

Рощин Борис Сергеевич

**Строение поверхностей аморфных и
монокристаллических материалов,
отличающихся по типу химической связи,
и нанесённых на них многослойных покрытий
по данным рентгеновской рефлектометрии**

Специальность 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание учёной степени
кандидата физико-математических наук

Работа выполнена в *Учреждении Российской академии наук Институте кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН.*

Научный руководитель: *доктор физико-математических наук,
Асадчиков Виктор Евгеньевич*

Официальные оппоненты: *доктор физико-математических наук,
профессор,*

Фейгин Лев Абрамович

*доктор физико-математических наук,
профессор,*

Бублик Владимир Тимофеевич

Ведущая организация: *Московский государственный университет
имени М.В. Ломоносова*

Защита состоится « 22 » декабря 2009 г. в 11 часов на заседании диссертационного совета Д 002.114.01 при *Учреждении Российской академии наук Институте кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН*, по адресу: 119333, г. Москва, Ленинский пр-т, д. 59.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке *ИК РАН.*

Автореферат разослан « 17 » ноября 2009 г.

Учёный секретарь

диссертационного совета Д 002.114.01

к.ф.-м.н.

Каневский В.М.

Общая характеристика работы

Актуальность работы Достигнутые в последние десятилетия успехи в ряде областей науки и техники (к которым в первую очередь относятся физика полупроводников и микроэлектроника, лазерная техника, оптика видимого, ультрафиолетового и рентгеновского диапазонов) в значительной мере определяются прогрессом в области технологии изготовления сверхгладких поверхностей и нанесения на них тонкоплёночных и многослойных покрытий. Структура поверхности подложки, а именно её шероховатость, регулярность и равномерность нанорельефа могут значительно влиять на условия роста наносимых плёночных структур. Методы контроля этих параметров структуры поверхности можно разделить на два класса:

- методы, основанные на дифракции электромагнитного излучения на неоднородной границе раздела сред (оптические и рентгеновские);
- прямые методы контроля микрорельефа: механическая профилометрия, атомно-силовая и туннельная микроскопия.

Перспективность рентгеновских методов определяется тем, что длина волны жёсткого рентгеновского излучения сравнима с характерными размерами изучаемого рельефа. Кроме этого, возможность изменять глубину проникновения зондирующего пучка (путём изменения угла скольжения) от нескольких нанометров в области полного внешнего отражения, до нескольких микрон вне её, делает рентгеновское излучение незаменимым инструментом для исследования тонких плёнок и многослойных структур, в том числе непосредственно в процессе их изготовления.

Цели и задачи диссертационной работы

1. Развитие методики измерения параметров шероховатости изотропных поверхностей для исследования регулярного нанорельефа.

2. Создание оборудования для исследования параметров нанорельефа.
3. Применение разработанных методик и созданного оборудования для исследования монокристаллов сапфира и теллурида кадмия, а также некоторых некристаллических материалов для получения прототипов новых устройств на базе этих материалов либо улучшения параметров создаваемых изделий.
4. Участие в разработке международной методики проведения рефлектометрических измерений и разработке соответствующего международного стандарта.

Научная новизна

1. Теоретически обоснована и экспериментально подтверждена новая рентгеновская методика определения параметров регулярного нанорельефа, основанная на эффекте полного внешнего отражения рентгеновских лучей.
2. Впервые методом рефлектометрии установлено изменение структуры приповерхностного слоя монокристаллического лейкосапфира в результате термообработки. Установлено, что в этих условиях вблизи поверхности присутствует слой пониженной плотности толщиной до 5 нм. Этот экспериментальный результат соответствует теоретическим расчётам.
3. Метод рентгеновского рассеяния впервые применён для анализа шероховатости поверхности монокристаллического теллурида кадмия, что позволило улучшить технологию обработки поверхностей этих монокристаллов и достичь значений шероховатости, ранее обнаруженных лишь на сколах данных монокристаллов.
4. Впервые экспериментально установлено, что коэффициент отражения многослойных оптических зеркал с суммарной толщиной покрытия более одного микрона зависит от шероховатости подложки. Причём до-

стижение высоких коэффициентов отражения (0,999 и выше) требует, чтобы подложка обладала шероховатостью не более 0,25 нм.

Практическая значимость

1. В ходе работы при участии автора произведена государственная регистрация методики «ГСИ. Параметры шероховатости сверхгладких поверхностей. Методика выполнения измерений рентгеновским методом»;
2. Полученные автором результаты привели к созданию первых в нашей стране стриповых детекторов ионизирующего излучения на основе теллурида кадмия, позволили повысить коэффициент отражения зеркал серийно выпускаемых лазерных гироскопов, а также привели к созданию нового типа дифракционных решёток на базе наноструктурированного лейкосапфира, годных для оптического и рентгеновского диапазонов длин волн электромагнитного излучения.

На защиту выносятся следующие основные результаты и положения:

1. Рентгеновская методика определения параметров нанорельефа позволяет надёжно определять шероховатость поверхности в диапазоне 0,1–1 нм, значение периода регулярного нанорельефа в диапазоне 0,1–10 мкм, степень изменения его по исследуемой поверхности, а также его ориентацию.
2. На основании требований рентгеновской методики определения параметров нанорельефа автором создана установка для рефлектометрических исследований со следующими параметрами:
 - максимальный угол сканирования — 3 градуса при использовании позиционно-чувствительного детектора;
 - точность перемещения образца — 2 угловых секунды;

- частотный диапазон измерений функции спектральной плотности мощности высот шероховатости: $0,05 - 10 \text{ мкм}^{-1}$.

