данных оптической интерферометрии, некорректных при  $\nu > 0.01 \mu\text{m}^{-1}$  (см. Введение). Эффективные шерохова-



**Рис. 4.** PSD<sub>1D</sub>-функции кварцевых подложек № 1 (а) и № 2 (б), полученные методами: 1 — ACM, кадр  $20 \times 20 \mu\text{m}$  (а) или кадр  $30 \times 30 \mu\text{m}$  (б); 2 — ACM, кадр  $2 \times 2 \mu\text{m}$ ; 3 — ДРП,  $\lambda = 0.154$  nm,  $\theta_0 = 0.18^\circ$ ; 4 — ДРП,  $\lambda = 13.5$  nm,  $\theta_0 = 10^\circ$ , скорректированное значение  $\epsilon_{\text{сорт}}$ ; 5 — ОИМ Talysurf CCI2000, кадр  $900 \times 900 \mu\text{m}$ ; 6 — ДРП,  $\lambda = 13.5$  nm,  $\theta_0 = 10^\circ$ , табличная диэлектрическая проницаемость.



тости

$$\sigma^2 = \int_{\nu_{\min}}^{\nu_{\max}} \text{PSD}(\nu) d\nu,$$

полученные разными методами в соответствующих диапазонах, составили 0.35 nm (ДРП,  $\lambda = 0.154$  nm), 0.16 nm (ДРП,  $\lambda = 13.5$  nm), 0.22 nm (АСМ, кадр  $2 \times 2 \mu\text{m}$ ), 0.33 nm (АСМ, кадр  $20 \times 20 \mu\text{m}$ ) и 2.5 nm (ОИМ).

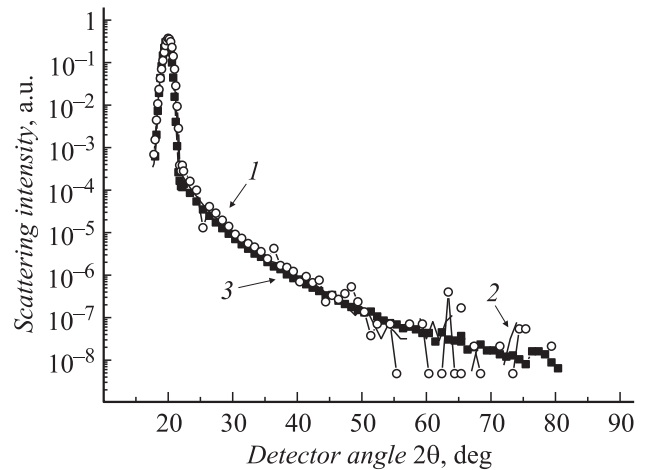
Необходимо отметить, что для образца № 2 (рис. 4, b) при полной воспроизводимости результатов измерений, данным методом были получены [26] PSD-функции, отличающиеся приблизительно на полпорядка от данных АСМ и рассеяния жесткого рентгеновского излучения, что приводит к незначительному отличию эффективной шероховатости: по 0.4 nm для ДРП с разными длинами волн, 0.11 и 0.18 nm для малых и больших кадров АСМ соответственно. Диапазон пространственных частот ДРП с  $\lambda = 13.5$  nm составил  $0.4\text{--}70 \mu\text{m}^{-1}$ . Аналогичный результат получен для подложки производства General Optics.

Среди причин такого отличия анализировались, в первую очередь, неточные значения оптических констант в области аномальной дисперсии кремния. Коррекция оптических констант, как можно видеть из рис. 4, b, не приводит к существенному изменению положения PSD-кривой. Кроме того, как отмечалось ранее, кривые отражения на длине волны 13.5 nm для всех кварцевых образцов хорошо совпадают.

Некоторое сомнение вызывала также корректность приближения (1) „бесконечно узкого“ в направлении  $\varphi$  пучка. Поскольку диапазон изменений углов гониометра не позволяет напрямую исследовать ширину индикатрисы рассеяния в направлении  $\varphi$ , была проведена серия экспериментов по изучению рассеяния с разными ширинами щелей  $\Delta\varphi$ . В качестве образцов были выбраны слабошероховатый кварцевый образец № 3 (General Optics) и Nb пленка, обладающая значительной поверхностной шероховатостью. В обоих случаях экспериментально продемонстрировано отсутствие зависимости индикатрисы рассеяния от ширины щели детектора  $\Delta\varphi$ , что означает практическую применимость (1) для восстановления PSD-функции поверхности по измерениям на длине волны 13.5 nm. Результаты эксперимента для образца № 3 показаны на рис. 5.

