

© 1999 р. І.М.Фодчук, А.М. Раранський, М.Л. Кшевецька,  
С.В. Баловсяк, В.В. Соболєв

Чернівецький державний університет ім.Ю.Федьковича, Чернівці

## ДОСЛІДЖЕННЯ ПАРАМЕТРІВ МІКРОШОРСТКОСТІ ПОВЕРХНІ КРИСТАЛІВ МЕТОДОМ РЕНТГЕНІВСЬКОЇ РЕФЛЕКТОМЕТРІЇ

Представлено експериментальні дослідження параметрів мікрошорсткості поверхні кристалів  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{InSb}$ ,  $\text{CdTe}$  методами дво- і трикристальної рефлектометрії, які ґрунтуються на явищі повного зовнішнього відбивання рентгенівських променів.

Experimental researches of surface microroughness of  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{InSb}$ ,  $\text{CdTe}$  crystals by methods two- and three-crystal reflectometry are submitted. These methods are based on the phenomenon of X-ray total external reflection.

Під час механічної обробки напівпровідникових кристалів необхідно отримувати підкладки високого класу чистоти. Глибина рельєфу поверхні не повинна перевищувати 0,025 мкм. Це відповідає вимогам 14 класу чистоти поверхні. Тому інформація про значення параметрів шорсткості поверхні кристалів дуже важлива на кожному етапі їх обробки і поліровки. Шорсткість поверхні оцінюється по середньому арифметичному відхиленню її профілю  $R_a$  від базової площини або по висоті мікронерівностей  $R_z$ . У деяких випадках для оцінки шорсткості використовують додаткові параметри: найбільшу висоту нерівностей профілю  $R_{max}$  та середній крок нерівностей профілю  $S$ . Існуючі оптичні методи оцінки параметрів мікрошорсткості досягли межі своїх можливостей при дослідженні поверхонь вищих класів чистоти з середньстатистичною висотою нерівностей  $R_a \leq 0,02$  мкм. Крім того, більшість методів не дозволяють безпосередньо отримувати інтегральні характеристики шорсткості поверхні.

Одним з небагатьох можливих методів отримання інтегральної оцінки шорсткості поверхні є метод рентгенівської рефлектометрії, який базується на використанні явища повного зовнішнього відбивання (ПЗВ) рентгенівського випромінювання. Дане явище реалізується завдяки тому, що показник заломлення рентгенівських променів у середовищі менший від одиниці. Спостерігається воно в невеликому кутовому інтервалі від 0 до деякого критичного кута  $\Phi_{кр}$ , який залежить від фізичних властивостей речовини зразка і є функцією довжини хвилі використа-

ного випромінювання [1]. Завдяки чутливості форми і профілю відбитого сигналу до мікрогеометрії поверхні, даний ефект можна використати для аналізу стану поверхні [1-8]. Дзеркально відбита інтегральна інтенсивність дає відносну величину площі, що перебуває у відбиваючому положенні, тобто сумарну площу ділянок, повернутих відносно базової поверхні на кути, не більші  $\pm 0,5 \Phi_{кр}$  для даної речовини.

Дослідження параметрів мікрошорсткості поверхні кристалів  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{InSb}$ ,  $\text{CdTe}$  нами проведено з допомогою інтегрального і диференціального методів [8]. Інтегральний метод полягає у вимірюванні інтегральної інтенсивності відбитого сигналу в залежності від кута падіння пучка на кристал. У диференціальному методі проводиться аналіз форми і розподілу інтенсивності профілю відбитого сигналу. Для визначення параметрів шорсткості в інтегральному методі зручно використовувати  $\Phi_{кр}$  в диференціальному методі - інтегральну інтенсивність  $I_i$  та напівширину кривої відбивання  $\Delta\theta$ .

Для проведення експериментальних досліджень створений комп'ютеризований дифрактометричний комплекс, що поєднує на одній базовій установці ДРОН-3М дво- і трикристальну схему методу рентгенівської рефлектометрії. В якості джерела рентгенівських променів використовуються стандартні рентгенівські трубки: БСВ-21, БСВ-25, БСВ-29 з  $\text{Mo}$ ,  $\text{Cu}$ ,  $\text{Co}$  анодом. Спеціально розроблена автоматизована система керування поворотами зразка і детектора, а також алгоритми і відповідне математичне забезпечення аналізу відбиваючої інтенсивності кристалом

дозволяють на кожному кроці сканування відображати на екрані дисплея інтегральну (ІК) чи диференціальну (ДК) криву ПЗВ. Отримані криві інтенсивності проходять відповідну математичну обробку (згладжування кривих, віднімання фону, оцінка помилок рахунку імпульсів) і представляються у вигляді файлів. Така послідовність заходів дозволяє при вимірюванні інтенсивності дзеркально відбитих променів не виходити за межі 5% похибки реєстрації імпульсів у всіх випадках.

