

08

Сглаживающий эффект Si-слоев в многослойных зеркалах Be/Al для спектрального диапазона 17–31 nm

© Р.С. Плешков,¹ С.Ю. Зуев,¹ В.Н. Полковников,¹ Н.Н. Салащенко,¹ М.В. Свечников,¹ Н.И. Чхало,¹ Р. Jonnard²

¹ Институт физики микроструктур РАН, 603087 Нижний Новгород, Россия

² Laboratoire de Chimie Physique — Matière et Rayonnement, UPMC Univ Paris 06/CNRS UMR 761411 Paris, France
e-mail: pleshkov@ipmras.ru

Поступило в Редакцию 16 апреля 2020 г.

В окончательной редакции 16 апреля 2020 г.

Принято к публикации 16 апреля 2020 г.

Представлены результаты исследования сглаживающего эффекта тонких пленок Si, примененных в качестве буферных слоев в многослойных зеркалах Be/Al, оптимизированных для работы на длинах волн больше 17.1 nm. Исследованы многослойные зеркала околонормального (угол скольжения 88°) и скользящего падения (угол скольжения 33.5°). Показано, что эффект наблюдался для многослойных зеркал Be/Si/Al с периодами, по крайней мере, до 29 nm. Для зеркал нормального падения, оптимизированных на длину волны 17.14 nm, получен рекордный пиковый коэффициент отражения 62.5% при спектральной селективности $\lambda/\Delta\lambda = 59$. Исследована временная стабильность данных зеркал.

Ключевые слова: рентгеновское излучение, многослойные зеркала, магнетронное распыление, сглаживающий барьерный слой.

DOI: 10.21883/JTF.2020.11.49977.135-20

Введение

Интерес к многослойным зеркалам (МЗ) на основе бериллия и алюминия вызван развитием работ в области диагностики лабораторной и солнечной плазмы. Требования к отражательным характеристикам МЗ в таких работах постоянно повышаются. Использование данных материалов в МЗ, оптимизированных под характерные для исследования плазмы длины волн, позволяет удовлетворить требованиям благодаря уникальным оптическим свойствам бериллия и алюминия.

В диапазоне 17–31 nm лежит ряд интенсивных линий ионов наиболее обильных в солнечной короне элементов (He, Fe, Si и др.), представляющих большой интерес для астрофизики. Температуры максимумов светимости линий этих спектральных интервалов перекрывают диапазон от 0.05 до 20 МК, что соответствует высотам солнечной атмосферы, начиная от переходного слоя и выше. При этом линии элементов, относящихся к различным слоям Солнца, могут по спектру располагаться довольно близко друг к другу. Например, линия относительно „холодного“ HeII (30.4 nm, переходной слой, температура порядка 80 000 К) располагается между „горячими“ (внешние области короны, температура порядка 2.5 МК) FeXV ($\lambda = 28.4$ nm) и FeXVI ($\lambda = 33.5$ nm). Поэтому для выделения определенных спектральных линий, например в телескопических приборах, важно, чтобы МЗ сочетало высокий пиковый коэффициент отражения R и узкую спектральную полосу пропускания ($\Delta\lambda$ — спектральная ширина пика отражения на половине высоты).

Для наблюдения и изучения процессов, протекающих в солнечной короне, в настоящее время разрабатываются российские обсерватории „АРКА“ и „КОРТЕС“ [1,2], которые должны обеспечивать рекордно высокое пространственное, спектральное и временное разрешение. В состав аппаратуры, в частности, предполагается включить телескопы с каналами регистрации 17.1 и 30.4 nm.

Среди задач диагностики лабораторной плазмы можно, например, выделить задачу рентгеновской спектроскопии Li [3,4]. Li K обладает низкой энергией излучения (50–55 eV), и в данном спектральном диапазоне отсутствуют эффективные многослойные зеркала для получения спектра с высокой интенсивностью и хорошим спектральным разрешением. В настоящей работе изучались МЗ для работы на длине волны 26 nm при угле скольжения 33.5°.

