

09

Дифракционные решетки с блеском, получаемые на пластинах Si — первые результаты

© Л.И. Горай,^{1,2} Т.Н. Березовская,^{1,3} Д.В. Мохов,¹ В.А. Шаров,^{1,3} К.Ю. Шубина,¹ Е.В. Пирогов,¹ А.С. Дашков¹

¹ Академический университет им. Ж.И. Алферова,
194021 Санкт-Петербург, Россия

² Институт аналитического приборостроения РАН,
190103 Санкт-Петербург, Россия

³ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: lig@pcgrate.com

Поступило в Редакцию 26 марта 2021 г.

В окончательной редакции 26 марта 2021 г.

Принято к публикации 26 марта 2021 г.

С помощью прямой лазерной литографии и жидкостного травления полированных вицинальных пластин Si(111) разработана технология и изготовлены дифракционные решетки 500 nm^{-1} с углом блеска 4° . Процесс изготовления отражательной Si-решетки треугольного профиля (пилообразной) можно условно разделить на четыре основных стадии: (1) получение рисунка защитной маски для травления канавок; (2) анизотропное травление канавок в растворе KOH; (3) травление для сглаживания профиля решетки и полирования поверхности рабочих граней; (4) нанесение покрытия для увеличения отражательной способности. Полученные образцы охарактеризованы с помощью методов СЭМ и АСМ для определения формы профиля штрихов и шероховатости: форма оказалась близка к идеальной треугольной, а СКО шероховатости менее 0.3 nm. С помощью программы PCGrateTM с учетом измеренного реального профиля штрихов проведено моделирование дифракционной эффективности решеток, работающих в классической и конической установках в МР и ЭУФ излучении. Полученные значения эффективности близки к рекордным для соответствующего спектрального диапазона и Au-покрытия решетки.

Ключевые слова: дифракционная решетка, жидкостная технология травления Si, пилообразный профиль штрихов, АСМ, СЭМ, моделирование дифракционной эффективности.

DOI: 10.21883/JTF.2021.10.51368.81-21

Введение

Для среднечастотных и высокочастотных дифракционных решеток классическая (плоскостная) дифракция дает приемлемые значения эффективности рабочих порядков только в МР и ЭУФ диапазоне [1]. Однако схема скользкой конической дифракции имеет большие преимущества в эффективности при работе подобных решеток в коротковолновых областях рентгеновского спектра (ЖР и „tender X-ray“), в том числе в высоких порядках и для получения высокой дисперсии и разрешения. В этой схеме можно получить рекордную дифракционную эффективность, близкую к коэффициенту отражения зеркала, для пилообразных решеток с углами блеска в несколько градусов, которые гораздо легче изготавливать. Для теоретического анализа эффективности подобных решеток требуются численные расчеты на основе методов строгой электромагнитной теории дифракции [2].

Разрабатываемый метод изготовления дифракционных решеток с несимметричным профилем штрихов с помощью жидкостного травления был использован для видимого излучения на подложках полупроводниковых

кристаллов GaAs [3] и на Si — для инфракрасного [4] и рентгеновского [5]. Жидкостное травление также используется для изготовления голографических решеток на основе засвеченных пленок сульфида мышьяка [6]. Преимущества жидкостного анизотропного травления разориентированных на несколько градусов Si(111) пластин для получения слабошероховатых высокочастотных решеток с относительно большими углами блеска путем оптимизации технологического процесса были продемонстрированы в [7]. В настоящей работе описаны важные особенности развитой нами технологии изготовления рентгеновских решеток с блеском на пластинах Si и результаты СЭМ/АСМ-исследований рельефа поверхности и шероховатости подобных решеток, а также расчет их эффективности программой PCGrateTM [8] с использованием измеренных профилей штрихов.

1. Технология изготовления решеток

Процесс изготовления отражательной Si-решетки треугольного профиля (пилообразной решетки) можно условно разделить на четыре основных стадии: (1) получение рисунка защитной маски для травления

канавок; (2) анизотропное травление канавок в растворе KOH; (3) травление для сглаживания профиля решетки и полирования поверхности отражающих (рабочих) граней; (4) нанесение покрытия для увеличения отражательной способности. В свою очередь, каждая стадия состоит из нескольких операций, которые будут рассмотрены подробно.

Для нанесения материала и получения рисунка защитной маски, подбора условий травления и способа отмычки поверхности от продуктов травления кремния, исследования травителей для сглаживания профиля и полирования поверхности не имеет значения кристаллографическая ориентация подложки. Это существенно лишь для получения треугольного (пилообразного) профиля канавок. Поэтому ввиду большей доступности Si-подложек (100) по сравнению с более редкими и дорогими Si-подложками (111) с разориентацией несколько градусов, для разработки некоторых операций и стадий процесса изготовления отражательной решетки на начальных этапах использовались первые.

1.1. Получение защитной маски для травления канавок в KOH

В качестве материала защитной маски при травлении кремния в растворах KOH наиболее широко используют SiO₂ или Si₃N₄ [9], а в последнее время — хром [10]. Cr-маску получают либо реактивным ионным травлением через маску органического резиста [10], либо техникой взрыва металлизации (lift-off) [11]. Для формирования стехиометрического Si₃N₄ используют химическое осаждение из газовой фазы при низком давлении (LPCVD) [12] или метод газозафазного осаждения (CVD) [7]. Мы наносили слой стехиометрического Si₃N₄ низкотемпературным плазмохимическим осаждением из газовой фазы (PECVD) в установке Oxford Instruments™ PlasmaLab 100. С помощью плазмохимии можно получать диэлектрические пленки нанометровой толщины хорошего качества, химической чистоты, с высокой адгезией, однородные по составу и толщине.

Для получения масок Si₃N₄ и Cr мы разработали технологию жидкостного травления, отличающуюся дешевизной и простотой исполнения: Cr-маску травлили в цериевом травителе через маску органического фоторезиста (PR-маска), Si₃N₄-маску травлили в VHF через PR-маску или через Cr-маску. В результате экспериментов была выбрана Cr-маска из-за устойчивости к растворам HF и KOH, а также ввиду меньшей трудоемкости, меньшей длительности и лучшей воспроизводимости способа ее получения. Для формирования Cr-маски на очищенную Si-подложку наносили слой Cr толщиной ~ 25 nm электронно-лучевым напылением с непрерывным вращением образцов на установке вакуумного напыления VOC Edwards AUTO 500; толщину слоя контролировали профилометрически. Обычно для записи топологического рисунка решетки на Si-пластине

используют интерференционную [13] или электронно-лучевую литографию [14]; для изготовления среднечастотной решетки мы использовали лазерную оптическую литографию (DWL) [15]. На слой Cr наносился фоторезист AZ 701 MiR центрифугированием, и лазерным лучом прорисовывался топологический рисунок в установке лазерной литографии Heidelberg™ DWL 66FS. Рисунок PR-маски проявляли в проявителе AZ 726 MIF. Для получения защитной Cr-маски образец с PR-маской травлили в цериевом травителе, после чего фоторезист удаляли кипячением в ацетоне.