Для монохроматизації, колімації і концентрації випромінювання в пучок шириною 10 мкм використано кремнієвий монохроматор з асиметричним зрізом відбиваючих (111) площин під кутом 19°.

В інтегральному методі зразок неперервно обертається навколо вертикальної осі гоніометра в межах кутів від нуля до одного градуса. Дзеркально відбитий пучок реєструється нерухомим детектором з достатньо широким вхідним вікном.

У диференціальному методі для аналізу кутового спектра дзеркально відбитого пучка використовується кристал-аналізатор. В якості аналізатора вибраний високодосконалий кристал кремнію з орієнтацією вхідної поверхні (111). Роздільна здатність трикристальної схеми дозволяє зафіксувати розширення диференціальних кривих ПЗВ на рівні 0,5 кут.с у порівнянні з напівшириною інструментальної кривої, отриманої в бездисперсійній схемі ДКС без досліджуваного кристала.

Границі застосування рентгенівської рефлектометрії, як у методі ІК ПЗВ, так і в методі ДК ПЗВ, по відношенню до напівширини функції нахилів  $F(\beta)$  мікросорсткості, визначаються умовою  $0 < \bar{\beta} < \Phi_{кр}$ . Це обмеження пов'язане з тим, що коефіцієнт дзеркального відбивання Френеля  $R_{фр}$  близький до одиниці в інтервалі  $0 < \Phi_0 < \Phi_{кр}$ . Для  $\Phi_0 > \Phi_{кр}$ ,  $R_{фр} \rightarrow 0$ , і оскільки сигнал відсутній, то інформація про рельєф поверхні не може бути отримана.

Для оптично гладких поверхонь напівширина  $\beta$  функції розподілів нахилів  $F(\beta)$  задовольняє нерівність  $\beta \ll \Phi_{кр}$ . Тоді фізичне розширення ДК ПЗВ, в порівнянні з інструментальною кривою ДКС, буде дорівнювати півширині функції розподілу нахилів [8]:

$$\beta = \Delta\alpha(\text{ДК ПЗВ}) - \Delta\alpha(\text{ДКС}). \quad (1)$$

Це значить, що для відновлення функції нахилів  $F(\beta)$  достатньо виміряти напівширини дзер-

кальної (ДК ПЗВ) і інструментальної (ДКС) кривих. У нашому випадку інструментальна величина напівширини кривої гойдання –  $\Delta\theta_0 = 1,8 \cdot 10^{-4}$  рад.

Якщо допустити, що фізичне розширення ДК ПЗВ порівняне з  $\bar{\beta} = \pi R / \sqrt{2} S$ , то мінімальне розширення ДК ПЗВ в порівнянні з інструментальною функцією (двокристальною кривою гойдання), визначеною експериментально, оцінюється величиною  $\sim 1$  кут.с, тобто  $0,5 \cdot 10^{-5}$  рад. Максимальне розширення ДК ПЗВ дорівнює критичному куту ПЗВ –  $\Phi_{кр} \approx 0,5 \cdot 10^{-2}$  рад. У даному випадку два параметри  $R_a$  і  $S_m$  у визначеному кутовому інтервалі пов'язані з вимірними значеннями напівширин ДК ПЗВ  $\Delta\theta^P$  співвідношенням:

$$\frac{R_a}{S_m} = \frac{\Delta\theta^P}{4\pi}, \text{ де } \Delta\theta^P = \delta\theta_{\text{вим}} - \theta_0. \quad (2)$$

Узявши за основу наведені параметри оцінки якості підготовки поверхонь кристалів, даний метод використали для аналізу стану поверхонь кристалів антимоніду індію, телуриду кадмію, а також кварцових скляних пластинок, легованих важкими елементами. При цьому кристали InSb (№4 і №5 діаметром 40 мм і товщиною 3 і 2 мм відповідно), і CdTe (№6 діаметром 20 мм і товщиною 3 мм) оброблялись за стандартною схемою хіміко-механічної підготовки поверхонь. Кварцові пластинки №1-3 мали діаметр 20 мм і товщину 2 мм. Пластини №1 і №3 зазнавали супертонкої фінішної обробки за спеціальною методикою. Пластина №2 оброблялась за звичайною схемою. Пластина №3 додатково оброблялась алмазною пастою АСМ-1/0 1, 5 і 15 хвилин.

