

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт проблем технологии микроэлектроники
и особочистых материалов
Российской академии наук

Акционерное общество
«Научно-исследовательский институт
молекулярной электроники»

**Объединенная конференция
«Электронно-лучевые технологии и
рентгеновская оптика в микроэлектронике»**

КЭЛТ - 2023

Тезисы докладов

г. Черноголовка, 13 – 17 ноября 2023 г.

Рентгеновская дифракционная интерферометрия в монокристаллах. Особенности и возможности использования.

В. Г. Кон¹, И. А. Смирнова²

¹ НИЦ "Курчатовский институт", пл. Курчатова, 1, 123182, Москва, Россия

² Институт физики твёрдого тела РАН, ул. Акад. Осипяна 2, 142432, Черноголовка, Московская обл., Россия

Интерферометры в оптике видимого света являются одними из наиболее точных инструментов для измерения физических констант. В частности интерферометр Майкельсона был использован для доказательства теории относительности и постоянства скорости света при любой скорости источника. Но наибольшую известность получил самый простой из интерферометров, а именно, интерферометр с двумя щелями, известный как интерферометр Юнга.

Специфика рентгеновского излучения заключается в том, что для него существует возможность принципиально новой интерферометрии на основе дифракции рентгеновского излучения на кристаллической решетке в кристаллах. При этом пучки от двух щелей могут интерферировать в самом кристалле с толщиной меньше миллиметра, создавая периодические полосы с большой и малой интенсивностью.

Рентгеновская дифракционная интерферометрия в монокристалле впервые была исследована теоретически в для схемы с двумя щелями (аналог интерферометра Юнга) [1]. В этой работе была получена аналитическая формула для периода полос. Главным недостатком такой схемы является то, что любой эксперимент с двумя щелями использует лишь очень малую часть падающего пучка и поэтому имеет малую светосилу. В [2] был предложен другой тип дифракционного интерферометра, в котором разделение пучков в пространстве происходит в воздушном зазоре между двумя блоками кристалла. Дело в том, что дифракция на кристаллической решетке в монокристалле сразу создает два пучка (прямой и отраженный). Кроме того, при использовании эффекта дифракционной фокусировки аналог интерферометра Юнга получается во втором блоке после того, как сфокусированные пучки в первом блоке разделяются в пространстве.

В [2] также отмечено, что интерференционная картина получается даже и без фокусировки пучков. Достаточно просто разделить их в пространстве с помощью воздушного зазора между двумя блоками. Интересно, что такого типа эксперимент уже проводился более 50 лет назад [3] и интерференционные полосы наблюдались. Однако развития в то время этот метод не получил. В данной работе [4] обсуждается новый способ улучшения модели интерферометра с двумя щелями, предложенного в [1].

Идея состоит в том, чтобы совместить двухлинзовый интерферометр на основе планарных составных преломляющих линз (СПЛ) с дифракцией в кристалле. Двухлинзовый интерферометр способен создавать интерференционную картину в пространстве и без кристалла, что было ясно продемонстрировано в работах [5,6]. Однако

интерференционная картинка фиксируется на значительном расстоянии от интерферометра. С помощью кристалла расстояние можно сократить до нуля. Дополнительно это позволяет изучать параметры самого кристалла.

В данной работе также исследуется вопрос о возможности прецизионного измерения коэффициента преломления разных веществ с помощью интерферометра нового типа на основе сдвига интерференционных полос, а также новый тип имиджинга микрообъектов и газовых капсул в кристаллах.

На рис. 1 показана главная часть возможной экспериментальной схемы на станциях источников синхротронного излучения (СИ). Предполагается, что излучение от источника проходит монохроматор (не показан), который выделяет нужную длину волны, и затем фокусируется билинзовым интерферометром (1) в двух точках на поверхности кристалла. Кристалл (2) ориентирован таким образом, что его отражающие плоскости составляют угол Брэгга θ_B с главным направлением пучков, и в нем засвечивается треугольная область с углом $2\theta_B$. В симметричном случае, который и рассматривается, эти плоскости перпендикулярны входной поверхности кристалла.

