

УДК 538.9

## ИССЛЕДОВАНИЕ ФАКТОРА КОРРЕЛЯЦИИ РЕЛЬЕФОВ ПОДЛОЖКИ И МНОГОСЛОЙНОГО ПОКРЫТИЯ МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

© 2013 г. Ю. В. Грищенко, М. Л. Занавескин

НБИКС-Центр НИЦ “Курчатовский институт”, Москва  
E-mail: grishchenko.jv@gmail.com

Поступила в редакцию 18.04.2012 г.

Разработан метод изучения корреляции рельефов подложки и пленочного покрытия методом атомно-силовой микроскопии, позволяющий рассчитать фактор корреляции, являющийся функцией пространственной частоты. Установлен диапазон пространственных частот, в котором рассчитываемый фактор корреляции является достоверным. С помощью предложенного метода для многослойных интерференционных зеркальных элементов рассчитана зависимость фактора корреляции от пространственной частоты.

DOI: 10.7868/S0023476113030065

### ВВЕДЕНИЕ

Вопрос влияния шероховатости рельефа подложки на формируемые на ней тонкопленочные покрытия крайне важен при изучении их магнитных [1–3], электрических [4, 5] и оптических свойств [6]. Особое внимание уделяется исследованию влияния границ раздела в гетерогенных структурах, в которых критично рассеяние частиц на фазовых границах, в таких процессах, как рассеяние носителей заряда в электронных гетероструктурах [7] или рассеяние света в многослойных интерференционных зеркалах [8]. В [9] на примере многослойных рентгеновских зеркал показано, что на рассеяние излучения может влиять не только величина шероховатости рельефа поверхностей подложки и пленочного покрытия, но и степень их корреляции.

Для изучения корреляции рельефов двух поверхностей необходима информация об их топографиях в одной и той же области. Используя метод рентгеновского рассеяния можно получить статистическую информацию о рельефах поверхностей благодаря рассеянию излучения как на поверхности пленки, так и на скрытом интерфейсе. Для этого необходимо проведение *in situ* измерений рассеяния с высокой интенсивностью излучения, которую можно достичь, используя синхротронное излучение. Однако изучение корреляции рельефов подложки и пленочного покрытия методом *in situ* измерения рентгеновского рассеяния с использованием синхротронного излучения [10] не является общедоступным и сопряжено с рядом технических трудностей, связанных с интеграцией рентгеновской установ-

ки и ростовой камеры. Кроме того, в отличие от прямых методов получения информации о рельефе поверхности метод рентгеновского рассеяния является косвенным, и получение данных о параметрах исследуемой поверхности связано с выбором теоретической модели взаимодействия излучения с шероховатой поверхностью. Вместе с этим данные рентгеновского метода носят статистический характер и не позволяют анализировать, какие изменения рельефа в осажденном покрытии по сравнению с рельефом подложки приводят к уменьшению их согласованности. Еще одним недостатком является ограничение исследуемого покрытия по толщине, связанное с поглощением рентгеновского рассеяния. В этой связи возникает необходимость развития новых методик, изучения фактора корреляции рельефов подложки и пленочного покрытия.

В основу альтернативной методики определения фактора корреляции топографии подложки и пленки может лечь прямой расчет по результатам последовательного исследования рельефа подложки, а затем и нанесенного пленочного покрытия методом атомно-силовой микроскопии (АСМ). Однако задача осложняется необходимостью получения изображений топографии поверхности пленки строго в том же самом месте, что и подложки. Поэтому цель представленной работы – разработка и практическая реализация метода изучения корреляции рельефов подложки и пленочного покрытия с использованием метода АСМ.

## МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Отработка методики расчета фактора корреляции рельефов подложки и пленочного покрытия методом АСМ проводилась на многослойных интерференционных зеркалах, применяемых в кольцевых лазерных гироскопах (рабочая длина волны  $\lambda = 632.8$  нм). Многослойное покрытие ( $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ ), сформированное на подложке из ситалла, состояло из 17 рабочих слоев (первый слой  $\text{TiO}_2$ ) толщиной по  $\lambda/4$  и одного защитного слоя ( $\text{SiO}_2$ ) толщиной  $\lambda/2$ . Образцы были изготовлены и предоставлены ФГУП НИИ “Полюс”.