3. Коэффициент отражения многослойных зеркал лазерных гироскопов зависит от шероховатости применяемых подложек. Увеличение коэффициента отражения возможно при уменьшении шероховатости подложек до уровня $0,25 \text{ нм}$ и менее.

Апробация работы. Материалы, вошедшие в диссертационную работу, докладывались на молодёжном конкурсе научных работ ИК РАН в 2007 и 2008 годах, где были отмечены премиями. Результаты работы докладывались на следующих семинарах и конференциях: Международная научно-техническая школа-конференция «Молодые ученые - 2005», Москва, 2005 г.; The International Conference “Micro- and nanoelectronics - 2005”. Звенигород, 2005 г.; V Национальная конференция по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования материалов. Москва, 2005 г.; X симпозиум «Нанозифика и нанозлектроника». Нижний Новгород, 2006 г.; XVI Международная конференция по использованию синхротронного излучения «СИ-2006». Новосибирск, 2006 г.; XII Национальная конференция по росту кристаллов. Москва, 2006 г.; Первая международная научная школа-семинар «Современные методы анализа дифракционных данных». Великий Новгород, 2007 г.; 13th International Conference on Experimental Mechanics Experimental Analysis of Nano and Engineering Materials and Structures. Alexandroupolis, Greece, 2007; VI Национальная конференция по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и Электронов для исследования материалов. Москва, 2007 г.; Research course “New Materials in New Light”. Hamburg, Germany, 2008; Вторая международная научная школа-семинар «Современные методы анализа дифракционных данных». Великий Новгород, 2008 г.; Четвертый международный научный

семинар «Современные методы анализа дифракционных данных (топография, дифрактометрия, электронная микроскопия)». Великий Новгород, 2008 г.; XIII Национальная конференция по росту кристаллов. Москва, 2008 г.

Публикации. Материалы диссертации опубликованы в 30 печатных работах, из них 7 статей в рецензируемых журналах, 2 статьи в сборниках трудов конференций и более 20 тезисов докладов на российских и международных конференциях.

Личный вклад автора в подготовке и проведении всех рентгеновских экспериментов был решающим. Он участвовал в обработке большей части экспериментальных результатов. При создании новой экспериментальной установки автор лично разработал идеологию автоматизации эксперимента и осуществил автоматизацию эксперимента, включая разработку программного обеспечения. Автором разработана часть программ для обработки результатов атомно-силовых экспериментов. Эти программы были использованы им для сравнения данных рентгеновского рассеяния и атомно-силовой микроскопии и могут быть использованы в будущем другими исследователями.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов, списка работ по материалам диссертации и списка цитируемой литературы. Работа изложена на 136 страницах, включая 68 рисунков.

Содержание работы

Во Введении обоснована актуальность диссертационной работы, необходимость развития экспериментальных и теоретических методик по теме диссертации, а также экспериментального оборудования. Обоснован выбор объектов исследования.

В первой главе приводится литературный обзор методик анализа по-

верхностного нанорельефа и освещены вопросы получения регулярного нанорельефа на поверхностях кристаллов. В первом разделе главы рассмотрены теоретические аспекты подходов к измерению параметров нанорельефа поверхностей, основанных на эффекте полного внешнего отражения рентгеновских лучей. Показано, что в рамках теории возмущений, функция спектральной плотности мощности высот шероховатости (PSD) связана с индикатрисой рассеяния следующей формулой [1]:

$$\Pi(\theta) = \int \Phi(\theta, \phi) d\phi = \frac{1}{W_{inc}} \frac{dW_{scat}}{d\theta} = \frac{k^3 |1 - \varepsilon_+|^2 |t(\theta_0)t(\theta)|^2}{16\pi \sin \theta_0 \sqrt{\cos \theta_0 \cos \theta}} \times PSD_{1D}(\nu); \quad (1)$$

$$t(\theta) = \frac{2 \sin \theta}{\sin \theta + \sqrt{\varepsilon_+ - \cos^2 \theta}}; \quad \nu = \frac{1}{\lambda} |\cos \theta_0 - \cos \theta|; \quad \varepsilon_+ = 1 - \delta + i\gamma, \quad (2)$$

где $\Phi(\theta, \phi)$ – двумерная индикатриса рассеяния; dW_{inc} – мощность излучения, падающего на поверхность; dW_{scat} – мощность, рассеянная в интервале углов $d\theta$; $PSD_{1D}(\nu)$ – одномерная спектральная плотность мощности поверхностных шероховатостей; $t(\theta)$ – амплитудный коэффициент прохождения для идеально гладкой поверхности; δ описывает поляризуемость вещества, γ – поглощение.

$\Pi(\theta)$ выражена через одномерную PSD-функцию, которая является косинус-Фурье-преобразованием от автокорреляционной функции рельефа:

$$PSD_{1D}(\nu) = 4 \int C(\rho) \cos(2\pi\nu\rho) d\rho \quad (3)$$

Хотя PSD-функция и представляет достаточно полное статистическое описание шероховатой поверхности, бывает полезно использовать также интегральные параметры шероховатости. В связи с этим вводится понятие эффективной высоты шероховатости σ_{eff} :

$$\sigma_{eff}^2 = \int_{\nu_{min}}^{\nu_{max}} PSD(\nu) d\nu \quad (4)$$

Ясно, что эффективная высота шероховатости (4) имеет смысл, если определён интервал пространственной частоты, по которому проводится интегрирование. В частности, при $\nu_{min} \rightarrow 0$ и $\nu_{max} \rightarrow \infty$, значение σ_{eff} сводится к точной в математическом смысле среднеквадратичной высоте шероховатости.

