

05; 06; 07; 10; 11; 12

## ИССЛЕДОВАНИЕ КОЭФФИЦИЕНТОВ ОТРАЖЕНИЯ МНОГОСЛОЙНЫХ ТИТАН-КРЕМНИЕВЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ ЗЕРКАЛ ПРИ НОРМАЛЬНОМ ПАДЕНИИ

*С. С. Борисова, И. В. Кожеевников, В. В. Кондратенко, В. Е. Левашов,  
И. И. Ляховская, И. Ф. Михайлов, А. Г. Пономаренко, С. И. Сагитов,  
А. И. Федоренко, В. А. Чирков, А. С. Шулаков*

Методом электронно-лучевого испарения синтезированы многослойные зеркала, состоящие из слоев титана и кремния, и исследованы их дисперсионные и угловые свойства в широком диапазоне длин волн  $\lambda \sim 12\text{--}35$  нм. Измеренные коэффициенты отражения достигают 27.4%. Подобные многослойные покрытия могут быть использованы при создании солнечных МР телескопов и систем МР накачки УФ лазеров.

Предложен и осуществлен метод измерения коэффициентов отражения от многослойных зеркал при нормальном падении, основанный на сравнении спектров МР источника (лазерной плазмы), и изображения этого источника, полученного с помощью фокусирующего многослойного зеркала. Угол падения излучения на зеркало в эксперименте составлял около  $0.5^\circ$ , это значение в принципе может быть уменьшено до  $0.1^\circ$ .

### Введение

Бурное развитие оптики мягкого рентгеновского (МР) диапазона ( $\lambda \sim 1\text{--}30$  нм) связано в первую очередь с появлением и совершенствованием технологии изготовления многослойных рентгеновских зеркал нормального падения [1-3]. В настоящее время большое внимание уделяется созданию многослойных покрытий для длинноволновой части МР диапазона  $\lambda \sim 13\text{--}30$  нм [4-6], которая представляет значительный интерес для солнечной рентгеновской астрономии [7] и МР накачки ультрафиолетовых лазеров [8, 9].

В настоящей работе методом электронно-лучевого испарения вещества синтезированы многослойные зеркала, состоящие из слоев титана и кремния и исследованы их дисперсионные и угловые свойства в широком диапазоне длин волн  $\lambda \sim 12\text{--}35$  нм. Предложен и осуществлен метод измерения коэффициентов отражения от фокусирующих (сферических) многослойных зеркал при нормальном падении.

Подчеркнем, что последнее обстоятельство представляется весьма важным, так как традиционные конструкции рентгеновских рефлектометров, предназначенных первоначально для работы с системами скользящего падения, не приспособлены к измерениям при нормальном падении. В настоящее время в литературе описана, по-видимому, единственная в мире установка, специально сконструированная и созданная для исследования угловых и дисперсионных свойств рентгенооптических элементов нового типа, а также позволяющая проводить измерения при углах падения вплоть до  $0.5^\circ$  [10]. Кроме того, измерение коэффициента отражения от фокусирующих многослойных элементов зачастую затруднено из-за того, что такие элементы нарушают правильную геометрию распространения лучей в рефлектометре (спектрометре).

Многослойные структуры, состоящие из чередующихся слоев титана и кремния, были выращены методом электронно-лучевого испарения вещества из двух источников в прогреваемой сверхвысоковакуумной установке с металлическими уплотнениями и безмасляной системой откачки [11]. Предварительное вакуумирование осуществлялось цеолитовыми насосами, а начиная с вакуума  $\sim 10^{-2}$  Па, включались два ионно-сорбционных насоса «Орбитрон». Рабочий вакуум составлял  $\sim 10^{-6}$  Па. Скорость роста пленок титана и кремния контролировалась по уходу частоты кварцевого резонатора и не превышала 0.03 нм/с.

