

09  
**Высокочастотные многослойные дифракционные Si-решетки с малым углом блеска — изготовление**

© Д.В. Мохов,<sup>1</sup> Т.Н. Березовская,<sup>1</sup> Е.В. Пирогов,<sup>1</sup> К.Ю. Шубина,<sup>1</sup> Н.Д. Прасолов,<sup>2</sup> М.В. Зорина,<sup>3</sup>  
С.А. Гарахин,<sup>3</sup> Р.С. Плешков,<sup>3</sup> Н.И. Чхало,<sup>3</sup> А.С. Дашков,<sup>1,4</sup> Н.А. Костромин,<sup>1,4</sup>  
Л.И. Горай,<sup>1,4,5,6</sup> А.Д. Буравлев<sup>2,4,5,6</sup>

<sup>1</sup>Санкт-Петербургский национальный исследовательский Академический университет им. Ж.И. Алфёрова РАН,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup>Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

<sup>3</sup>Институт физики микроструктур РАН,  
603087 Афонино, Кстовский р-н, Нижегородская обл., Россия

<sup>4</sup>Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет „ЛЭТИ“ им. В.И. Ульянова (Ленина),  
197022 Санкт-Петербург, Россия

<sup>5</sup>Институт аналитического приборостроения РАН,  
198095 Санкт-Петербург, Россия

<sup>6</sup>Университет при Межпарламентской ассамблее ЕвразЭС,  
199226 Санкт-Петербург, Россия

e-mail: dm\_mokhov@rambler.ru

Поступило в Редакцию 17 апреля 2024 г.

В окончательной редакции 17 апреля 2024 г.

Принято к публикации 17 апреля 2024 г.

Высокочастотные рентгеновские дифракционные решетки с плотностью штрихов  $2500 \text{ mm}^{-1}$  и малым углом блеска были изготовлены на пластинах Si(111)  $1.8^\circ$  с использованием электронно-лучевой литографии и жидкостного анизотропного травления. Многослойное Mo/Be-покрытие, состоящее из 40 слоев для длины волны 11.3 нм, было нанесено методом магнетронного напыления. Профиль штрихов в процессе изготовления решеток контролировался с помощью атомно-силовой и растровой электронной микроскопии. Полученные с помощью атомно-силовой микроскопии усредненный профиль одного штриха, неусредненные случайные профили длиной несколько периодов и значения высокочастотной и среднечастотной шероховатости лучших дифракционных решеток будут использованы для последующего моделирования дифракционной эффективности в компьютерной программе PCGrate<sup>TM</sup>.

**Ключевые слова:** дифракционная Si-решетка с блеском, малый угол блеска, многослойное Mo/Be-покрытие, электронно-лучевая литография, жидкостное анизотропное травление, магнетронное напыление, шероховатость отражающей грани, атомно-силовая микроскопия, растровая электронная микроскопия, экстремальный ультрафиолет.

DOI: 10.61011/JTF.2024.07.58348.120-24

## Введение

Отражательные рентгеновские дифракционные решетки с треугольным профилем штрихов (с „блеском“) применяются в спектроскопии неупругого резонансного рентгеновского рассеяния, проекционной литографии в экстремальном ультрафиолетовом диапазоне (ЭУФ) и за его пределами, в приборах космических миссий, на рабочих станциях рентгеновских лазеров на свободных электронах и источников синхротронного излучения четвертого поколения. Для метода резонансного неупругого рассеяния рентгеновских лучей требуются дифракционные решетки с чрезвычайно большой разрешающей способностью  $\sim 10^5 - 10^6$  и максимальной дифракционной эффективностью [1]. Существует два основных способа достижения сверхвысокого спектрального разрешения в рентгеновском диапазоне: использовать дифракцию высоких порядков решетки с блеском со средней плотно-

стью штрихов или использовать дифракцию первых порядков решетки с высокой и сверхвысокой плотностью штрихов. Известно, что решетки с низкой или средней частотой штрихов и малым углом блеска  $\alpha$  (угол наклона отражающих граней) требуются в рентгеновском диапазоне для получения высоких коэффициентов отражения решеток с однослойным покрытием, а также чтобы снизить плотность мощности ниже критического порога повреждения [2,3].

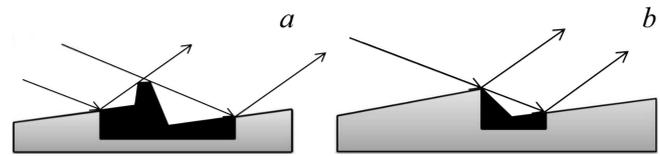
Высокочастотные многослойные решетки с малым углом блеска (ВМРМБ) демонстрируют хорошие результаты в ЭУФ и мягком рентгеновском (МР) диапазонах. В качестве материалов многослойных отражающих покрытий используют  $\text{Mo}_2\text{C}/\text{C}$  [4],  $\text{Mo}/\text{Si}$  [5–8],  $\text{Sc}/\text{Si}$  [9],  $\text{W}/\text{B}_4\text{C}$  [10],  $\text{Al}/\text{Mo}/\text{SiC}$  [11],  $\text{Cr}/\text{C}$  [12] и другие. Решетки с блеском с многослойным покрытием являются наиболее перспективными в ЭУФ и МР диапазонах, поскольку

они потенциально концентрируют почти всю дифрагированную энергию в интересующем порядке, однако их сложнее изготовить, поскольку они требуют очень высокого качества пилообразной решетки [7].