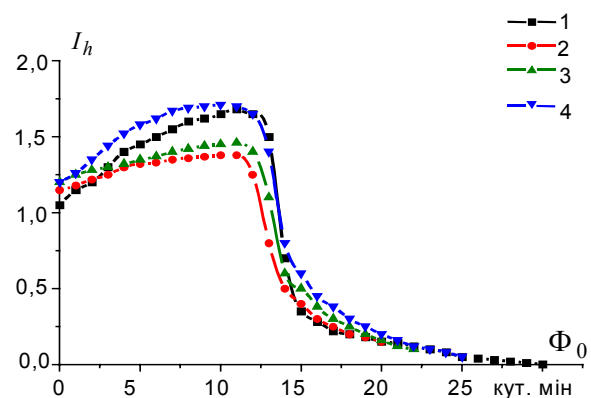


Рис.1. Інтегральні криві ПЗВ для кварцових скляних пластинок №1 (криві 2, 3) і №2 (1, 4), одержані від обох сторін зразка.

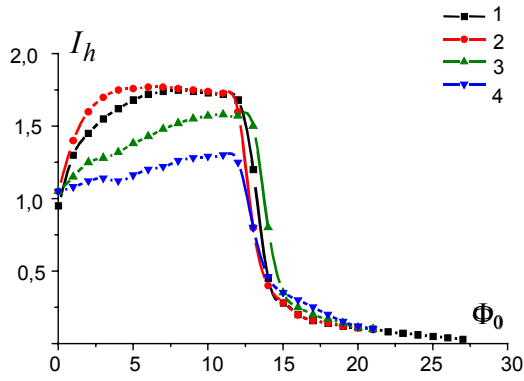


Рис.2. Інтегральні криві ПЗВ для кристалів №4 (криві 3, 4) і №5 (1,2) (InSb), одержані від обох сторін зразка.

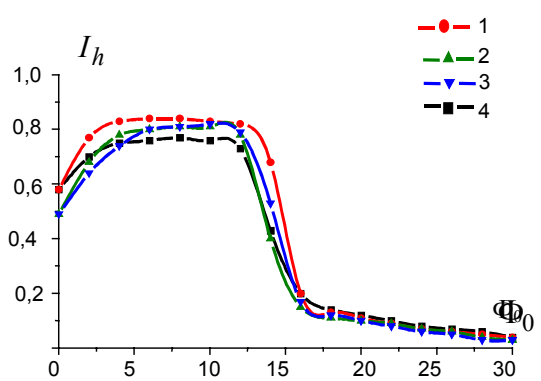


Рис.3. Кристал №3 (ІК ПЗВ). Поверхня оброблена алмазною пастою АСМ-1/0: вихідна (4), 15 хв. (1), 5 хв. (2), 1 хв. (3).

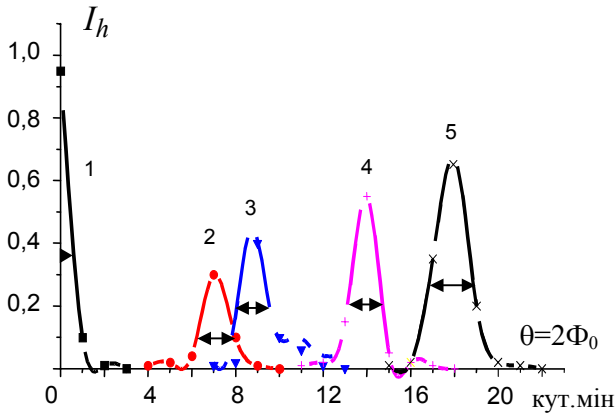


Рис.4. Кристал №1 SiO<sub>2</sub>. ДК ПЗВ, одержані для різних  $\Phi_0$ : 1 – інструментальна крива  $\Delta\theta_0$ , відношення для всіх кривих  $\Delta\theta_i/\Delta\theta_0 \sim 1,1$ .