Атомно-силовые изображения поверхностей были получены на атомно-силовом микроскопе NTegra Aura (NT-MDT) в полуконтактном режиме с использованием кремниевых зондов с радиусами закругления 10 и 1 нм (MikroMash).

## ФАКТОР КОРРЕЛЯЦИИ

Гетероструктурные пленочные покрытия широко применяются в качестве рабочих элементов многих современных устройств. Так, многослойные интерференционные зеркальные элементы образуют оптический резонатор кольцевого лазерного гироскопа (КЛГ). Оптические свойства зеркальных покрытий во многом определяют рабочие характеристики гироскопа. В частности, рассеяние падающего излучения непосредственно влияет на точность КЛГ, что ограничивает область его применимости [11]. На интенсивность рассеянного излучения влияет шероховатость внешней поверхности пленки, а также шероховатости межфазных границ, которые в свою очередь определяются рельефом исходной подложки. В [9] на примере интерференционных зеркал рентгеновского диапазона показано, что на интенсивность рассеяния может влиять и степень коррелированности рельефов подложки и межфазных границ. Таким образом, существуют два пути улучшения характеристик КЛГ: это снижение шероховатости подложки и, как следствие, пленочного покрытия или достижение максимальной рассогласованности их рельефов. Однако изучение корреляции рельефов подложки и границ раздела фаз гироскопических зеркал существующим методом рентгеновского рассеяния не представляется возможным из-за их микронных толщин. Поэтому для изучения данного вопроса предложено использовать метод АСМ.

Масштабную зависимость шероховатости принято характеризовать с помощью функции спектральной плотности мощности (*power spectral density* – PSD). Ее можно рассчитать, зная рельеф рассеивающей поверхности или измеряя рассеяние света от нее [12–14]. На сравнении результатов измерения рассеяния света от поверхности и его моделирования по топографической информации, полученной методом АСМ, основано

большое количество комплексных метрологических исследований [13, 15, 16].

В случае системы “подложка–пленка” рассеяние излучения происходит как на поверхности подложки, так и на верхней границе пленочного покрытия. В этом случае получаемая индикатриса рассеяния линейно зависит от суперпозиции PSD-функции подложки, PSD-функции пленки, а также кросс-PSD-функции рельефов подложки и пленочного покрытия, которая статистически описывает их взаимосвязь. Возможность проведения *in situ* измерений рассеяния рентгеновского излучения в процессе формирования пленочного покрытия позволяет определить вклад в рассеяние каждого из компонентов.

В [10] степень коррелированности рельефов подложки и пленочного покрытия по данным рентгеновского рассеяния характеризуют с помощью фактора корреляции, функции зависящей от пространственной частоты:

$$K(\nu) = \frac{\text{PSD}_{sf}(\nu)}{\sqrt{\text{PSD}_s(\nu)\text{PSD}_f(\nu)}} \quad (1)$$

где  $\text{PSD}_s$  – функция спектральной плотности мощности рельефа подложки,  $\text{PSD}_f$  – функция PSD рельефа пленочного покрытия, а  $\text{PSD}_{sf}$  – кросс-PSD-функция рельефов подложки и пленочного покрытия,  $\nu$  – пространственная частота, которая обратно пропорциональна линейному размеру в прямом пространстве  $\nu = 1/L$ .

Таким образом, фактор корреляции описывает степень повторения рельефов и принимает значение 1, если рельефы полностью коррелируют, и 0, когда полностью рассогласованы.

Зная двумерные функции высот рельефов поверхностей подложки  $z_s(\mathbf{p})$  и пленочного покрытия  $z_f(\mathbf{p})$ , полученные с помощью АСМ, используя формулы (2) и (3), можно рассчитать их автокорреляционные функции, а затем двумерным фурье-преобразованием получить двумерные функции  $\text{PSD}_s$  и  $\text{PSD}_f$ .