МЗ Be/Al интересны и в качестве оптических элементов для отражения излучения в устройствах, используемых в синхротронах. В частности, таким устройством может быть двухзеркальный монохроматор, работающий в широком диапазоне длин волн, такой как, например, [5]. В [5] описан монохроматор метрологической станции синхротронного излучения „Космос“, расположенной в Сибирском международном центре синхротронного терагерцового излучения. Использование в таком устройстве одного типа многослойного зеркала для работы во всем диапазоне невозможно, из-за наличия краев поглощения у материалов. В [6] описан набор зеркал для монохроматора, работающего в диапазоне 0.41–15.5 nm. Расширение рабочего диапазона

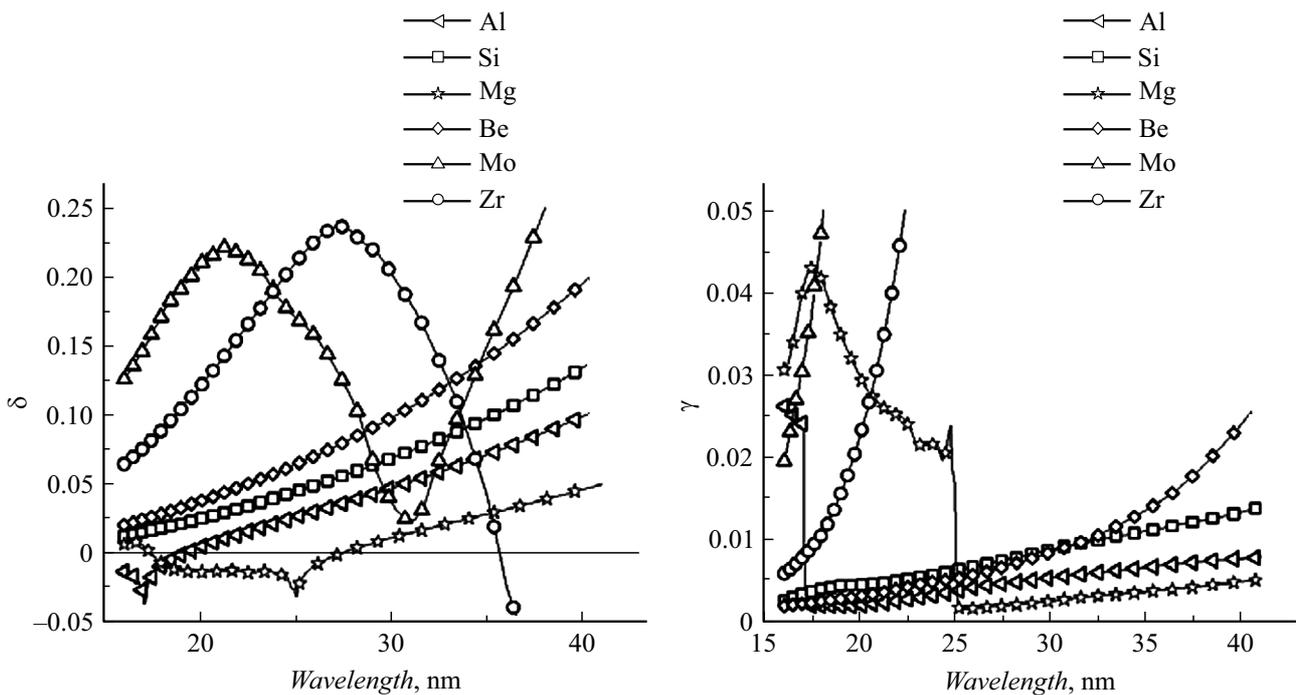


Рис. 1. Дисперсионные зависимости добавок к показателям преломления ($n = 1 - \delta + i\gamma$) „легких“ и „тяжелых“ материалов.

в длинноволновую область спектра опять же требует обращения к МЗ, оптимизированных на 17–45 нм.

Традиционно для проектирования МЗ используется классическая схема, в которой комбинируются „легкий“ и „тяжелый“ материалы. В качестве „легкого“ выбирается материал с минимальным поглощением в рабочем диапазоне длин волн. Ему в пару подбирается „тяжелый“ материал, как правило, обладающий большим поглощением и удовлетворяющий условию максимизации скачка диэлектрической проницаемости на границе слоев.

Дисперсионные зависимости добавок к показателям преломления ($n = 1 - \delta + i\gamma$) таких материалов в интересующем нас спектральном диапазоне приведены на рис. 1. Среди материалов, представленных на графике, „тяжелыми“ являются Mo и Zr (большое значение γ), „легкими“ — Al, Si, Mg и Be (малое значение γ). Данные взяты из [7].