Второй раздел главы посвящён теоретическому описанию прямой и обратной задачи рентгеновской рефлектометрии. Большая часть результатов автора получена с использованием алгоритма, представленного в [2]. Алгоритм восстанавливает распределение поляризуемости по глубине ($\delta(z)$).

Третий раздел содержит краткий обзор работ по атомно-силовой микроскопии.

В четвёртом разделе описаны условия формирования нанорельефа на поверхностях монокристаллов с различными типами химической связи.

Во второй главе подробно рассмотрены ранее созданные методики и оборудование для проведения рефлектометрических экспериментов.

Эти результаты использованы автором для создания на базе двухкристального топографического спектрометра новой лабораторной установки, чему посвящена **глава 3**. Проведённые автором работы включают:

1. Замену источника рентгеновского излучения;
2. Включение в рентгеновский тракт параболического зеркала;
3. Замену сцинтилляционного детектора;
4. Установку одномерного координатного детектора;
5. Изготовление дополнительной оснастки для специфических образцов;
6. Создание новой системы автоматизации эксперимента.

На рис. 1 представлена схема созданного дифрактометра.

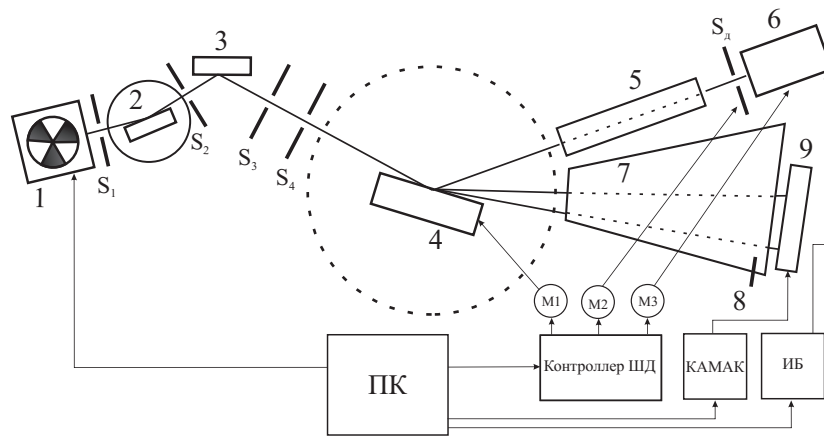


Рис. 1: Схема дифрактометра ДТСМ: 1 – рентгеновская трубка; 2 – вакуумируемый узел параболического зеркала; 3 – кристалл-монокроматор Ge(220); S1 – апертурная щель; S2, S3, S4 – трёхщелевой коллиматор первичного пучка; 4 – исследуемый образец; 5,7 – вакуумные объёмы; Sд - приёмная щель детектора; 6 – детектор SCSD-4; M1, M2, M3 – шаговые двигатели управления образцом, детектором и щелью Sд; 8 – ограничитель отражённого пучка; 9 – координатный детектор.

В результате удалось уменьшить угловой шаг до 2 угловых секунд. Применение современного отечественного сцинтилляционного детектора SCSD-4 с максимальной скоростью счета до 10^6 имп./сек. позволило уменьшить число промежуточных операций в процессе эксперимента, сократить время его проведения и повысить достоверность.

Введение в рентгеновский тракт параболического зеркала привело к уменьшению паразитного рассеяния на далёких крыльях рентгеновского пучка с 1,8 до 0,5 имп./сек. Это позволило расширить угловой диапазон измерений до 3° , что соответствует максимальной пространственной частоте измеряемых функций спектральной плотности мощности поверхностных шероховатостей $\nu_{max} = 10 \text{ мкм}^{-1}$.

Четвёртая глава состоит из двух разделов. Первый из них посвящён рассмотрению вопроса об использовании кристаллов-монокроматоров различной степени совершенства для проведения рефлектометрических экспериментов.

Представленные в этом разделе экспериментальные данные, модельные расчёты и результаты решения обратной задачи рентгеновской рефлектометрии показывают, что в тех случаях, когда при проведении рефлектометрических экспериментов ставится задача определения оптических констант плёнки и подложки, а также толщины самой плёнки, следует создавать как можно более узкий и монохроматичный рентгеновский пучок. Если же значения δ для плёнки и подложки заведомо известны, использование менее совершенного монохроматора позволяет существенно сократить время эксперимента для плёнок толщиной менее 100 нм. Это утверждение тем вернее, чем больше разница в значениях диэлектрической проницаемости подложки и нанесённого на неё покрытия.

Полученные выводы автор использовал при выполнении работ, представленных во втором разделе данной главы, где описаны результаты рефлектометрических исследований для одних и тех же образцов, проведённых в разных лабораториях мира в рамках проекта VAMAS A10.

Исследования проводились для двух типов образцов, схематическое описание которых представлено на рис. 2.