1.2. Анизотропное травление канавок в KOH

Перед травлением рисунка канавок непосредственно в Si поверхность образцов необходимо очистить от естественного слоя SiO₂ на поверхности, для чего мы использовали раствор HF:H₂O (1:3).

Чтобы перенести рисунок решетки непосредственно в кремниевую пластину, ее травят в растворе гидроксида калия (KOH) с различной концентрацией при температуре от комнатной до 50°C при интенсивном перемешивании раствора [7,16]. KOH травит плоскости {111} медленнее, чем остальной кремний, что приводит к угловым граням с наклоном грани, определяемым ориентацией плоскостей {111} относительно плоскости поверхности. Поэтому KOH вытравливает рисунок канавок в Si, одновременно устанавливая угол блеска граней решетки. Мы выбрали анизотропное травление при комнатной температуре в водном растворе KOH с концентрацией 20 wt.%. Детальная разработка процесса проводилась для определения идеальной комбинации способа перемешивания, режимов и продолжительности травления.

Авторы [7] не уточняют, что они понимают под „интенсивным перемешиванием раствора“. Это может быть перемешивание с помощью якоря магнитной мешалки, механической вращающейся мешалки, барботирования воздухом или азотом, ультразвука. Без перемешивания получается очень неоднородное травление. Мы провели эксперименты по травлению при перемешивании с помощью магнитной мешалки с вариацией скорости вращения, размера якоря, формы и диаметра емкости, объема раствора KOH, расположения образца (вертикально или горизонтально), ориентации канавок относительно потока травящего раствора (вдоль или поперек). Также выполнили эксперименты по травлению при перемешивании с помощью ультразвука (УЗ), варьируя размеры емкости, объем раствора KOH, расположение образца и ориентацию канавок (по вертикали или по горизонтали). Выяснили, что от условий перемешивания при травлении зависит не только скорость и равномерность травления, но и шероховатость поверхности рабочей грани. В качестве иллюстрации на рис. 1 приведены СЭМ изображения поверхности образцов после травления в KOH при перемешивании магнитной мешалкой с вертикальным расположением образца и ориентацией канавок вдоль потока травителя (рис. 1,а) и при

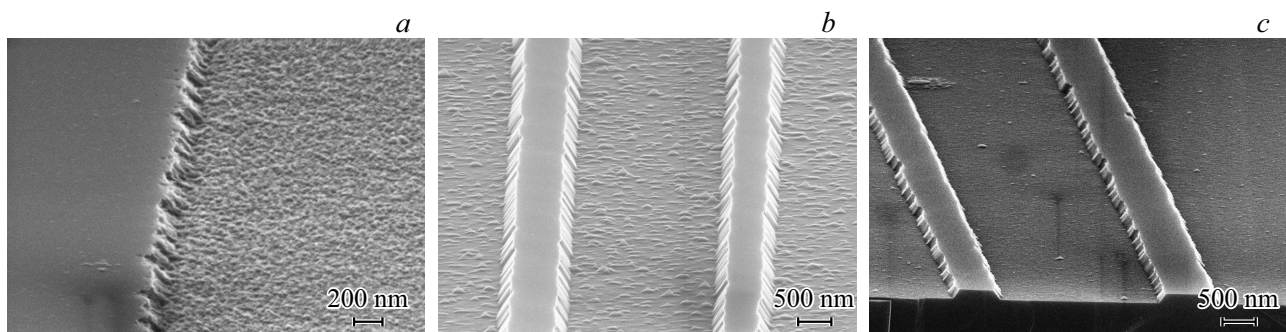


Рис. 1. СЭМ изображения (увеличение 50 000×) поверхности после травления в КОН: *a* — магнитная мешалка, образец вертикально, канавки вдоль потока травителя; УЗ перемешивание, расположение образца: *b* — горизонтальное; *c* — вертикальное.

УЗ перемешивании с разным расположением образца (рис. 1, *b, c*).

Мы выбрали перемешивание ультразвуком, при котором получались лучшие результаты по шероховатости поверхности и равномерности травления; после травления канавок в КОН удаляли маску хрома в цериевом травителе.

1.3. Сглаживающее и полирующее травления

Продолжительное воздействие КОН приводит к боковому подтравливанию кремния под маску (подрезка под маску), в результате чего сверху образуются кремниевые выступы. Чтобы Si-выступы не затеняли соседнюю грань, не уменьшали длину рабочей грани и не мешали атомному потоку во время осаждения отражающего покрытия, их необходимо удалить, для чего выполняют сглаживающее травление. Для уменьшения шероховатости рабочей грани выполняют полирующее травление.

1.3.1. Сглаживающее травление

Чтобы сгладить профиль решетки стравливанием Si-выступов без ущерба для качества решетки, следует подобрать травитель и режимы травления. Сглаживающий травитель в первую очередь должен удалять выступающие участки профиля (Si-выступы), при этом угол наклона рабочей грани должен оставаться неизменным, и шероховатость поверхности рабочей грани не должна ухудшаться. Авторы [7] для удаления выступов пробовали термическое мокрое окисление кремния при температуре 800°C и затем травление оксида в 49% HF, но этот способ приводил к довольно изогнутым граням и поэтому был отклонен. Лучший результат в удалении Si-выступов они получили при многоэтапной процедуре из 10–15 циклов химического окисления в пиранье, чередующегося травлением выращенного оксида в HF. Однако после такой обработки серьезными дефектами поверхности являются наноразмерные ямки шириной 30–50 nm и глубиной несколько нанометров. В работе [17] тоже применяется многоэтапная процедура из повтора девяти циклов обработки RCA-1/HF

для удаления любых неровностей и шероховатостей от травления КОН. Авторы [4] для устранения выступов кремния и получения подходящего профиля выполняют небольшое изотропное травление (состав травителя не уточняется).

После опробования разных травителей нам удалось найти такой сглаживающий травитель, который стравливает Si-выступы, не изменяя угол наклона и не ухудшая шероховатость рабочей грани. Главный параметр травления, влияющий на форму профиля и длину рабочей грани Si-решетки, — это длительность травления. Правильно подобранная длительность сглаживающего травления гарантирует идеальный треугольный профиль решетки и максимально возможную длину рабочей грани. Мы провели эксперименты с выбранным нами травителем для установления скорости травления Si-выступов и изучения влияния режимов и длительности травления на профиль Si-решетки и шероховатость рабочей грани. Высота Si-выступов варьируется от 18 до 72 nm, для их удаления в сглаживающем травлении требуется от 60 до 180 s. На рис. 2 представлены СЭМ изображения поперечного скола образцов Si-решетки до и после сглаживающего травления. Si-выступы наблюдаются сразу после анизотропного травления в КОН (рис. 2, *a*), после сглаживающего травления недостаточной длительности (рис. 2, *b*) и отсутствуют после сглаживающего травления достаточной (рис. 2, *c*) и избыточной длительности (рис. 2, *d*).