В работе [5] сообщается об изготовлении ионным травлением образца решетки  $2400 \text{ mm}^{-1}$  с  $\alpha = 1.9^\circ$  и многослойным покрытием Mo/Si, у которой при угле падения  $\theta = 10^\circ$  и длине волны  $\lambda = 13.62 \text{ nm}$  абсолютная (по отношению к интенсивности падающего пучка) дифракционная эффективность второго отрицательного порядка  $\eta(-2) = 36.2\%$ . В [4] сообщается об изготовленной ионным травлением голографической решетке  $3000 \text{ mm}^{-1}$  с  $\alpha = 2.78^\circ$  и многослойным покрытием Mo<sub>2</sub>C/C, у которой измеренная  $\eta(-2)$  составила 29.9% при  $\theta = 5.6^\circ$  и  $\lambda = 15.79 \text{ nm}$ , а относительная (относительно коэффициента отражения многослойного зеркала-свидетеля) эффективность составила 53.0%. Решетка с плотностью штрихов  $5000 \text{ mm}^{-1}$ ,  $\alpha = 6^\circ$  и покрытием (Mo/Si)  $\times 30$  продемонстрировала  $\eta(-3) = 37.6\%$  на  $\lambda = 13.6 \text{ nm}$  [13]. Для решетки  $500 \text{ mm}^{-1}$  с  $\alpha = 3.9^\circ$  и покрытием (Mo/Si)  $\times 5$  была получена  $\eta(-8) = 40\%$  неполяризованного излучения для  $\lambda = 13.6 \text{ nm}$  и  $\theta = 70.5^\circ$ , что является рекордом для среднечастотной решетки, работающей в высоком порядке [8].

В [14] сообщается о решетке  $100 \text{ mm}^{-1}$  со сверхмалым углом блеска  $\alpha = 0.04^\circ$ , покрытой многослойным покрытием Mo/Si, демонстрирующей рекордную дифракционную эффективность  $\eta(-1) = 58\%$  в ЭУФ. Авторы разработали весьма сложный процесс уменьшения угла блеска изготовленной анизотропным жидкостным травлением Si решетки с  $4^\circ$  до  $0.04^\circ$ : сначала выравнивание поверхности слоем полимера, а затем применение плазменного травления для удаления полимера и нижележащего кремния. В [15] продемонстрировано уменьшение в 5 раз угла блеска мастер-решетки при изготовлении решетки  $200 \text{ mm}^{-1}$  с  $\alpha = 0.2^\circ$ . Однако использование многостадийного процесса двойного копирования и неравномерность плазменного травления при уменьшении угла блеска приводят к деградации поверхности отражающих граней, шероховатость поверхности резиста частично переходит на поверхность грани, которая к тому же наследует от мастер-решетки высокую изогнутость. Кроме того, данные процессы трудно реализовать для высокочастотных решеток.

Поскольку решетки с блеском являются оптимальными для получения высокой эффективности в любом порядке дифракции, чрезвычайно важной задачей является получение близкого к идеальному треугольного несимметричного профиля штрихов с гладкой и плоской поверхностью отражающих граней. В исследованиях мы сконцентрировали свои усилия на получении высокоэффективных решеток с идеальным треугольным несимметричным профилем и сформулировали некоторые минимальные требования (критерии) для оценки



**Рис. 1.** Схематическое изображение отражения излучения от отражающей грани решетки с блеском: *a* — с неудаляемыми Si-выступами; *b* — без Si-выступов.

качества решетки, которыми руководствуемся при разработке и оптимизации процессов изготовления. Очевидно, что эффективность (отражательная способность) решетки с блеском определяется площадью и качеством отражающей поверхности, при этом площадь отражающей поверхности — длиной отражающих граней. После удаления Si-выступов в сглаживающем-полирующем травителе длина  $l$  отражающей грани должна удовлетворять условию  $l \geq 0.75d$  ( $d$  — постоянная решетки). При этом после сглаживающего-полирующего травления профиль штриха должен оставаться несимметричным (угол антиблеска  $\gamma$  не должен значительно уменьшаться в процессе травления), в качестве критерия несимметричности мы используем коэффициент несимметричности, вычисляемый как отношение угла антиблеска к углу блеска ( $k = \gamma/\alpha$ ), требование к которому  $k \geq 5$ . Однако в отражении излучения в интересующий порядок участвует не вся отражающая грань, а некоторая ее часть (так называемая эффективная длина), которая не затенена кремниевыми выступами как для падающего, так и для отраженного (дифрагированного) излучения, а также имеет одинаковый эффективный угол наклона по всей длине. На рис. 1 показано негативное влияние неудаляемых Si-выступов (рис. 1, *a*), уменьшающих эффективную длину рабочей грани. Геометрия определяет часть освещаемой области грани (часть грани может быть самозатененной (рис. 1, *b*)), при этом эффективный угол блеска можно оценить, как средний наклон незатененной части отражающей грани.

Качество отражающей поверхности зависит от плоскостности (влияния изогнутости) и гладкости (влияния шероховатости) поверхности отражающей грани. Авторы [3] считают, что влияние изогнутости отражающей грани на эффективность решетки следует учитывать для конкретных профилей штрихов и геометрии дифракции, которая определяет часть освещаемой области грани. Они отмечают, что влияние изогнутости может быть значительным, если отклонение поверхности грани от плоскости сопоставимо с глубиной канавки. Исследователи [7] отмечают проблему значительной изогнутости поверхности штрихов у решеток с периодом  $4 - 10 \mu\text{m}$ , которая вызвана неравномерным распределением плотности атомных ступеней по грани решетки. Чтобы обойти эту проблему, можно перейти к изготовлению высокочастотных решеток со средними углами блеска  $1^\circ - 10^\circ$  и периодом  $100 - 500 \text{ nm}$ , на эффективность

которых изогнутость штрихов не оказывает столь существенного влияния. Заметим, что изогнутость отражающей грани решетки не только уменьшает эффективную длину отражающей грани, но и влияет, как нами установлено [16], на максимально достижимый номер рабочего порядка, при котором сохраняется максимальная дифракционная эффективность.

