

## Многослойные зеркала на основе Cr/Ti для рентгеновской микроскопии „в окне прозрачности воды“

© С.А. Гарахин,<sup>1</sup> Е.С. Антюшин,<sup>1</sup> М.М. Барышева,<sup>1,2</sup> А.Е. Пестов,<sup>1</sup> В.Н. Полковников,<sup>1</sup>  
Р.С. Плешков,<sup>1</sup> Р.М. Смертин,<sup>1</sup> Н.И. Чхало<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт физики микроструктур РАН,  
607680 Афонино, Нижегородская обл., Россия

<sup>2</sup> Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского,  
603022 Нижний Новгород, Россия  
e-mail: garahins@ipmras.ru

Поступило в Редакцию 13 мая 2024 г.

В окончательной редакции 13 мая 2024 г.

Принято к публикации 13 мая 2024 г.

Изучено влияние тонких прослоек карбида бора ( $B_4C$ ) на внутреннее строение и коэффициент отражения на длине волны 2.74 nm Cr/Ti многослойных зеркал при нормальных углах падения. Зеркала имели 400 периодов величиной около 1.4 nm. Достигнуто увеличение коэффициента отражения с 5 до 11%. Причиной роста коэффициента отражения является уменьшение перемешивания материалов на границах. Значительная часть работы посвящена вопросу прецизионной рефлектометрии на лабораторном рефлектометре в спектральной области „окна прозрачности воды“.

**Ключевые слова:** рентгеновское излучение, многослойные зеркала, рефлектометрия, мягкий рентгеновский диапазон, окно прозрачности воды, буферные слои, рентгеновская трубка, дифракционная решетка, ионный источник.

DOI: 10.61011/JTF.2024.08.58552.162-24

### Введение

Благодаря бурному развитию технологии напыления тонких пленок многослойные зеркала для рентгеновского диапазона (MPЗ) нашли широкое применение в самых различных областях науки, техники и технологии. Они используются в серийных рентгеновских дифрактометрах и спектрометрах для монохроматизации, фокусировки и коллимации рентгеновского излучения [1]. Скрепленная система MPЗ в геометрии Киркпатрика-Баеза обеспечивает нанофокусировку синхротронного излучения [2]. MPЗ на прозрачных подложках или даже свободновисящие структуры используются в качестве светоделителей, поляризаторов, фазовращателей мягкого рентгеновского излучения и фильтров для подавления длинноволнового излучения [3–5]. В последнее время MPЗ начали активно применяться для рентгеновской микроскопии [6,7] в спектральной области „окна прозрачности воды“, длины волн 2.3–4.4 nm. Наиболее проблемной с точки зрения изготовления многослойной оптики здесь остается область длин волн  $\lambda = 2.3–3.1$  nm: в этом диапазоне традиционные слабопоглощающие материалы бор, углерод и кремний достаточно сильно поглощают, поэтому многослойные структуры на их основе имеют низкие коэффициенты отражения — менее 10%. Высоких коэффициентов отражения можно теоретически достичь только в областях аномальной дисперсии оптических констант Ti ( $\lambda = 2.74$  nm) для структур на основе Cr/Ti [8] или V ( $\lambda = 2.4$  nm) для структур типа Cr/V [9].

Настоящая работа посвящена исследованию Cr/Ti многослойных структур, в том числе с прослойками  $B_4C$ , оптимизированных на длину волны  $\lambda = 2.74$  nm. Ранее в [8] максимальный коэффициент отражения мягкого рентгеновского излучения с длиной волны 2.74 nm (452 eV) для структур Cr/Ti составил  $R = 2.1\%$  при падении, близком к нормальному ( $\sim 78.8^\circ$ ), для многослойного зеркала, содержащего 100 периодов толщиной  $d = 1.379$  nm (соотношение толщин слоев 0.5). Для зеркала, содержащего 150 периодов, рассчитанного на работу под углом Брюстера  $45^\circ$ , был достигнут коэффициент отражения  $R = 4.3\%$ . Для минимизации шероховатости и смешивания материалов на границе раздела во время магнетронного напыления применялось двухэтапное ионное ассистирование. Лучшее отражение Cr/Ti без указания длины волны и угла падения излучения, на уровне 17%, отмечено в [10]. Однако в статье предоставлено недостаточно информации для повторения результата другими научными группами, в частности, не указывается угол падения, что очень важно, так как коэффициенты отражения при скользящих углах падения в этом диапазоне длин волн существенно, в разы больше, чем при нормальном.

В настоящей работе для увеличения коэффициентов отражения Cr/Ti структур и улучшения качества межслоевых границ использовались методы интерфейсинжиниринга, для чего в структуру вводились тонкие прослойки карбида бора  $B_4C$ , поскольку ранее было замечено, что слои  $B_4C$  способствуют обеспечению резкой границы раздела. Таким образом, можно наде-

яться подобрать толщину буферного слоя  $V_4C$ , чтобы уменьшение коэффициента отражения вследствие дополнительного поглощения было скомпенсировано увеличением отражения вследствие меньшей размытости границы. Прослойка наносилась на поверхность пленок как хрома, так и титана.

Ввиду крайней сложности измерений коэффициентов отражения в этом диапазоне длин волн значительная часть настоящей работы посвящена вопросу прецизионной рефлектометрии на лабораторном рефлектометре.

## 1. Изготовление многослойных рентгеновских зеркал

Многослойные рентгеновские зеркала  $Cr/Ti$  с буферными слоями  $V_4C$  и без них изготавливаются методом магнетронного напыления в среде  $Ar$  при давлении газа  $\sim 0.2$  Па. Зеркала осаждаются на гладкие кремниевые пластины для микроэлектроники с величиной среднеквадратичной шероховатости  $\sim 0.2$  нм.

Осаждение зеркал осуществляется на уникальной установке магнетронного напыления, разработанной и собранной в ИФМ РАН. Установка включает в себя пост откачки, вакуумную камеру, блок электроники, персональный компьютер с установленной программой управления. Откачка осуществляется сухим форвакуумным насосом и турбомолекулярным насосом с магнитным подвесом и производительностью 2000 L/s. Остаточное давление газов в рабочей камере перед процессом напыления находится на уровне  $3 \cdot 10^{-5}$  Па. С целью шумо- и виброизоляции форвакуумный насос удален из лаборатории в отдельное технологическое помещение.

Вакуумная камера представляет собой цилиндрический объем высотой 0.5 м и диаметром 1 м, внутри которой по окружности установлены шесть круглых планарных магнетронов диаметром 150 мм, что позволяет изготавливать многослойные структуры, содержащие до 6 различных по материалам слоев в периоде. Над каждым магнетроном расположены фигурные прецизионные диафрагмы, обеспечивающие равномерное (или с заданным распределением) нанесение распыляемых материалов на подложку.

Каждый магнетрон представляет собой источник с кольцевым разрядом. На поверхности расположена мишень распыляемого материала, диаметром 150 мм и толщиной от 2 до 8 мм, служащая катодом. Магнитная система магнетрона создает в зазоре между полюсами постоянное магнитное поле напряженностью  $4-7 \cdot 10^{-2}$  Т. Источники питания магнетронов — стабилизированные блоки на постоянном токе, разработанные в ИФМ РАН, позволяют варьировать ток разряда в пределах 100–2000 мА при напряжениях от 100 до 500–600 В. Для высокочастотного распыления мишеней используется блок фирмы „Balzers“ с частотой 13.56 МГц. Охлаждение магнетронов производится за счет принудительной подачи воды с помощью помпы.