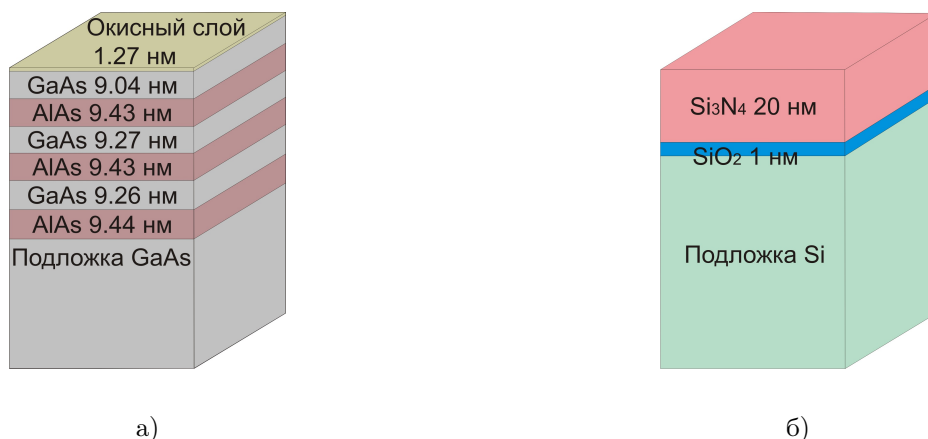


Рис. 2: Схематическое представление исследованных образцов: серия 1 — 3 пары слоёв GaAs/AlAs (а), серия 2 — плёнка нитрида кремния на кремниевой подложке (б).

Исследования этих образцов автор проводил как с использованием линейного позиционно-чувствительного детектора, так и с использованием сцин-

тилляционного детектора. В обоих случаях применялся монохроматор из совершенного монокристалла кремния, длина волны рентгеновского излучения составляла 0,154 нм ($K_{\alpha 1}$ -линия меди). Показано, что использование традиционного сцинтилляционного детектора позволяет зарегистрировать меньшие значения интенсивности, чем при применении линейного позиционно-чувствительного детектора. Однако использование детектора второго типа позволяет зарегистрировать не только зеркально отражённое, но и рассеянное излучение. Экспериментальные кривые, полученные автором и другими участниками международного проекта VAMAS A10, представлены на рис. 3а. Результаты решения обратной задачи в сравнении с экспериментальными данными представлены на рис. 3б.

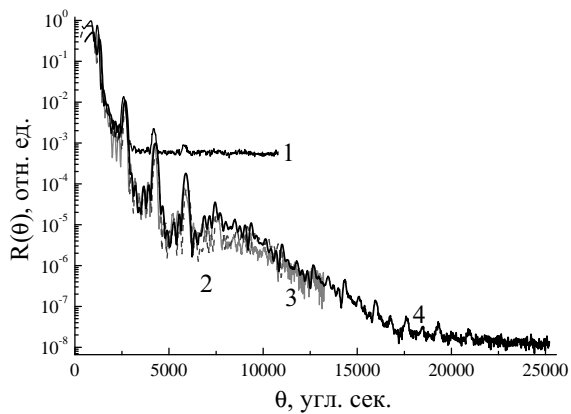
Результаты сравнения различных методов решения обратной задачи для данного типа образцов приведены в таблице 1.

Мы видим, что результаты восстановления, проведённые по различным методикам, позволяют выявить с точностью до 0,5 нм распределение электронной плотности в сложной многослойной структуре, исследованной участниками проекта.

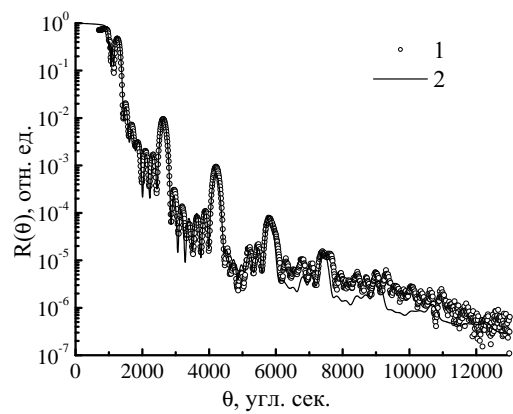
Разброс в результатах может быть частично обоснован изменениями в верхнем слое ввиду процессов адсорбции и окисления. Внутренние же слои достаточно стабильны. Кроме того, в использованных алгоритмах восстановления по-разному учитывается изменение плотности в слоях, что также может обусловить различие в получаемой информации о толщинах.

Экспериментальные данные, полученные для образца серии 2, представлены на рис. 4а. На рис. 4б представлены результаты решения обратной задачи, полученные на основании экспериментальных данных автора.

Экспериментальная и рассчитанная кривые хорошо соответствуют друг другу вплоть до падения интенсивности на 7 порядков. В настоящее время на лабораторных рентгеновских установках такое падение интенсивности удаёт-



а)



б)

Рис. 3: Угловые зависимости коэффициента отражения для образца серии 1: а) Экспериментальные кривые, измеренные в лабораториях: Отделение физики конденсированного состояния университета Ле Ман, Франция (1), Национальный метрологический институт Японии (2), ИК РАН (3), Bruker AXS (4); б) эксперимент (1) и кривая, соответствующая результату восстановления (2).

Таблица 1: Результаты восстановления структуры образцов серии 1.