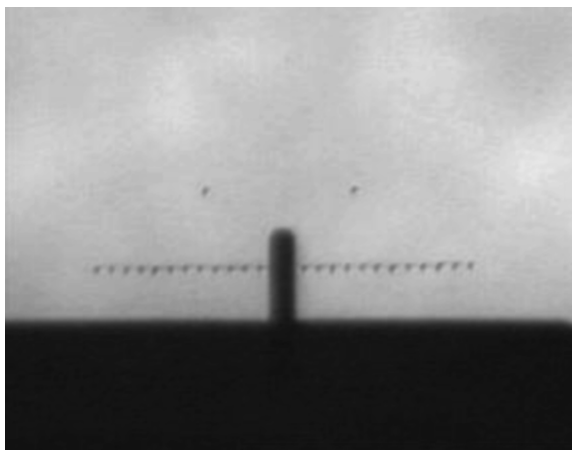
$$C(\mathbf{p}) = \langle z(\mathbf{p} + \mathbf{p}')z(\mathbf{p}') \rangle, \quad \mathbf{p} \equiv (x, y) \quad (2)$$

$$\text{PSD}(\nu) = \int \exp(2\pi i \nu \mathbf{p}) C(\mathbf{p}) d^2 \mathbf{p} \quad (3)$$

Необходимым условием для расчета кросс-PSD-функции рельефов подложки и пленки  $\text{PSD}_{sf}$  является наличие общей системы координат, что требует проведения АСМ-измерений подложки и пленочного покрытия строго в одной и той же области поверхности. Если это условие выполнено, то сначала осуществляется расчет кросс-корреляционной функции (4), а затем и функции  $\text{PSD}_{sf}$  (5):

$$C_{sf}(\mathbf{p}) = \langle z_s(\mathbf{p} + \mathbf{p}')z_f(\mathbf{p}') \rangle, \quad (4)$$

$$\text{PSD}_{sf}(\nu) = \int \exp(2\pi i \nu \mathbf{p}) C_{sf}(\mathbf{p}) d^2 \mathbf{p} \quad (5)$$



**Рис. 1.** Изображение системы реперов на ситалловой подложке, полученное в оптическом микроскопе. Длина линейной метки – 540 мкм, расстояние от линейной до каждой из “точечных” меток – 100 мкм.

### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Как отмечалось ранее, для расчета фактора корреляции рельефов подложки и пленочного покрытия по данным АСМ необходимо, чтобы топографические изображения поверхностей были получены строго в одной области. Чтобы провести измерение рельефа пленочного покрытия после его формирования в той же области поверхности, что и подложки, был разработан метод позиционирования образца и цифрового совмещения полученных АСМ-изображений.

**Позиционирование.** С помощью микроиндентора с алмазной пирамидкой на поверхность ситалловой подложки наносилась система реперов, представляющая собой линейную метку, с одной стороны которой на расстояниях 100 мкм от самой метки и 200 мкм друг от друга располагались две “точечные” метки (рис. 1). Выбор геометрических параметров реперов (глубина всех элементов системы составляла 500 нм, длина линейной метки – 540 мкм, диаметры “точечных” меток – 10 мкм) преследовал две цели: во-первых, система реперов должна быть хорошо различима в оптический микроскоп для проведения процесса позиционирования образца, во-вторых, метки должны быть настолько крупными, чтобы сохраниться в пленке.

Далее проводились исследования топографии поверхности подложки в двух областях поверхности, привязками к которым служили “точечные” метки. Относительно каждой из “точечных” меток осуществлялось позиционирование балки кантилевера таким образом, чтобы сама метка попадала в угол максимально возможного поля сканирования атомно-силового микроскопа ( $100 \times 100$  мкм), после чего в каждой области были получены серии АСМ-изображений (уже без меток).