В качестве подложек использовались шайбы из полированного кварца диаметром 20—25 мм. Поверхность подложек была как плоская, так и вогнутая сферическая с радиусом кривизны 100 мм. Нанесение многослойных покрытий на плоские и сферические подложки проводилось одновременно. Период синтезированных структур составлял  $l \sim 20\text{—}23$  нм, толщина слоев титана  $l_{Ti} \sim 4\text{—}5$  нм, число периодов  $N \sim 10\text{—}15$ . Во всех образцах последним слоем являлась пленка титана. Геометрические параметры исследованных многослойных зеркал приведены в табл. 1.

Окончательный контроль геометрических параметров синтезированных структур проводился на основе анализа кривых отражения  $R(\theta)$  ( $\theta$  — угол скольжения) при съемке в жестком рентгеновском излучении  $\text{Cu-K}\alpha$  ( $\lambda \approx 0.154$  нм). Рентгеносъемки были выполнены по схеме рентгеновского рефлектометра на дифрактометре ДРОН-2. Монохроматором в первичном пучке служил кристалл Si (411). Составляющая  $K\alpha_2$  была срезана щелью. Угловая ширина пучка после монохроматора не превышала  $43''$ . Кривые отражения снимались при неподвижном счетчике с широкой щелью путем углового перемещения исследуемого образца с шагом  $9''$ .

Пример экспериментальной зависимости коэффициента отражения от угла скольжения для образца 4П и результаты численного расчета показаны на рис. 1. Здесь видны область полного внешнего отражения (ПВО) и три первых брэгговских пика (I, II, III). Их угловые положения и полуширины на теоретической и экспериментальной кривых довольно близки. Значение коэффициента отражения в первом порядке составило 53 %. Отличие измеренных значений пиковых коэффициентов отражения от рассчитанных хорошо описывается фактором Дебая—Валлера (см., например, [1]) в предположении, что эффективная высота межплоскостных шероховатостей составляет  $\zeta \approx 1.5\text{—}1.6$  нм. Выяснение причины появления этих шероховатостей, т. е. связаны ли они с шероховатостью подложки или возникают непосредственно в процессе синтеза, потребует дальнейших исследований.

Таблица 1

Геометрические параметры многослойных зеркал, состоящих из слоев Ti и Si

№ образца	Подложка	N	l, нм	$\beta$
1П	Плоская	10	$20.1 \pm 0.5$	} 0.2
1С	Сферическая	10	$20.1 \pm 0.5$	
2П	Плоская	15	$21.4 \pm 0.5$	
2С	Сферическая	15	$21.4 \pm 0.5$	
3П	Плоская	15	$19.5 \pm 0.5$	
4П	»	15	$23.0 \pm 1.0$	

Примечание.  $l$  — период структуры;  $N$  — число периодов;  $\beta$  — доля периода, заполненного более поглощающим веществом — титаном; радиус кривизны сферических подложек был равен 100 мм.

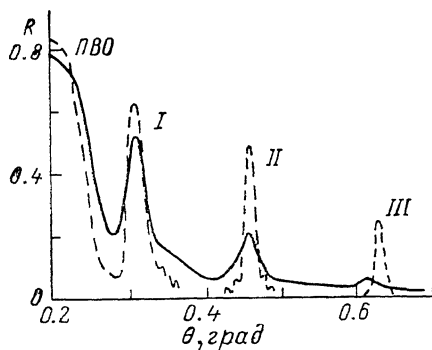


Рис. 1. Зависимость коэффициента отражения от угла скольжения для образца 4П и длины волны падающего излучения  $\lambda = 0.154$  нм.

Сплошная кривая — экспериментальный результат, штриховая кривая — теоретический расчет.

отражения в первом порядке составило 53 %. Отличие измеренных значений пиковых коэффициентов отражения от рассчитанных хорошо описывается фактором Дебая—Валлера (см., например, [1]) в предположении, что эффективная высота межплоскостных шероховатостей составляет  $\zeta \approx 1.5\text{—}1.6$  нм. Выяснение причины появления этих шероховатостей, т. е. связаны ли они с шероховатостью подложки или возникают непосредственно в процессе синтеза, потребует дальнейших исследований.