Тепловой контакт мишени с магнетроном обеспечивается герметиком „Виксинт“ с медным наполнителем. В качестве рабочей среды используется высокочистый (99.998%) газ аргон. Рабочее давление газа в технологическом процессе составляет  $8-13 \cdot 10^{-2}$  Па.

Скорость напыления можно регулировать изменением токов на магнетронах, а также скоростью прохождения подложки над ними. Характерные значения скорости роста пленок составляют 0.1–1 нм/с.

В случае изготовления  $Cr/Ti$  МРЗ, в том числе с прослойками  $V_4C$ , распыление проводилось при постоянном токе, значения которого для разных мишеней следующие:  $I_{Cr} = 0.3$  А,  $I_{Ti} = 0.3$  А,  $I_{V_4C} = 0.8$  А. Скорости осаждения при этом составили  $\sim 0.08$  нм/с для  $Ti$ ,  $\sim 0.1$  нм/с для  $Cr$  и  $\sim 0.02$  нм/с для  $V_4C$ . Толщины прослойки  $V_4C$  составляли 0.05, 0.1 и 0.15 нм. Под толщиной слоя  $V_4C$  здесь понимается среднее приращение периода структуры за счет добавления  $V_4C$  в  $Cr/Ti$ , образование сплошного слоя  $V_4C$  не предполагается. Прослойки наносились как на границу  $Cr$ –на– $Ti$ , так и на границу  $Ti$ –на– $Cr$ . Величина периода МРЗ составила  $d \sim 1.4$  нм, количество периодов  $N = 400$ .

Для определения структурных параметров многослойных структур — средних толщин пленок и их дисперсии, величины межслоевой шероховатости, плотностей материалов, — применяется совместная подгонка кривых отражения, полученных на длинах волн 0.154 и 2.74 нм, с использованием программного пакета *Multifitting* [11]. Помимо параметров интерфейсов, эта программа применяется для восстановления профилей электронной плотности по глубине МРЗ.

## 2. Исследование $Cr/Ti$ многослойных зеркал на длине волны 0.154 нм

Измерение угловых зависимостей коэффициентов отражения на длине волны  $CuK_{\alpha 1}$  0.154 нм проводится на четырехкристальном высокоразрешающем дифрактометре *PANalytical X'pert-PRO* (Нидерланды). Дифрактометр оснащен гониометром с 6 степенями свободы, обеспечивающим угловое сканирование с точностью, лучше  $0.001^\circ$  при углах до  $100^\circ$ , что более чем достаточно для рефлектометрии МРЗ, когда рабочие углы лежат в диапазоне единиц градусов. Основными факторами, приводящими к уширению наблюдаемых пиков, являются конечная спектральная ширина и угловая расходямость зондирующего пучка. Поскольку измерения производятся на линии  $CuK_{\alpha 1}$ , натуральная ширина которой составляет  $4.4 \cdot 10^{-5}$  нм, при малых скользких углах,  $\theta \approx 1$ , этим уширением можно пренебречь. Угловая расходямость зондирующего пучка дифрактометра лучше  $0.0036^\circ$  [12].

### 3. Исследование Cr/Ti многослойных зеркал на рабочей длине волны 2.74 nm

Измерения коэффициента отражения на линии Ti L $\alpha$   $\lambda = 2.74$  nm (452.2 eV) [13] производятся с помощью лабораторного рефлектометра, разработанного в ИФМ РАН [14]. Рефлектометр состоит из модуля источника излучения, спектрометра-монокроматора РСМ-500 и камеры гониометра. Схема прибора приведена на рис. 1.

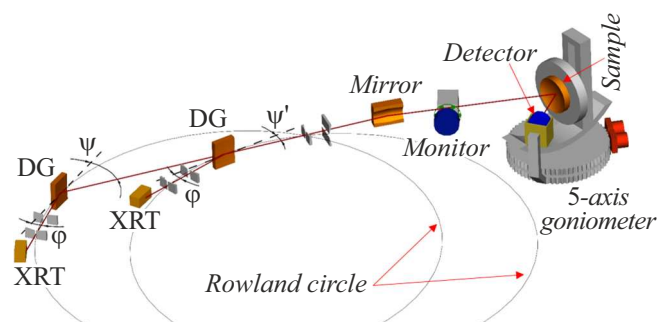
В качестве спектрального элемента в РСМ-500 используется сферическая дифракционная решетка. В зависимости от интересующего диапазона излучения применяются сферические решетки с радиусами кривизны 6 m (диапазон 0.6–5 nm), 4 m (диапазон 1.6–9 nm) и 2 m (диапазон 4–50 nm).

Таким образом, полихроматическое излучение от источника (рентгеновской трубки) через входную щель падает на дифракционную решетку, после чего в соответствии с уравнением решетки

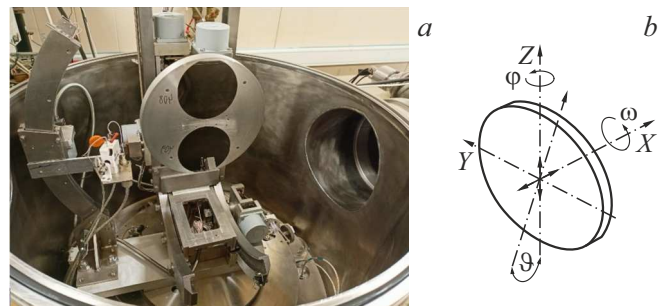
$$\cos \alpha - \cos \beta = m \frac{\lambda}{D}, \quad (1)$$

где  $m$  — порядок дифракции,  $\lambda$  — длина волны и  $D$  — период решетки,  $\alpha$  и  $\beta$  — углы падения и дифракции соответственно, на выходную щель спектрометра фокусируется монохроматическое излучение. Затем дифрагированный пучок через выходную щель направляется на тороидальное зеркало, фокусирующее излучение на исследуемом образце, закрепленном на гониометре. Отраженное излучение регистрируется детектором на основе вторичного электронного умножителя ВЭУ-6. Антирассеивающие горизонтальная и вертикальная диафрагмы, которые можно видеть на рис. 1, служат для уменьшения рассеянного излучения в спектрометре, а также для ограничения вертикального размера зондового пучка.

Сканирование по спектру осуществляется за счет смещения блоков дифракционной решетки и входной



**Рис. 1.** Схема высокоразрешающего лабораторного рефлектометра на основе РСМ-500. XRT — рентгеновская трубка, DG — сферическая дифракционная решетка, Mirror — тороидальное фокусирующее зеркало, Monitor, Detector — детекторы ВЭУ-6, Sample — пример закрепленного образца.



**Рис. 2.** Фотография (a) открытой камеры гониометра и схема движений гониометра (b) высокоразрешающего лабораторного рефлектометра на основе РСМ-500.