Гладкость поверхности зависит от размеров неровностей, которые характеризуют значением случайной шероховатости. Мы согласны с исследователями [7], что процесс изготовления решетки должен обеспечивать как точный контроль профиля канавки, так и низкую шероховатость поверхности канавки. На поверхности отражающей грани блестящей решетки наблюдается высокочастотная и среднечастотная (обычно проявляющаяся как волнистость) шероховатость, на которой происходит рассеяние падающего излучения. В результате проведенных нами исследований влияния случайной шероховатости отражающей грани на дифракционную эффективность [17] установлено, что для точного определения статистики неровностей исследуемой поверхности и корректного использования данных при моделировании дифракционной эффективности решеток с реалистичным профилем штрихов и учетом случайной шероховатости требуется дополнительный параметр. Поэтому в практической работе для характеристики гладкости поверхности мы используем не только высокочастотную составляющую шероховатости, измеренную с помощью атомно-силовой микроскопии (АСМ) в поле  $1 \times 1 \mu\text{m}$ , но и среднечастотную, измеренную 1D-сканированием поверхности отражающей грани на длине  $20 \mu\text{m}$  вдоль штриха. Критериями достаточной гладкости отражающей поверхности являются требования к среднеквадратичным значениям (Rms) высокочастотной шероховатости  $Rms \leq 0.50 \text{ nm}$  ( $1 \times 1 \mu\text{m}$ ) и среднечастотной шероховатости  $Rms \leq 1.5 \text{ nm}$  (длина  $20 \mu\text{m}$ ).

Путем оптимизации процесса изготовления решетки нам удалось улучшить как параметры отражающей грани (максимальная длина, минимальная изогнутость и приемлемая шероховатость), так и параметры всей решетки (отсутствие Si-выступов, несимметричность треугольного профиля, однородность параметров по апертуре решетки, отсутствие дефектов на поверхности отражающих граней), суммарно влияющие на дифракционную эффективность решетки.

В настоящей работе представлены результаты обработки технологии изготовления ВМРМБ с  $\alpha \sim 1^\circ - 2^\circ$  с приемлемыми параметрами, для достижения которых мы использовали критерии оценки качества решеток и ранее разработанную нами технологию получения жидкостным анизотропным травлением кремния средне- и высокочастотных решеток с углами блеска  $2^\circ - 4^\circ$ . После изготовления кремниевой решетки-мастера с приемлемыми параметрами на нее наносилось магнетронным напылением уникальное отражающее многослойное Mo/Be-покрытие.

## 1. Изготовление решеток

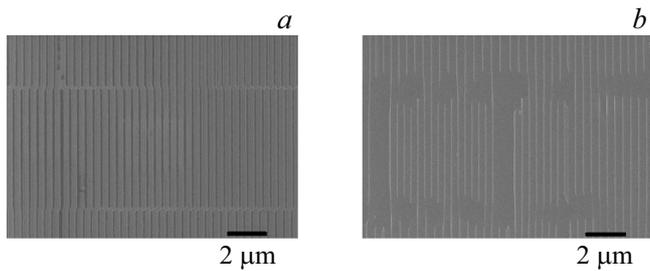
ВМРМБ с постоянной  $d \approx 400 \text{ nm}$  изготовлены по ранее разработанной нами технологии получения среднечастотных решеток с  $\alpha \sim 4^\circ$  [18].

Чаще всего в качестве защитной травильной маски используют маски из оксида кремния или нитрида кремния, которые получают реактивным ионным травлением. Одним из недостатков этих масок является растворимость материала масок в ВНФ, используемом для удаления оксида с поверхности кремния перед травлением в КОН, поэтому следует наносить слои большой толщины и не допускать длительной и многократной обработки в ВНФ, что неудобно, поскольку часто приходится травить в КОН несколько раз подряд один и тот же образец для достижения заданного угла. Другим недостатком этих масок является повреждение поверхности кремния как при осаждении материалов, так и при их реактивном ионном травлении, с чем, скорее всего, связано образование наноям при последующем удалении Si-выступов в обычно используемых исследователями циклах окисления в пиранье (или RCA-1)/травления в HF [19].

При разработке травления мы опробовали в качестве материала травильной маски нитрид кремния и хром. Оксид кремния не выбрали для исследования, так как он растворяется не только в ВНФ, но и в КОН, поэтому нужно наносить слои большой толщины. Мы наносили слой стехиометрического  $\text{Si}_3\text{N}_4$  низкотемпературным плазмохимическим осаждением из газовой фазы (PECVD). Маску  $\text{Si}_3\text{N}_4$  получали жидкостным травлением в ВНФ или плазмохимическим травлением (ICP) нитрида кремния через маску органического фоторезиста. При исследовании с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ) поверхности открытого кремния на нитридной маске сразу после травления мы не обнаружили дефектов. Однако после травления в КОН образца с  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -маской, полученной жидкостным травлением, на поверхности отражающих граней были обнаружены дефекты в виде мелкой ряби, а на образце с  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -маской, полученной ICP-травлением, были обнаружены дефекты в виде мелкой ряби и глубокие ямы. Мы объясняем образование этих дефектов, скорее всего, повреждением поверхности кремния в процессе осаждения нитрида кремния.

Что касается хрома, то мы опробовали два способа получения Cr-маски: жидкостным травлением в цериевом травителе через маску органического фоторезиста [18], применимый только для решеток с постоянной  $\geq 2 \mu\text{m}$ , и техникой взрыва металлизации (lift-off) [20]. Мы выбрали хром, получаемый взрывом металлизации, так как эта технология универсальна (подходит для любой решетки), для защиты достаточно нанести слой толщиной  $\sim 20 \text{ nm}$ , он устойчив к растворам HF, ВНФ и КОН, не повреждает поверхность кремния при напылении и легко удаляется.

Для Si-решеток с разной постоянной и с разным углом блеска важно подобрать оптимальную ширину