Номер слоя	0	1	2	3	4	5	6
Результаты, полученные координатором проекта VAMAS A10							
Средняя толщина, нм	1,26	9,1	9,48	9,42	9,5	9,44	9,58
Абс. погрешность, нм	0,42	0,31	0,08	0,05	0,06	0,03	0,05
Отн. погрешность, %	33,3	3,4	0,9	0,6	0,6	0,4	0,5
Результаты, полученные в ИК РАН							
Средняя толщина, нм	0,75	9,4	9,71	9,69	9,67	9,63	9,8
Абс. погрешность, нм	0,75	0,7	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1
Отн. погрешность, %	100,0	3	7,5	2,0	2,1	2,1	1,0

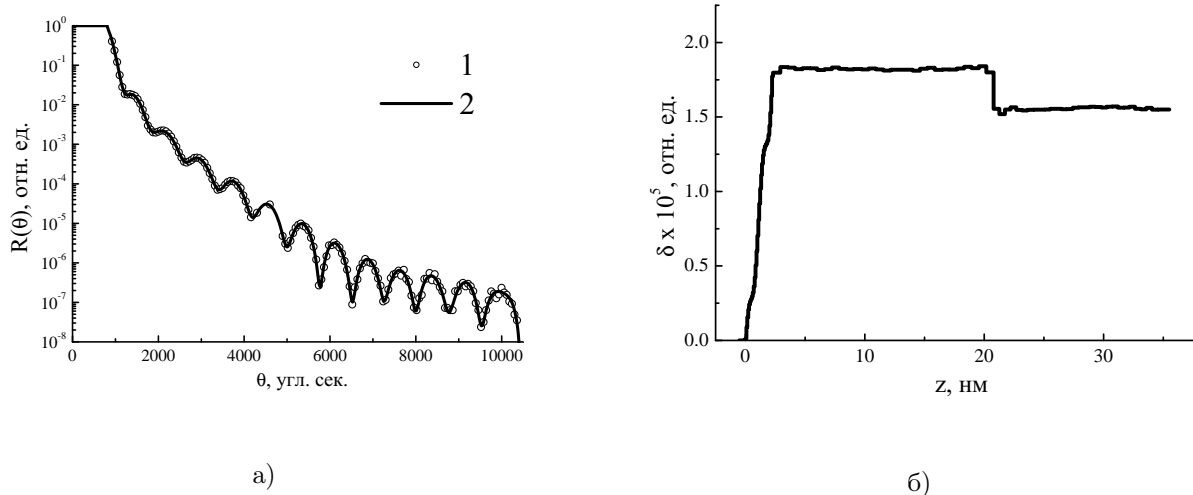


Рис. 4: Для образца серии 2: а) Угловые зависимости коэффициента отражения — эксперимент (1) и смоделированная кривая (2); б) Восстановленный профиль диэлектрической проницаемости.

ся зарегистрировать лишь с использованием сцинтилляционных детекторов.

Результаты восстановления показывают, что граница раздела между плёнкой и подложкой очень резкая и не имеет интерслоя. В то же время на поверхности плёнки ясно виден адгезионный слой толщиной около 2 нм.

В пятой главе описаны экспериментальные исследования параметров нанорельефа методом рентгеновского рассеяния поверхностей различных материалов. В первом разделе главы описаны исследования полированных подложек из ситалла и нанесённых на них многослойных интерференционных покрытий (МИС), а также полированных кристаллов теллурида кадмия и их сколов. Исследования полированных поверхностей подложек из лейкосапфира со стохастическим и регулярным нанорельефом вынесены во второй раздел главы. Названные материалы подложек (ситалл, теллурид кадмия и лейкосапфир) отличаются по структуре, типу химической связи и ряду физических свойств и поэтому достаточно широко используются.

В частности, ситалл, ввиду сверхнизкого коэффициента температурного расширения, нашёл применение в изготовлении элементов кольцевых лазерных гироскопов (КЛГ). При исследовании подложек зеркал КЛГ, а также по-

верхностей их корпусов, с помощью методов рентгеновского рассеяния (РР) и атомно-силовой микроскопии (АСМ) было выявлено двукратное различие в эффективной высоте шероховатости у двух разных заводов-изготовителей (см. табл. 2).

Таблица 2: Параметры подложек и зеркал КЛГ.

№ Образца	В9205	О227	О313
Эффективная высота шероховатости подложки, $\nu = 0,05 \div 5,1 \text{ мкм}^{-1}$, нм	0,25	0,48	0,55
Эффективная высота шероховатости поверхности МИС, $\nu = 0,05 \div 5,1 \text{ мкм}^{-1}$, нм	0,36	0,5	0,9
Коэффициент отражения зеркал на рабочей длине волны $\lambda = 633 \text{ нм}$	0,9989	0,9987	0,9985
Коэффициент отражения зеркал на длине волны $\lambda = 0,154 \text{ нм}$ на 4-м побочном максимуме	0,26	0,15	0,11

Исследования МИС, нанесённых на эти подложки, показывают, что шероховатость внешней поверхности зеркального покрытия всегда выше шероховатости его подложки, хотя толщина многослойного зеркала значительна и составляет $\approx 1,7 \text{ мкм}$. Особенно важен вывод о том, что коэффициент отражения зеркала, как на рабочей длине волны, так и в рентгеновском диапазоне, тем ниже, чем выше шероховатость его подложки.