щели (рис. 1), с одновременным поворотом дифракционной решетки. При этом входная и выходная щели и дифракционная решетка перемещаются по изогнутой направляющей, строго оставаясь на круге Роуланда, что обеспечивает одновременно высокую светосилу и спектральное разрешение прибора.

Подвижными элементами при сканировании по спектру в такой схеме подключения РСМ-500 являются решетка и источник (входная щель), выходная щель неподвижна. Соответственно камера гониометра стационарна, ее размеры и вес фактически не ограничены. Исследуемые образцы, количество которых ограничено диаметром диска-держателя образцов 300 mm, устанавливаются на гониометре.

Фотография открытой камеры гониометра и самого гониометра, схема движений гониометра приведены на рис. 2. Гониометр, используемый в установке, обладает 5-ю степенями свободы: 1) вращение вокруг вертикальной оси; 2) вращение вокруг горизонтальной оси; 3) вращение вокруг оси, перпендикулярной плоскости образца; 4) линейное перемещение вдоль вертикальной оси; 5) линейное перемещение вдоль оси, перпендикулярной плоскости образца. Все это позволяет проводить исследование оптических свойств в каждой точке образца сложной неплоской формы. Гониометр обеспечивает точность линейных перемещений 0.1 mm в диапазоне 150 mm по  $z$  и 50 mm по  $x$  осям; точность угловых перемещений образца и детектора не хуже  $0.025^\circ$ , отклонение по углам  $\varphi$ ,  $2\varphi$  может достигать  $\pm 360^\circ$ , по углам  $\vartheta$ ,  $2\vartheta$  —  $\pm 30^\circ$ . Также столик может совершать вращение вокруг своей оси на  $360^\circ$  с точностью  $0.1^\circ$ , что увеличивает количество образцов, которые можно исследовать без дополнительного вскрытия вакуумной камеры.

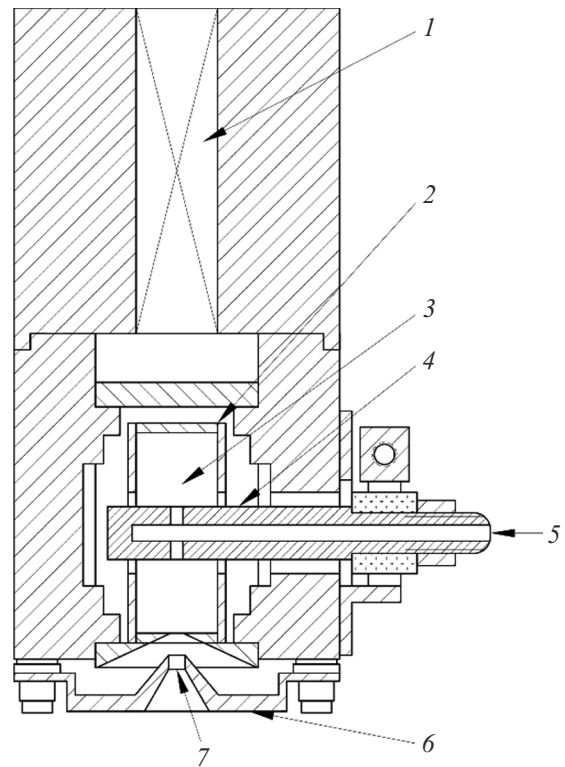
Интенсивность зондового пучка может контролироваться с помощью однофотонного детектора-монитора (Monitor), на который направляется часть рентгеновского пучка, или с помощью основного детектора, для чего образец выводится из пучка. Перед детектором, представляющим собой вторичный электронный умножитель ВЭУ-6, установлен фотокатод, покрытый чувствитель-

ным к рентгеновскому излучению слоем CsI. Детектор обладает двумя вращательными степенями свободы (вращение вокруг вертикальной и горизонтальной оси). В качестве реперной точки для отсчета углового положения детектора выступает опорный сигнал (при этом образец выводится из пучка), затем угловое положение образца корректируется по максимальному отражению в схеме  $2\theta$ -сканирования сначала в области критического угла, затем брэгговского.

В описанной схеме рефлектометра камера гониометра неподвижна, поэтому исследуемый образец может быть массивным. Но источник, перемещаемый по кругу Роланда вместе с дифракционной решеткой, должен обладать малыми габаритными размерами и весом. В лабораторном рефлектометре в качестве источника излучения использована разборная рентгеновская трубка со сменным поворотным анодом [15]. Поворотный 4-гранный узел анода позволяет проводить измерения на характеристических линиях четырех различных материалов без вскрытия на атмосферу. Для выбора материала анода нужная грань поворачивается в направлении катода, что также увеличивает срок службы накальной вольфрамовой спирали и обеспечивает стабильность эмиссионных характеристик за счет уменьшения загрязнения поверхности мишени продуктами испарения термокатода и разложения под воздействием электронного пучка гидрокарбонатов, содержащихся в остаточном газе. В данном эксперименте используются 4 припаянные к водоохлаждаемому медному держателю мишени: магниевая (Mg), железная (Fe), титановая (Ti) и углеродная (C). При работе с этими мишенями измерения производятся на эмиссионных линиях материалов, интенсивность которых варьируется в диапазоне от 150–250 photons/s для титана до 2500 photons/s для Mg. Также имеются сменные 4- и 6-гранные анодные узлы с различными материалами, например, вольфрамом (W), в этом случае работа может производиться на тормозном спектре, спектральная плотность мощности фотонов составляет 60–80 photons/(0.01 nm · s). Таким образом, с накоплением сигнала нетрудно получить статистическую погрешность измерений на уровне 1% во всем диапазоне длин волн.

При использовании анодов рентгеновской трубки из различных материалов рабочий диапазон длин волн лабораторного рефлектометра со стороны коротковолновой части спектра мягкого рентгеновского излучения ограничивается только дифракционной эффективностью решетки и составляет около 0.6 nm, при умеренном, на уровне десятков-сотен W, энергопотреблении. Кроме того, отпадает необходимость в дорогостоящих, габаритных системах защиты оптических элементов прибора от загрязнений, вызванных эрозийными потоками от лазерно-плазменного или газоразрядного источника [16].

Одно из важных преимуществ используемой в рефлектометре рентгеновской трубки — встроенный ионный источник, разработанный в ИФМ РАН и предназначенный для очистки мишени (антикатада) от загрязнений



