

08

## Короткопериодные многослойные зеркала для высокоразрешающего монохроматора многослойное зеркало/кристалл

© В.Н. Полковников,<sup>1</sup> Н.И. Чхало,<sup>1</sup> Р.А. Шапошников,<sup>1</sup> А.Д. Николенко<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Институт физики микроструктур РАН,  
607680 Нижний Новгород, Россия

<sup>2</sup>Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН,  
630090 Новосибирск, Россия  
e-mail: shaposhnikov-roma@mail.ru

Поступило в Редакцию 24 апреля 2023 г.

В окончательной редакции 24 апреля 2023 г.

Принято к публикации 24 апреля 2023 г.

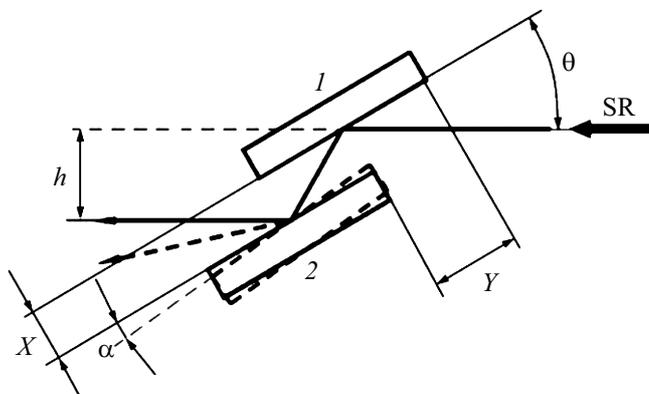
Приведены результаты исследований многослойных структур W/B<sub>4</sub>C с малыми значениями периода для их использования в качестве первого зеркала в двухзеркальном монохроматоре мягкого рентгеновского излучения на станции „КОСМОС“ синхротрона ВЭПП-4М. Показано, что даже в случае совпадения периодов зеркала и кристалла RbAP при работе в широком диапазоне длин волн необходима подстройка брэгговского угла из-за более сильного преломления в W/B<sub>4</sub>C многослойном зеркале.

**Ключевые слова:** многослойные рентгеновские зеркала, синхротронные приложения, монохроматоры рентгеновского излучения.

DOI: 10.21883/JTF.2023.07.55750.102-23

### Введение

Для проведения исследований в мягком рентгеновском диапазоне на станции „КОСМОС“ в „Сибирском центре синхротронного и терагерцового излучения (ЦКП „СЦСТИ“) Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН (ИЯФ СО РАН)“ уже многие годы используется двухкристальный монохроматор [1]. При проведении исследований с высоким спектральным разрешением в монохроматоре используются кристаллы Si (111) в брэгговской геометрии с углами падения, близкими к нормальным. Схема двухкристального монохроматора приведена на рис. 1.



**Рис. 1.** Схема двухкристального монохроматора, используемого на станции синхротронного излучения „КОСМОС“. SR — падающее синхротронное излучение, 1 и 2 — кристаллы монохроматора.

Минимальная энергия, доступная монохроматору с такими кристаллами, составляет 2000 eV и позволяет работать в окрестности K-краев таких элементов, как фосфор и сера. K-края таких важных с технологической точки зрения элементов, как алюминий, кремний, магний, фтор, кислород не попадают в рабочую область работы станции. Для расширения рабочего диапазона в длинноволновую область рассматривается возможность замены Si-монохроматора на органические кристаллы, имеющие большие периоды. Хорошими кандидатами на эту роль являются кристаллы бифталата калия или рубидия (KAP и RbAP). Так, кристалл KAP (001) имеет период решетки 13.3 Å, что позволяет достигать рабочей энергии монохроматора 470 eV и работать на K-краях легких элементов вплоть до кислорода. Одной из перспективных задач, в частности, является исследование свойств перовскитов, имеющих в своем составе кислород с дыркой на p-оболочке.