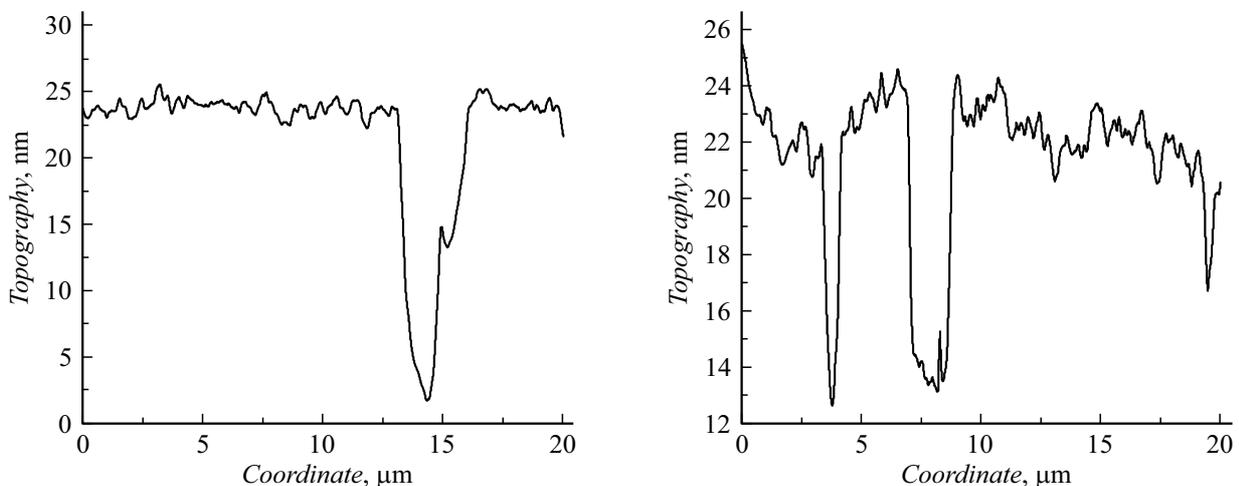
**Рис. 2.** РЭМ изображения вида сверху поверхности решетки Sv-4-2: *a* — EBL-маска; *b* — после травления в КОН и удаления Si-выступов.

Cr-полосок защитной маски (угол определяет глубину и, следовательно, длительность травления): слишком узкие не обеспечат защиту при анизотропном щелочном травлении, а слишком широкие приведут к появлению широких Si-выступов и, как следствие, уменьшению длины отражающей грани. Для изготовления решеток мы использовали пластины Si(111) с углом разориентации  $1.8^\circ$ , легированные бором, с удельным электрическим сопротивлением  $0.015 \Omega \cdot \text{cm}$ ,  $\varnothing 100 \text{ mm}$ , толщиной  $1.5 \text{ mm}$ . Для выбора оптимальной ширины полос защитной маски на поверхности трех фрагментов размером  $1/4$  пластины Si(111) была сформирована Cr-маска размерами  $15 \times 15 \text{ mm}$  техникой взрыва металлизации с однослойной электронно-литографической маской (EBL-маской) при разной экспозиции. EBL-маска записана в слое органического резиста электронным лучом полями засветки размерами  $6.3 \times 6.3 \mu\text{m}$  в литографической установке. Резистивную маску проявили в смеси МИК:ИПС (метилизобутилкетон:изопропиловый спирт = 1 : 3) в установке проявления электронных резистов в автоматическом режиме. Качество EBL-маски определяет качество будущей решетки. При записи EBL-маски может возникать плохое

совмещение (стичинг) в местах сшивки полей засветки, проявляющееся впоследствии как области со смещением рисунка, с разрывами (отсутствием сплошного) рисунка, с иным периодом рисунка (рис. 2). Области со стичингом катастрофически влияют на разрешение решетки и уменьшают ее эффективность. В этих областях наблюдаются глубокие протравы: на рис. 3 показаны профили АСМ, полученные при измерении среднечастотной шероховатости вдоль поверхности штриха на длине  $20 \mu\text{m}$  в двух областях.

Для получения Cr-маски на образцы с проявленной EBL-маской нанесли термическим вакуумным напылением слой хрома  $20 \text{ nm}$  и взорвали обработкой в диметилформамиде. На рис. 4 показаны РЭМ изображения вида сверху полученной Cr-маски, ширина полос которой составила  $126$ ,  $169$  и  $183 \text{ nm}$  при экспозиции  $500$ ,  $600$  и  $700$  условных единиц (с.у.) соответственно.

Сцепление Cr-маски с Si во всех образцах оказалось хорошим: ни в одном из образцов после анизотропного травления в  $20\%$  растворе КОН Cr-маска не отвалилась. Нами была выбрана экспозиция  $600 \text{ с.у.}$ , поскольку после травления в КОН у образца оказалась наименьшая ширина Si-выступов. Однако в некоторых местах сшивки полей наблюдались разрывы (отсутствие сплошности) и сужение полос рисунка из-за отсутствия засветки этих областей при совмещении полей, что требовало оптимизации режима записи. Для обработки режима записи EBL-маски, обеспечивающего как сплошность прилегания полей засветки друг к другу, так и отсутствие сбоя периода, а также для проверки воспроизводимости параметров маски и однородности травления на пластине была сформирована однослойная EBL-маска при экспозиции  $600 \text{ с.у.}$  на трех квадратах размерами  $15 \times 15 \text{ mm}$ . Далее получена Cr-маска и выполнено анизотропное травление в КОН. После анизотропного травления в КОН защитную Cr-маску удалили травлением в цериевом травителе.



**Рис. 3.** 1D-скан поверхности решетки Sv-4-2 вдоль штриха на длине  $20 \mu\text{m}$ .

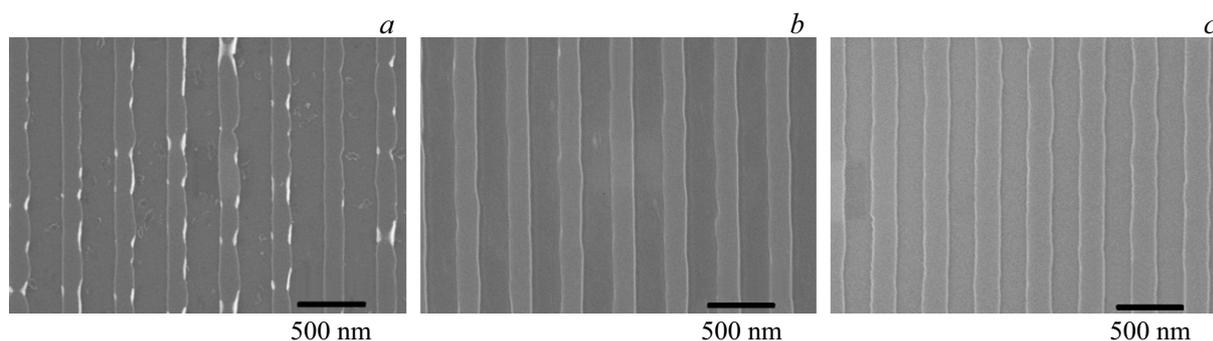


Рис. 4. РЭМ изображения Cr-маски с экспозицией: *a* — 500, *b* — 600, *c* — 700 с.у.