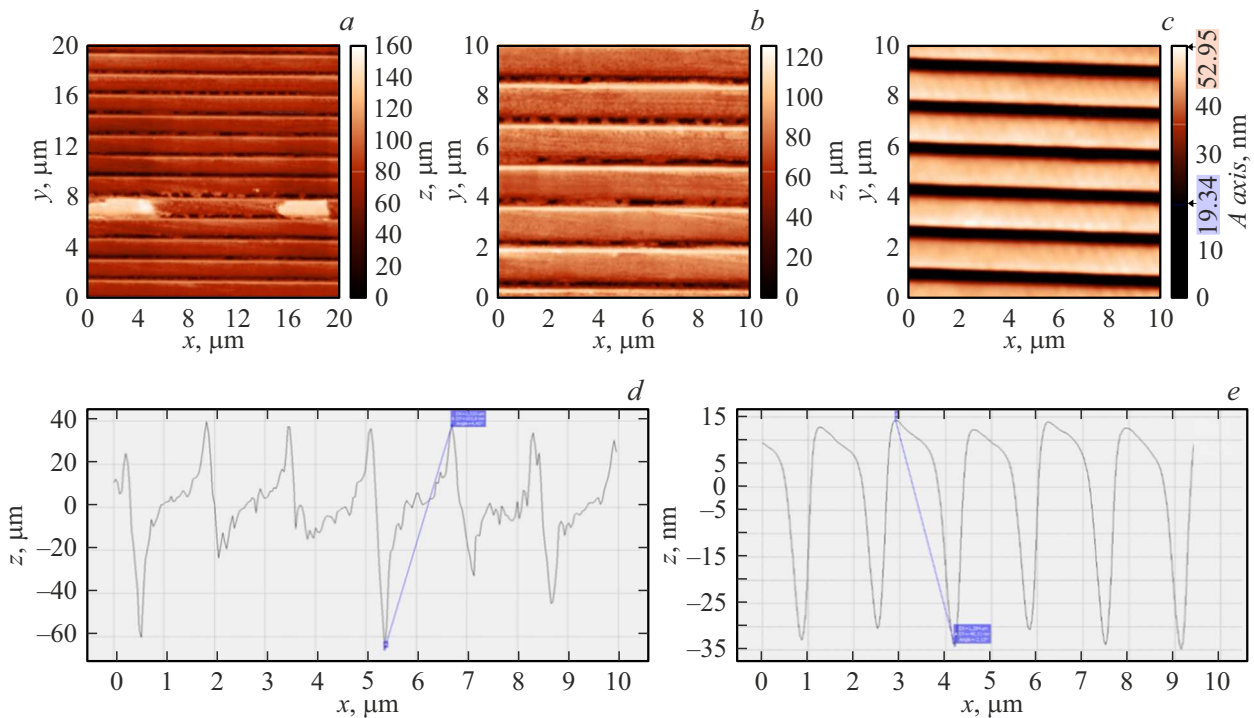
**Рис. 3.** Схема ионного источника: 1 — постоянный магнит, 2 — катод, 3 — разрядная камера, 4 — анод, 5 — напуск газа (Ar), 6 — ускоряющий электрод, 7 — выходная щель.

продуктами испарения материала термокатода и декомпозиции углеводородов и других остаточных газов.

Схема ионного источника представлена на рис. 3. Принцип работы источника следующий. Между катодом 2 и анодом 4 устанавливается разность потенциалов на уровне 1000 V, затем через канал напуска газа 5 в разрядную камеру 3 подается рабочий газ Ar. При давлении в камере на уровне  $1 \cdot 10^{-3}$  Pa происходит газовый пробой, загорается самостоятельный разряд, напряжение разряда (между катодом и анодом) снижается до 250 V. На ускоряющий электрод 6 подается ускоряющее напряжение 1250 V и из выходной щели 7 начинает выходить ионный пучок. Профиль ускоряющего электрода рассчитан таким образом, чтобы обеспечить квазиравномерное распределение ионного тока на поверхности мишени рентгеновской трубки. Чистка поверхностного загрязнения осуществляется за время порядка 30 min.

Эффект ионной чистки проявляется не только в увеличении времени жизни рентгеновской трубки и производительности установки (отпадает необходимость во вскрытиях камеры трубки на атмосферу для механической чистки или замены мишени), но и в стабильности эмиссионных характеристик мишеней, что наиболее важно для прецизионных измерений.

В данном эксперименте в качестве спектрального прибора используется сферическая дифракционная решетка



**Рис. 4.** Результаты АСМ исследований дифракционной решетки до (*a, b, d*) и после (*c, e*) процедуры ионной полировки. Синие линии на рисунках (*d, e*) дают измеренный период  $1.3 \mu\text{m}$ , перепады высот  $103.8$  и  $48.11 \text{ nm}$  соответственно.

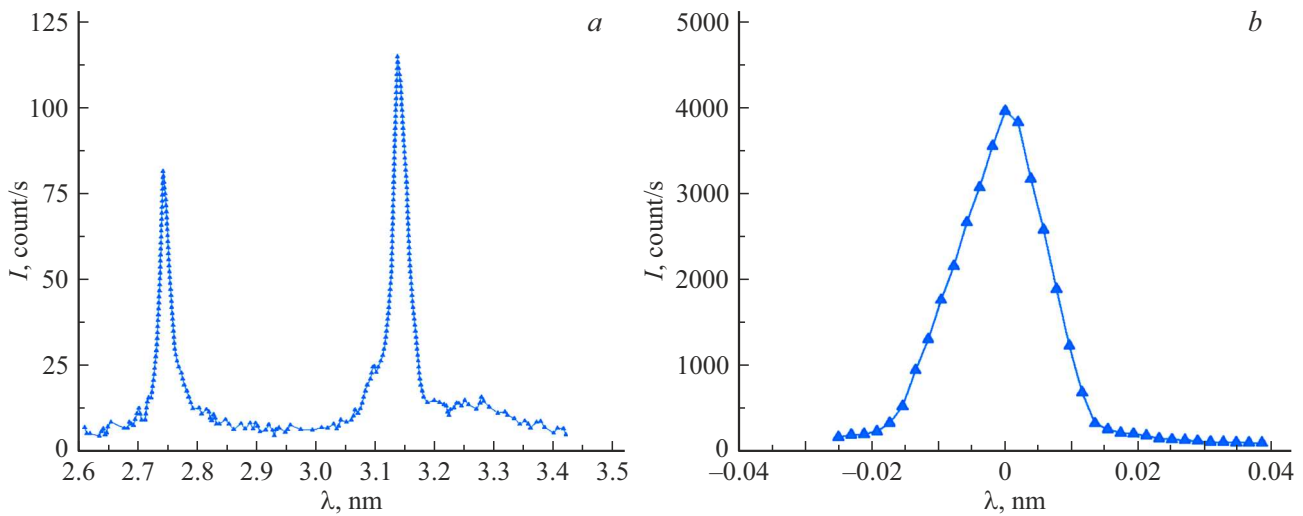
радиусом  $6 \text{ m}$  с частотой штрихов  $600 \text{ lines/mm}$ . Изначально нарезная решетка с высотой штриха  $15 \text{ nm}$  обладала большой шероховатостью штрихов, что снижало ее эффективность при коротких длинах волн. Изображения фрагментов решетки, полученные методом атомно-силовой микроскопии (АСМ), приведены на рис. 4: кадры  $20 \mu\text{m}$  (*a*),  $10 \mu\text{m}$  (*b*) и профиль штрихов (*d*). Для сглаживания шероховатости решетки ее подвергли ионному травлению пучком ионов. Травление проводилось ионами аргона ( $\text{Ar}$ ) с энергией  $800 \text{ eV}$  под нормалью к поверхности, плотность тока на уровне  $0.4 \text{ mA/cm}^2$ . Результат трех полировок приведен на рис. 4, *c, e*. При сравнении АСМ изображений (рис. 4, *a-c*) и построенных по ним профилей решетки (рис. 4, *d, e*) видно, что качество отражающей поверхности возросло, а штрих стал приближен к треугольному.