Таким образом, при участии автора, удалось существенно улучшить качество обработки поверхности подложек для зеркал КЛГ, что позволило увеличить коэффициент отражения на рабочей длине волны и улучшить параметры самих КЛГ.

Теллурид кадмия является перспективным материалом для изготовления детекторов электромагнитного и ядерного излучения. Нами было показано, что наиболее низкие значения эффективной шероховатости достигаются на сколах кристаллов по плоскости спайности (110) ($\sigma = 0,8 \text{ нм}$). Однако,

для изготовления приборов используются кристаллы с ориентацией (111). Для этих граней не характерно наличие спайности, поэтому их обработка является отдельной задачей. Оказывается, что при механической обработке таких поверхностей, шероховатость остаётся значительной ($\sigma = 1,8$ нм). Это обусловлено невысокой твёрдостью данного материала. Уменьшение эффективной шероховатости возможно лишь при механохимической обработке поверхности. В результате подбора полирующих травителей удаётся достичь значений шероховатости менее 0,8 нм на обеих полярных плоскостях. Эти значения соответствуют шероховатости скола, что, по-видимому, является минимально достижимым значением для данного материала на сегодняшний день. Следует отметить, что изучение поверхности теллурида кадмия методом АСМ затруднено ввиду образования на поверхности окисных пленок.

Полученные автором результаты явились одним из факторов, обеспечившим создание в ИРЭ РАН первого в нашей стране прототипа стрипового рентгеновского детектора, который в настоящее время проходит испытания.

Исходя из литературных данных можно считать установленным, что появление регулярного нанорельефа на сапфировых пластинах происходит в результате их термообработки в случаях, когда поверхность пластин несколько разориентирована относительно базовой грани (0001). Параметры регулярных наноструктур (РНС) определяются разориентацией поверхности относительно базовой кристаллографической плоскости и режимами термообработки. Нами показано, что эффективная высота шероховатости поверхности подложек, на которых требуется создать РНС, не должна превышать 0,2 нм. Путём подбора режимов и времени полировки с осуществлением выборочного контроля пластин методом РР и АСМ, удалось достичь стабильного уменьшения высоты шероховатости с 0,51 нм до 0,15 нм, что соответствует мировому уровню (см. рис. 5).

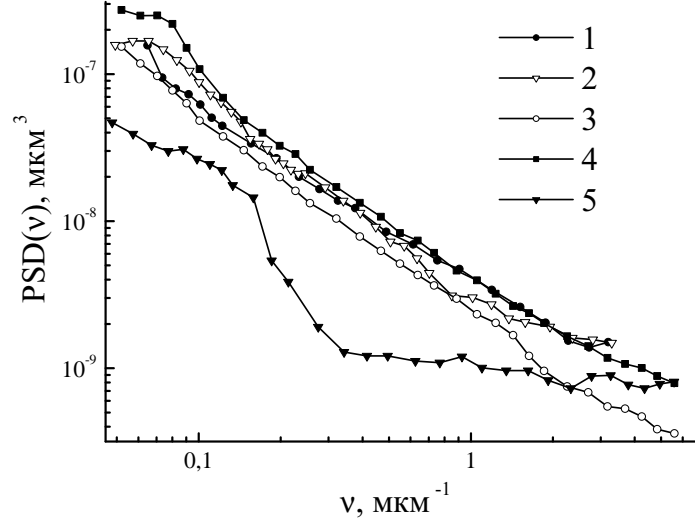


Рис. 5: PSD-функции подложек сапфира, изготовленных различными производителями, рассчитанные по данным РР (в скобках приведено значение σ_{eff} в нанометрах): 1 – США (0,18); 2 – Япония (0,15); 3 – Швейцария (0,15); 4,5 – Россия, ИК РАН (0,18 и 0,11).

Ранее понятие PSD-функции применялось для поверхностей со стохастическим распределением рельефа. В случае наличия на поверхности РНС, возникает зависимость PSD-функции от направления. Нами показано, что при таких условиях, расчёт PSD-функции по данным АСМ следует производить вдоль выбранного направления, по соответствующему сечению автокорреляционной функции:

$$PSD(\nu_x) = \int_{-\infty}^{\infty} C(x, 0) e^{2\pi i \nu_x x} dx, \quad (5)$$

где $C(x, 0)$ – сечение двумерной автокорреляционной функции вдоль направления x .

Определённая таким образом PSD-функция соответствует рентгеновским измерениям. Из общих соображений можно заключить, что регулярность структуры приведёт к появлению на PSD-функции такой поверхности пика. Пространственная частота максимума этого пика будет соответствовать

периоду нанорельефа. Следовательно, получить информацию о регулярном поверхностном нанорельефе с помощью рентгеновского рассеяния возможно лишь в том случае, если частота, соответствующая периоду РНС, лежит в пределах частотного диапазона метода, или, проще говоря, в пределах углового диапазона измерений. Отметим также, что максимальная область сканирования в АСМ обычно имеет размеры до 100x100 мкм. Поэтому возникает вопрос, насколько наблюдаемый в атомно-силовом микроскопе рельеф сохраняется по всей поверхности образца.

Результат сопоставления PSD-функций по данным РР и АСМ для образца с периодом $T_0 = 220$ нм, представлен на рис. 6а.