Проблемой при использовании бифталатов на станциях синхротронного излучения является их низкая радиационная стойкость, приводящая к деградации свойств первого кристалла под белым пучком синхротронного излучения (СИ) за несколько минут. В связи с этим предложено использовать гибридную оптическую схему, в которой первый кристалл заменяется многослойным зеркалом, реализованную, например, в [2,3]. Являясь первым элементом, многослойное рентгеновское зеркало (МРЗ), за счет предварительной монохроматизации излучения на уровне  $\lambda/\Delta\lambda \sim 200$ , на много порядков уменьшает интенсивность падающего на кристалл излучения, тем самым увеличивая его время жизни. При

этом на выходе монохроматора спектральная селективность будет определяться кристаллом.

Спецификой применения многослойных зеркал для этой задачи является предельно малая величина периода, на уровне 13 Å. Экспоненциальный характер влияния межслоевой шероховатости на коэффициент отражения требует атомарно-гладких поверхностей. Из-за малой величины периода также увеличивается необходимое число периодов до 300–500, что накладывает ограничения на допустимую нестабильность технологических параметров роста многослойных зеркал. Также из наличия „тяжелого“ материала в периоде многослойного зеркала следует ожидать большего преломления у зеркал, чем у органических кристаллов. Последнее указывает на неизбежное рассогласование брэгговских углов в процессе сканирования по энергиям фотонов. В настоящей работе все эти факторы исследуются для короткопериодного зеркала W/B4C.

## 1. Выбор материалов для многослойного зеркала

Диапазон длин волн, на работу в котором должна быть оптимизирована оптическая схема монохроматора, составляет 1.69–24.8 Å, что приводит к необходимости синтеза короткопериодных структур ( $d \sim 1$  nm). При этом стоит учитывать, что максимальный коэффициент отражения определяется не только оптическими характеристиками материалов зеркала в выбранном диапазоне длин волн, но и величиной шероховатостей и переходных слоев, развитие которых в структуре приводит к деградации коэффициента отражения. Также необходимо обеспечить стабильность отражательных характеристик используемой структуры под влиянием теплового воздействия. Результаты исследований показывают, что наиболее выгодными с точки зрения термической стабильности являются структуры на основе карбидов [4]. Анализ коэффициентов отражения короткопериодных зеркал показывает, что перспективными структурами для работы в данном диапазоне длин волн являются многослойные зеркала на основе вольфрама и карбида бора [5–7]. Результаты исследования влияния отжига на отражательные характеристики W/B4C структур свидетельствуют об их высокой термической стабильности [8–10]. Исходя из этого, можно сделать вывод, что для замены кристалла в оптической схеме монохроматора, используемого на станции синхротронного излучения „КОСМОС“, следует использовать многослойное зеркало на основе вольфрама и карбида бора.

В таблице приведены значения углов, при которых достигается максимум коэффициента отражения для кристаллов KAP с периодом  $d = 13.3$  Å и RbAp с периодом  $d = 12.9$  Å.

Стоит отметить, что при замене кристалла многослойным зеркалом возникает задача выбора оптимального периода зеркала, так как использование структуры с

Значения углов, при которых достигается максимум отражения при заданной длине волны (первый столбец), для кристаллов KAP (второй столбец) и RbAp (третий столбец)

Длина волны, Å	Угол, градусы (KAP)	Угол, градусы (RbAp)
24.80	68.80	
20.67	50.98	53.23
17.71	41.76	43.36
17.59	41.39	42.98
15.50	35.64	36.93
13.78	31.20	32.28
12.40	27.79	28.73
11.27	25.07	25.91
10.33	22.86	23.61
9.54	21.01	21.70
8.86	19.45	20.08
8.27	18.11	18.69
7.75	16.94	17.48
7.29	15.92	16.42
6.89	15.01	15.49
3.39	7.32	7.55
1.69	3.65	3.76