После процедуры ионной полировки решетка покрывалась слоем платины, толщиной  $30 \text{ nm}$ . Изучение отражательных характеристик изготовленной таким образом решетки на линии углерода  $\text{C}\alpha$   $4.47 \text{ nm}$  при угле падения излучения на решетку  $2^\circ$ , что соответствует схеме установки решетки в РСМ-500, показало зеркальное отражение на уровне  $30\%$ , отражение в первом порядке дифракции  $10\%$ .

На рис. 5 приведены спектры  $\text{Ti}$  мишени, зарегистрированные на лабораторном рефлектометре в нулевом порядке дифракции и вблизи спектральных линий  $\text{Ti L}$   $2.74$  и  $3.14 \text{ nm}$ . Можно видеть, что измеренные ширины этих линий составляют  $0.023$  и  $0.026 \text{ nm}$  соответствен-

но. Спектральная ширина зондового пучка является одной из наиболее важных характеристик, влияющих на точность измерения абсолютных значений пиковых коэффициентов отражения и спектрального разрешения исследуемой оптики. При этом спектральное разрешение решеточного спектрометра определяется как индивидуальными свойствами дифракционной решетки, так и, в значительной степени, юстировкой прибора. Среди погрешностей юстировки, основными негативными факторами являются наклоны входной и выходной щелей друг относительно друга и относительно отражающей плоскости дифракционной решетки, и рассогласование положение щелей и решетки относительно круга Роуанда (нарушение условия фокусировки). Поскольку эти факторы носят чисто геометрический характер, одинаково проявляясь и в случае дифракционного изображения спектральной линии, и в нулевом порядке отражения, как было показано ранее [12], спектральное разрешение прибора может быть достоверно определено по спектральной ширине нулевого порядка и не зависит от длины волны излучения.

На рис. 5, *a* приведена спектральная зависимость интенсивности рентгеновского пучка, измеренная на  $\text{Ti}$  мишени в нулевом порядке. Отрицательные длины волн означают отрицательный дифракционный порядок в соответствии с выражением (1). Измеренная с помощью спектрального прибора ширина спектральной линии,  $\Delta\lambda_{\text{meas}}^{\text{Ti}}$ , связана с истинной шириной линии,  $\Delta\lambda_{\text{line}}^{\text{Ti}}$  и шириной аппаратной функции прибора  $\Delta\lambda_{\text{App}}$  соотноше-



**Рис. 5.** Спектральные кривые, снятые на лабораторном рефлектометре на Ti мишени в нулевом порядке дифракции (а) и в области линий Ti 2.74 и 3.14 nm (b).

нием

$$\Delta\lambda_{\text{meas}}^{\text{Ti}} = \Delta\lambda_{\text{line}}^{\text{Ti}} + \Delta\lambda_{\text{App}}, \quad (2a)$$

если спектральные линии можно представить лоренцевыми кривыми. Для гауссовых кривых эта зависимость квадратична:

$$(\Delta\lambda_{\text{meas}}^{\text{Ti}})^2 = (\Delta\lambda_{\text{line}}^{\text{Ti}})^2 + (\Delta\lambda_{\text{App}})^2. \quad (2b)$$

Произведя, согласно этим формулам, оценку ширины линий Ti по данным измерений (рис. 5, b), получаем, в зависимости от использованной модели (гауссовой или лоренцевой) ширины обеих линий на уровне 0.1–0.2 nm.

Таким образом, в случае проведения измерений рефлектометрических характеристик Cr/Ti рентгеновских зеркал на линиях титана мы имеем ситуацию, когда аппаратная функция прибора сопоставима по ширине и со спектральной линией, на которой производятся измерения, и, как будет показано ниже, со спектральной шириной кривых отражения Cr/Ti структур. В таких условиях кривые отражения, измеренные с помощью лабораторного рефлектометра, будут заметно искажены (уширены) по сравнению, например, с результатами синхротронных измерений, для которых характерны узкие спектральные линии, а измеренный в лабораторных условиях пиковый коэффициент отражения будет ниже.

Поэтому для адекватных измерений необходимо установить правильную модель учета аппаратной функции. Мы использовали два подхода. Первый подход основан на сравнении результатов измерений в нулевом порядке и по данным спектральных измерений узких линий:  $\text{AlK}_{\alpha}$ , 0.834 nm и  $\text{FeL}_{\alpha}$ , 1.76 nm. Результаты сравнения показали, что экспериментальные данные лучше описываются с использованием гауссовой модели.

Второй подход обсуждался ранее в работе [17] для Cr/Sc многослойных структур, аттестованных на лабораторном рефлектометре, и на синхротронной линии

BESSY-2 на длине волны 3.14 nm. Было показано, что лабораторная кривая отражения заметно уширяется, а пиковое значение коэффициента отражения, измеренного на лабораторном рефлектометре, составило  $\cong 13\%$  при результате синхротронных измерений  $\cong 17\%$ . Отметим при этом, что в случаях измерения коэффициентов отражения многослойных рентгеновских зеркал на узких спектральных линиях неоднократно было показано, что результаты предварительных лабораторных измерений хорошо совпадают с данными аттестации синхротронного центра BESSY-II [18–20].

Принимая результат синхротронных измерений за эталон, сопоставляя кривые отражения рентгеновского излучения, полученных на лабораторном рефлектометре и в синхротронном центре, можно предложить методику оценки реального коэффициента отражения рентгеновского зеркала по данным лабораторных измерений. В общем случае связь между реальной кривой отражения (результат синхротронных измерений) рентгеновского зеркала  $R_{\text{exp}}(\lambda)$  и измеренной  $R_{\text{meas}}(\theta)$  задается соотношением

$$R_{\text{meas}}(\lambda) = \int_{\lambda_{\text{min}}}^{\lambda_{\text{max}}} R_{\text{exp}}(\lambda') A(\lambda - \lambda') d\lambda', \quad (3)$$

где  $A(\lambda - \lambda')$  — аппаратная функция рефлектометра, нормированная на единицу

$$\int_{\lambda_{\text{min}}}^{\lambda_{\text{max}}} A(\lambda) d\lambda = 1.$$

При дельтаобразной  $A(\lambda - \lambda')$ , что справедливо для синхротронных источников, измеренная кривая отражения совпадает с реальной. В дальнейшем мы всегда будем