Далее на подложке формировалось пленочное многослойное зеркальное покрытие. Благодаря тому что образованная система меток сохранилась и была хорошо различима оптическим микроскопом и после нанесения пленочного покрытия толщиной, удалось провести повторное позиционирование образца и осуществить измерения рельефа пленки в тех же областях поверхности, что и подложки.

Точность попадания в ту же точку поверхности после повторного позиционирования образца определялась точностью перемещения столика с образцом с помощью микрометрических винтов и составила 10 мкм. Однако программное обеспечение атомно-силового микроскопа позволяет в пределах допустимого поля зрения прибора, которое определяется возможностью пьезосканера, выбирать область сканирования. Для этого проводилось предварительное сканирование максимально возможной области ( $100 \times 100$  мкм), после чего по характерным топографическим особенностям рельефа определялась необходимая область и проводилось ее изучение. Это позволило получить АСМ-изображения зеркального покрытия по отношению к изображениям подложки в плоскости  $XU$  с ошибкой, не превышающей 10% от линейного размера области сканирования и угловым рассогласованием  $2^\circ - 3^\circ$ .

Однако для расчета фактора корреляции необходимо их полное совпадение. Поэтому дальнейшее их совмещение осуществлялось методами цифровой обработки с помощью специально разработанного пакета программного обеспечения.

**Цифровое совмещение.** Алгоритм программного обеспечения по цифровому позиционированию АСМ-изображений основан на поиске максимума их кросс-корреляционной функции (4), который определяет смещение изображений друг относительно друга. Операция численного совмещения осуществляется в несколько этапов: вначале происходит линейное совмещение изображений в плоскости  $XU$ , далее вращением одного изображения относительно другого устраняется их угловое несоответствие, затем “вырезается” общая область как для АСМ-изображения ситалловой подложки, так и для АСМ-изображения многослойного зеркала.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

**Влияние артефактов АСМ на рассчитываемый фактор корреляции.** Радиус кривизны острия кантилевера, нелинейности пьезоэлементов, термические деформации, вибрационные и акустические шумы, а также собственные шумы прибора, представляющие собой совокупность шумов электроники, цепи обратной связи, пьезосканеров и кантилевера – все это искажает реальные

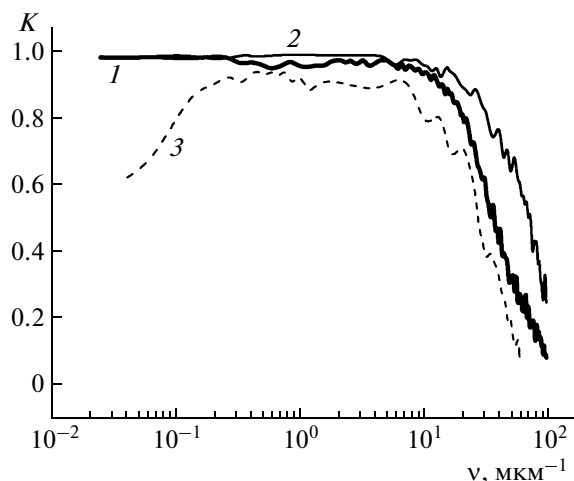
элементы рельефа и влияет на достоверность данных АСМ. В связи с этим на первом этапе работы проводилась проверка стабильности получения экспериментальных результатов и определения границ применимости методики расчета фактора корреляции рельефов подложки и пленочного покрытия по данным метода АСМ.

Влияние на получаемую информацию таких внешних факторов, как термический дрейф рабочих элементов прибора, вибрационных и акустических шумов было минимизировано. Так, для стабильной работы атомно-силового микроскопа и устранения влияния термических деформаций прибор располагался в термостабильном помещении с температурой  $21 \pm 0.5^\circ\text{C}$  в час. А для устранения внешних механических колебаний использовались системы активной и пассивной виброзащиты.