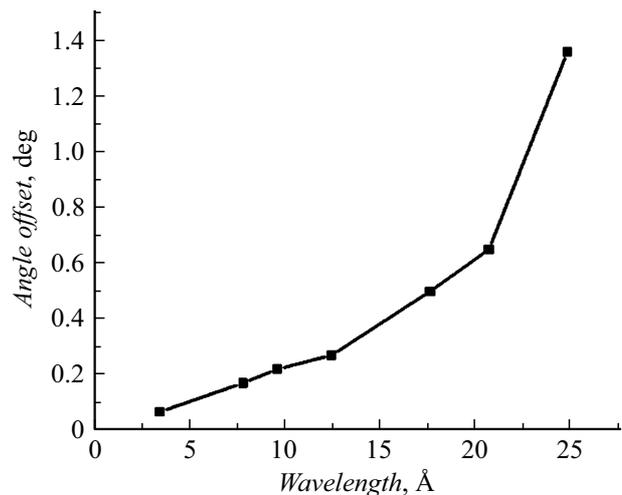
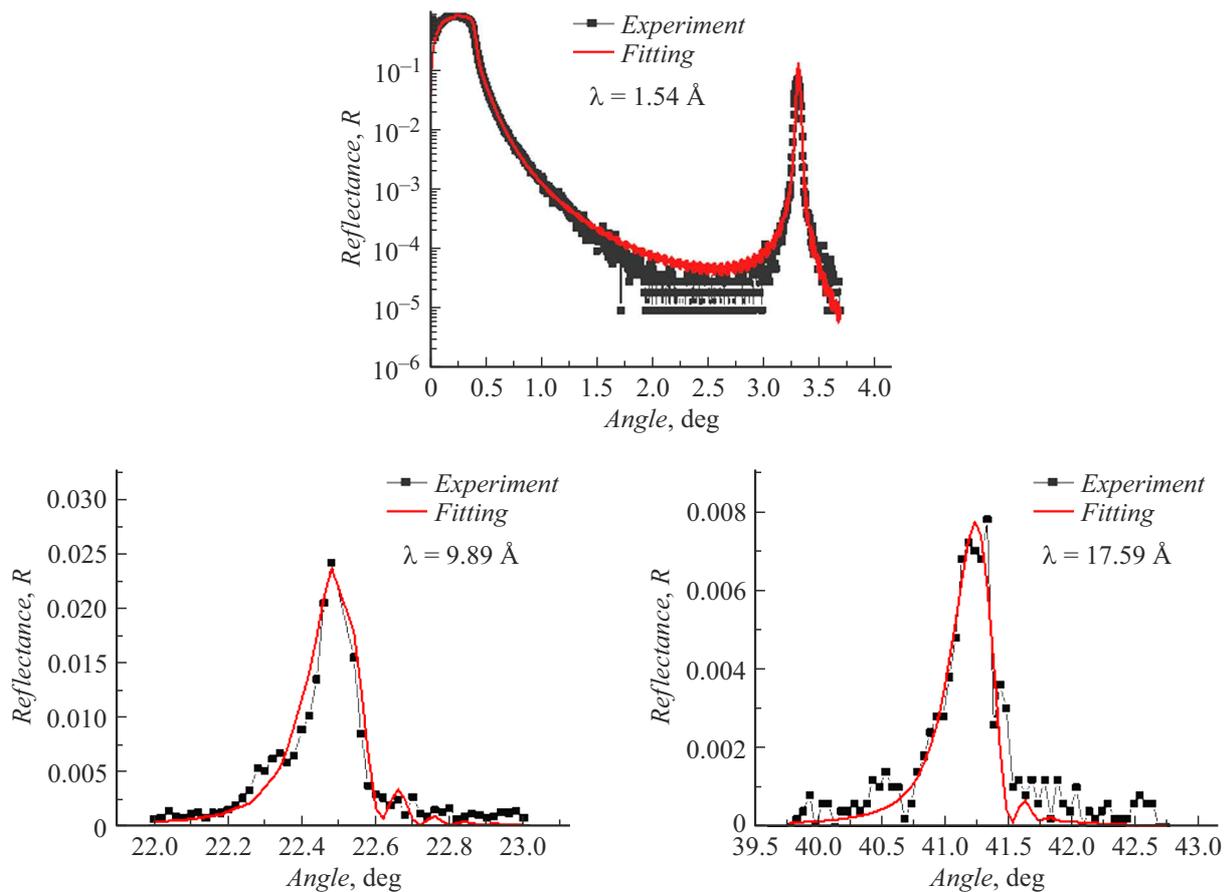


Рис. 2. Зависимость разности брэгговских углов кристалла KAP и многослойного зеркала W/B4C с одинаковыми периодами от длины волны. Доля слоев W в периоде МРЗ  $\gamma = 0.46$ .