Не полностью удаленные Si-выступы (рис. 2, *b*) уменьшают длину рабочей грани, что приводит к снижению эффективности (отражательной способности) Si-решетки. Избыточное сглаживание, проявляющееся в чрезмерном скруглении профиля (рис. 2, *d*), тоже приводит к уменьшению длины рабочей грани. Таким образом, в сглаживающем травлении необходимо найти золотую середину (рис. 2, *c*) между желанием сохранить наибольшую длину рабочей грани и необходимостью при этом полностью удалить Si-выступы. В сглаживающем травлении основным критерием при выборе длительности травления является полнота удаления Si-выступов.

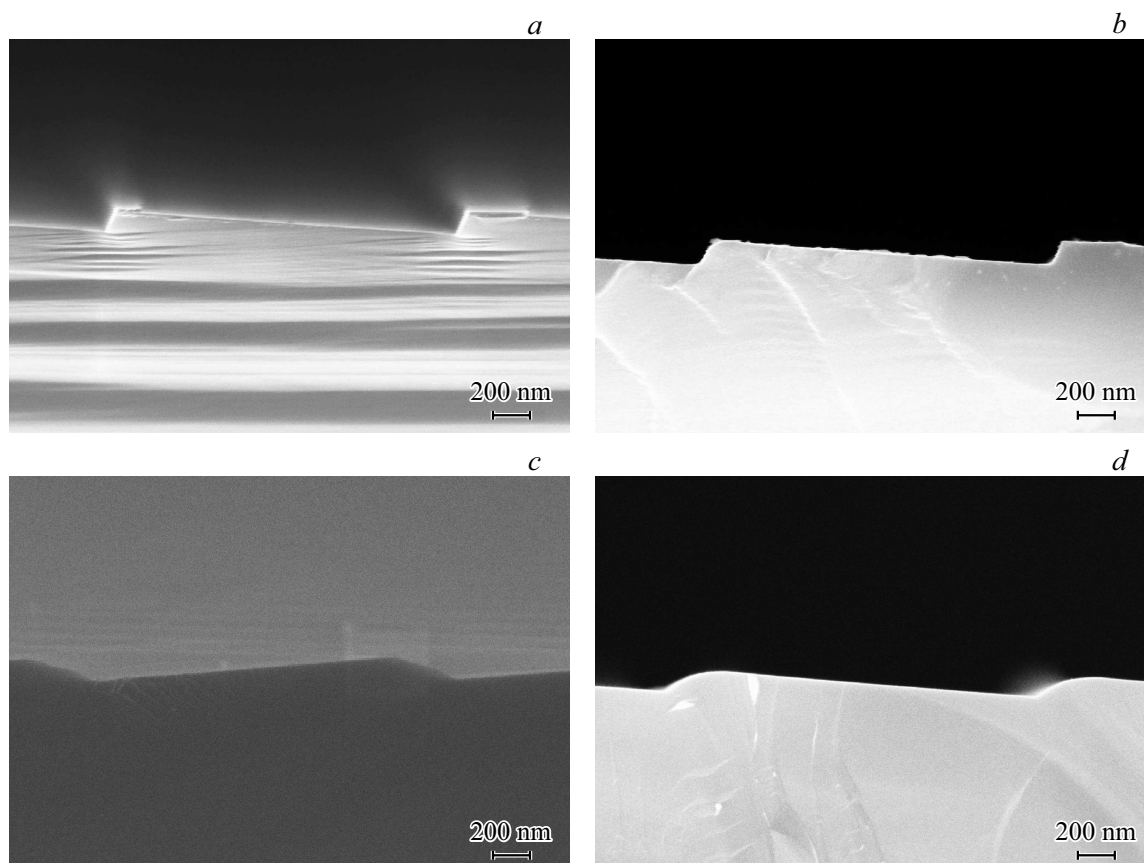


Рис. 2. СЭМ изображения (увеличение $100\,000\times$): *a* — после анизотропного травления в KOH, высота Si-выступа 48 nm; *b–d* — после сглаживающего травления различной длительности.

1.3.2. Полирующее травление

Как упоминалось выше, авторы [17] используют процедуру из девяти циклов обработки RCA-1/HF для удаления любых неровностей и шероховатостей, т.е. выполняют одновременно сглаживающее и полирующее травление, и они сообщают о субмикронной шероховатости. В самом начале нашей разработки СКО (R_q) шероховатости рабочей грани сразу после анизотропного травления в KOH было в диапазоне от 1.8 до 4.9 nm, что абсолютно неприемлемо. После оптимизации режимов травления в KOH R_q шероховатости рабочей грани уменьшилось до 0.45–1.36 nm, что гораздо лучше, но все еще неприемлемо. Для уменьшения шероховатости рабочей грани были опробованы несколько травителей: пирания, перекисно-аммиачный раствор (RCA-1), тетраметиламмония гидроксид (TMAH), кислый травитель для медленного изотропного травления кремния HF:HNO₃:H₂O. В табл. 1 представлены результаты обработки в разных травителях поверхности образцов, выколотых из одной решетки сразу после анизотропного травления в KOH. В табл. 1 строка 3 видно, что образец перетравлен в сглаживающем травителе, однако треугольный профиль и наклон все еще остался на большей части рабочей грани, и лишь на длине 190–200 nm