Спроектированные по классической схеме МЗ способны обеспечить высокий пиковый коэффициент отражения (из-за значительной разницы в показателях преломления). При этом $\Delta\lambda$ остается большой (из-за большого суммарного поглощения в структуре). Для ряда задач это может оказаться неприемлемым. Например, для задач обсерваторий „АРКА“ и „КОРТЕС“ требуется $\Delta\lambda < 0.42$ нм для длины волны 17.1 нм и $\Delta\lambda < 1.2$ нм для 30.4 нм. В случае МЗ, спроектированных по данной схеме, параметр $\Delta\lambda$ не удовлетворяет поставленным условиям, как можно видеть по данным из табл. 1.

Зеркала, спроектированные по классической схеме, неспособны обеспечить сочетание одновременно высоких значений коэффициента отражения и спектральной

Таблица 1. Примеры некоторых МЗ, созданных по классической схеме

Зеркало	R, %	$\Delta\lambda$, nm	Ссылки
$\lambda = 17.1$ нм			
Al/Mo/SiC	53.4	0.76	[8,9]
Al/Mo/B4C	59.0	0.875	[8,9]
Mo/Si	54.0	0.875	[10]
Al/Zr	56.0	0.6	[11]
$\lambda = 30.4$ нм			
Mo/Si	22.0	~ 4	[11]
Mg/Sc/SiC	50.0	1.65	[12]

селективности. Для решения этой проблемы требуется поиск новых подходов и новых составов.

Альтернативный подход связан с сочетанием в составе МЗ двух слабо поглощающих материалов. Одним из таких материалов может быть бериллий. Из рис. 1 следует, что на длинах волн больших 17 нм, одним из наиболее прозрачных (малое γ) материалов является алюминий. Бериллий же, кроме низкого поглощения (γ), обладает большим рассеянием (δ) по отношению к алюминию, чем другие слабо поглощающие материалы, что в случае использования его как рассеивающего материала в МЗ типа Be/Al удовлетворяет условию максимизации скачка диэлектрической проницаемости на границе слоев.

Использование в структуре МЗ только слабо поглощающих материалов позволяет увеличить глубину экстинкции и, следовательно, повысить спектральную

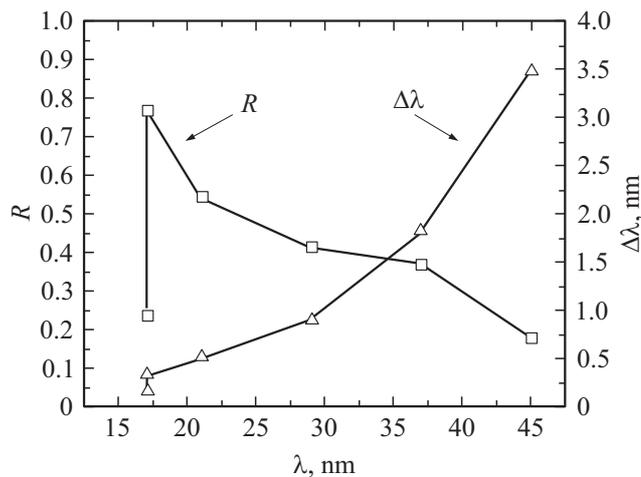


Рис. 2. Теоретические зависимости пикового коэффициента отражения R и спектральной полосы пропускания МЗ $\Delta\lambda$ для зеркала Ве/Ал при фиксированном угле скольжения 88° .

селективность. Несмотря на меньший скачок диэлектрической проницаемости по сравнению с классическим подходом, пиковый коэффициент отражения остается довольно высоким за счет того, что теперь при отражении излучения от МЗ работает большее число периодов структуры.

На рис. 2 представлены теоретические зависимости R и $\Delta\lambda$ от длины волны для МЗ нормального падения Ве/Ал. При расчетах угол скольжения излучения выбирался 88° (2° от нормали). Для каждой длины волны подбирался период структуры, обеспечивающий выполнение условия Вульфа–Брэгга.