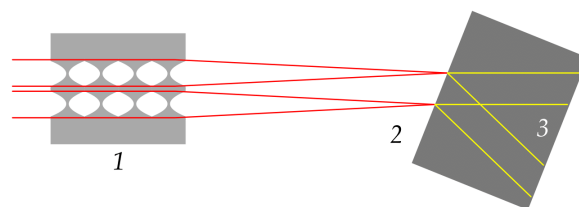


Рис. 1. Главная часть схемы эксперимента.

При засветке кристалла интерферометром на основе СПЛ области засветки от разных фокусов перекрываются на некотором расстоянии от поверхности, и образуется область, в которой оба пучка интерферируют (3). Детектор (не показан) разумно ставить как можно ближе к выходной поверхности кристалла. Это необходимо для уменьшения влияния спектральной ширины СИ после монохроматора. При изменении длины волны угол Брэгга меняет свое значение, что приводит к нежелательному эффекту смещения всей картины в перпендикулярном направлении при большом расстоянии между кристаллом и детектором.

Теоретическое моделирование эксперимента выполнялось с помощью универсальной компьютерной программы XRWP [7], разработанной с целью создания инструмента для теоретического исследования разных экспериментальных схем на источниках СИ. Наиболее полно разработаны методы

моделирования различных схем фазового контраста и фокусировки пучков СИ с помощью эффекта преломления [8], а также дифракция в монокристаллах.

В программе предполагается, что узкий пучок СИ проходит почти прямолинейную траекторию от источника, имеющего малые поперечные размеры, до координатного детектора, измеряющего зависимость интенсивности в поперечной плоскости. Ось Z декартовой системы координат совпадает с направлением распространения пучка. Двухволновая дифракция в кристалле, а также планарные СПЛ меняют распределение интенсивности в плоскости XZ , а вдоль оси Y ничего не меняется.

Из существующих билинзовых интерферометров был использован самый первый [5]. СПЛ сделаны из кремния, имеют длину одного элемента 102 мкм , аперттуру $A = 50\text{ мкм}$, радиус кривизны $R = 6.25\text{ мкм}$. Расстояние между центрами двух СПЛ $x_s = 60\text{ мкм}$. Расчет был выполнен для монокристалла кремния, энергии фотонов $E = 10\text{ кэВ}$ и 220 отражения. В этом случае $\theta_B = 18.8^\circ$, а фокусное расстояние СПЛ равно 6.33 см . Параметры дифракции $\chi_{0,h,-h}$ получены с помощью онлайн программы [9].

На рисунке 2 показано распределение интенсивности в отраженном пучке сразу после выхода из кристалла с толщиной $t_c = 0.8\text{ мм}$. Для расчета использовалась сетка точек с $n = 2^{15} = 32768$ и $d_x = 0.02\text{ мкм}$. Координата x отсчитывается в направлении, перпендикулярном направлению пучка. Соответственно основание треугольника Бормана имеет размер $2t_c \sin\theta_B = 517\text{ мкм}$. Область интерференции на 60 мкм меньше.

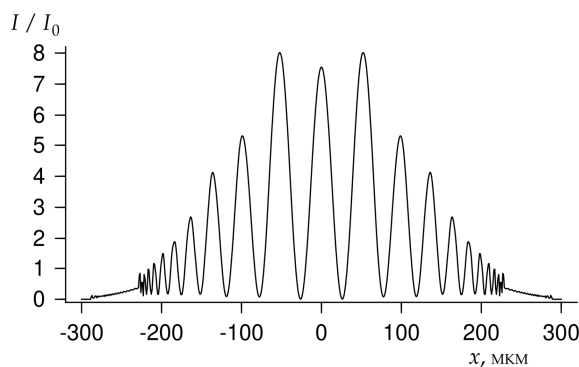


Рис. 2. Распределение интенсивности в области перекрытия пучков для кристалла кремния. Расстояние между центрами пучков $x_s = 60\text{ мкм}$.

Наиболее простые интерференционные полосы получаются для относительно толстых кристаллов, когда поле с большим коэффициентом поглощения имеет очень малую амплитуду (эффект Бормана). В этом случае максимум интенсивности для одного узкого пучка приходится на середину основания треугольника Бормана, а по мере движения к краям интенсивность падает [2].