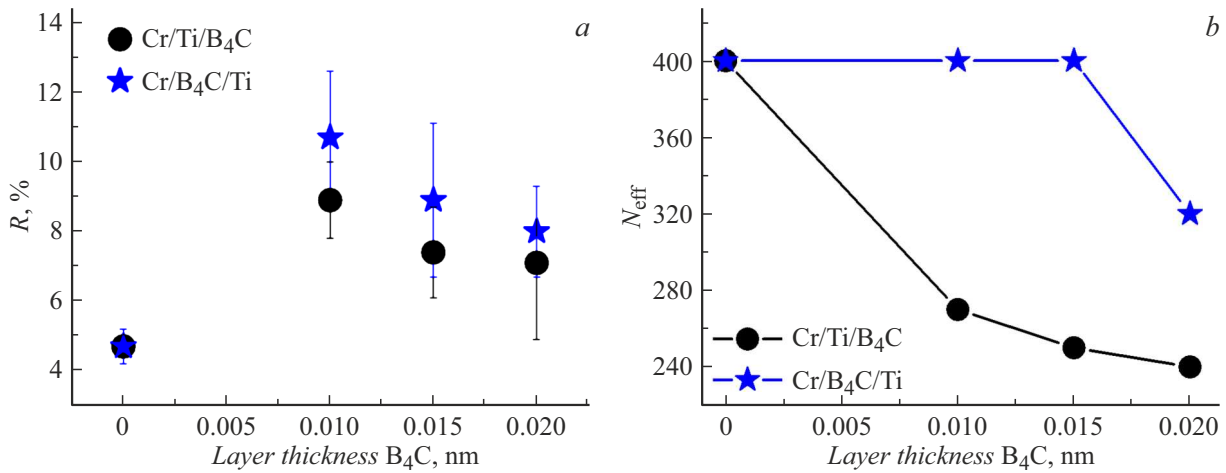


Рис. 6. Зависимость коэффициента отражения (а) и количества  $N_{\text{eff}}$  от толщины буферных слоев  $B_4C$  в МРЗ на основе  $Cr/Ti$  (b).

предполагать, что синхротронные измерения дают „истинное“, эталонное значение коэффициента отражения.

Исследование показало, что наилучшей моделью учета аппаратной функции является гауссова модель, поэтому, используя в (3) гауссову аппроксимацию, для спектральных ширин кривых отражения рентгеновских зеркал, как и в случае (2b), получается квадратичное соотношение между измеренной  $\Delta\lambda_{\text{meas}}$  и реальной  $\Delta\lambda_{\text{exp}}$  ширинами кривых отражения:

$$\Delta\lambda_{\text{meas}}^2 = \Delta\lambda_{\text{exp}}^2 + \Delta\lambda_{\text{App}}^2, \quad (4)$$

Таким образом, зная параметры аппаратной функции, отталкиваясь от кривой отражения, полученный с помощью лабораторного рефлектометра, можно получить величину реального пикового коэффициента отражения, который будет соответствовать коэффициенту, получаемому при синхротронных измерениях. Для перехода от спектральных коэффициентов отражения к угловым можно воспользоваться уравнением Брэгга

$$2nd \sin \theta_{\text{max}} = m\lambda \quad (m = 1), \quad (5)$$

где  $n$  — усредненный показатель преломления многослойного зеркала и, таким образом,

$$\Delta\lambda/\lambda = \Delta\theta/\text{tg} \theta_{\text{max}}, \quad (6)$$

где  $\theta_{\text{max}}$  — угол скольжения, соответствующий пику отражения при фиксированной длине волны,  $\Delta\lambda$  и  $\Delta\theta$  ширины пика отражения для спектральной и угловой кривых соответственно. Из приведенных соотношений можно оценить  $R_{\text{exp}}\Delta\lambda_{\text{exp}} \cong R_{\text{meas}}\Delta\lambda_{\text{meas}}$  (приближенное представление интеграла), т. е. кривая отражения, измеренная на лабораторном рефлектометре, демонстрирует более низкий коэффициент отражения и большую ширину, что и наблюдается в эксперименте.

Таким образом, это соотношение можно использовать для восстановления реального пикового коэффициента отражения на основе значения, полученного с помощью

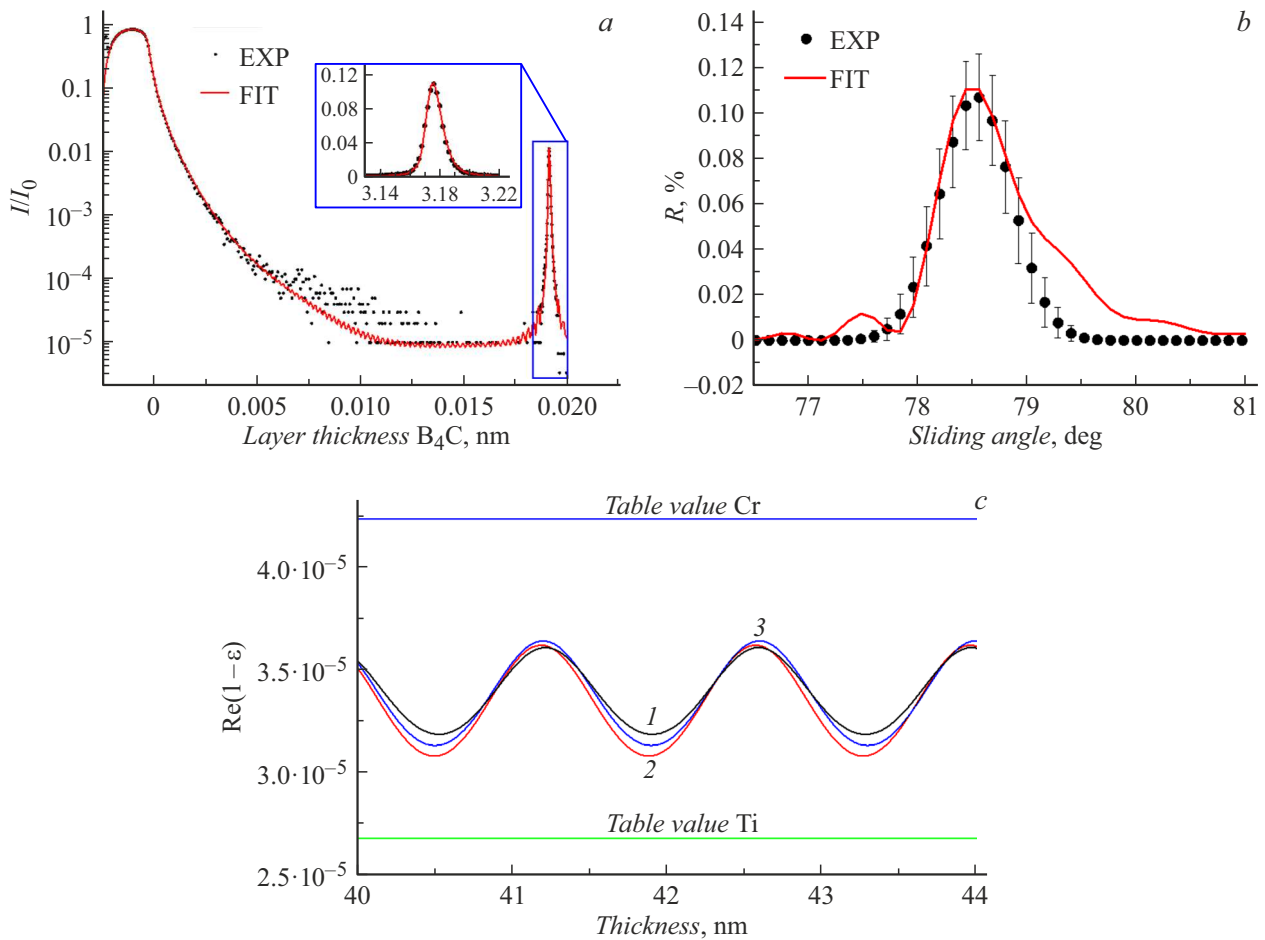
лабораторного рефлектометра:  $R_{\text{meas}}$  и  $\Delta\theta_{\text{meas}}$  берется из лабораторных измерений, затем используется (4) и (6) для расчета  $\Delta\theta_{\text{exp}}$  и  $R_{\text{exp}}$ .