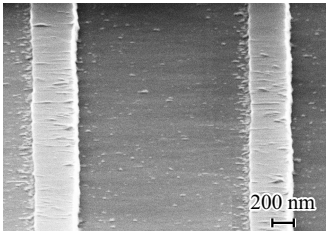
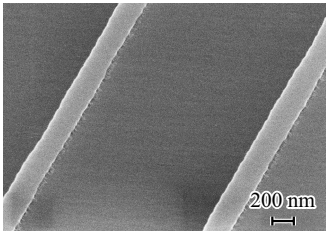
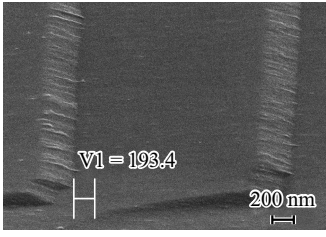
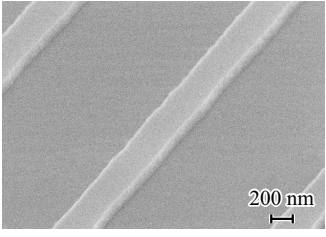
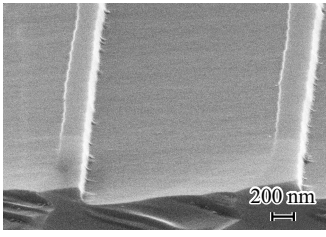
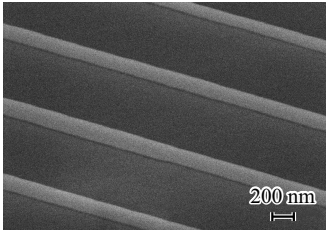
наблюдается ровная, сглаженная поверхность кремния. Это связано с тем, что для Si-выступа высотой 35 nm длительность сглаживающего травления 280 s оказалась вдвое больше необходимой (~ 130 s). Однако важно, что сглаживающий травитель не ухудшает шероховатость поверхности.

Для последующей отработки режимов полирующего травления были выбраны травители TMAH и HF:HNO₃:H₂O. Полирование не должно искажать профиль решетки (длину и угол наклона рабочей грани, глубину канавки), поэтому при отработке полирующего травления необходимо проводить АСМ-исследования.

1.4. Нанесение отражающего покрытия

На Si-решетку треугольного профиля, предназначенную для спектрального диапазона мягкого и жесткого рентгеновского излучения, для улучшения отражательной способности наносят покрытие из однослойного или многослойного материала. Отражающие покрытия наносят обычно методами магнетронного или ионно-лучевого распыления [7,18,19]. Наиболее часто используют Mo, Ru, Zr [16], а также Au или другие благородные металлы с подслоем Cr или Ti [4,12,17,20] для улучшения адгезии. Широко применяются и различные

Таблица 1. Полирующее травление образцов дифракционной Si-решетки

Образец	Шероховатость рабочей грани, Rq , nm	Химическая обработка	СЭМ изображение, увеличение 100 000×
1	Не измеряли	КОН	
2	0.367	КОН, пирания	
3	0.353	КОН, сглаживающий травитель	
4	0.319	КОН, ТМАН	
5	0.608	КОН, RCA-1	
6	0.343	КОН, HF:HNO ₃ :H ₂ O	

многослойные покрытия, состоящие из пары более и менее поглощающего материалов и позволяющие увеличить коэффициент отражения и/или угол скольжения,

что весьма важно в этом спектральном диапазоне [21]. Однако напыление покрытий, состоящие из нескольких десятков или даже сотен бислоев, может приводить к

Таблица 2. Результаты первых опытов напыления покрытия Cr/Au

№ опыта	Образец	Шероховатость поверхности, Rq , nm		Примечание
		Без покрытия	С покрытием Cr/Au	
1	Si-подложка	0.152	1.923	1) Без нагрева образца в камере 2) Без вращения образца
2	Si-решетка	0.340	2.859	1) Разная ориентация образцов относительно потока металлов 2) Нагрев образцов в камере 3) Вращение образцов 4) Нанесение Cr и Au электронно-лучевым напылением 5) Из-за малого количества Cr в тигле возможно толщина слоя Cr < 5 nm, плохая адгезия Au
	Si-решетка		2.357	
3	Si-подложка	0.194	0.744	1) Нагрев образцов в камере 2) Вращение образцов 3) Электронно-лучевое напыление Cr 4) Термическое вакуумное напыление Au
	Si-решетка	0.278	1.335	

деградации границ слоев решетки и перемешиванию материалов, т.е. к изменениям ее дифракционных свойств, что должно учитываться [18,22,23].

Критерии качества покрытия: отражательная способность, шероховатость поверхности, без искажения профиля Si-решетки (угол наклона рабочей грани, длина рабочей грани, треугольный профиль, глубина штриха). Для отладки технологии изготовления решеток на Si было выбрано самое простое покрытие Cr/Au (5/15 nm), которое формировали в установке вакуумного напыления VOC EdwardsTM AUTO 500: на вращающиеся образцы слой Cr наносили электронно-лучевым напылением, а слой Au — как методом электронно-лучевого, так и методом термического вакуумного напыления. В первом опыте покрытие нанесли на фрагмент исходной чистой Si-подложки, во втором опыте — на два образца одной и той же Si-решетки со сглаженным профилем при разной ориентации канавок относительно потока металлов. В обоих опытах получен неудовлетворительный результат. Предстоит варьировать параметры процесса термического вакуумного напыления: 1) температуру образца; 2) напыление с вращением или без него (скорее с вращением, так как оно позволяет улучшить однородность распределения металла по поверхности); 3) местоположение образца относительно источников (так как позиции электронно-лучевого источника и источника термического испарения различны относительно радиуса (центра) держателя образцов, а форма потоков испаряемых металлов коническая, необходимо определить, на каком расстоянии от центра будет достигнут наилучший результат по однородности толщины пленки и шероховатости поверхности); 4) ориентация штрихов Si-решетки относительно потока, в том числе наклон образца. В третьем опыте покрытие было нанесено на фрагмент Si-подложки и на образец Si-решетки со сглаженным профилем. Результаты трех опытов нанесения

покрытия представлены в табл. 2, из которой видно, что шероховатость поверхности в третьем опыте улучшилась по сравнению с предыдущими опытами как у Si-подложки (в 2.6 раза), так и у Si-решетки (в 1.8 раза), хотя еще явно неудовлетворительная и намного хуже, чем у исходного образца. Пока на Si-подложке не будет получено покрытие с шероховатостью $Rq \leq 0.5$ nm, нет смысла проводить АСМ-исследования изменения профиля и случайной шероховатости штриха после нанесения покрытия.

2. Метрология штрихов

При изготовлении Si-решетки на каждом этапе необходим контроль морфологии поверхности. СЭМ изображения используют только на стадии отработки технологии, так как от образца откалывается фрагмент для получения поперечного скола (CS). Однако СЭМ анализ является быстрым и достаточно точным, чтобы определить основные геометрические параметры профиля штрихов и сделать выбор между „качественными“ и „некачественными“ (с искаженной формой профиля, малой длиной рабочей грани, большой шероховатостью и остатками продуктов травления и обработки). АСМ(АFM)-исследования являются неразрушающими и подходят, в том числе для измерения шероховатости. Сравнение СЭМ и АСМ изображений образцов решеток показывает количественное соответствие полученных результатов.