Предположительно, наблюдаемое расхождение может быть связано с наличием объемных подповерхностных образований [3,9,17] или градиента диэлектрической проницаемости вблизи поверхности суперполированных подложек [19], приводящих к смещению PSD-функций. Отметим, что с точки зрения значений эффективной шероховатости эти отличия незначительны.

Таким образом, сопоставление результатов диффузного рассеяния мягкого рентгеновского излучения с АСМ-измерениями и ДРП с  $\lambda = 0.154$  nm продемонстрировало адекватность методики и разработанной экспериментальной установки. Конечной целью создания рефлектометра, однако, является исследование рентге-



**Рис. 5.** Индикатриса рассеяния подложки из плавящегося кварца (образец № 3, США), измеренная для  $\lambda = 13.5$  nm с разной высотой щели детектора  $h_\varphi$ : 1 — 5, 2 — 10, 3 — 15 mm (расстояние образец–детектор  $L = 136$  mm,  $\Delta\varphi = h_\varphi/L$ ,  $\theta_0 = 10^\circ$ ).

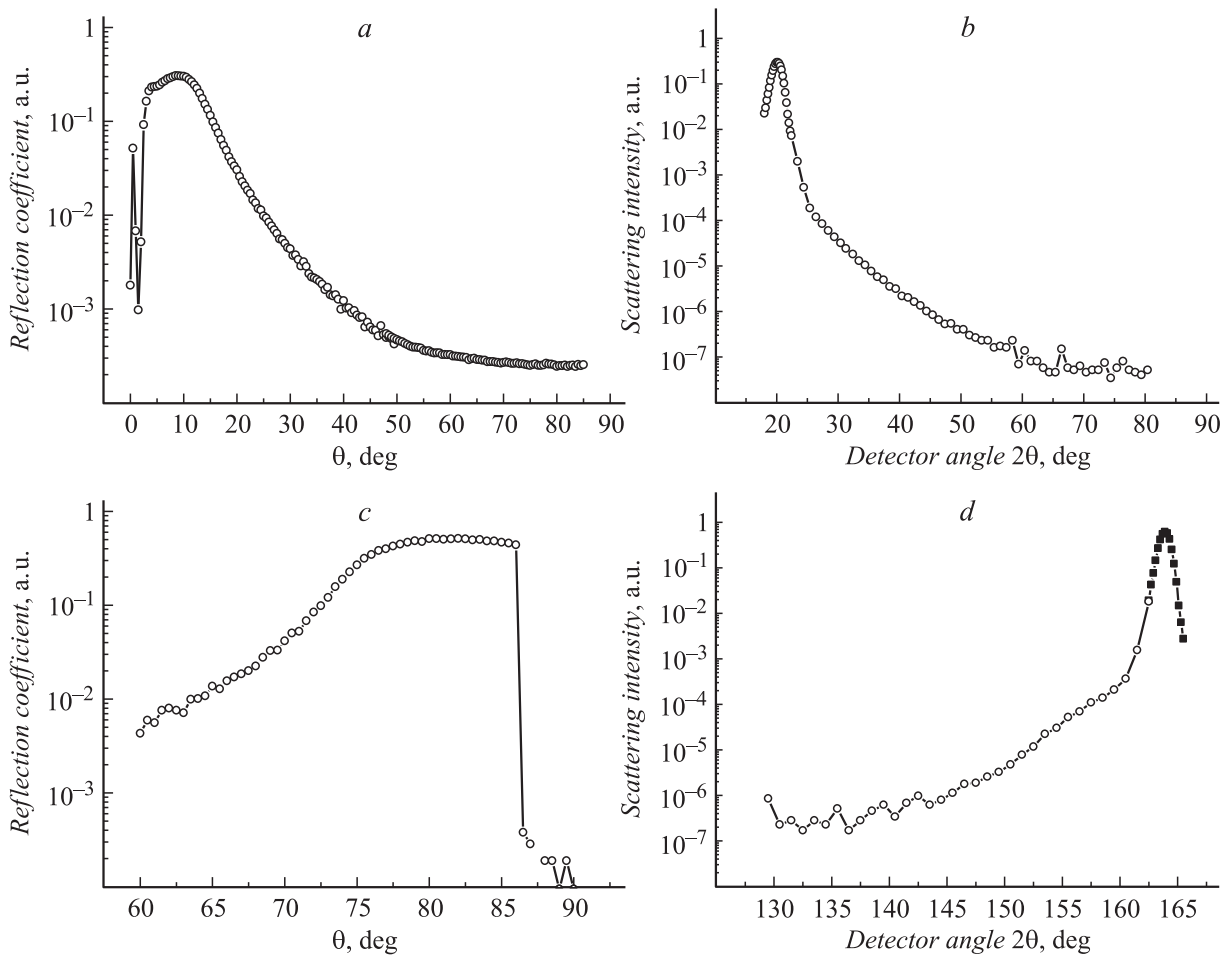
нооптическими методами неплюских подложек и многослойных зеркал. Для вогнутой кварцевой подложки сферической формы (диаметр подложки 50 mm, стрелка прогиба 1 mm) и многослойного Mo/Si зеркала результаты исследований приведены на рис. 6. В обоих случаях измерения проводились в центре образца. Для Mo/Si структуры резкий обрыв кривой отражения при  $86^\circ$  (рис. 6, c) объясняется особенностями экспериментальной установки: при больших углах наблюдения детектор начинает перекрывать падающий пучок. Коэффициент отражения многослойного зеркала составил 50%, шум детектора  $\sim 10^{-4}$ .