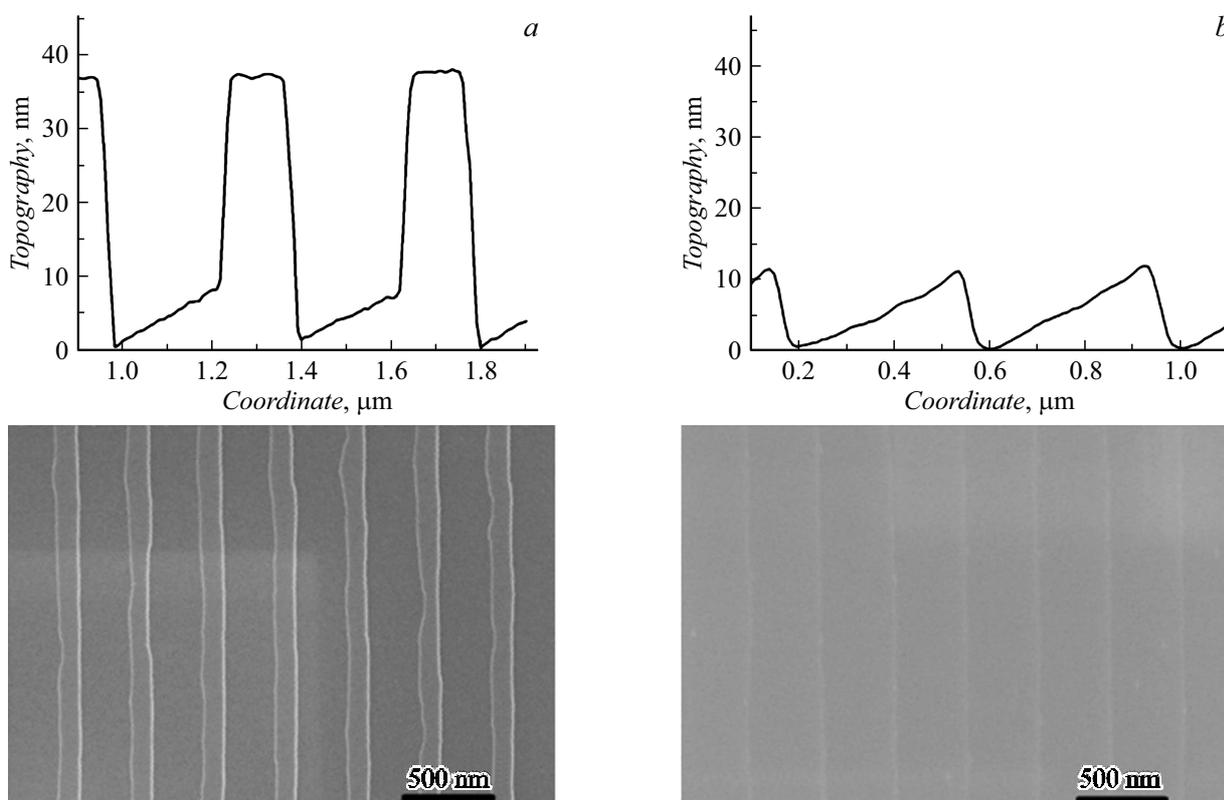


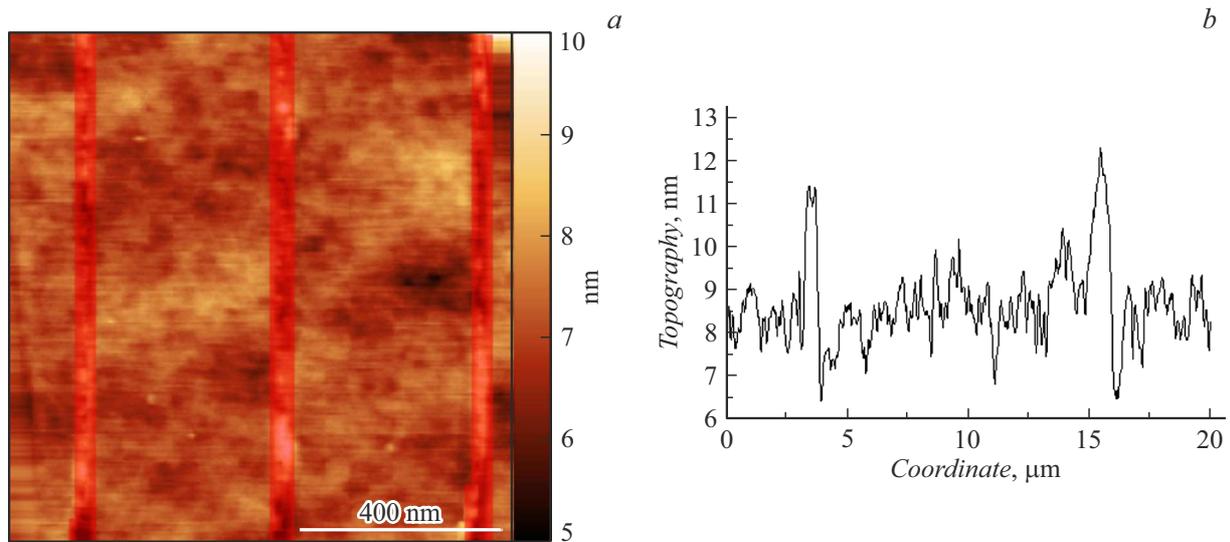
Рис. 5. АСМ профили и РЭМ изображения 100 м.у. поверхности решетки Sv-4-3: *a* — до удаления Si-выступов; *b* — Si-выступы удалены.