Сопоставляя результаты измерения коэффициента отражения  $Cr/Sc$  многослойных структур на лабораторном рефлектометре и синхротронной линии BESSY-2 на длине волны  $Ti$  3.14 nm [17] и аппроксимируя кривые отражения и аппаратную функцию рефлектометра гауссовыми кривыми, мы получили ширину аппаратной функции в выражениях (3), (4) на уровне  $\Delta\lambda_{\text{App}} \cong 0.01$  nm. Затем по формулам (4)–(6) производим оценку реальных характеристик отражения многослойных  $Cr/Ti$  структур в мягком рентгеновском диапазоне и, используя совместную подгонку результатов изучения МРЗ в мягком и жестком диапазонах длин волн, с помощью программного пакета Multifitting восстанавливаем внутреннюю структуру МРЗ.

#### 4. Результаты и их обсуждение

В работе изучаются МРЗ  $Cr/Ti$  с прослойками  $B_4C$  толщиной 0.01, 0.015 и 0.2 nm на разных границах раздела. В таблице приведены структурные параметры лучших из изученных МРЗ на основе пары  $Cr/Ti$ , коэффициенты отражения на длине волны 2.74 nm указаны на рис. 6, а. Без использования прослойки  $B_4C$  для МРЗ  $Cr/Ti$ , с  $N = 400$  нами получены коэффициенты отражения на уровне  $R = 4.7 \pm 0.5\%$ . Столь низкое значение отражательной способности обусловлено сильным перемешиванием слоев многослойной системы между собой: в слоях  $Cr$  содержится  $\sim 20$  at.%  $Ti$ , а в слоях  $Ti$   $\sim 10$  at.%. Это приводит к сильному изменению плотностей слоев, относительно табличных значений:  $\rho(Cr) = 6.8 \text{ g/cm}^3$ ,  $\rho(Ti) = 4.9 \text{ g/cm}^3$  (см. таблицу).

Добавление  $B_4C$  на любую границу раздела, как можно видеть, приводит к росту отражательной способности МРЗ. При этом, однако, добавление буферных слоев также приводит к уменьшению эффективного значения



**Рис. 7.** Экспериментальные и теоретические зависимости отражательной способности Cr/ $B_4C$ /Ti МРЗ № 5 на длинах волн 0.154 (a) и 27.4 nm (b); профили дисперсионной добавки к действительной части диэлектрической проницаемости: 1 — для Cr/Ti (МРЗ № 1), 2 — Cr/Ti/ $B_4C$  (МРЗ № 2) и 3 — Cr/ $B_4C$ /Ti (МРЗ № 5) (c).

отражающих слоев  $N_{eff}$ , значительно большему в случае осаждения  $B_4C$  на Ti. Зависимости коэффициента отражения и количества  $N_{eff}$  от толщины буферных слоев  $B_4C$  в МРЗ Cr/Ti приведены на рис. 6. Причиной такого изменения  $N_{eff}$  может служить дрейф периода в процессе роста в данной конкретной серии экспериментов.

Наибольший уровень отражательной способности  $R \cong 11 \pm 2\%$  достигается при осаждении буферных слоев  $B_4C$  толщиной 0.01 nm на более плотные слои Cr, а не менее плотные слои Ti, что не свойственно многослойным МРЗ [19].

Причиной увеличения отражательной способности, согласно кривых отражения, является меньшее перемешивание слоев многослойной системы между собой — значения плотностей слоев приближаются к табличным значениям (см. таблицу), что приводит к увеличению скачка электронной плотности на границах раздела. При этом ширина переходных границ не изменяется. На рис. 7 приведены зависимости отражательной способности на длинах волн 0.154 (рис. 7, a) и 27.4 nm (рис. 7, b) от МРЗ с наибольшим коэффициентом отражения  $R \cong 11 \pm 2\%$  — № 5 (Cr/ $B_4C$ /Ti) и профили

дисперсионной добавки к действительной части диэлектрической проницаемости (рис. 7, c) для МРЗ № 1 (Cr/Ti), № 2 (Cr/Ti/ $B_4C$ ) и № 5 (Cr/ $B_4C$ /Ti), показывающие, как введение прослойки  $B_4C$  приводит к более резким профилям диэлектрической проницаемости в многослойной структуре. Мы объясняем это внедрением атомов бора в слои Cr и Ti с образованием боридов в переходной области, препятствующих взаимодействию металлов в структуре.

## Заключение

Работа посвящена изучению МРЗ Cr/Ti с буферными слоями  $B_4C$  на разных границах раздела и без них. Изготовленные методом магнетронного напыления Cr/Ti МРЗ изначально обладали отражением на уровне  $R \cong 5\%$  на длине волны 2.74 nm. Причиной меньшего, по сравнению с теоретическим пределом, коэффициента отражения является перемешивание материалов многослойной системы между собой, из-за чего плотности слоев сильно отличаются от табличных значений, что



Структурные параметры Cr/Ti МРЗ с прослойками В<sub>4</sub>С

Образец	Структура $N = 400$	$d$ , nm	$t$ , nm	Состав слоев	$\rho$ , g/cm <sup>3</sup>	$s$ , nm
192 (1)	Cr/Ti	1.41	Ti ~ 0.7 Cr ~ 0.7	Ti <sub>1.0</sub> Cr <sub>0.11</sub> Cr <sub>1.0</sub> Ti <sub>0.26</sub>	4.9 6.8	3.6 3.4
203 (2)	Cr/Ti/B <sub>4</sub> C	1.38	B <sub>4</sub> C ~ 0.01 Ti ~ 0.7 Cr ~ 0.7	Ti <sub>1.0</sub> Cr <sub>0.05</sub> B <sub>0.04</sub> C <sub>0.01</sub> Cr <sub>1.0</sub> Ti <sub>0.06</sub> B <sub>0.04</sub> C <sub>0.01</sub>	4.5 6.9	3.6 3.4
206 (3)		1.38	B <sub>4</sub> C ~ 0.015 Ti ~ 0.7 Cr ~ 0.7	Ti <sub>1.0</sub> Cr <sub>0.02</sub> B <sub>0.06</sub> C <sub>0.015</sub> Cr <sub>1.0</sub> Ti <sub>0.02</sub> B <sub>0.06</sub> C <sub>0.015</sub>	4.5 6.9	3.6 3.4
207 (4)		1.38	B <sub>4</sub> C ~ 0.02 Ti ~ 0.7 Cr ~ 0.7	Ti <sub>1.0</sub> B <sub>0.08</sub> C <sub>0.02</sub> Cr <sub>1.0</sub> B <sub>0.08</sub> C <sub>0.02</sub>	4.5 7.0	3.6 3.4
219 (5)		Cr/B <sub>4</sub> C/Ti	1.40	Ti ~ 0.7 B <sub>4</sub> C ~ 0.01 Cr ~ 0.7	Ti <sub>1.0</sub> Cr <sub>0.04</sub> B <sub>0.04</sub> C <sub>0.01</sub> Cr <sub>1.0</sub> Ti <sub>0.02</sub> B <sub>0.04</sub> C <sub>0.01</sub>	4.7 6.9
231 (6)	1.39		Ti ~ 0.7 B <sub>4</sub> C ~ 0.015 Cr ~ 0.7	Ti <sub>1.0</sub> Cr <sub>0.04</sub> B <sub>0.06</sub> C <sub>0.015</sub> Cr <sub>1.0</sub> Ti <sub>0.02</sub> B <sub>0.06</sub> C <sub>0.015</sub>	4.5 6.9	3.6 3.4
220 (7)	1.39		Ti ~ 0.7 B <sub>4</sub> C ~ 0.02 Cr ~ 0.7	Ti <sub>1.0</sub> B <sub>0.08</sub> C <sub>0.02</sub> Cr <sub>1.0</sub> B <sub>0.08</sub> C <sub>0.02</sub>	4.4 6.9	3.6 3.4