Измерения коэффициентов отражения от плоских многослойных зеркал в МР диапазоне при наклонном падении проводились на ультрамягком рентгеновском спектрометре РСЛ-400 [12]. Для измерения дисперсионных кривых  $R(E)$  использовалось тормозное излучение вольфрамового анода. При исследовании угловой зависимости коэффициента отражения  $R(\varphi)$  использовалась характеристическая линия  $M_\gamma$  рубидия ( $E=96.3$  эВ,  $\lambda=12.87$  нм). Разрешение спектрометра в эксперименте составляло  $\Delta E \approx 0.6$  эВ. Точность установки угла падения  $\sim 0.5^\circ$ . Падающее на зеркало излучение контролировалось с помощью пропорционального счетчика с метилалевым наполнением. Отраженное от зеркала излучение регистрировалось ВЭУ-6 с фотокатодом CsI. При измерениях учитывались как рассеянный фон, так и различие в эффективности регистрации ВЭУ и счетчика. Относительная ошибка в определении коэффициента отражения составляла около 10 %.

Результаты измерений представлены на рис. 2, 3. На рис. 2 приведены ди-

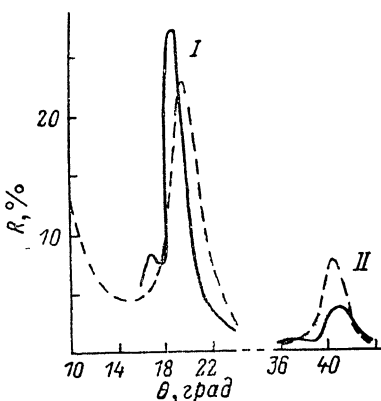
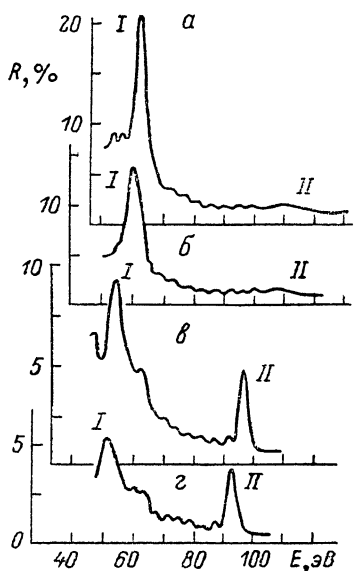


Рис. 2. Зависимость коэффициента отражения от энергии падающих квантов для образца 1П и различных углов падения.

$\varphi=57$  (а), 55 (б), 50 (в) и  $48^\circ$  (г). Первые и вторые порядки отражения отмечены соответствующими римскими цифрами.

Рис. 3. Зависимость коэффициента отражения от угла скольжения для образца 1П и длины волны падающего излучения.

Сплошная кривая — экспериментальный результат, штриховая — теоретический расчет. Римскими цифрами обозначены порядки отражения.

дисперсионные кривые  $R(E)$  для образца 1П при различных углах падения  $\varphi \sim 48-57^\circ$ . Видны первые и вторые порядки отражения, отмеченные соответствующими римскими цифрами. Резкое увеличение коэффициента отражения во втором брэгговском пике при уменьшении угла падения от  $55$  до  $50^\circ$  связано с переходом пика через край поглощения кремния ( $\lambda=12.4$  нм,  $E=100$  эВ). Разрешающая способность всех исследованных зеркал в первом порядке отражения соответствовала числу периодов и составляла  $\lambda/\Delta\lambda \sim 10-15$ . Это означает, что падающее излучение проникает на всю глубину структур, т. е. их толщина (число периодов) была недостаточной для получения максимально достижимого коэффициента отражения. Отсутствие данных об оптических константах титана в длинноволновой части МР диапазона не позволяет сравнить экспериментальные дисперсионные кривые с теоретическими.

На рис. 3 приведена зависимость коэффициента отражения от угла скольжения для того же самого образца 1П и относительно коротковолнового излучения с длиной волны  $\lambda=12.87$  нм ( $M_\gamma$  линия рубидия). Величину диэлектрической проницаемости титана для этой длины волны можно найти из работы [13].