Для определения степени влияния шумовых составляющих, присущих микроскопу, проводился эксперимент, заключающийся в получении серии АСМ-изображений топографии поверхности подложки в одной и той же области, не меняя кантилевера. Очевидно, что в этом случае в отсутствие шумов фактор корреляции должен принимать значение, равное единице, а отклонение от нее определит влияние шумов на проводимые измерения. На рис. 2 (кривая 1) представлен один из рассчитанных графиков зависимости значения фактора корреляции от пространственной частоты. Видно, что ошибка эксперимента не превышает величины в 10% до пространственной частоты  $10 \text{ мкм}^{-1}$ . При этом резкий спад фактора корреляции на частотах выше десяти обратных микрометров определяется не только шумовой составляющей, но и потерей разрешения, связанной с конечным радиусом закругления зонда.

Этот вывод подтверждается получением АСМ-изображений топографии поверхности в том же самом месте, но уже сверхострым кантилевером с радиусом закругления порядка нескольких нанометров. На графике (рис. 2, кривая 2) резкий спад фактора корреляции происходит после значения пространственной частоты, равной  $20 \text{ мкм}^{-1}$ .

Отметим, что не следует проводить измерения без использования системы коррекции нелинейного перемещения пьезоэлектрического столика. Это связано с наличием у пьезокерамики таких недостатков, как задержка реакции на подаваемое управляющее напряжение (крип) и неоднозначная зависимость величины перемещения от величины подаваемого напряжения, что приводит к нелинейному перемещению сканера. Вследствие этого на АСМ-изображениях происходит искажение реальных геометрических размеров элементов рельефа, что снижает достоверность получаемых данных. Так, на рис. 2 (кривая 3) представлен график зависимости фактора корреляции от пространствен-



**Рис. 2.** Графики зависимостей фактора корреляции рельефа одной и той же области поверхности ситалловой подложки от пространственной частоты, рассчитанные по АСМ-изображениям, полученным зондами с радиусами закругления 10 нм (1) и 1 нм (2), и по АСМ-изображениям, полученным без емкостных датчиков коррекции перемещения сканеров (3).

ной частоты, рассчитанный по АСМ-изображениям, полученным без емкостных датчиков перемещения сканеров. Уменьшение фактора корреляции до значения 0.6 в низких пространственных частотах связано с тем, что на больших масштабах сканирования большой вклад в получаемый рельеф вносит нелинейность перемещения сканера. На малых масштабах сканирования, соответствующих высоким частотам, нелинейность перемещения сказывается в меньшей степени, однако искажение АСМ-данных происходит за счет влияния крипа.

Таким образом, если проводить АСМ-измерения в помещении со стабильными параметрами окружающей среды, с высокой степенью защиты от акустических и виброшумов, с использованием датчиков перемещения сканеров, то получаемые данные имеют высокую степень достоверности в диапазоне пространственных частот  $0.03\text{--}10 \text{ мкм}^{-1}$  при использовании стандартного зонда с радиусом закругления 10 нм.

*Фактор корреляции рельефов подложки и интерференционного покрытия.* Разработанная методика применялась для изучения корреляции рельефов ситалловой подложки и сформированного на ней многослойного интерференционного зеркала, применяемого в КГЛ, работающих на длине волны  $\lambda = 632.8 \text{ нм}$ . С помощью методики позиционирования получены АСМ-изображения рельефов подложки и нанесенного на нее зеркального покрытия в одной и той же области поверхности. На рис. 3 представлены изображения топографии поверхностей ситалла (а) и защитного слоя зеркального покрытия (б) после их полно-