При травлении в КОН в результате бокового подтравливания кремния под защитной маской на гребне треугольного профиля образуются кремниевые выступы (рис. 5, *a* сверху). Разработанный нами для среднечастотных решеток способ удаления Si-выступов и полирования поверхности отражающих граней [20] был оптимизирован для высокочастотных решеток и применен для ВМРМБ: Si-выступы (высотой 26 нм, шириной 78 нм) на профиле решетки были удалены жидкостным травлением в сглаживающем-полирующем травителе. Контроль сглаживающего-полирующего травления выполняли по ширине Si-выступов на РЭМ изображениях вида сверху с помощью микроскопа Zeiss Supra 25 (рис. 5 снизу)

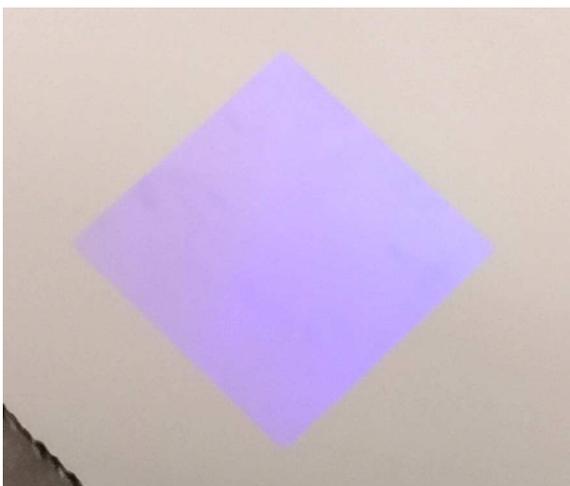
и измерениями профиля с помощью атомно-силового микроскопа (рис. 5 сверху). В результате удаления Si-выступов длина отражающей грани решетки Sv-4-3 увеличилась на 53% и соответствовала минимальным требованиям к рентгеновской решетке.

## 2. Характеризация профиля штрихов и нанесение Mo/W-покрытия

Совершенство профиля канавки решетки является одним из важнейших параметров решеток с блеском, поэтому требуется тщательная характеристика, кото-



**Рис. 6.** АСМ топография поверхности решетки Sv-4-3 без покрытия: *a* —  $Rms = 0.37 \text{ nm}$  ( $1 \times 1 \mu\text{m}$ ); *b* —  $Rms = 0.60 \text{ nm}$  (на длине  $20 \mu\text{m}$ ).



**Рис. 7.** Фотография решетки Sv-4-3 ( $15 \times 15 \text{ mm}$ ).

рая необходима для контроля изменения параметров в процессе изготовления, получения данных для оценки качества решетки и предсказания ее эффективности, исследования однородности параметров по апертуре решетки и т.д. Для характеристики решетки используют абсолютную и относительную эффективность, разрешающую способность, а также конструктивные параметры, от которых зависит эффективность. К конструктивным параметрам относят параметры конструкции решетки в целом и структуры штриха. Параметры конструкции решетки: форма и размеры решетки (ширина  $\times$  длина  $\times$  толщина); материал решетки; состав и толщина отражающего покрытия. Параметры структуры штрихов: постоянная решетки (закон изменения для решеток с переменным шагом и кривизна штрихов для решеток с криволинейными штрихами), глубина штриха,

длина, угол наклона, изогнутость и случайная шероховатость отражающей грани, угол наклона антиотражающей грани, форма профиля штриха, внешний вид поверхности отражающей грани и решетки. Мы разработали метод определения параметров штриха дифракционной решетки. Для определения параметров штриха выполняют сканирование профилей штрихов на длине 5–10 периодов решетки, в зависимости от плотности штрихов: на длине 10 периодов — для решеток с постоянной от 0.2 до  $4 \mu\text{m}$ , на длине 5 периодов — для решеток с постоянной более 4 и до  $10 \mu\text{m}$ . Сканирование профилей выполняют в нескольких областях, в зависимости от размера решетки и цели измерения. Например, измерение профиля для оценки однородности распределения параметров по площади решетки  $\varnothing 76.2 \text{ mm}$  выполняют в семи областях.

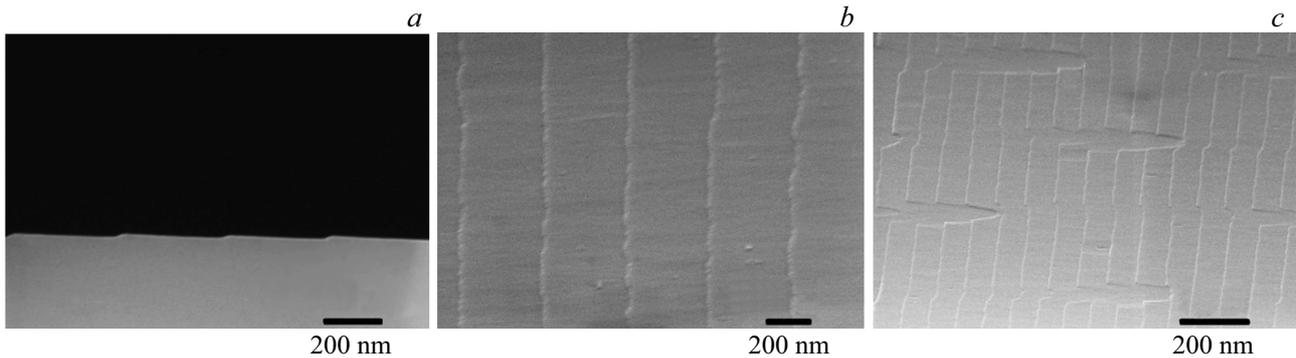
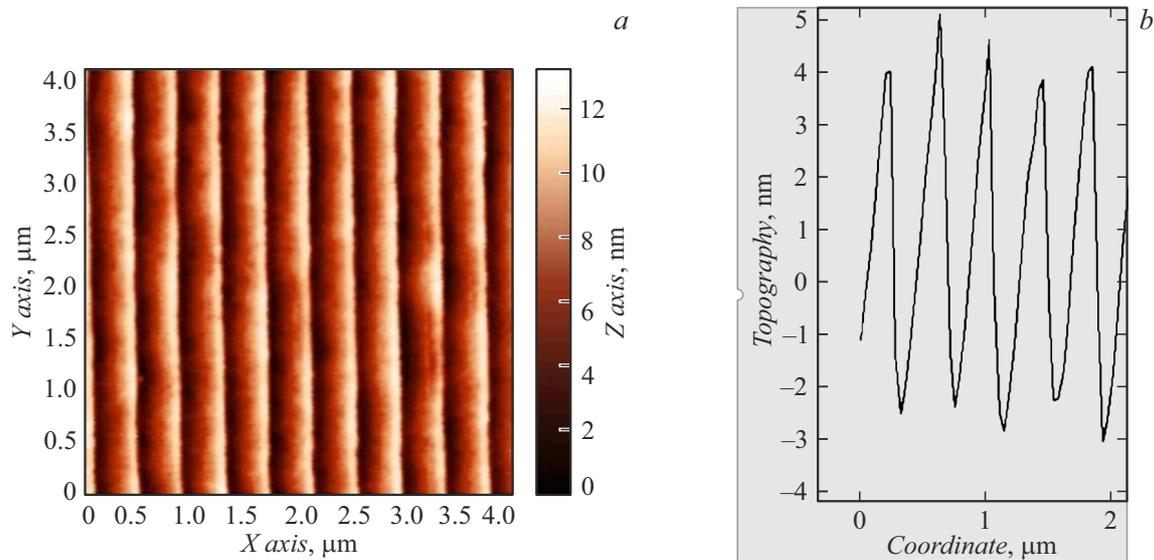
Для характеристики гладкости отражающей поверхности рабочей грани мы используем дополнительно среднечастотную шероховатость, измеряемую на длине  $20 \mu\text{m}$  вдоль штриха (1D-скан поверхности вдоль штриха). На рис. 6 приведены результаты АСМ 2D- (рис. 6, *a*) и 1D-сканирования вдоль штриха (рис. 6, *b*) поверхности решетки Sv-4-3 до напыления отражающего покрытия.