Таким образом, показано, что разработанный рефлектометр позволяет производить аттестацию различных поверхностей методом диффузного рассеяния мягкого рентгеновского излучения с динамическим диапазоном  $10^8$ , для пространственных частот  $0.4\text{--}70 \mu\text{m}^{-1}$ .

#### 4. Возможность расширения динамического диапазона рефлектометра

Поскольку интерферометр с дифракционной волной сравнения, описанный в [5], позволяет работать с частотами, меньшими  $10^{-3} \mu\text{m}^{-1}$ , а минимальная пространственная частота, доступная разработанному рефлектометру, составляет  $0.4 \mu\text{m}^{-1}$ , для перекрытия образовавшегося диапазона (расширения рабочей области прибора в сторону низких пространственных частот) ранее предлагалось использовать параллельный измерительный канал, работающий за счет эффекта рассеяния оптического излучения [9,10].

В качестве источника оптического излучения в такой схеме используется зеленый лазер ( $\lambda = 532$  nm) мощностью 5 mW, луч которого падает на исследуемую

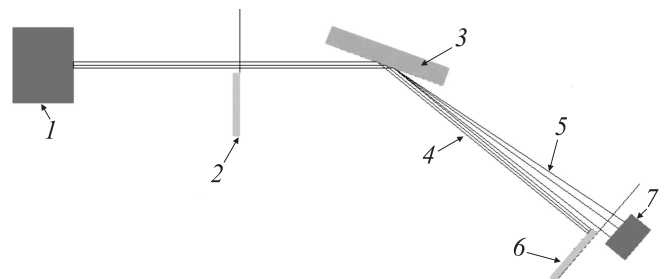


**Рис. 6.** Аттестация оптических элементов,  $\lambda = 13.5$  nm: отражательная характеристика (a) и кривая рассеяния (b) сферической кварцевой подложки; отражательная характеристика (c) и индикатриса рассеяния (d) многослойного зеркала Mo/Si.