На рис. 3 приведены примеры СЭМ изображений образца дифракционной Si-решетки треугольного профиля с периодом $2 \mu\text{m}$, полученной травлением через защитную Cr-маску Si-подложки (111)⁴, с последующим сглаживанием. Фотографии были получены при различных увеличениях (100 000× и 50 000×) и на различных инструментах, Zeiss Supra 25 и JEOL JSM

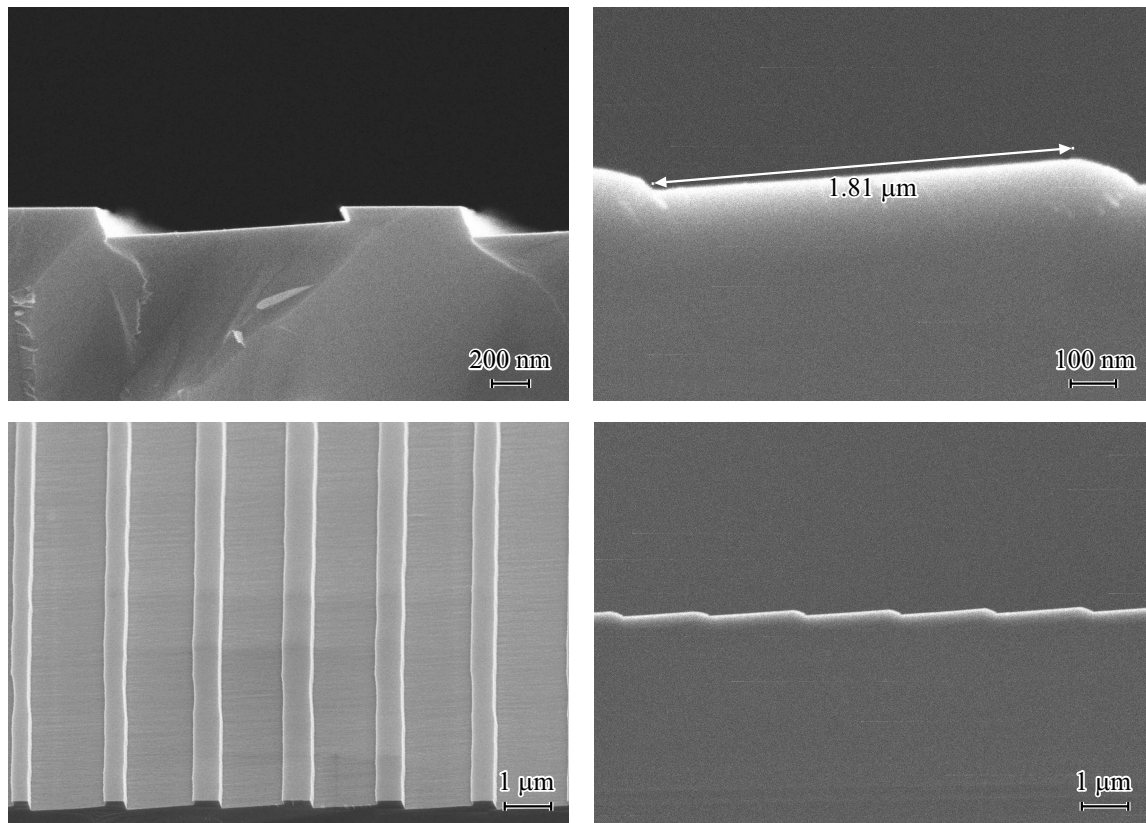


Рис. 3. СЭМ изображения, полученные: слева — после травления в КОН при увеличении $100\,000\times$ на Zeiss Supra 25; справа — после сглаживающего травления 120 s при увеличении $50\,000\times$ на JEOL JSM 7001F. Длина рабочей грани ~ 1825 nm ($50\,000\times$). Обзорные (панорамные) СЭМ изображения получены при увеличении $10\,000\times$ на обоих инструментах.

7001F соответственно. Обзорные (панорамные) СЭМ изображения получены при увеличении $10\,000\times$ на обоих инструментах.

Как следует из анализа СЭМ изображений, поверхность штрихов однородная, ровная, без заметных шероховатостей. В целом, геометрия профиля штрихов близка к идеальной треугольной. После травления остается выступ высотой 70 nm (изображения слева), который полностью удаляется на этапе сглаживания (см. рисунки справа). Средняя длина рабочей грани составляет ~ 1800 nm, что соответствует среднему углу наклона нерабочей грани $\sim 30\text{--}35^\circ$, что является хорошим показателем для подобных коротковолновых решеток с малым углом блеска.

На рис. 4 приведены АСМ сканы образца дифракционной Si-решетки треугольного профиля с периодом $2\ \mu\text{m}$ и средней длиной рабочей грани ~ 1750 nm, полученной травлением через защитную Si-маску. Наши исследования проводились на атомно-силовом микроскопе модели NT-MDT NTegra Aura [24] в полуконтактной моде (semicontact или tapping mode), во всех сканах было 512×512 точек. Мы использовали кремниевые зонды производства TipsNano с типичным радиусом закругления ~ 6 nm. На рис. 4 (слева) приведен АСМ скан длиной $10\ \mu\text{m}$ поверхности образца Si-решетки $500\ \text{nm}^{-1}$

и топограмма угла наклона рабочей грани; на рис. 4 (справа) — АСМ измеренная поверхность этой решетки. Среднеквадратичное отклонение шероховатости по данным измерений составило 0.28 nm в поле $1 \times 1\ \mu\text{m}^2$.

3. Расчеты дифракционной эффективности

Чтобы строго рассчитать дифракционную эффективность исследуемых решеток с учетом АСМ измеренного реального профиля штрихов и случайной шероховатости мы использовали код PCGrateTM—SX v. 6.7 [8], созданный на основе строгого метода граничных интегральных уравнений [2]. С помощью этой программы мы моделировали эффективность изготовленных решеток с учетом реалистического (полигонального) профиля штрихов и определили, что она может достигать 30% в МР—ЭУФ и 50—70% в ЖР диапазонах в классической и конической схемах соответственно. Усредненный профиль канавки, полученный из данных АСМ для одной из изготовленных решеток, был использован для точного расчета эффективности дифракционных порядков в зависимости от угла падения и длины волны в МР—ЭУФ диапазоне.