Видно, что теоретически МЗ Ве/Ал в диапазоне от 17 до 40 нм обладают довольно высокими R при относительно малых $\Delta\lambda$ (свыше 70% и менее 0.5 нм в окрестности длины волны 17 нм).

Однако на практике наблюдается значительное отличие теоретической и экспериментальной отражательными способностями. В [8] рассматривалась отражательная способность двухкомпонентного МЗ Ве/Ал и Ве/Ал с буферными слоями Si на длине волны 17.14 нм при углах падения близких к нормали. Показано, что введение промежуточного слоя Si толщиной около 1 нм в каждый период способно увеличить пиковый коэффициент отражения (с 47 до 60%). Предполагается, что такое улучшение оптических характеристик получается из-за сглаживания границ раздела в структуре благодаря аморфизации слоев Al в присутствии Si. В случае использования такой прослойки последующий материал в периоде не наследует кристаллическую структуру предыдущего. Также указывается, что максимальный пиковый коэффициент отражения достигается в МЗ, в котором Si наносится только на верхнюю границу Ве-слоя. Спектральная полоса пропускания МЗ Ве/Si/Al остается при этом небольшой ($\Delta\lambda \sim 0.4$ нм).

Важно отметить, теоретически для МЗ типа Ве/Ал существует перспектива использования на длинах волн существенно больших 17.1 нм (до 30–40 нм). В то же время очевидно, что для больших длин волн требуются МЗ с большими периодами и толщинами отдельных пленок Al и Ве в периоде. Аналогичное увеличение величины периода будет и в случае оптимизации МЗ под меньшие углы скольжения излучения. Возникает вопрос о максимальных толщинах Al и Ве, при которых все еще будет наблюдаться сглаживающий эффект от Si.

В настоящей работе на примере трех структур с различными периодами исследуется вопрос о сглаживающем эффекте кремниевого буферного слоя в зеркалах на основе Ве/Ал.

1. Методика эксперимента

Многослойные зеркала синтезировали методом магнетронного напыления при постоянном токе на установке, оснащенной шестью магнетронами планарного типа. Каждый магнетрон представляет собой источник с кольцевым разрядом. На поверхности расположена мишень распыляемого материала диаметром 150 мм и толщиной 5–6 мм. В качестве рабочей среды использовался высокочистый (99.998%) газ аргон. Рабочее давление газа в технологическом процессе составляет $\sim 10^{-1}$ Па. Характерная скорость роста пленок ~ 0.1 –1 нм/с. Материалы, формирующие многослойные зеркала, осаждались на сверхгладкие (среднеквадратичная величина шероховатости 0.1–0.2 нм) кремниевые подложки. Давление остаточных газов было не выше 10^{-4} Па. Подробнее об условиях синтеза Ве-содержащих зеркал можно посмотреть в [9].

Аттестация синтезированных многослойных зеркал проводилась путем измерения отражательных характеристик методами малоугловой рентгеновской дифракции (на длине волны 0.154 нм) и рентгеновской рефлектометрии (в окрестностях длин волн 17.1, 26 и 30.4 нм — рабочие длины волн исследуемых МЗ).

Измерения методом малоугловой рентгеновской дифракции проводили в диапазоне углов скользкого падения излучения на образец $\theta = 0$ – 3° с использованием четырехкристального высококоррелирующего дифрактометра PANalytical X'PertPro ($\lambda = 0.154$ нм).

В лаборатории измерения в окрестности длины волны 17.1, 26 и 30.4 нм проводились на рефлектометре с лазерно-плазменным источником и монохроматором Черни–Тернера [10]. Измерения на 17.1 и 26 нм дублировались синхротронными, выполненными на рефлектометре на оптической линии накопительного кольца BESSY-2 [11,12].

Основные параметры структур, такие как период, толщины индивидуальных слоев, межслоевая шероховатость, определялись методом одновременной подгонки кривых отражения, снятыми на длине волны 0.154 нм

Таблица 2. Расчетные и экспериментальные отражательные характеристики МЗ типа Be/Al с буферными слоями Si

Зеркало	R_{theor}	R_{exp}
Be/Al	76.3%	47%
Be/Al/Si	75.3%	51%
Be/Si/Al	73.5%	62.5%
Be/Si/Al/Si	73.7%	56%

и в окрестностях 17.1, 26 и 30.4 nm, с использованием программы для рефлектометрической реконструкции многослойных структур „Multifitting“ [13].