В таблице приведены усредненные параметры трех изготовленных решеток до нанесения отражающего покрытия. Как видно из таблицы, параметры отражающей грани (длина  $l$  и шероховатость  $Rms$ ) решетки Sv-4-2 не соответствовали минимальным требованиям к рентгеновой решетке:  $l \geq 0.75d$ ,  $Rms \leq 0.5 \text{ nm}$  ( $1 \times 1 \mu\text{m}$ ). Фотография решетки Sv-4-3 до нанесения отражающего покрытия, имеющей лучшие параметры, приведена на рис. 7.

Поскольку у решетки Sv-4-2 наблюдался значительный ститчинг (рис. 2 и 3), а значения высокочастотной шероховатости и длины отражающей грани не соответ-

Параметры решеток до нанесения отражающего покрытия

Решетка	Глубина штриха, nm	Длина отражающей грани, nm	Угол блеска, °	Шероховатость, Rms, nm	
				(1 × 1 μm)	(20 μm)
Sv-4-1	11	345	1.8	0.45	0.69
Sv-4-2	9	292	1.8	0.80	0.71
Sv-4-3	11	356	1.8	0.39	0.70

Рис. 8. РЭМ изображения решетки Sv-4-2: *a* — поперечный скол, *b* — изометрия под углом 10°, *c* — изометрия под углом 10°.Рис. 9. Решетка Sv-4-3 с покрытием Mo/Be: *a* — АСМ топография; *b* — АСМ профиль.

ствали минимальным требованиям, предъявляемым нами к рентгеновским решеткам, на нее не наносили отражающее покрытие, а сделали поперечный скол для РЭМ исследований профиля и поверхности (рис. 8). На рис. 8, *a* видно, что профиль решетки практически идеальный треугольный, несимметричный, а на рис. 8, *c* видны протравы из-за ститчинга при записи EBL-маски.

Для увеличения отражающей способности на решетку наносят отражающее покрытие, состав и толщина которого зависят от назначения дифракционной решетки

по спектральному диапазону, схемы работы и условий использования. Решетки предназначены для работы в классической схеме (в плоскости, перпендикулярной штрихам) при околонормальном падении ( $\theta = 0^\circ - 8^\circ$ ) ЭУФ излучения с длиной волны  $\lambda = 11.3$  nm. На решетки Sv-4-1 и Sv-4-3 методом магнетронного напыления было нанесено отражающее многослойное покрытие Mo/Be с числом периодов  $N = 40$ , периодом  $\sim 5.7$  nm и толщиной слоев 2.25 nm (Mo) и 3.45 nm (Be). При напылении покрытия рядом с решеткой помещали фраз-

мент Si-пластины, используемый в качестве свидетеля отражающего покрытия для измерения толщины слоев, межслоевой шероховатости (размытости) и периода многослойного покрытия Mo/Be, а также его отражающей способности. За счет диффузности интерфейсов (и меньшей плотности материалов) коэффициент отражения, измеренный для многослойного покрытия (Mo/Be)  $\times 40$  свидетеля, составил  $\sim 60\%$ , что на  $12\%$  меньше максимального коэффициента отражения для выбранного многослойного покрытия при  $N = 40$ .

Как следует из сравнения результатов АСМ сканирования решетки Sv-4-3 без отражающего покрытия (рис. 6, а) и после напыления отражающего многослойного покрытия Mo/Be общей толщиной  $\sim 230$  nm (рис. 9), треугольный профиль штрихов и значение случайной шероховатости изменились незначительно: угол блеска с  $1.78^\circ$  уменьшился до  $1.69^\circ$  (при этом глубина штриха уменьшилась с  $11.0$  до  $9.2$  nm), шероховатость Rms ( $1 \times 1 \mu\text{m}$ ) с  $0.39$  nm увеличилась до  $0.46$  nm.

## Заключение

С использованием электронно-лучевой литографии и только жидкостного анизотропного травления пластин Si(111) $1.8^\circ$  было получено несколько образцов дифракционных решеток с блеском, имеющих  $d \sim 400$  nm, малый  $\alpha \approx 1.7^\circ$  и площадью в несколько квадратных сантиметров. Оптимизированный процесс изготовления обеспечил точный контроль параметров решетки и профиля штриха решетки вместе с очень короткими антиотражающими гранями и атомарно гладкой поверхностью блестящих граней.

С помощью магнетронного напыления впервые была изготовлена и аттестована Mo/Be ВМРМБ (Sv-4-3), предназначенная для работы в классической схеме дифракции с  $\lambda = 11.3$  nm. Кремниевая мастер-решетка и оригинальная многослойная решетка, полученная после нанесения 40 периодов Mo/Be-покрытия общей толщиной  $\sim 230$  nm, имеют близкий к идеальному треугольный несимметричный профиль штрихов с приемлемыми значениями шероховатости поверхности отражающих граней.