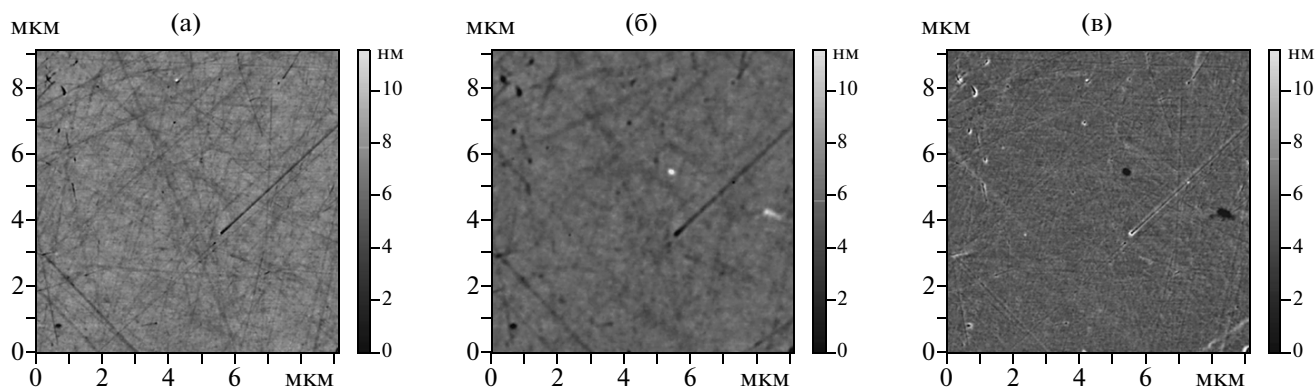


Рис. 3. АСМ-изображения ситалловой подложки (а), нанесенного на нее многослойного пленочного покрытия (б), полученные в одной и той же области поверхности, изображение разности образов а и б (в).

го цифрового совмещения. Чтобы выделить изменения в рельефе пленки относительно рельефа подложки, рассчитывалась разность топографии подложки и пленки (рис. 3в). Из разностного изображения видно, что глубины царапин и ям на пленке уменьшились, при этом увеличился их размер в латеральном направлении. Кроме того, наблюдаются новообразования на поверхности пленки в виде “холмов” (рис. 3), не присущих рельефу ситалла. Таким образом, предложенный метод дает возможность непосредственного сравнения рельефа подложки и пленочного покрытия, что может эффективно использоваться при изучении основных закономерностей и ростовых процессов.

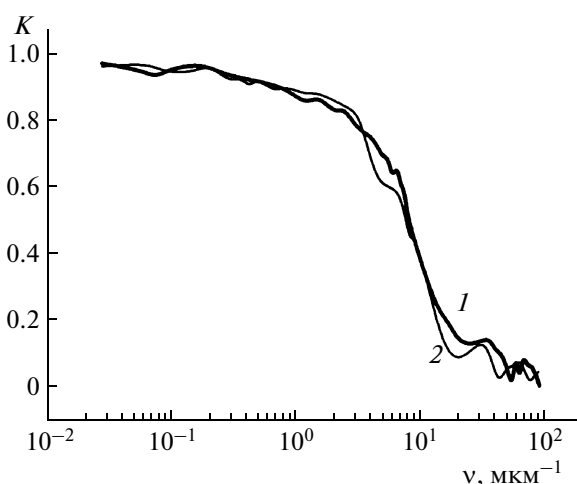


Рис. 4. Графики зависимости фактора корреляции рельефов ситалловой подложки и нанесенного на нее многослойного интерференционного зеркального покрытия от пространственной частоты, рассчитанные по данным АСМ, полученным в двух областях поверхности.

Для численной характеристики корреляции рельефов ситалловой подложки и многослойного зеркального покрытия по серии совмещенных АСМ-изображений рассчитаны зависимости факторов корреляции от пространственной частоты для двух точек образца, чтобы исключить ошибку в расчетах, связанную с выбором места сканирования (рис. 4). Наблюдается их хорошее совпадение, что свидетельствует о равномерности полировки поверхности подложки и формирования пленочного покрытия.

Из анализа представленных графиков функций фактора корреляции рельефов подложки и многослойного покрытия видно, что в области низких пространственных частот происходит их монотонное убывание, тогда как в области высоких частот — резкий спад значений фактора корреляции. Критическая частота перехода в область резкого спада составляет порядка  $2 \text{ мкм}^{-1}$  и говорит о том, что в топологии пленочного покрытия теряется информация об элементах рельефа подложки, размеры которых меньше 500 нм.