идентичным периодом приведет к смещению угла, соответствующего максимальному коэффициенту отражения при заданной длине волны. Данное рассогласование углов для кристалла KAP и многослойного зеркала W/B4C продемонстрировано на рис. 2.

Из представленной зависимости видно, что наибольшее рассогласование углов наблюдается в длинноволновой области спектра. Следовательно, в данном случае период многослойного зеркала должен быть выбран таким образом, чтобы при наибольшей длине волны из рабочего диапазона монохроматора углы, соответствующие максимальному коэффициенту отражения для



**Рис. 3.** Угловые зависимости коэффициента отражения многослойной структуры W/B4C, предназначенной для замены кристалла КАР, измеренные на длине волны 1.54 Å (сверху), 9.89 Å (снизу слева) и 17.59 Å (снизу справа). Черная кривая с точками соответствует экспериментальным данным, красная кривая (в онлайн версии) соответствует фиттингу.

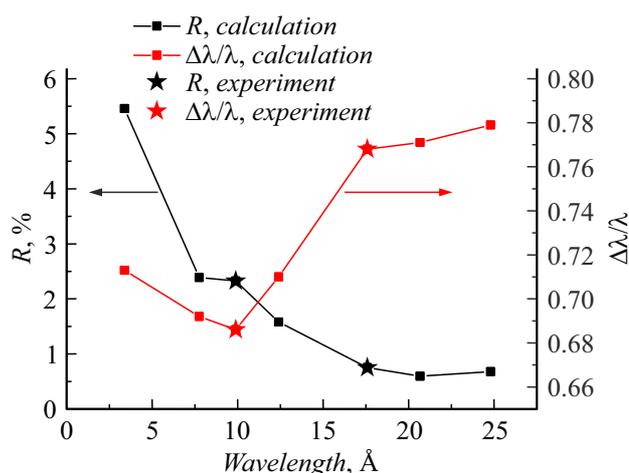
кристалла и зеркала, совпадали. При этом из-за особенностей конструкции монохроматора и регистрирующей части допустимое рассогласование углов не должно превышать 0.34 градуса. Численный расчет показывает, что для того, чтобы угол, соответствующий первому брэгговскому пику W/B4C структуры на длине волны 24.8°, составлял 68.8 градусов, ее период ( $d$ ) должен быть равен 13.36 Å. Аналогичный расчет показывает, что для замены кристалла RbAr на W/B4C зеркало, его период должен равняться 12.96 Å.

## 2. Экспериментальные результаты

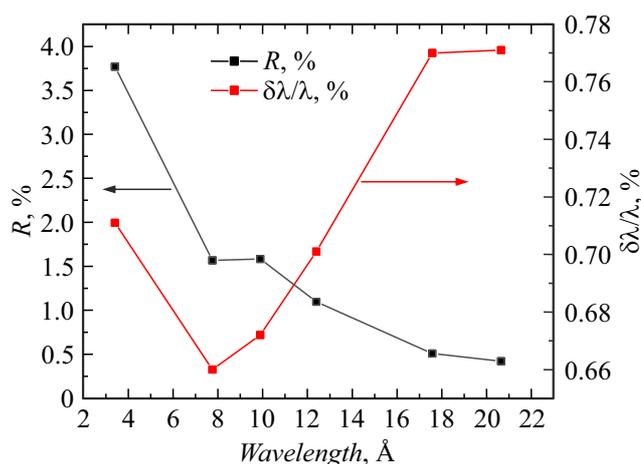
Синтез многослойных зеркал осуществлялся методом магнетронного распыления в цилиндрической вакуумной камере, оснащенной магнетронами планарного типа. В качестве источников питания магнетронов использовались источники питания стабилизированного тока, разработанные в ИФМ РАН. Рабочим газом являлся высокочистый аргон (99.998%), давление остаточных газов на момент синтеза структуры находилось на уровне  $10^{-7}$  Торр, давление рабочего газа — на уровне  $10^{-3}$  Торр.