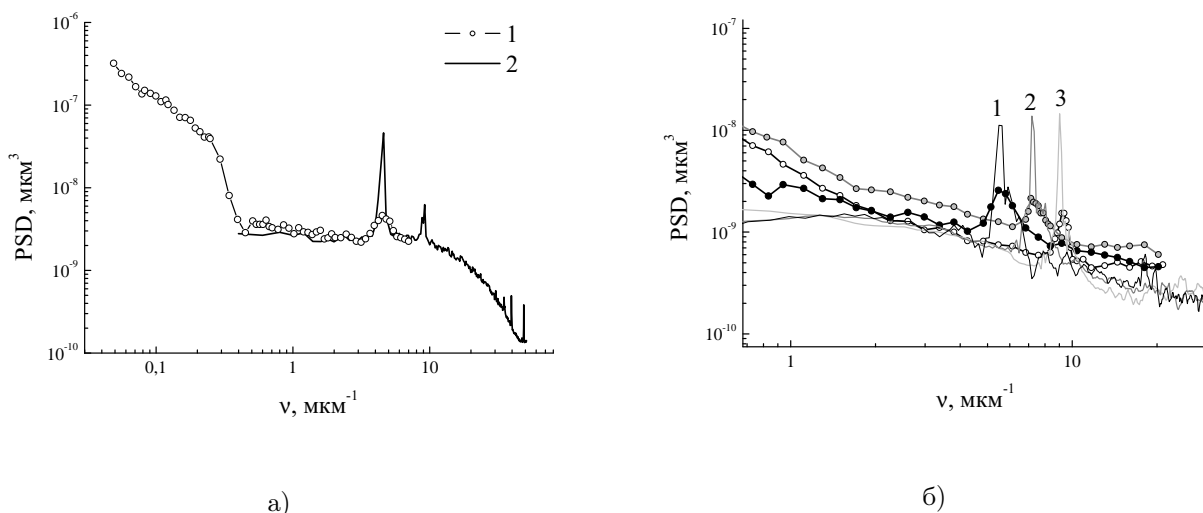


Рис. 6: а) PSD-функции поверхности поверхности образца сапфировой подложки №1 с регулярным рельефом, полученные по данным РР (1) и АСМ (2); б) PSD-функции поверхности образца сапфировой подложки №2 с регулярным нанорельефом, полученные по данным РР (точки) и АСМ (линии) при углах 60° (1), 90° (2) и 105° (3) относительно базового среза.

Существенно меньшая интенсивность пика на PSD-функции, полученной методом РР по сравнению с АСМ свидетельствует о том, что в макромасштабе РНС оказывается более разупорядоченной. Результаты количественной оценки степени разупорядоченности структуры (ΔT), проведённые исходя из ширины пиков ($\Delta \nu$) на соответствующих PSD-функциях для двух исследуемых

дованных образцов, представлены в таблице 3.

Таблица 3: Сравнение параметров пиков на PSD-функциях поверхностей двух сапфировых подложек, полученных по данным РР и АСМ.

Метод	ν_0 , мкм ⁻¹	$\Delta\nu$, мкм ⁻¹	T_0 , нм	ΔT , нм	I, нм
Образец №1					
РР	4,5	1,8	222	89	0,08
АСМ	4,6	0,4	217	19	0,13
Образец №2					
РР	9,2	1,2	109	14	0,04
АСМ	9,0	0,3	111	4	0,07

Отметим, что для одного из образцов степень разупорядоченности структуры не превосходит 14 нм на площади более 1 см².

Автором впервые указано, что исследованные им лейкосапфировые пластины с упорядоченным рельефом можно рассматривать как рентгеновские дифракционные решётки. Причём важно, что положение дифракционного пика на индикатрисе рассеяния зависит от азимутального положения образца, которое и определяет усреднённое по всей поверхности значение эффективного периода:

$$T_{eff} = \frac{T}{\sin \alpha}; \quad T = 1/\nu_{eff}, \quad (6)$$

где α – угол между направлением вдоль рельефа и направлением распространения рентгеновского пучка, ν_{eff} – пространственная частота пика, соответствующего периоду рельефа.

Используя выражение (6), мы получаем возможность непосредственно из рентгеновских измерений (рис. 6б) установить направление РНС относительно базового среза с достаточно высокой точностью. В частности, для одного из исследованных образцов, направление РНС относительно базово-

го среза составило 37° . Это значение связано с направлением разориентации поверхности образца относительно базовой плоскости.

Информация о направлении РНС и разбросе их периодов важна при использовании наноструктурированных подложек для выращивания на них плёночных структур и различных наноконплексов.

Основные результаты и выводы

1. Разработана методика контроля параметров регулярных наноструктурированных поверхностей с высотой шероховатости на уровне $0,1 - 1$ нм, основанная на анализе углового распределения рассеянного рентгеновского излучения в условиях полного внешнего отражения. Получены теоретические выражения, позволяющие описать особенности рентгеновского рассеяния на ступенчатых наноструктурах. Созданная методика позволяет с точностью до 1 градуса установить ориентацию периодического нанорельефа, определить его средний период и степень разупорядоченности по всей исследуемой поверхности, а также эффективную высоту шероховатости поверхности.
2. Установлено, что при периоде повторяемости нанорельефа до 200 нм, его нерегулярность по поверхности для ряда образцов не превосходит 15% от величины периода на площади порядка 100 мм^2 , при этом эффективная высота шероховатости не превосходит $0,2$ нм. Показано, что экспериментальные результаты, полученные по данным рентгеновского рассеяния и атомно-силовой микроскопии, находятся в хорошем соответствии. При этом, воспроизводимость рентгеновских измерений подтверждается исследованиями, проведёнными на двух разных установках.
3. На базе двухкристального рентгеновского топографического спектро-

метра создана новая экспериментальная установка для контроля параметров шероховатости, позволившая расширить угловой диапазон измерений и в результате увеличить диапазон пространственных частот, где измеряются функции спектральной плотности мощности высот шероховатости с 5 до 10 мкм⁻¹ при минимальном значении 0,05 мкм⁻¹.