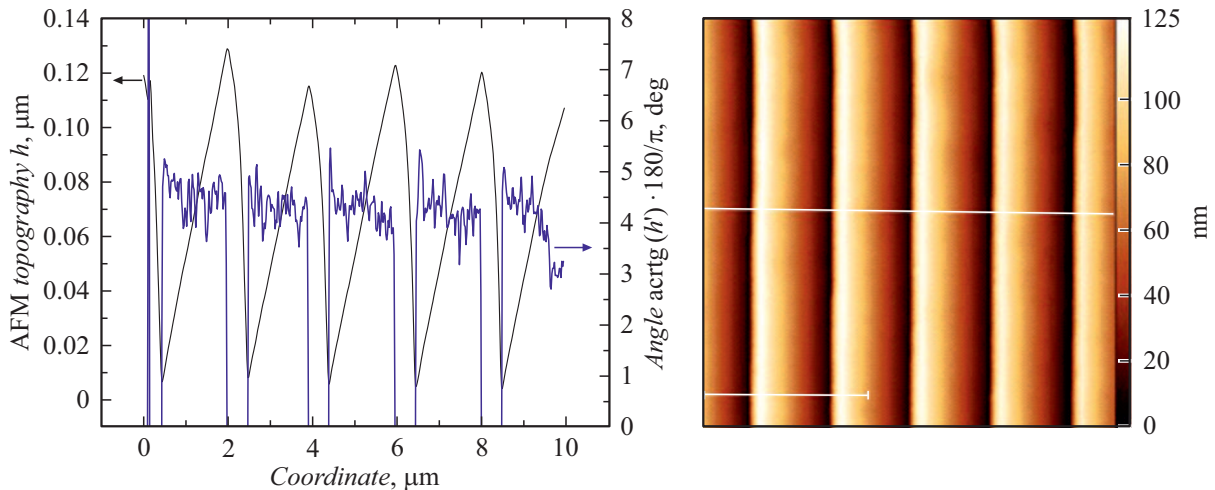


Рис. 4. Слева — АСМ скан $10 \mu\text{m}$ поверхности образца Si-решетки 500nm^{-1} и топограмма угла наклона рабочей грани; справа — АСМ скан $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ поверхности образца Si-решетки.

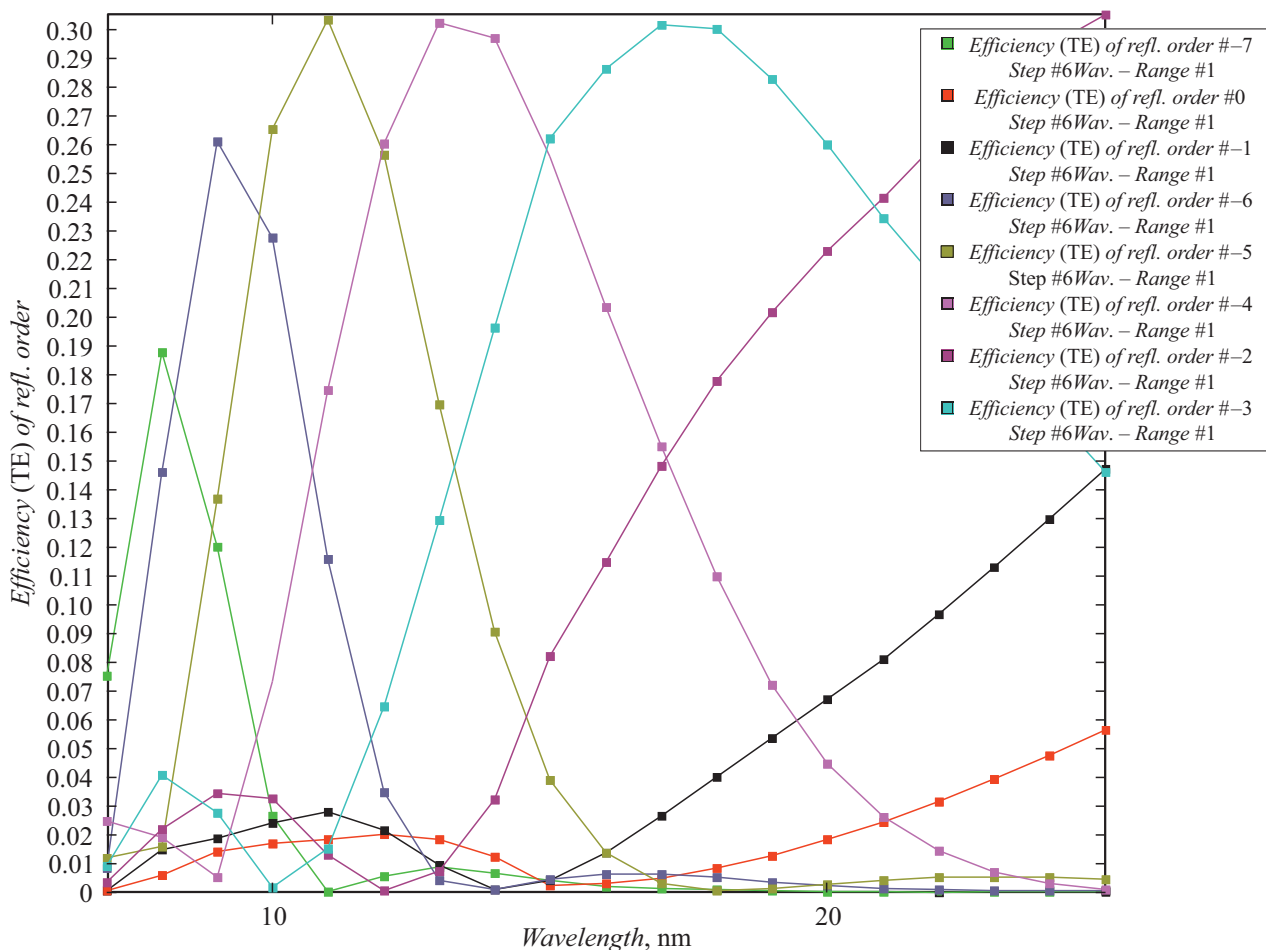


Рис. 5. Теоретическая дифракционная эффективность порядков Au-решетки 500nm^{-1} в классической схеме, рассчитанная при угле падения 83° с использованием реального профиля штрихов, от длины волны.

На рис. 5 представлены результаты строгих расчетов эффективности такой Au-решетки в классической схеме дифракции при угле падения 83° и диапазоне длин волн $7\text{--}25 \text{nm}$ для порядков с номерами от минус 6-го

до 0-го. Как видно из графиков, кривые дифракционной эффективности порядков от минус 6-го до минус 2-го последовательно перекрывают весь исследуемый спектральный диапазон и имеют максимумы вблизи 30%,