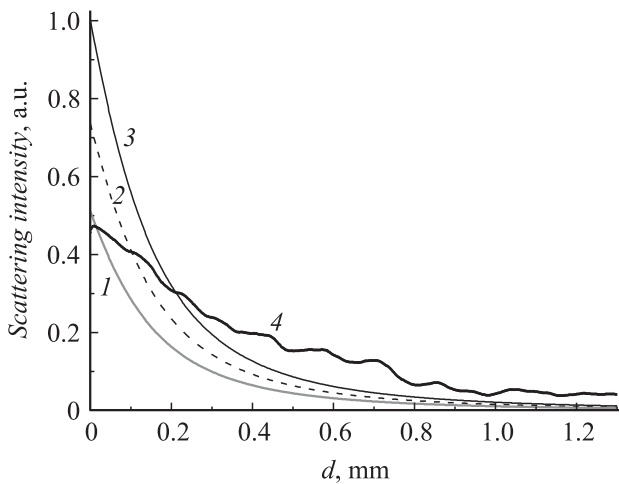
поверхность, отражаясь и рассеиваясь. Рассеянное излучение попадает на ПЗС-матрицу, установленную таким образом, чтобы зеркально отраженный пучок находился в непосредственной близости от края чувствительной области матрицы. По оценке диапазон пространственных частот шероховатостей, доступных для измерения,  $3 \cdot 10^{-4} - 0.07 \mu\text{m}^{-1}$  (определяется угловыми размерами детектора). Как показали эксперименты, проведенные на стенде (рис. 7), существенной проблемой является паразитный (вышедший под существенным углом) свет лазера, отражающийся от образца зеркально и попадающий на детектор. Его интенсивность мала в сравнении с интенсивностью центральной части пучка, но сравнима или превышает интенсивность диффузно рассеянного сигнала.

Для создания максимально острого края оптическая схема содержит систему из двух экранов (рис. 7), каждый из которых представляет собой тонкую прозрачную пластинку полированного плавленого кварца, частично запыленную молибденом. Экран, стоящий на выходе лазера, закрывает паразитное излучение, экран на входе детектора отводит зеркально отраженный пучок, уменьшая уровень фоновой засветки. Диапазон доступных для

измерения пространственных частот шероховатостей определяется тем, насколько близко можно подвести детектор к зеркальному пучку, что во многом зависит от положения экрана на выходе источника относительно центральной части пучка. Если отвести экран слишком далеко, в детектор попадает паразитный свет, отраженный от образца, при слишком близком расположении на краю экрана происходит сильное рассеяние света, так же



**Рис. 7.** Схема эксперимента по рассеянию видимого света: 1 — лазер, 2 — экран, 3 — исследуемый образец, 4 — зеркально отраженный пучок, 5 — рассеянный образцом свет, 6 — экран, 7 — ПЗС-матрица (детектор).



**Рис. 8.** Сравнение шумов прибора 4 с интенсивностью диффузного рассеяния света ( $\lambda = 532 \text{ nm}$ ), рассчитанного для значений шероховатости  $\sigma$ : 1 — 50, 2 — 62.5 и 3 — 75 nm в зависимости от расстояния  $d$  до края матрицы.

попадающее в детектор. При оптимальном положении экрана удастся приблизить детектор к оси зеркального пучка на 2.2 mm, что соответствует частотному диапазону  $9 \cdot 10^{-3} - 0.085 \mu\text{m}^{-1}$ . При этом существенная часть рассеяния на первом экране создается спекловой структурой зондирующего лазерного пучка.

Сравнение измеренных шумов прибора, связанных с паразитным излучением лазера и рассеянием на первом экране, с теоретически рассчитанной интенсивностью рассеянного света (рис. 8) позволило оценить чувствительность описанной схемы на минимальном уровне  $\sim 50 \text{ nm}$  среднеквадратического отклонения.

Была произведена модификация оптической схемы за счет использования в качестве источника излучения торца одномодового красного оптоволокна ( $\lambda = 632 \text{ nm}$ ), фокусируемого линзой в плоскости детектора, что позволило уменьшить диаметр пучка в плоскости детектора и подвести край матрицы на 1.5 mm к центру зеркального пучка, что соответствует  $\nu = 5 \cdot 10^{-3} - 0.068 \mu\text{m}^{-1}$ . В то же время более плавное распределение интенсивности в пучке на выходе волокна дает существенно меньшее рассеяние на экранах и, согласно оценкам, аналогичным рис. 8, ограничивает чувствительность метода измерения шероховатости  $\sim 3 \text{ nm}$ .