Примечание.  $N$  — количество периодов в МРЗ,  $d$  — период МРЗ,  $t$  — толщина слоя,  $\rho$  — плотность слоя,  $s$  — ширина интерфейса.

приводит к падению оптического контраста на границах. Добавление тонких, порядка 1 Å, буферных слоев В<sub>4</sub>С на любую границу раздела приводит к росту отражательной способности за счет меньшего перемешивания слоев МРЗ между собой, в результате чего плотности слоев приближаются к табличным значениям.

Наибольшее увеличение коэффициента отражения до значений  $R \cong 11 \pm 2\%$  достигается при осаждении буферных слоев В<sub>4</sub>С на более плотные слои Cr.

### Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 21-72-30029.

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] M. Schuster, H. Gobel. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **28** (4A), A270 (1995). DOI: 10.1088/0022-3727/28/4A/053
- [2] H. Mimura, S. Handa, T. Kimura, H. Yumoto, D. Yamakawa, H. Yokoyama, S. Matsuyama, K. Inagaki, K. Yamamura, Ya. Sano, K. Tamasaku, Y. Nishino, M. Yabashi, T. Ishikawa, K. Yamauchi. *Nature Phys.*, **6** (2), 122 (2010). DOI: 10.1038/nphys1501
- [3] J.B. Kortright, J.H. Underwood. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **291** (1–2), 272 (1990). DOI: 10.1016/0168-9002(90)90073-F
- [4] S.S. Andreev, M.S. Bibishkin, N.I. Chkhalo, A.Ya. Lopatin, V.I. Luchin, A.E. Pestov, K.A. Prokhorov, N.N. Salaschchenko. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **543** (1), 340 (2005). DOI: 10.1016/j.nima.2005.01.252
- [5] N.I. Chkhalo, M.N. Drozdov, E.B. Kluev, S.V. Kuzin, A.Ya. Lopatin, V.I. Luchin, N.N. Salaschchenko, N.N. Tsybin, S.Yu. Zuev. *Appl. Opt.*, **55** (17), 4683 (2016). DOI: 10.1364/AO.55.004683
- [6] A.D. Akhsakhalyan, E.B. Kluev, A.Ya. Lopatin, V.I. Luchin, A.N. Nechay, A.E. Pestov, V.N. Polkovnikov, N.N. Salaschchenko, 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), 1 (2017). DOI: 10.1134/S1027451017010049
- [7] E. Fogelqvist, M. Kördel, V. Carannante, B. Önfelt, H.M. Hertz. *Sci. Reports*, **7** (1), 1 (2017). DOI: 10.1038/s41598-017-13538-2
- [8] N. Ghafoor, P. Persson, J. Birch, F. Eriksson, F. Schäfers. *Appl. Opt.*, **45** (1), 137 (2006). DOI: 10.1364/AO.45.000137
- [9] Q. Huang, J. Fei, Y. Liu, P. Li, M. Wen, Ch. Xie, Ph. Jonnard, A. Giglia, Zh. Zhang, K. Wang, Zh. Wang. *Opt. Lett.*, **41** (4), 701 (2016). DOI: 10.1364/OL.41.000701
- [10] E.M. Gullikson, F. Salmassi, A.L. Aquila, F. Dollar. *Progress in Short Period Multilayer Coatings for Water Window Applications* (Lawrence Berkeley National Laboratory, 2008), <http://escholarship.org/uc/item/8hv7q0hj>

- [11] M. Svechnikov. *J. Appl. Crystallogr.*, **53**(1), 244 (2020). DOI: 10.1107/S160057671901584X
- [12] Н.И. Чхало. *Методы диагностики структурных и дисперсионных свойств многослойных рентгеновских зеркал* (Диссертация, Нижний Новгород, 2009)
- [13] Электронный ресурс. Режим доступа: [https://xdb.lbl.gov/Section1/Table\\_1-3.pdf](https://xdb.lbl.gov/Section1/Table_1-3.pdf)
- [14] М.С. Бибишкин, И.Г. Забродин, С.Ю. Зуев, Е.Б. Клюенков, Н.Н. Салашенко, Д.П. Чехонадский, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок. *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, **1**, 70 (2003).
- [15] М.С. Бибишкин, И.Г. Забродин, Е.Б. Клюенков, Н.Н. Салашенко, Д.П. Чехонадских, Н.И. Чхало. *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, **2**, 41 (2003).
- [16] P.A. Grunow, L.E. Klebanoff, S. Graham Jr., S.J. Haney, W.M. Clift. *Proceed. SPIE*, **5037**, 418 (2003). [www.oxfordxtg.com/products/micro.htm](http://www.oxfordxtg.com/products/micro.htm)
- [17] В.Н. Полковников, С.А. Гарахин, Д.С. Квашенников, И.В. Малышев, Н.Н. Салашенко, М.В. Свечников, Р.М. Смертин, Н.И. Чхало. *ЖТФ*, **90**(11), 1893 (2020). DOI: 10.21883/JTF.2020.11.49980.143-20 [V.N. Polkovnikov, S.A. Garakhin, D.S. Kvashennikov, I.V. Malyshev, N.N. Salashchenko, M.V. Svechnikov, R.M. Smertin, N.I. Chkhalo. *Tech. Phys.*, **65**(11), 1809 (2020). DOI: <https://doi.org/10.1134/S1063784220110225>]
- [18] V.N. Polkovnikov, R.A. Shaposhnikov, S.Yu. Zuev, M.V. Svechnikov, M.G. Sertsu, A. Sokolov, F. Schäfers, N.I. Chkhalo. *Opt. Express*, **30** (11), 19332 (2022). DOI: 10.1364/OE.448069
- [19] R.A. Shaposhnikov, V.N. Polkovnikov, N.N. Salashchenko, N.I. Chkhalo, S.Yu. Zuev. *Opt. Lett.*, **47** (17), 4351 (2022). DOI: 10.1364/OL.469260
- [20] R.M. Smertin, N.I. Chkhalo, M.N. Drozdov, S.A. Garakhin, S.Yu. Zuev, V.N. Polkovnikov, N.N. Salashchenko, P.A. Yunin. *Opt. Express*, **30** (26), 46749 (2022). DOI: 10.3367/UFNr.2019.05.038623