В ходе экспериментов синтезировались многослойные структуры на основе Be/Al как без дополнительных слоев Si, так и с ними. Для определенности запись последовательностей материалов в периодах ведется слева направо от подложки к поверхности. Запись „Be/Si/Al“ означает, что первый материал от подложки Be, на него нанесен Si, на Si–Al. „Be/Al/Si“ — кремний наносится на поверхность алюминия. В случае „Be/Si/Al/Si“ кремний нанесен на обе границы раздела бериллия и алюминия.

2. Результаты и их обсуждение

2.1. МЗ нормального падения

Лучшим выбором для работы на длине волны 17.1 nm при околонормальном падении излучения является МЗ Be/Si/Al из-за наибольшей отражательной способности. Период таких МЗ ~ 9 nm, оптимизированная толщина Al ~ 4 nm. Эффект от осаждения сглаживающего слоя Si для структур с такими параметрами изучен, как уже отмечалось во Введении, в [8].

В настоящей работе проведена оптимизация толщин слоев для этого типа зеркала. Синтезированное МЗ Be/Si/Al имело следующие параметры: толщина $d_{\text{Be}} = 3.6$ nm (шероховатость $\sigma_{\text{Be}} = 0.4$ nm); $d_{\text{Si}} = 1$ nm ($\sigma_{\text{Si}} = 0.2$ nm); $d_{\text{Al}} = 4$ nm ($\sigma_{\text{Al}} = 0.6$ nm). В результате достигнут рекордный пиковый коэффициент отражения 62.5%. В табл. 2 приведены данные по сравнению теоретических и экспериментальных коэффициентов отражения для МЗ Be/Al с буферными слоями Si и без них, частично взятые из [8], отдельно выделен рекордный результат, полученный в настоящей работе.

Кроме того, поставлен вопрос о временной стабильности этих отражательных свойств МЗ. На рис. 3 приведены угловые зависимости коэффициентов отражения, полученные на синхротроне BESSY-II через полмесяца после синтеза структуры и через 5 месяцев. Можно увидеть их полную идентичность, что говорит о высокой временной стабильности МЗ Be/Si/Al даже при их хранении в комнатных условиях.

Следующим шагом стало изучение МЗ Be/Al для работы на длине волны 30.4 nm. Оптимизированный период и толщина алюминия в таких зерка-

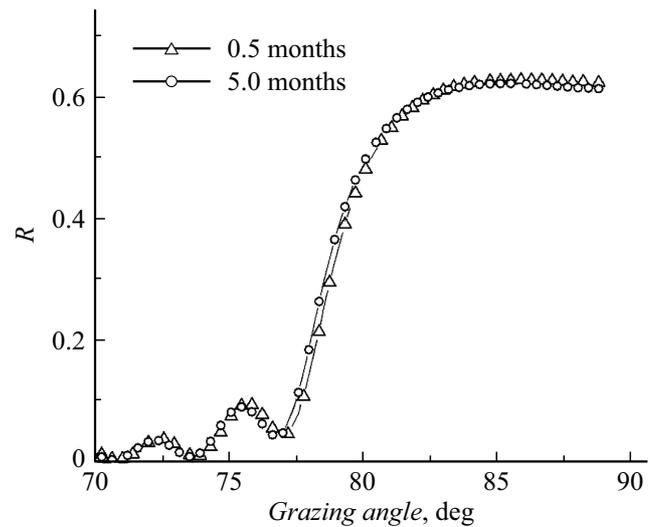


Рис. 3. Сравнение угловых зависимостей коэффициентов отражения, полученных в разное время на синхротроне BESSY-2 для МЗ Be/Si/Al, оптимизированного на скользкий угол падения 85°. Измерения проводились на длине волны 17.1 nm.