Таким образом, в обеих предложенных схемах аттестация поверхностей с субнанометровыми точностями оказывается недостижимой, поэтому в настоящий момент приходится отказаться от диффузного рассеяния света в качестве метода аттестации шероховатостей среднечастотного пространственного диапазона. Для повышения чувствительности в дальнейшем, вероятно, необходимо использовать более сложные методы формирования зондирующего пучка, позволяющие создать пучок, узкий по сравнению с характерными ширинами распределения рассеянного света в плоскости детектора.

Дальнейшее расширение динамического диапазона в область больших пространственных частот возможно за счет использования более мощного источника рентгеновского излучения. В настоящий момент наиболее мощными лабораторными источниками являются лазерно-плазменные. В [27] описан рефлектометр, разработанный на базе такого источника, приведены экспериментально полученные спектры выхода фотонов для Nd:YAG лазера с длительностью импульса 10 ns и частотой 10 Hz. Экспериментальные кривые спектральной интенсивности излучения источника на разных длинах волн при различной мощности лазера показывают, что уменьшение рабочей длины волны от 13.5 до 6 nm снизит интенсивность сигнала в 4 и более раз, и поэтому невыгодно с точки зрения получения максимального динамического диапазона прибора.

При  $\lambda = 13.5 \text{ nm}$  и мощности лазера 4 W сигнал на исследуемом образце составил  $\sim 10^9 \text{ quant/s}$  [27], что при использовании полупроводникового детектора соответствует динамическому диапазону на уровне  $10^6$ . Это на данный момент наиболее мощный лабораторный рефлектометр в мире. Использование подобного источника в сочетании с монохроматором типа Шварцшильда позволит увеличить динамический диапазон еще на три порядка, т.е. до  $10^9$ . При этом меньший размер зондового пучка позволяет расширить диапазон в область средних пространственных частот до  $10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$ .

## Заключение

Поскольку при изучении неплоских поверхностей приходится отказаться от жесткого рентгеновского излучения из-за слишком малых углов падения и рассеяния, а применение АСМ из-за особенностей учета эффектов нелинейности сканера и кривизны поверхности в настоящий момент возможно только для изучения шероховатостей преимущественно высокочастотного диапазона, в рамках данной работы апробирована альтернативная методика: метод ДРП с длиной волны 13.5 nm. За счет большей рассеивающей способности вещества в данном диапазоне возможно задействовать большие углы падения, а также продвинуться в область более высоких пространственных частот, вплотную приблизившись к возможностям АСМ.

Разработан и аттестован лабораторный рефлектометр со светосильной оптической схемой, позволившей уже для рентгеновской трубки получить динамический диапазон на уровне синхротронных источников. Произведена аттестация тестовых образцов — подложек и многослойных зеркал — с различной формой поверхности. Минимальная пространственная частота, доступная для исследования данным методом, составила приблизительно  $0.4 \mu\text{m}^{-1}$ , максимальная зависит от качества исследуемой поверхности и для сверхгладких образцов приближается к  $70 \mu\text{m}^{-1}$ . Попытка расширения диапазона исследуемых частот в более низкочастотную область за счет использования диффузного рассеяния видимого света к настоящему моменту не увенчалась успехом.



Хотя наиболее многообещающим методом для исследования сверхгладких поверхностей в среднечастотном диапазоне сейчас видится АСМ (при условии изготовления специализированных микроскопов и методик, находящихся в обсуждении с компанией НТ-МДТ), разработанный рефлектометр должен занять свою нишу в качестве инструмента калибровки и тестирования специализированного атомно-силового микроскопа, а также для исследования многослойных элементов на рабочей длине волны.

Работа поддержана грантами РФФИ 10-02-00957-а, 10-02-01073-а, 11-02-00597-а, 11-02-00961-а, 11-02-97109-р\_поволжье\_а, 12-02-00659-а, ФЦП „Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009–2013 гг.“.