Тем не менее провести сравнение экспериментальных результатов с теоретическими расчетами даже в этом случае затруднительно. Дело заключается в том, что вблизи скачка поглощения разброс в экспериментальных значениях оптических постоянных кремния чрезвычайно велик. Так, на линии  $Rb-M_c$  коэффициенты поглощения кремния по данным работ [14, 15] отличаются в четыре раза, а его поляризуемость имеет разный знак. Расчет по результатам работы [15] приводит к значению коэффициента отражения в первом порядке равному  $R \approx 70\%$  для образца 1П и длины волны  $\lambda = 12.8$  нм. При этом положение пика соответствует углу скольжения  $\theta = 12.5^\circ$ , т. е. сильно отличается от измеренного. Если же воспользоваться данными об оптических константах кремния из работы [14], то согласие теории и эксперимента, как видно из рис. 3, существенно улучшается. Угловые положения и полуширины измеренных и рассчитанных пиков отражения в целом согласуются. Однако измеренное значение пикового коэффициента отражения (в первом порядке) оказывается даже несколько выше расчетного, что свидетельствует о неточности использованных при вычислениях оптических постоянных веществ структуры. Дальнейшее планомерное развитие многослойной оптики для длинноволновой части МР диапазона настоятельно требует тщательных и надежных измерений оптических постоянных большого круга материалов в широком спектральном диапазоне ( $\lambda \sim 10-50$  нм).

### Измерение коэффициентов отражения при нормальном падении

Измерения коэффициентов отражения от сферических многослойных зеркал при нормальном падении проводились по схеме, приведенной на рис. 4. Источником длинноволнового МР излучения служила плазма многозарядных ионов, образующаяся при фокусировке излучения неодимового лазера наносекундной длительности на поверхность твердых мишеней из серы. Параметры лазерной установки и описание источника МР излучения имеются в работе [16]. Многослойное зеркало устанавливалось на оси вакуумного спектрографа ДФС-29 так, чтобы центр его кривизны располагался в нескольких миллиметрах от поверхности мишени над точкой, в которую фокусировалось излучение лазера. Тем самым источник и его изображение были размещены в направлении вдоль щели спектрографа, находясь на одинаковом расстоянии от нее. Угол падения излучения на зеркало составлял около  $0.5^\circ$ . Диаметр зеркала и угловые размеры источника с позиции спектральной щели позволяли полностью использовать апертуру спектрографа. Спектрограф ДФС-29 был оснащен дифракционной решеткой нормального падения (600 штрих/мм,  $r=1$  м) с золотым покрытием. Линейная дисперсия в первом спектральном порядке составляла 1.66 нм/мм. Спектры регистрировались на специальную фотопленку УФ-4. Малая величина астигматизма позволяла регистрировать спектры источника и его изображения на фотопленке в виде неперекрывающихся полос. Коэффициент отражения от многослойного зеркала находился как отношение освещенностей на спектрах изображения источника и самого источника. Получены спектры для образцов 1С и 2С (рис. 5). Ясно видны всплески интенсивности излучения в областях  $\lambda \sim 31-34$  (а) и  $33-36$  нм (б) на спектрах изображения источника, что обусловлено селективным характером отражения от многослойных зеркал. Коэффициент отражения в максимуме, соответствующая длина волны и полуширина пика отражения составляют  $R_0 = 8\%$ ,  $\lambda_0 = 31.7$  нм,  $\Delta\lambda \approx 3$  нм для образца 1С и  $R_0 = 12\%$ ,  $\lambda_0 = 34.5$  нм,  $\Delta\lambda \approx 2.3$  нм для образца 2С.

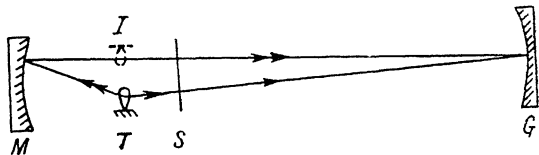


Рис. 4. Схема измерения коэффициента отражения от фокусирующего (сферического) многослойного зеркала при нормальном падении.