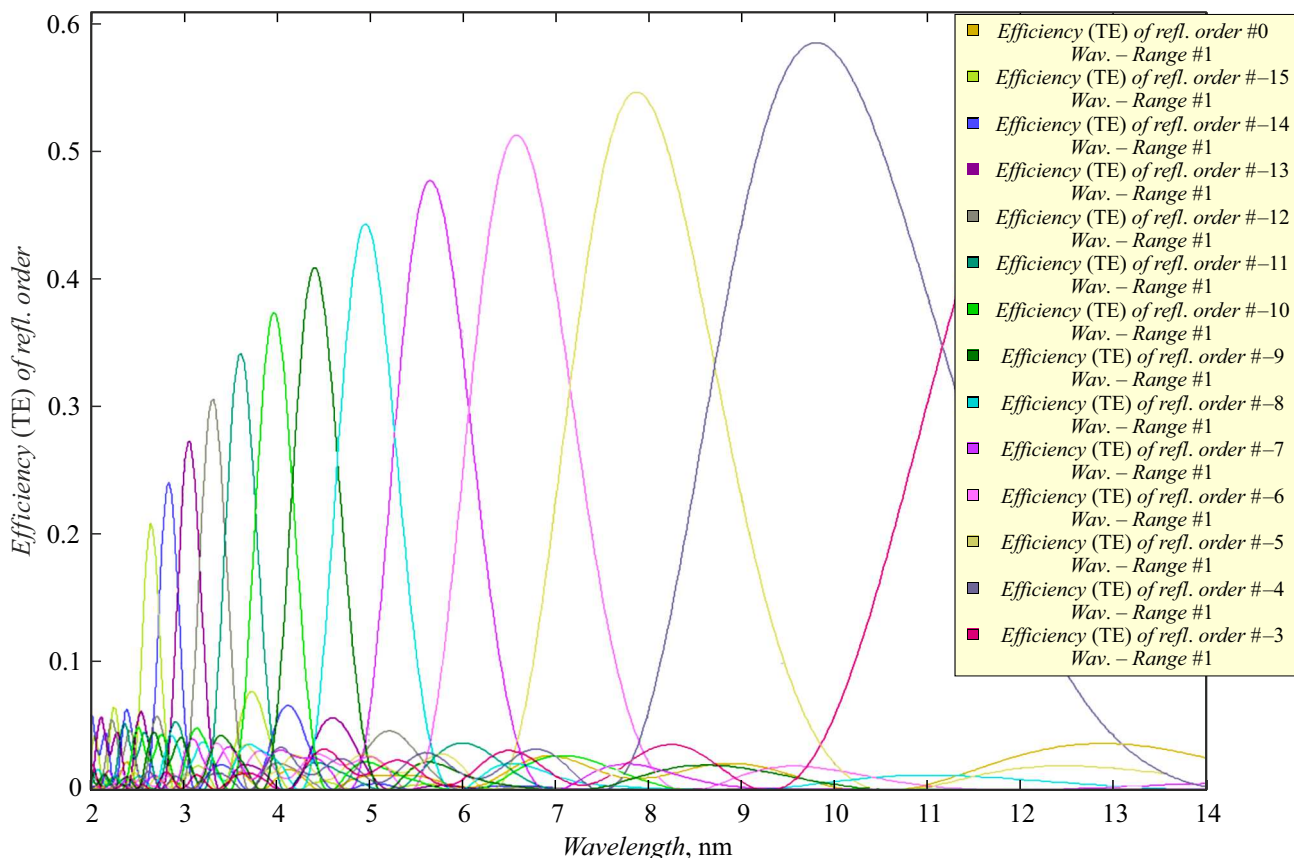


Рис. 6. Теоретическая дифракционная эффективность порядков Au-решетки 500 nm^{-1} в конической схеме, рассчитанная при полярном угле падения 4° и азимутальном 82° с использованием реального профиля штрихов, от длины волн.

что является рекордным для решетки с Au-покрытием в исследуемом спектральном диапазоне и классической схеме дифракции. Отметим, что максимальная дифракционная эффективность решетки с идеальным треугольным профилем всего на несколько процентов выше. При этом эффективность 0-го порядка решетки с реалистичной формой профиля низка и составляет в диапазоне длин волн 7–20 нм среднюю величину $\sim 1\%$, что также говорит о хорошем „блеске“ решетки, т. е. почти идеальном треугольном профиле.

На рис. 6 приведены результаты расчетов эффективности такой же Au-решетки, работающей в конической схеме дифракции при полярном угле падения 4° и азимутальном 80° , в зависимости от длины волны в МР диапазоне. Как следует из графиков, кривые дифракционной эффективности от минус 15-го до минус 3-го порядков последовательно (слева направо) перекрывают весь исследуемый диапазон от 2 до 14 нм и имеют максимум выше 60%, что является абсолютным рекордом для решетки с Au-покрытием в исследуемом спектральном диапазоне. Отметим, что максимальная дифракционная эффективность решетки с идеальным треугольным профилем только на 10% выше.

Результаты демонстрируют хорошую сходимость и высокую точность, получаемую в программе PCGrateTM

при использовании профилей с полигональными случайно-шероховатыми границами, имеющими 500 узлов и исследуемыми в широком угловом и спектральном диапазонах. В моделировании мы выбирали 1000 точек дискретизации на границу и „Проникающий“ („Penetrating“) солвер с учетом конечной проводимости материала решетки и выключенными опциями ускорения сходимости. Ошибка расчетов ~ 0.001 была оценена из энергетического баланса с учетом точного вычисления поглощения [25]. Среднее время, затрачиваемое в обоих случаях на одну расчетную точку на портативной рабочей станции MSI[®] WT73VR 7RM с процессором Intel[®] Xeon[®] E3-1505M V6 & 4GHz и 64 Гб ОЗУ, составляет $\sim 1 \text{ min}$ при работе под Windows[®] 10 Pro и использовании восьмикратного распараллеливания. Показатели преломления Au были взяты с веб-сайта CXRO [26].

Заключение

Разработана технология изготовления среднечастотных Si-решеток с блеском. У образцов решетки 500 nm^{-1} с углом блеска $\sim 4^\circ$, глубиной канавок $\sim 130 \text{ nm}$ и длиной рабочей грани $\sim 1800 \text{ nm}$ профиль сглажен, поверхность канавок чистая, ровная, атомно-

гладкая. Среднеквадратичное отклонение шероховатости поверхности рабочих граней Si-решеток составляет 0.25–0.30 nm (измеренная в поле $1 \times 1 \mu\text{m}^2$). После покрытия Si-решетки слоем Au СКО шероховатости увеличивается примерно в 2 раза; для уменьшения этого параметра требуются дополнительные исследования. Рассчитанные на основе строгого метода дифракционные эффективности полученных решеток достигают рекордных значений ~ 30 и $\sim 70\%$ в максимумах порядков, при работе в МР–ЭУФ диапазоне в классической и конической скользких схемах дифракции соответственно. Наши дальнейшие усилия будут направлены на адаптацию разработанной технологии для изготовления высокочастотных решеток и исследованию их дифракционных свойств.

Благодарности

Электронно-микроскопические исследования выполнены с использованием оборудования федерального ЦКП „Материаловедение и диагностика в передовых технологиях“, поддержанного Минобрнауки России.