Соответственно максимальная амплитуда осцилляций получается примерно в центре области перекрытия. Параметр $I_0 = 2 \times 10^{-4}$ если интенсивность излучения перед СПЛ принять за единицу. Потери интенсивности связаны с тем, что интерферируют лучи с относительно большим коэффициентом

поглощения в кристалле. Интересной особенностью интерферометра является переменный период осцилляций. Формула для периода осцилляций в центральной части имеет следующий вид

$$p = 2\lambda t_c \cos\theta_B (\sin\theta_B)^2 (|\chi_h| x_s)^{-1} \quad (1)$$

Подставляя численные значения всех параметров, получаем $p = 54.4\text{ мкм}$, что хорошо совпадает с расчетом.

На графике легко заметить полный размер области интерференции, равный примерно 460 мкм , так и полный размер области засветки внутри треугольников Бормана, равный примерно 580 мкм . За пределами последней области интенсивность равна нулю. На рис. 2 видно, что центральный пик меньше соседних. При дифракции на двух щелях это не так, центральный пик всегда выше. Аномалия происходит по той же причине, что и при интерференции на воздухе [6]. Дело в том, что из-за большой расходимости пучков в фокусе, их интенсивность падает. И она становится сравнимой с интенсивностью, которая проходит через перемычку между краями апертур СПЛ, ширина которой равна 10 мкм . Это дополнительное излучение искажает центральные пики. Они приобретают более сложную форму.

Другой особенностью интерферометра является тот факт, что получить много полос интерференции, варьируя параметры невозможно. Например, период уменьшается при увеличении расстояния между источниками (фокусами). Но при этом также уменьшается область перекрытия при разумных толщинах кристалла. С другой стороны, период уменьшается линейно с уменьшением длины волны λ . Но при этом так же точно уменьшается ширина области засветки.

С точки зрения практического применения такого интерферометра как раз полезно иметь достаточно большой период, который можно измерить с более высокой точностью. Современные координатные детекторы могут иметь разрешение меньше микрона. Если все другие параметры известны независимо, то из измерений периода можно непосредственно вычислить параметр дифракции используемого кристалла. Это, возможно, не так интересно, потому что кристалл должен иметь совершенную кристаллическую решетку и такие кристаллы (кремний, германий) хорошо изучены.

Более интересно, что интерферометр позволяет измерять фазовый сдвиг при прохождении узкого пучка излучения через слой любого материала. Объект можно поставить перед кристаллом в один из фокусов интерферометра. На рисунке 3 показана структура интерференционных полос для случая, когда в левом пучке фаза изменилась на $-\pi$. Конкретно в расчете перед кристаллом был вставлен объект в виде волокна из бора с круглым сечением и с диаметром 13.78 мкм . Так как на двумерной картине интерференционные полосы получаются в виде вертикальных полосок с высотой, равной глубине травления СПЛ (конкретно 70 мкм), то сдвиг полос будет четко виден на картинке, которую фиксирует детектор.

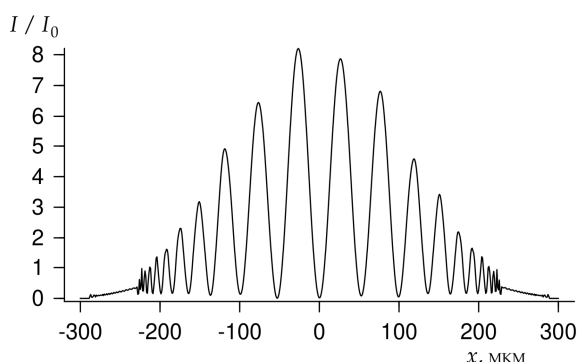


Рис. 3. Распределение интенсивности для тех же параметров, как на рисунке 2 при сдвиге фазы волновой функции излучения в левом фокусе на $-\pi$.

Интересно, что при сдвиге полос их число слева и справа остается одинаковым, но нарушается симметрия. Левый пик становится выше правого. Причина все та же, что и выше, то есть наличие перемишки между границами апертур СПЛ. Особенностью рентгеновского дифракционного интерферометра является также тот факт, что при отрицательном сдвиге фазы в левом пучке пики смещаются также влево, в то время как на воздухе пики смещаются вправо. Дело в том, что пропагатор Френеля увеличивает фазу при увеличении длины пути луча, а пропагатор кристалла, наоборот, имеет максимальную фазу в центре треугольника Бормана и она уменьшается при движении к краям. По этой причине при уменьшении фазы в левом пучке при его входе в кристалл точка, где это уменьшение компенсируется, находится ближе к центру левого треугольника Бормана, соответственно центральный пик, соответствующий равенству фаз лучей от двух фокусов смещается влево, а его высота увеличивается.