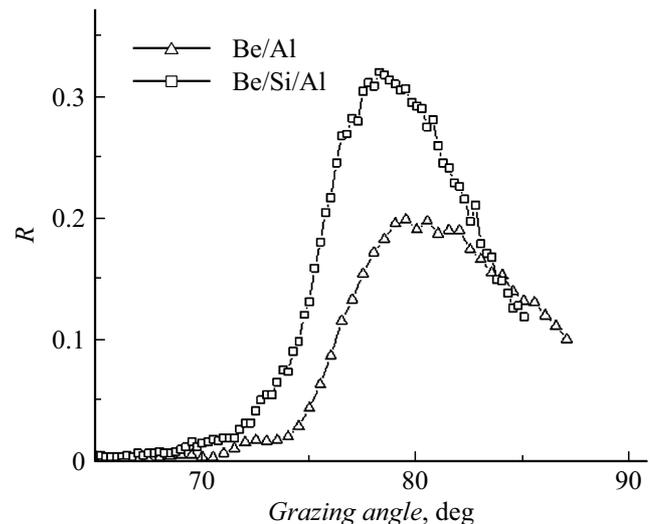


Рис. 4. Угловые зависимости коэффициентов отражения для МЗ Be/Al и Be/Si/Al, оптимизированных на скользкий угол падения 80°. Измерения проводились на длине волны 30.4 nm.

лах: $d_{\text{Be/Al}} = 16.7$ nm; $d_{\text{Al}} = 8.7$ nm. Были синтезированы два МЗ: Be/Al и Be/Si/Al, оптимизированные на длину волны 30.4 nm. На рис. 4 приведены угловые зависимости коэффициентов отражения для данных МЗ. Несмотря на небольшое различие в периодах зеркал, можно отметить очевидное преимущество в отражательной способности образца с барьерным слоем Si.

2.2. МЗ скользкого падения

Для изучения Li-плазмы в рамках настоящей работы разработаны и синтезированы зеркала на основе Be/Al,

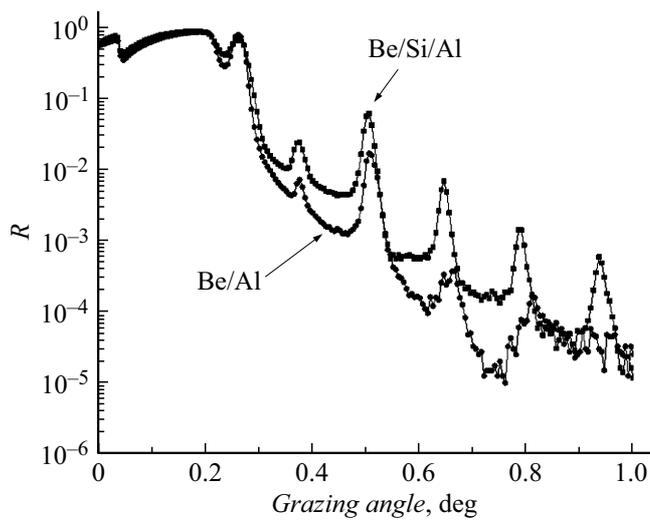


Рис. 5. Сравнение данных малоугловой рентгеновской дифракции, полученных для двухкомпонентного МЗ Be/Al и аналогичного МЗ с Si прослойкой, оптимизированных на скользкий угол падения 33.5° . Измерения проводились на длине волны 0.154 nm.

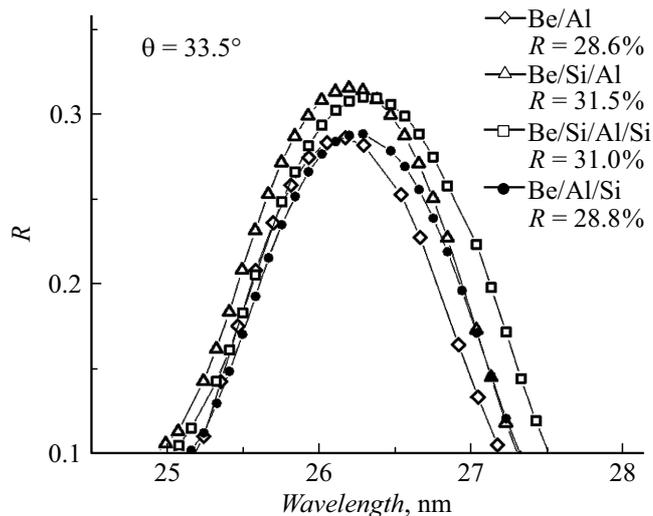


Рис. 6. Спектральные зависимости коэффициентов отражения зеркал типа Be/Al с прослойками и без. Угол скольжения 33.5° .