Финансирование работы

Работа поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (РФФИ) (20-02-00326) в части экспериментальных исследований. Работа Л.И. Горая, К.Ю. Шубиной, Е.В. Пирогова и А.С. Дашкова поддержана Российским научным фондом (РНФ) (19-12-00270) в теоретической части.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] L. Goray, W. Jark, D. Eichert. *J. Synchrotron Rad.*, **25**, 1683 (2018). DOI: 10.1107/S1600577518012419
- [2] L.I. Goray, G. Schmidt. *Boundary Integral Equation Methods for Conical Diffraction and Short Waves*, in *Gratings: Theory and Numerical Applications*, ed. by E. Popov, 2nd rev. ed. (Institut Fresnel, AMU, 2014), p. 447.
- [3] Б.В. Егоров, С.Ю. Карпов, М.Н. Мизеров. *ЖТФ*, **54** (10), 1942 (1984).
- [4] P. Philippe, S. Valette, O. Mata Mendez, D. Maestre. *Appl. Opt.*, **24** (7) 1011 (1985). DOI: 10.1364/AO.24.001006
- [5] A.E. Franke, M.L. Schattenburg, E.M. Gullikson, J. Cottam, S.M. Kahn, A. Rasmussen. *J. Vac. Sci. Technol. B*, **15**, 2940 (1997). DOI: 10.1116/1.589759
- [6] I.Y. Yusupov, M.D. Mikhailov, R.R. Herke, L.I. Goray, S.B. Mamedov, O.A. Yakovuk. *Proc SPIE*, **1238**, 240 (1991). DOI: 10.1117/12.19398
- [7] D.L. Voronov, E.H. Anderson, R. Cambie, F. Salmassi, E.M. Gullikson, V.V. Yashchuk, H.A. Padmore, M. Ahn, C.-H. Chang, R.K. Heilmann, M.L. Schattenburg. *Proc. SPIE*, **7448**, 74480J (2009). DOI: 10.1117/12.826921
- [8] I. I. G., Inc. [Электронный ресурс] Режим доступа: URL: <http://pcgrate.com> (дата обращения 05.03.2021)
- [9] H. Seidel, L. Csepregi, A. Heuberger, H. Baumgartel. *J. Electrochem. Soc.*, **137** (11), 3612 (1990). DOI: 10.1149/1.2086277
- [10] U.D. Zeitner, T. Fugel-Paul, T. Harzendorf, M. Heusinger, E.-B. Kley. Talk [Электронный ресурс] Режим доступа: URL: <http://www.brera.inaf.it/DispersingElements2017/slides/Zeitner.pdf> (дата обращения 05.03.2021)
- [11] D.L. Voronov, E.M. Gullikson, H.A. Padmore. *Opt. Express*, **25** (19), 23334 (2017). DOI: 10.1364/OE.25.023334
- [12] D.M. Miles, J.A. McCoy, R.L. McEntaffer, C.M. Eichfeld, G. Lavallee, M. Labella, W. Drawl, B. Liu, C.T. DeRoo, T. Steiner. *Astrophys. J.*, **869**, 95 (2018). DOI: 10.3847/1538-4357/aacc73
- [13] C.-H. Chang, R.K. Heilmann, R.C. Fleming, J. Carter, E. Murphy, M.L. Schattenburg, T.C. Bailey, J.G. Ekerdt, R.D. Frankel, R. Voisin. *J. Vac. Sci. Technol. B*, **21** (6), 2755 (2003). DOI: 10.1116/1.1627814
- [14] D.L. Voronov, E.H. Anderson, R. Cambie, S. Cabrini, S.D. Dhuey, L.I. Goray, E.M. Gullikson, F. Salmassi, T. Warwick, V.V. Yashchuk, H.A. Padmore. *Opt. Express*, **19** (7), 6320 (2011). DOI: 10.1364/OE.19.006320
- [15] D.L. Voronov, S. Diez, P. Lum, S.A. Hidalgo, T. Warwick, N. Artemiev, H.A. Padmore. *Proc. SPIE*, **8848**, 88480Q (2013). DOI: 10.1117/12.2024489
- [16] M. Ahn, R.K. Heilmann, M.L. Schattenburg. *J. Vac. Sci. Technol. B*, **25** (6), 2593 (2007). DOI: 10.1116/1.2779048
- [17] L. Golub, P. Cheimets, E.E. DeLuca, C.A. Madsen, K.K. Reeves, J. Samra, S. Savage, A. Winebarger, A.R. Brucocoleri. *J. Space Weather Space Clim.*, **10**, 37 (2020). DOI: 10.1051/swsc/2020040
- [18] M.S. Bibishkin, N.I. Chkhalo, A.A. Fraerman, A.E. Pestov, K.A. Prokhorov, N.N. Salashchenko, Yu.A. Vainer. *Nucl. Instrum. Meth. A*, **543**, 333 (2005). DOI: 10.1016/j.nima.2005.01.251
- [19] D.L. Voronov, P. Gawlitza, R. Cambie, S. Dhuey, E.M. Gullikson, T. Warwick, S. Braun, V.V. Yashchuk, H.A. Padmore. *J. Appl. Phys.*, **111**, 093521 (2012). DOI: /10.1063/1.4710985
- [20] J.A. McCoy, R.L. McEntaffer, D.M. Miles. *Astrophys. J.*, **891**, 114 (2020). DOI: 10.3847/1538-4357/ab76d3
- [21] А.В. Виноградов, И.А. Брыгов, А.Я. Грудский, М.Т. Коган, И.В. Кожевников, В.А. Слемзин. *Зеркальная рентгеновская оптика*, под общ. ред. А.В. Виноградова (Машиностроение, Л., 1989), 464 с.
- [22] D.L. Voronov, M. Ahn, E.H. Anderson, R. Cambie, C.-H. Chang, L.I. Goray, E.M. Gullikson, R.K. Heilmann, F. Salmassi, M.L. Schattenburg, T. Warwick, V.V. Yashchuk, H.A. Padmore. *Proc. SPIE*, **7802**, 780207 (2010). DOI: 10.1117/12.861287
- [23] L. Goray, M. Lubov. *J. Appl. Cryst.*, **46**, 926 (2013). DOI: 10.1107/S0021889813012387
- [24] NTEGRA-Aura SPM. NT-MDT BV [Электронный ресурс] Режим доступа: URL: <https://ntmdt.nl/home/products/ntegra-aura/> (дата обращения 05.03.2021).
- [25] L. Goray. *J. Synchrotron Rad.*, **28**, 196 (2021). DOI: <https://doi.org/10.1107/S160057752001440X>
- [26] Center of X-ray Optics [Электронный ресурс] Режим доступа: URL: <http://henke.lbl.gov/> (дата обращения 05.03.2021).