Изменение толщины слоев материалов осуществлялось путем изменения скорости прохода подложки над мишенями распыляемых материалов. Осаждение распыляемых материалов осуществлялось на кремниевые подложки со среднеквадратичной шероховатостью 0.1–0.2 nm. Подробности о методах синтеза и исследований многослойных зеркал, используемых в ИФМ РАН, можно найти в [11].

На первой стадии экспериментов был проведен синтез многослойного зеркала, предназначенного для замены на него кристалла КАР. Данная структура обладала следующими параметрами: период  $d = 13.36$  Å, толщина слоя вольфрама  $d_W = 5.83$  Å, толщина слоя карбида бора  $d_{B4C} = 7.53$  Å, шероховатость слоев вольфрама  $\sigma_W = 2.5$  Å, шероховатость слоев карбида бора  $\sigma_{B4C} = 4.0$  Å, уход толщины на каждом периоде  $dz = 0.01\%$  от номинального значения. Определение параметров структуры осуществлялось путем фиттинга угловых зависимостей коэффициента отражения на длинах волн 1.54, 9.89 и 17.59 Å в программе Multifitting, разработанной в ИФМ РАН [12]. Указанные выше угловые зависимости, а также их фиттинг приведены на рис. 3.



**Рис. 4.** Расчетная (точки) и экспериментальная (звезды) зависимости коэффициента отражения (черная кривая) и спектральной селективности (красная кривая (в онлайн версии)) в рабочем диапазоне длин волн монохроматора для W/B4C структуры с периодом  $d = 13.36 \text{ \AA}$ .



**Рис. 5.** Расчетные кривые коэффициента отражения (черная кривая) и спектральной селективности (красная кривая (в онлайн версии)) в рабочем диапазоне длин волн монохроматора для W/B4C структуры с периодом  $d = 12.96 \text{ \AA}$ .

По результатам подгонки на рис. 4 приведены расчетные (квадраты) и экспериментально измеренные (звезды) зависимости коэффициента отражения и спектральной селективности W/B4C зеркала с периодом  $d = 13.36 \text{ \AA}$  от длины волны. Из представленных результатов измерений видно, что в большей части диапазона, за исключением окрестности  $45^\circ$ , где коэффициент отражения р-поляризованной компоненты излучения близок к нулю, коэффициент отражения находится на уровне 1 – 5%, а спектральная селективность находится на уровне 1 – 2%. Также видно, что рассогласование брэгговских углов при этом лежит в пределах допустимых значений, что свидетельствует о возможности примене-

ния данного зеркала в качестве замены кристаллу КАР в оптической схеме двухкристального монохроматора.

Для замены кристалла RbAr в оптической схеме монохроматора было синтезировано многослойное зеркало с периодом  $d = 12.96 \text{ \AA}$ . По результатам исследований коэффициентов отражения на указанных выше длинах волн и подгонки построены кривые коэффициента отражения и спектральной селективности (рис. 5) от длины волны. Из сравнения рис. 4 и 5 видно, что с точки зрения коэффициента отражения многослойное зеркало с  $d = 13.36 \text{ \AA}$  выглядит более предпочтительным.