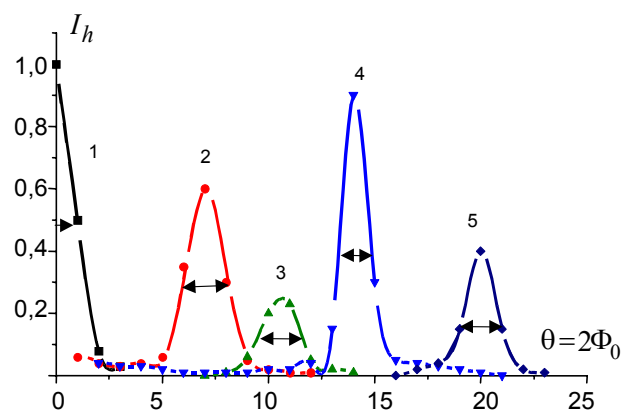


Рис.5. Диференційні криві ПЗВ зразка №4 (InSb):  $\Delta\theta_0=37$  кут.с. (1), сторона а)  $\Delta\theta_{1,2}=74$  кут.с.,  $\Phi_0=8$  і 14 кут.мін. (2 і 4 відповідно), сторона б)  $\Delta\theta_0=126$  і 111 кут.с.,  $\Phi_0=12$  і 20 кут.мін. (3 і 5 відповідно).

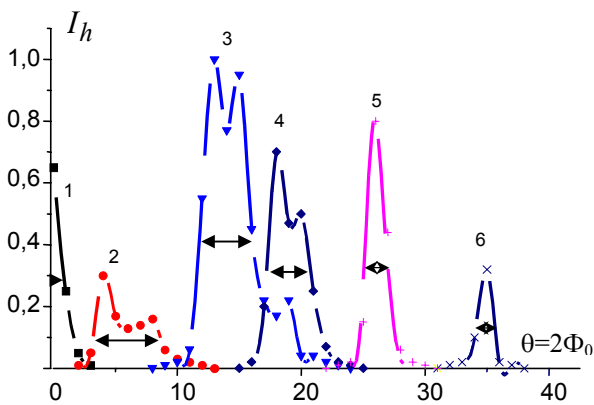


Рис.6. Диференційні криві ПЗВ для зразка №5 (InSb) при різних  $\Phi_0$ . Відношення  $\Delta\theta_i/\Delta\theta_0$  – 4,7 (крива 2), 3,8 (3), 2,7 (4), 2,2 (5), 2,1 (6).

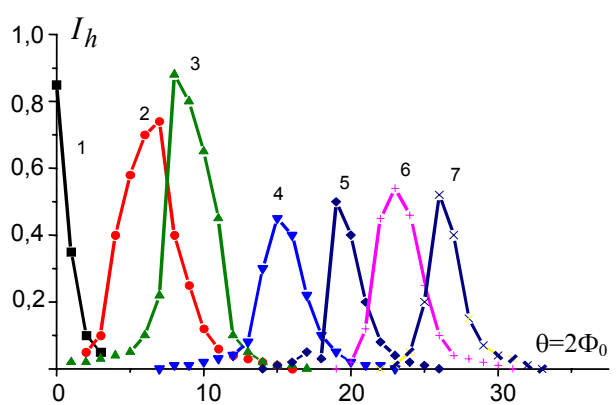


Рис.7. Диференційні криві ПЗВ для кристала №6 CdTe при різних  $\Phi_0$ . При цьому відношення  $\Delta\theta_i/\Delta\theta_0$ : 4 (крива 2); 3,4 (3), 2,9 (4), 2,6 (5), 2,6 (6), 2,6 (7).

Результати досліджень з використанням  $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -випромінювання наведені на рис.1-7 і в таблиці 1. З рентгенодифракційного аналізу випливає, що пластина №5 (InSb) має макрозгин радіусом 360 м. Про це також свідчать залежності  $I_h(2\Phi_0)$  ДК ПЗВ на рис.6, зміна форми і напівширини яких відображає не тільки зміну відношення параметрів мікросороткості, але і характер прогину пластини, зумовленого різницею в обробці протилежних сторін кристала. Тоді як залежності  $I_h(2\Phi_0)$  для зразка №4 (InSb) зберігають свої геометричні характеристики при зміні кута ковзання  $\Phi_0$ . Це підтверджує однорідність і високу якість обробки поверхні даних кристалів.