оптимизированные на длину волны 26 nm при угле скольжения излучения 33.5° . Период и толщина алюминия в таких структурах: $d_{\text{Be/Al}} = 29$ nm; $d_{\text{Al}} = 15.7$ nm. В данном случае также применялся метод барьерного Si-слоя, толщина которого составила 2 nm. Барьерный слой вводился с сохранением общего периода, за счет уменьшения толщин основных материалов МЗ.

И при таких значительных толщинах Al, как показали эксперименты, сказывается сглаживающее влияние буферного слоя Si. На рис. 5 приведены данные малоугловой рентгеновской дифракции в логарифмическом масштабе. Сравняются угловые зависимости, получен-

Таблица 3. Основные параметры исследуемых образцов

Структура	$\langle d(M) \rangle$, nm	σ , nm
Sub/Be/Al	$h(\text{Al}) = 15.7$ $h(\text{Be}) = 13.0$	$\sigma(\text{Al}) = 2.3$ $\sigma(\text{Be}) = 2.3$
Sub/Be/Si/Al	$h(\text{Al}) = 14.7$ $h(\text{Si}) = 2.0$ $h(\text{Be}) = 12.4$	$\sigma(\text{Al}) = 1.3$ $\sigma(\text{Si}) = 0.7$ $\sigma(\text{Be}) = 1.0$
Sub/Be/Si/Al/Si	$h(\text{Si}) = 2.0$ $h(\text{Al}) = 14.6$ $h(\text{Si}) = 2.0$ $h(\text{Be}) = 10.7$	$\sigma(\text{Si}) = 0.7$ $\sigma(\text{Al}) = 0.8$ $\sigma(\text{Si}) = 0.7$ $\sigma(\text{Be}) = 1.0$
Sub/Be/Al/Si	$h(\text{Si}) = 2.0$ $h(\text{Al}) = 14.6$ $h(\text{Be}) = 12.7$	$\sigma(\text{Si}) = 0.7$ $\sigma(\text{Al}) = 0.8$ $\sigma(\text{Be}) = 1.9$

Примечание. $\langle d(M) \rangle$ — средняя толщина пленки материала M: Be, Al, Si, σ — среднеквадратичная шероховатость).

ные для зеркал Be/Al и Be/Si/Al, оптимизированных на максимум отражения на длине волны 26 nm при угле скольжения излучения 33.5° .

Видно, что в случае трехкомпонентного зеркала наблюдается более высокие пики дальних дифракционных порядков. Это свидетельствует о меньшей протяженности переходных областей на границах слоев при использовании Si-прослойки.

На синхротроне BESSY-II были получены угловые и спектральные зависимости пикового коэффициента отражения для всего набора зеркал. На рис. 6 изображены наложенные друг на друга спектральные зависимости коэффициента отражения, снятые при угле скольжения 33.5° . Максимумы кривых расположены вблизи длины волны 26 nm.

Среди представленных на рис. 6 данных наибольшим коэффициентом отражения обладает зеркало Be/Si/Al. Нанесение Si именно сверху на Be-границу позволяет увеличить коэффициент отражения. Нанесение Si на другую границу такого эффекта не дает. В случае, когда Si наносится на обе границы, также наблюдается увеличение отражательной способности по сравнению с двухкомпонентным зеркалом, но при этом пиковый коэффициент отражения немного меньше, чем в случае трехкомпонентного варианта с Si на Be.

В результате подгонки с помощью программы „Multifitting“ параметров МЗ по данным малоугловой рентгеновской дифракции, полученным на лабораторной установке, и данным рефлектометрии, полученным на синхротроне BESSY-2, определены основные структурные параметры многослойных зеркал. В табл. 3 приведены данные об индивидуальных толщинах слоев и среднеквадратичных шероховатостях для каждого типа зеркала.

При сравнении параметров для всех типов зеркал видно, что введение прослойки Si при данных толщинах материалов приводит к заметному уменьшению

среднеквадратичных шероховатостей (σ) по сравнению с зеркалами без прослоек. Это говорит о большей резкости межслоевых границ многослойных зеркал, где использовался Si, и у Be/Si/Al/Si эти границы оказываются наиболее резкими. Однако из-за большего суммарного поглощения структуры (дополнительный слой кремния, менее прозрачного, чем алюминий или бериллий) выигрыша в отражении в сравнении с Be/Si/Al не наблюдается.