## Заключение

В рамках работы были синтезированы и исследованы многослойные зеркала на основе пары материалов W/B4C с целью их использования вместо первого кристалла в двухкристальной схеме монохроматора на станции „КОСМОС“. Были определены оптимальные параметры зеркал для замены кристаллов КАР и RbAr. Установлено, что для синтезированных структур значение угла, при котором наблюдается максимум коэффициента отражения при заданной длине волны, показывает хорошее совпадение с соответствующим значением для кристаллов. Рассогласование углов при этом не превышает максимально допустимого значения, что свидетельствует о перспективности применения данных структур в схеме монохроматора. С точки зрения коэффициента отражения система „многослойное зеркало с  $d = 13.36 \text{ \AA}$  — кристалл КАР“ выглядит более предпочтительным для решения поставленной задачи.

## Финансирование работы

Работа выполнена при поддержке гранта РФФ 21-72-30029.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] P.S. Zavertkin, D.V. Ivlyushkin, M.R. Mashkovtsev, A.D. Nikolenko, S.A. Sutormina, N.I. Chkhalo. Optoelectronics, Instrumentation and Data Processing, **55** (2), 107 (2019). DOI: 10.3103/S8756699019020018
- [2] K. Yamashita, M. Watanabe, O. Matsudo, J. Yamazaki, I. Hatsukade, T. Ishigami, S. Takahama, K. Tamura, M. Ohtani. Rev. Scientific Instruments, **63**, 1217 (1992). DOI: 10.1063/1.1143087
- [3] G. Laan, J. Goedkoop, J. Fuggle, M. Bruijn, J. Verhoeven, M.J.V. Wiel, A. MacDowell, J. West, I. Munro. Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Section A-accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment, **255** (3), 592 (1987). DOI: 10.1016/0168-9002(87)91229-0
- [4] S. Bajt, D. G. Stearns. Appl. Opt., **44** (36), 7735 (2005). DOI: 10.1364/AO.44.007735

- [5] P.C. Pradhan, A. Majhi, M. Nayak. *J. Appl. Phys.*, **123**, 095302 (2018). DOI: 10.1063/1.5018266
- [6] S.S. Andreev, M.S. Bibishkin, N.I. Chkhalo, E.B. Kluev, K.A. Prokhorov, N.N. Salashchenko, M.V. Zorina, F. Schafers, L.A. Shmaenok. *J. Synchrotron Radiation*, **10** (5), 358 (2003). DOI: 10.1107/S0909049503015255
- [7] M.S. Bibishkin, N.I. Chkhalo, A.A. Fraerman, A.E. Pestov, K.A. Prokhorov, N.N. Salashchenko, Yu.A. Vainer. *Nucl. Instrum. Methods in Phys. Res. A*, **543**, 333 (2005). DOI: 10.1016/j.nima.2005.01.251
- [8] Ch. Borel, Ch. Morawe, E. Ziegler, T. Bigault, J.-Y. Massonnat, J.-Ch. Peffen, E. Debouge. *Laser-Generated, Synchrotron, and Other Laboratory X-Ray and EUV Sources, Optics, and Applications II*, **5918**, 591801 (2005). DOI: 10.1117/12.613873
- [9] P.N. Rao, S.K. Rai, M. Nayak, G.S. Lodha. *Appl. Opt.*, **52** (25), 6126 (2013). DOI: 10.1364/AO.52.006126
- [10] P.S. Singam, M. Nayak, R. Gupta, P.C. Pradhan, A. Majhi, Sh. Narendranath, P. Sreekumar. *J. Astron. Telesc. Instrum. Syst.*, **4** (4), 044003 (2018). DOI: 10.1117/1.JATIS.4.4.044003
- [11] A.D. Akhsakhalyan, E.B. Kluev, A.Ya. Lopatin, V.I. Luchin, A.N. Nechay, A.E. Pestov, V.N. Polkovnikov, N.N. Salashchenko, M.V. Svechnikov, M.N. Toropov, N.N. Tsybin, N.I. Chkhalo, A.V. Shcherbakov. *J. Surf. Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, **11**, 1 (2017). DOI: 10.1134/S1027451017010049
- [12] M. Svechnikov. *J. Appl. Crystallogr.*, **53** (1), 244 (2020). DOI: 10.1107/S160057671901584X