М — исследуемое зеркало; Т — источник длинноволнового МР излучения — плазменный факел над поверхностью твердой мишени, нагреваемой лазерным излучением; I — изображение плазменного факела, полученное с помощью исследуемого зеркала; S — щель спектрографа; G — дифракционная решетка спектрографа. Направление дисперсии перпендикулярно плоскости чертежа. Кассета с фотопленкой, на которой регистрируется спектр, находится вне плоскости и не показана.

Использованный нами метод измерения отражательной способности сферического зеркала близок к методу работы [17], в которой точечный источник рентгеновского излучения помещался в фокусе зеркала, а коэффициент отражения определялся из сравнения сигналов детектора в отсутствие и при наличии

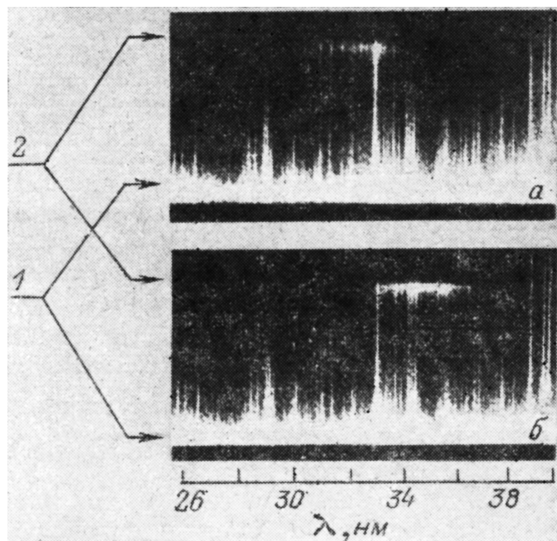


Рис. 5. Спектрограммы прямого излучения источника (1) и излучения, отраженного от многослойного зеркала (2), для образцов 1С (а) и 2С (б).

Источником являлась плазма многозарядных ионов серы.

зеркала. Очевидно, при этом предполагаются стабильность источника, а также малая оптическая толщина его в исследуемой длине волны.

Метод настоящей работы не связан с указанными предположениями. В то же время в обоих методах существенным образом используется предположение об изотропности излучения источника.

Таблица 2

Коэффициенты отражения в первом ( $n=1$ ) и втором ( $n=2$ ) брэгговских пиках от многослойных зеркал, состоящих из слоев Ti и Si (геометрические параметры зеркал указаны в табл. 1)

№ образца	φ, град	$n=1$		$n=2$	
		$\lambda_0$ , нм	$R_0$ , %	$\lambda_0$ , нм	$R_0$ , %
1П	74.5	12.4	15.0	—	—
	62.6	12.8	27.4	—	—
	57	19.2	21.0	—	—
	55	20.3	13.8	—	—
	50	22.3	9.4	12.8	4.8
1С	48	23.8	5.4	13.8	3.8
	0.5	31.7	8.0	—	—
2П	55	21.0	20.9	12.7	5.8
	50	22.9	9.6	13.5	7.6
2С	0.5	34.5	12.0	—	—
3П	60	18.8	22.4	—	—
	55	19.7	15.2	—	—

Примечание. φ — угол падения;  $\lambda_0$  — длина волны МР излучения, соответствующая максимуму коэффициента отражения.

На рис. 6 и в табл. 2 приведены измеренные значения пиковых коэффициентов отражения  $R_0$  для разных длин волн падающего излучения. Угол падения при этом изменялся в широких пределах — от  $\sim 0.5$  до  $75^\circ$ . Значения  $R_0$  в первом порядке отражения для исследованных зеркал заключены в интервале  $R_0 \sim 5.4\text{—}27.4\%$ . Коэффициенты отражения во втором порядке также довольно высоки — до  $8\%$ . При увеличении длины волны (рис. 6) коэффициент отражения падает, что связано с особенностями оптических свойств Ti и Si (в первую очередь с увеличением поглощения). Минимум коэффициента отражения в окрестности  $\lambda \sim 25$  нм связан с явлением Брюстера — малым коэффициентом отражения  $p$ -поляризованного излучения при углах падения  $\varphi \sim 45^\circ$ .