Найменший вплив у збільшення напівширини кривої гойдання  $\Delta\theta$ , а також у зміну її форми вносить розподіл нахилів мікросороткості поверхні кварцових пластинок №1 (~4,7 кут.с) і №3 (6 кут.с), підготовлених за спеціальною технологією. В таблиці 1 наведені також значення відношення  $R_a/S_m$  для пластинки №3, обробленої алмазною пастою АСМ-1/0 на протязі 1, 5 і 10 хвилин. Така обробка приводить до розширення ДК ПЗВ на 14, 21 і 29 кут.с відповідно. Значення  $R_a$  при  $S_m=1$  мм знаходяться в межах від 0,059 до 0,115 мкм.

Таблиця 1. Експериментальні параметри мікросороткості.

Кристал	$\delta\theta_{\text{вим.}}$ , $10^{-4}$ рад	$\Delta\theta^P$ , $10^{-4}$ рад	$R_a/S_m, 10^{-5}$	$R_a$ , мкм ( $S_m=10^3$ нм)
№1а $\text{SiO}_2$	2,03	0,23	0,18	0,018
№1б $\text{SiO}_2$	2,08	0,28	0,23	0,023
№2а $\text{SiO}_2$	2,54	0,74	0,59	0,059
№2б $\text{SiO}_2$	2,60	0,80	0,64	0,190
№3а $\text{SiO}_2$	2,49	0,69	0,55	0,055
№3б $\text{SiO}_2$	2,84	1,04	0,83	0,083
№3в $\text{SiO}_2$	3,25	1,45	1,15	0,115
№4а InSb	2,54	0,74	0,59	0,059
№4б InSb	2,87	1,07	0,81	0,083
№5а InSb	3,29	1,49	1,19	0,119
№5б InSb	4,81	3,01	2,39	0,239
№6 CdTe	5,78	3,98	3,17	0,317

Значно гірший стан поверхні спостерігається для зразків №6 (CdTe) (рис.7). Тут розкид значень  $\delta\theta$  досить великий. Із збільшенням кута ковзання величина розширення ДК ПЗВ зменшується. Це свідчить про те, що основний внесок в уширення диференціальних кривих вносить висота шорсткості  $R_a$ , а не період  $S_m$ , як у попередніх випадках.

## СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Алиханов А.И. Оптика рентгеновских лучей. - М: ГТТИ, 1993.
2. Еришов О.А., Брытов И.А. Отражение мягкого рентгеновского излучения от тонких слоев алюминия и хрома // Оптика и спектрометрия. - 1967. - **22**, вып.2. - С.305.
3. Афанасьев А.М., Имамов Р.М., Ломов А.А., Маргушев З.Ч., Маслов А.В. Реальная поверхность монокристалла антимонида индия по данным метода АБД. - М., 1989. - (Препр. / АН СССР. Ин-т кристаллографии: № 7).
4. Бондаренко И.В., Елисеенко Л.Г., Романова Л.С. Об определении микрошероховатости поверхности по экспериментальной зависимости коэффициента зеркального отражения рентгеновских лучей от угла скольжения // Поверхность. Физика, химия, механика. - 1989. - № 6. - С.55-60.
5. Виноградов А.В., Зорев Н.Н., Кожевников И.В., Якушкин И.Г. Об эффекте полного внешнего отражения рентгеновских лучей // ЖЭТФ. - 1985. - **89**, вып.6(12). - С.2124-2132.
6. Parrat L.G. Surface Studies of Solids by Total Reflection of X-Rays // Phys. Rev. - 1954. - **95**, No 2. - P.359-369.
7. Имамов Р.М., Кондрашкина Е.А., Новиков Д.В., Степанов С.А. Экспериментальное исследование влияния шероховатостей по поверхности кристаллов на дифракцию рентгеновских лучей в условиях полного внешнего отражения // Кристаллография. - 1987. - **32**, вып.4. - С.852-857.
8. Фодчук І.М., Раранський А.М., Кшевцецька М.Л., Баловсяк С.В. Трьохкристальна рентгенівська рефлектометрія // Науковий вісник ЧДУ. Вип. 32: Фізика. - Чернівці: ЧДУ, 1998. - С.45-52.