Важной характеристикой, влияющей на чувствительность КЛГ, является рассеяние излучения в направлении падающего пучка, которое происходит на пространственной частоте  $2.2 \text{ мкм}^{-1}$ . Среднее значение фактора корреляции на данной частоте составляет 0.85. Если за счет изменений параметров ростового процесса или замены метода формирования пленочного покрытия добиться изменения степени согласованности рельефов подложки и зеркальной пленки, то можно улучшить рабочие характеристики КЛГ, не уменьшая при этом шероховатость подложки.

## ВЫВОДЫ

Разработан новый, основанный на методе атомно-силовой микроскопии способ диагностики взаимосвязи рельефов подложки и наносимого на нее пленочного покрытия, который заклю-

чается в непосредственном расчете степени их корреляции. Определены границы, в которых данные метода АСМ устойчивы к различным искажающим факторам и являются достоверными в диапазоне пространственных частот  $0.03\text{--}10\text{ мкм}^{-1}$  при использовании зонда с радиусом закругления  $10\text{ нм}$  и в диапазоне  $0.03\text{--}20\text{ мкм}^{-1}$ , когда радиус закругления составляет порядка  $1\text{ нм}$ .

Проведены исследования корреляции рельефов подложек и многослойных интерференционных зеркальных покрытий, применяемых в кольцевых лазерных гироскопах. Показано, что на частоте  $2.2\text{ мкм}^{-1}$ , соответствующей рассеянию излучения в направлении падающего пучка, значение фактора корреляции составляет  $0.85$ . Это означает, что существует возможность улучшения рабочих характеристик зеркальных элементов за счет изменения величины фактора корреляции на данной частоте путем изменения параметров ростового процесса или замены метода формирования пленочного покрытия.

Авторы выражают благодарность ФГУП НИИ "Полюс" и отдельно В.В. Азаровой за сотрудничество и предоставление образцов.

Работа выполнена в рамках ГК № 16.513.11.3062 и ГК № 16.513.11.3104 по ФЦП "Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России 2007–2013 гг."

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Li M., Zhao Y.-P., Wang G.-C. et al. // J. Appl. Phys.* 1998. V. 83. № 11. P. 6287.
2. *Zhao Y.-P., Gamache R.M., Wang G.-C. et al. // J. Appl. Phys.* 2001. V. 89. № 2. P. 1325.
3. *Ng V., Hu J.F., Adeyeye A.O. et al. // J. Appl. Phys.* 2002. V. 91. № 10. P. 7206.
4. *Palasantzas G., Barnaš J. // Phys. Rev. B.* 1997. V. 56. № 12. P. 7726.
5. *Zhao Y.-P., Wang G.-C., Lu T.-M. et al. // Phys. Rev. B.* 1999. V. 60. № 12. P. 9157.
6. *Benett J.M., Mattsson L. // Introduction to Surface Roughness and Scattering.* Optical Society of America. Washington DC. 1989.
7. *Gámiz F., Roldán J.B., Cartujo-Cassinello P. et al. // J. Appl. Phys.* 2001. V. 89. № 3. P. 1764.
8. *Trost M., Schröder S., Feigl T. et al. // Appl. Opt. C.* 2011. V. 50. № 9. P. 148.
9. *Kozhevnikov I.V. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A.* 2003. V. 498. P. 482.
10. *Peverini L., Ziegler E., Bigault T. et al. // Phys. Rev. B.* 2005. V. 72. P. 045445.
11. *Азарова В.В., Голяев Ю.Д., Дмитриев В.Г. // Квантовая электроника.* 2000. Т. 30. № 2. С. 96.
12. *Jakobs S., Duparré A., Truckenbrodt H. // Appl. Opt.* 1998. V. 37. P. 5583
13. *Ruppe C., Duparré A. // Thin Solid Films.* 1996. V. 288. P. 8.
14. *Asadchikov V.E., Kozhevnikov I.V., Krivososov Yu.S. et al. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A.* 2004. V. 530. P. 575.
15. *Deumié C., Richier R., Dumaas P. et al. // Appl. Opt.* 1996. V. 35. P. 5583.
16. *Duparré A., Ferre-Borrull J., Gliech S. et al. // Appl. Opt.* 2002. V. 41. P. 154.