Авторы выражают глубокую благодарность А. В. Виноградову за постоянное внимание к работе и полезные обсуждения.

### Литература

- [1] Барби Т., мл. // Рентгеновская оптика и микроскопия / Под ред. Г. Шмала, Д. Рудольфа. М.: Мир, 1987. С. 196—221.
- [2] Lee P., Bartlett R. J., Kania D. R. // Opt. Engineering. 1985. Vol. 24. N 1. P. 197—201.
- [3] Kozhevnikov I. V., Vinogradov A. V. // Phys. Scripta. 1987. Vol. T17. P. 137—147.
- [4] Barbee T. W., Jr., Mrowka S., Hettrick M. C. // Appl. Opt. 1985. Vol. 24. N 6. P. 883—886.
- [5] Виноградов А. В., Кожеевников И. В., Кондратенко В. В. и др. // Письма в ЖТФ. 1987. Т. 13. Вып. 3. С. 129—132.
- [6] Дубров В. В., Забродин И. Г., Кузьмичев А. И. и др. // Письма в ЖТФ. 1987. Т. 13. Вып. 8. С. 492—496.
- [7] Keski-Kuha R. A. M., Thomas R. J., Epstein G. L., Osantowski J. F. // Application of thin-film multilayered structures to figured X-ray optics. Bellingham, 1985. Vol. 563. P. 299—303.
- [8] Виноградов А. В., Кожеевников И. В., Толстихин О. И. // Квант. электр. 1986. Т. 13. № 12. С. 2424—2430.
- [9] Виноградов А. В., Кожеевников И. В., Толстихин О. И. // Квант. электр. 1987. Т. 14. № 7. С. 1501—1511.
- [10] Danzmann K., Kühne M., Müller P. et al. // Proc. Conf. «Vacuum Ultraviolet Radiation Physics» / Ed. P. O. Nilsen. Lund, 1986. Vol. 1. P. 278—280.
- [11] Палатник Л. С., Лебедева М. В., Усенко М. Ю., Федоренко А. И. // ПТЭ. 1973. № 2. С. 161—162.
- [12] Зимкина Т. М., Фомичев В. А. Ультрамягкая рентгеновская спектроскопия. Л., 1971. 132 с.
- [13] Henke B. L., Lee P., Tanaka T. J. et al. // Proc. Conf. «Low Energy X-ray Diagnostics» / Ed. D. T. Attwood, B. L. Henke. New York, 1981. N 7. P. 340—388.
- [14] Филатова Е. О., Виноградов А. С., Сорокин И. А., Зимкина Т. М. // ФТТ. 1983. Т. 25. Вып. 5. С. 1280—1285.
- [15] Handbook of optical constants of solid / Ed. E. D. Palik. Orlando, Florida: Academic Press, 1985. 804 p.
- [16] Кополов Е. Ya., Kramida A. E., Podobedova L. I. et al. // Phys. Scripta. 1983. Vol. 28. N 3. P. 330—334.
- [17] Keane C., Nam C. H., Meixler L. et al. // Rev. Sci. Instr. 1986. Vol. 57. N 7. P. 1296—1298.

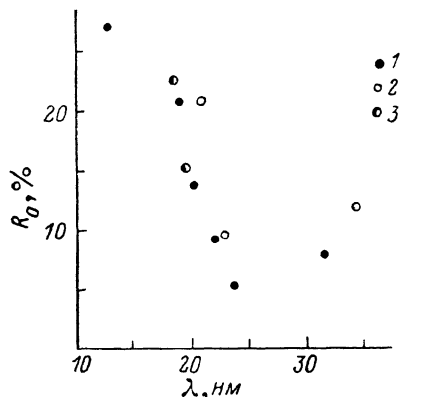


Рис. 6. Зависимость пикового коэффициента отражения от длины волны МР излучения для образцов 1П и 1С (1), 2П и 2С (2) и 3П (3).

Углы падения варьировались от  $\sim 0.5$  до  $62.6^\circ$  (см. также табл. 2).

Физический институт

им. П. Н. Лебедева АН СССР  
Москва

Поступило в Редакцию  
3 февраля 1988 г.