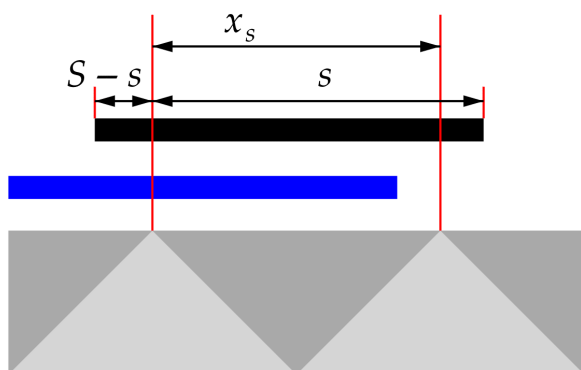


Рис. 4. Схема, показывающая координаты при сканировании объекта вдоль поверхности кристалла.

Возможность измерять сдвиг полос при изменении разности фаз между пучками в левом и правом плечах интерферометра открывает еще один вариант метода фазового контраста, в котором обратная задача решается предельно просто. Если химический состав объекта известен, то смещение полос интерференции зависит только от разности толщин объекта в местах его засветки узкими пучками перед входом в кристалл интерферометра.

Смещая объект в направлении, перпендикулярном направлению пучков или просто вдоль поверхности кристалла, можно записать зависимость разности толщин от координаты.

Пусть начало координат на оси X соответствует левому пучку, объект имеет поперечный размер S , позиция его правого края относительно левого пучка равна s . Смещение полос влево будет пропорционально разности толщин объекта в левом и правом пучках $\Delta = t_o(0) - t_o(x_s)$. При движении объекта слева направо разность будет равна нулю если $s < 0$. В этом случае объект не пересекает пучки. В интервале $0 < s < x_s$ объект пересекает только левый пучок и разность $\Delta = t_o(0)$. В этом случае мы сразу получаем толщину объекта на расстоянии $(S - s)$ от его левого края. Это позволяет определить толщину объекта на интервале от $(S - x_s)$ до S .

Ситуацию иллюстрирует рисунок 4. Описанный выше случай относится к положению объекта, показанному синим цветом. В интервале $x_s < s < S$ объект пересекает оба пучка. Он показан черным цветом на рисунке 4. Это возможно только если $x_s < S$. В этом случае мы получаем толщину объекта на расстоянии $(S - s)$ от левого края вычитая Δ из толщины на расстоянии $(S - s + x_s)$, которая известна из предыдущих измерений. Это позволит определить толщину на интервале от 0 до $(S - x_s)$. Таким образом можно определить толщину на всем поперечном размере объекта. Если $S < x_s$, то достаточно просканировать объект перед левым пучком. Полученную зависимость толщины от координаты затем можно использовать для определения внутренней структуры объекта методом томографии, если собрать зависимости толщины от координаты при вращении объекта в интервале от 0 до 180 градусов с мелким шагом.

Такой метод наиболее предпочтителен для исследования микропор в кристаллах карбида кремния (SiC), сапфира (Al_2O_3) и некоторых других. Дело в том, что поры часто имеют очень малый размер и для определения их поперечных размеров нужно иметь увеличение.

Работа В. Г. Кона выполнена при частичной поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (грант № 075-15-2021-1362).

1. M.K. Balyan. Acta Cryst., A. 2010, 66, 660
2. V.G. Kohn, I.A. Smirnova, Crystallography Reports, 2021, 66, 7, 897–905
3. M. Hurt, A. D. Milne, Acta Cryst. A, 1970, 223
4. V.G. Kohn, I.A. Smirnova, Crystallography Reports, 2022, 67, 7, 1068–1074
5. A. Snigirev, I. Snigireva, V. Kohn et al., Phys. Rev. Lett., 2009, 103, 064801
6. D. A. Zverev, V. G. Kohn, V. A. Yunkin et al., Proc. SPIE, 2020, 11493, 114930L1
7. В. Г. Кон, <http://xray-optics.ucoz.ru/XR/xrwp.htm>
8. V. G. Kohn, J. Synchrotron Rad., 2022, 23, 615
9. В. Г. Кон <http://kohnvict.ucoz.ru/jsp/3-difpar.htm>