Заключение

В работе изучены структуры Be/Al с буферными слоями Si и без них и с толщинами Al в периоде от 4 до 15 nm. Из результатов, полученных в работе, следует, что использование кремниевого буферного слоя на границе между Be и Al уменьшает шероховатость в структуре вплоть до толщин Al порядка 15 nm. Предполагается, что Si аморфизует переход между двумя основными материалами МЗ, тем самым мешая одному металлу наследовать кристаллическую структуру другого. Кроме того, показано, что на длине волны 17.14 nm структура Be/Al/Si имеет $R = 62.5\%$ с подтвержденной временной стабильностью.

Финансирование работы

Работа выполнена в рамках государственного задания № 0035-2014-0204 и при поддержке грантов РФФИ № 18-02-00588, 19-32-90154 с использованием оборудования ЦКП „Физика и технологии микро- и наноструктур“ при ИФМ РАН.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] *Shestov S.V., Ulyanov A.S., Vishnyakov E.A., Kuzin S.V., Pertsov A.A.* // Proc. SPIE. 2014. Vol. 9144. P. 91443G. DOI: 10.1117/12.2055946
- [2] *Кузин С.В., Богачев С.А., Перцов А.А., Шестов С.В., Рева А.А., Ульянов А.С.* // Изв. РАН. Серия физическая. 2011. Т. 75. № 1. С. 91–94.
- [3] *Wang D., Zuin L.* // J. Power Sources. 2017. Vol. 337. P. 100–109.
- [4] *O'Shaughnessy C., Henderson G.S., Moulton B.J.A., Zuin L., Neuville D.R.* // J. Synchrotron Radiat. 2018. Vol. 25. P. 543–551.
- [5] *Заверткин П.С., Ивлюшкин Д.В., Машковцев М.Р., Николенко А.Д., Сутормина С.А., Чхало Н.И.* // Автометрия. 2019. Т. 55. № 2. С. 5–13.
- [6] *Ахсаханян А.А., Вайнер Ю.А., Гарахин С.А., Елина К.А., Заверткин П.С., Зуев С.Ю., Ивлюшкин Д.В., Нечай А.Н., Николенко А.Д., Парьев Д.Е., Плешков Р.С., Полковников В.Н., Салащенко Н.Н., Свечников М.В., Чхало Н.И.* // Поверхность. Рентген-, синхротр. и нейтрон. исслед. 2019. № 1. С. 14–20.
- [7] *Электронный ресурс.* Режим доступа: http://henke.lbl.gov/optical_constants/
- [8] *Chkhalo N.I., Pariev D.E., Polkovnikov V.N., Salashchenko N.N., Shaposhnikov R.A., Stroulea I.L., Svechnikov M.V., Vainer Yu.A., Zuev S.Yu.* // Thin Solid Films. 2017. Vol. 631. P. 106–111.
- [9] *Полковников В.Н., Салащенко Н.Н., Свечников М.В., Чхало Н.И.* // УФН. 2020. Т. 190. С. 92–106.
- [10] *Гарахин С.А., Забродин И.Г., Зуев С.Ю., Каськов И.А., Лопатин А.Я., Нечай А.Н., Полковников В.Н., Салащенко Н.Н., Цыбин Н.Н., Чхало Н.И., Свечников М.В.* // Квант. электрон. 2017. Т. 47. № 4. С. 385–392.
- [11] *Schäfers F., Bischoff P., Eggenstein F., Erko A., Gaupp A., Künstner S., Mast M., Schmidt J.-S., Senf F., Siewert F., Sokolov A., Zeschke T.* // J. Synchrotron Radiat. 2016. Vol. 23. P. 67–77.
- [12] *Sokolov A., Bischoff P., Eggenstein F., Erko A., Gaupp A., Künstner S., Mast M., Schmidt J.-S., Senf F., Siewert F., Zeschke Th., Schäfers F.* // Rev. Sci. Instrum. 2016. Vol. 87. P. 052005.
- [13] *Svechnikov M.* // J. Appl. Crystallogr. 2020. Vol. 53. N 1. P. 253–261.