## Список литературы

- [1] *Dinger U., Eisert F., Lasser H.* et al. // Proc. SPIE. 2000. Vol. 4146. P. 35–46.
- [2] *Chkhalo N.I., Pestov A.E., Salashchenko N.N., Toropov M.N.* Lithography / Ed. by M. Wang. INTECH, 2010. P. 71–114.
- [3] *Барышева М.М., Пестов А.Е., Салащенко Н.Н., Торопов М.Н., Чхало Н.И.* // УФН. 2012. Т. 182. № 7. С. 727–747.
- [4] *Chason E., Mayer T.M.* // Appl. Phys. Lett. 1993. Vol. 62. N 4. P. 363–365.
- [5] *Клюенков Е.Б., Пестов А.Е., Полковников В.Н.* и др. // Российские нанотехнологии. 2008. Т. 3. № 9–10. С. 116–124.
- [6] *Зуев С.Ю., Клюенков Е.Б., Пестов А.Е.* и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2011. Т. 75. № 1. С. 57–60.
- [7] *Барышева М.М., Вайнер Ю.А., Грибков Б.А.* и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2011. Т. 75. № 1. С. 71–76.
- [8] *Sommargren G.E.* // Laser Focus World. 1996. Vol. 8. P. 61–71.
- [9] *Barysheva M.M., Gribkov B.A., Vainer Yu.A.* et al. // Proc. SPIE. 2011. Vol. 8076. P. 80760M.
- [10] *Барышева М.М., Вайнер Ю.А., Грибков Б.А.* и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2012. Т. 76. № 2. С. 190–195.
- [11] *Asadchikov V.E., Duparre A., Jakobs S.* et al. // Appl. Opt. 1999. Vol. 38. N 4. P. 684–690.
- [12] *Asadchikov V.E., Kozhevnikov I.V., Krivososov Yu.S.* et al. // Nucl. Instrum. Meth. A. 2004. Vol. 530. P. 575–595.
- [13] *Якимчук И.В., Роцин Б.С., Кожевников И.В.* и др. // Кристаллография. 2008. Т. 53. № 6. С. 1111–1117.
- [14] *Барышева М.М., Грибков Б.А., Зорина М.В.* и др. // Труды 16-го Международного симпозиума „Нанозлектроника“. Нижний Новгород. 2012. Т. 2. С. 557–558.
- [15] *Асадчиков В.Е., Виноградов А.В., Duparre A.* и др. // Материалы совещания „Рентгеновская оптика“. Нижний Новгород. 2001. С. 23–29.
- [16] *Kozhevnikov I.V., Pyatakhin M.V.* // J. X-ray Sci. Technol. 2000. Vol. 8. P. 253–275.
- [17] *Барышева М.М., Вайнер Ю.А., Дроздов М.Н.* и др. // Труды 16-го Международного симпозиума „Нанозлектроника“. Нижний Новгород. 2012. Т. 2. С. 540–541.
- [18] *Teichert C., MacKay J.F., Savage D.E.* et al. // Appl. Phys. Lett. 1995. Vol. 66. N 18. P. 2346–2348.
- [19] *Кривонос Ю.С.* Канд. дис. М., 2003.
- [20] *Бибишкин М.С., Забродин И.Г., Зуев С.Ю.* и др. // Поверхность. 2005. № 2. С. 23–27.
- [21] *Барышева М.М., Забродин И.Г., Закалов Б.А.* и др. // Матер. симпозиума „Нанозфизика и нанозлектроника“. Нижний Новгород. 2010. Т. 2. С. 602–603.
- [22] *Бибишкин М.С., Забродин И.Г., Каськов И.А.* и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2004. Т. 68. № 4. С. 560.
- [23] *Montcalm C., Bajt S., Mirkarimi P.* et al. // Proc. SPIE. 1998. Vol. 3331. P. 42.
- [24] *Andreev S.S., Barysheva M.M., Chkhalo N.I.* et al. // Nucl. Instrum. Meth. A. 2009. Vol. 603. P. 80–82.
- [25] *Artyukov I.A., Bugayev Ye., Devizenko O.Yu.* et al. // Proc. SPIE. 2005. Vol. 5919. P. 94–103.
- [26] *Chkhalo N.I., Drozdov M.N., Gusev S.A.* et al. // Proc. SPIE. 2011. Vol. 8076. P. 807600.
- [27] *Loyen L., Bottger T., Braun S.* et al. // Proc. SPIE. 2003. Vol. 5038. P. 12–21.