4. В рамках международного проекта VAMAS A10 в 20 различных лабораториях, в том числе при участии автора впервые выполнено рефлектометрическое исследование идентичных образцов, обладающих стохастическим распределением шероховатости. Установлено, что экспериментальные данные, полученные российским участником проекта, на отечественном оборудовании, созданном при участии автора, позволяют точно восстановить распределение электронной плотности в сложной многослойной структуре. Проведённые работы позволили выработать проект международных рекомендаций по проведению рефлектометрических измерений.
5. При участии автора разработана технология обработки поверхности монокристаллов теллурида кадмия, позволяющая получить шероховатость поверхности менее 1 нм, что соответствует шероховатости сколов данных монокристаллов и на сегодняшний день является предельно достижимым значением. Эта технология нашла применение при изготовлении первых в нашей стране стриповых детекторов ионизирующего излучения на основе теллурида кадмия.
6. При исследовании зеркал для лазерных гироскопов было впервые установлено, что коэффициент отражения этих зеркал как в оптическом, так и в рентгеновском диапазоне зависит от шероховатости подложки. В результате работы удалось уменьшить шероховатость подложки до 0,25 нм, что привело к увеличению коэффициента отражения зеркал в оптическом диапазоне на длине волны 633 нм с 0,998 до 0,9989.

Цитированная литература

- [1] *А.В. Виноградов, И.В. Кожевников.* Рентгеновское рассеяние на слабошероховатых поверхностях // *Труды ФИАН.* — 1989. — Т. 196. — С. 31.
- [2] *I. V. Kozhevnikov.* Physical analysis of the inverse problem of X-ray reflectometry // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A.* — 2003. — Vol. 508. — Pp. 519–541.

Основные публикации по материалам диссертации

1. *M.L. Zanaveskin, Yu.V. Grishchenko, A.L. Tolstikhina, V.E. Asadchikov, B.S. Roshchin, V.V. Azarova.* The surface roughness investigation by the atomic force microscopy, x-ray scattering and light scattering // *Proceedings of SPIE. Micro- and Nanoelectronics.* — 2005. — Vol. 6260. — Pp. 62601A-1 – 62601A-9.
2. *В.М. Каневский, Ю.М. Иванов, А.Н. Поляков, М.Д. Зенкова, М.Ш. Акчурин, В.Е. Асадчиков, Б.С. Роцин и др.* Исследование шероховатости поверхности подложек из совершенных монокристаллов CdTe // *Поверхность. Рентгеновские, нейтронные и синхротронные исследования.* — 2006. — №12. — С. 12–14.
3. *М.Л. Занавескин, И.С. Занавескина, Б.С. Роцин и др.* Исследование шероховатости поверхности методами атомно-силовой микроскопии, рентгеновского рассеяния и дифференциального рассеяния света // *Вестник МГУ. Серия 3. Физика. Астрономия.* — 2006. — №3. — С. 80–82.
4. *И.В. Кожевников, В.Е. Асадчиков, А.С. Воронов, Б.С. Роцин и др.* Конструирование, изготовление и исследование многослойных широкополосных зеркал рентгеновского диапазона // *Кристаллография.* — 2006. — Т.51, №6. — С. 1146–1152.

5. *B.S. Roshchin, V.E. Asadchikov, A.V. Buzmakov et al.* Diffractometer With a Mobile X-Ray Tube-Detector System // Proceedings of the 13th International Conference on Experimental Mechanics. Experimental Analysis of Nano and Engineering Materials and Structures / Ed. by E. Gdoutos.— 2007.— P. 919.
6. *В.Е. Асадчиков, А.В. Буташин, Ю.О. Волков, Ю.В. Грищенко, А.Н. Дерябин, М.Л. Занавескин, В.М. Каневский, И.В. Кожевников, Б.С. Роцин и др.* Неразрушающие методы контроля нанорельефа поверхности на примере сапфировых подложек // *Заводская лаборатория*. — 2008. — Т.74,№10. — С. 21–24.
7. *М.Л. Занавескин, Б.С. Роцин, Ю.В. Грищенко и др.* Связь шероховатости подложки с потерями света на интерференционных зеркальных покрытиях // *Кристаллография*. — 2008. — Т.53,№4. — С. 701–707.
8. *И.В. Якимчук, Б.С. Роцин, И.В. Кожевников и др.* Исследование эффекта шепчущей галереи на сферической поверхности в жестком рентгеновском диапазоне // *Кристаллография*. — 2008. — Т.53,№6. — С. 1111–1117.
9. *А.Е. Благов, П.А. Просеков, Ю.В. Грищенко, М.Л. Занавескин, Б.С. Роцин и др.* Особенности рентгеновской дифракции на монокристаллах сапфира с наноструктурированной поверхностью // *Поверхность*. — 2009. — №6. — С. 30–33.