Изготовленные ВМРМБ предназначены для работы в классической оптической схеме (в плоскости, перпендикулярной штрихам) при околонормальном падении ( $\theta = 0^\circ - 8^\circ$ ) излучения с длиной волны  $\lambda = 11.3$  nm. Абсолютная дифракционная эффективность решеток, измеренная с помощью лабораторного рефлектометра с высокоразрешающим спектрометром Черни-Тернера [21] и определенная моделированием в программе PCGrate<sup>TM</sup> v.6.7.1 [22] с использованием усредненных АСМ профилей штрихов и полученных с помощью АСМ распределений случайной шероховатости, составила в  $-2$  порядке около  $38\%$  [23].

Мы планируем направить дальнейшие усилия на оптимизацию режимов записи EBL-маски с целью устране-

ния (уменьшения) ститчинга и улучшения однородности параметров решетки по площади, а также на совершенствование процесса нанесения многослойного покрытия Mo/Be для увеличения его коэффициента отражения до значения, близкого к теоретическому пределу.

## Финансирование работы

Работа Т.Н. Березовской, Л.И. Горая, А.С. Дашкова, Д.В. Мохова, Е.В. Пирогова и К.Ю. Шубиной поддержана Министерством образования и науки Российской Федерации (FSRM-2023-0006) в части экспериментальных исследований. Работа Л.И. Горая, А.С. Дашкова и Н.А. Костромина поддержана Российским научным фондом в плане теоретических исследований (№ 23-29-00216).

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] L.J.P. Ament, M. van Veenendaal, T. Devereaux, J.P. Hill, J. van den Brink. *Rev. Mod. Phys.*, **83**, 705 (2011). DOI: 10.1103/RevModPhys.83.705
- [2] L. Goray, W. Jark, D. Eichert. *J. Synchrotron Radiation*, **25** (6), 1683 (2018). DOI: 10.1107/S1600577518012419
- [3] D.L. Voronov, P. Lum, P. Naulleau, E.M. Gullikson, A.V. Fedorov, H.A. Padmore. *Appl. Phys. Lett.*, **109**, 043112 (2016). DOI: 10.1063/1.4960203
- [4] M.P. Kowalski, R.G. Cruddace, K.F. Heidemann, R. Lenke, H. Kierey, T.W. Barbee, W.R. Hunter. *Opt. Lett.*, **29** (24), 2914 (2004).
- [5] H. Lin, L. Zhang, L. Li, Ch. Jin, H. Zhou, T. Huo. *Opt. Lett.*, **33** (5), 485 (2008). DOI: 10.1364/ol.33.000485
- [6] F. Salmassi, P.P. Naulleau, E.M. Gullikson, D.L. Olynick, J.A. Liddle. *J. Vacuum Sci. Technol. A Vacuum Surfaces and Films*, **24** (4), 1136 (2006). DOI: 10.1116/1.2212435
- [7] D.L. Voronov, E.H. Anderson, R. Cambie, F. Salmassi, E.M. Gullikson, V.V. Yashchuk, H.A. Padmore, M. Ahn, C.-H. Chang, R.K. Heilmann, M.L. Schattenburg. *Proc. SPIE*, **7448**, 74480J (2009). DOI: 10.1117/12.826921
- [8] Л.И. Горай, Т.Н. Березовская, Д.В. Мохов, В.А. Шаров, К.Ю. Шубина, Е.В. Пирогов, А.С. Дашков, А.В. Нашекин, М.В. Зорина, М.М. Барышева, С.А. Гарахин, С.Ю. Зуев, Н.И. Чхало. *Квантовая электроника*, **52** (10), 955 (2022). [L.I. Goray, T.N. Berezovskaya, D.V. Mokhov, V.A. Sharov, K.Yu. Shubina, E.V. Pirogov, A.S. Dashkov, A.V. Nashchekin, M.V. Zorina, M.M. Barysheva, S.A. Garakhin, S.Yu. Zuev, N.I. Chkhalo. *Bull. Lebedev Phys. Institute*, **50** (2), S250 (2023). DOI: 10.3103/S1068335623140063]
- [9] D.L. Voronov, R. Cambie, E.M. Gullikson, V.V. Yashchuk, H.A. Padmore, Yu.P. Pershin, A.G. Ponomarenko, V.V. Kondratenko. *Proc. SPIE*, 7077, 707708-1 (2008). DOI: 10.1117/12.795377
- [10] D.L. Voronov, T. Warwick, H.A. Padmore. *Opt. Lett.*, **39** (21), 6134 (2014). DOI: 10.1364/OL.39.006134

- [11] A.H.K. Mahmoud, S. de Rossi, E. Meltchakov, B. Capitanio, M. Thomasset, M. Vallet, E. Heripre, F. Delmotte. *Opt. Express*, **30** (21), 38319 (2022). DOI: 10.1364/OE.468568
- [12] A. Sokolov, Q. Huang, F. Senf, J. Feng, S. Lemke, S. Alimov, J. Knedel, T. Zeschke, O. Kutz, T. Seliger, G. Gwalt, F. Schäfers, F. Siewert, I.V. Kozhevnikov, R. Qi, Z. Zhang, W. Li, Z. Wang. *Opt. Express*, **27** (12), 16833 (2019). DOI: 10.1364/OE.27.016833
- [13] D.L. Voronov, M. Ahn, E.H. Anderson, R. Cambie, Ch.-H. Chang, L.I. Goray, E.M. Gullikson, R.K. Heilmann, F. Salmassi, M.L. Schattenburg, T. Warwick, V.V. Yashchuk, H.A. Padmore. *Proc. SPIE*, **7802**, 780207 (2010). DOI: 10.1117/12.861287
- [14] S. Park, D.L. Voronov, E.M. Gullikson, F. Salmassi, H.A. Padmore. *Proc. SPIE*, **11837**, 118370I (2021). DOI: 10.1117/12.2596269
- [15] D.L. Voronov, S. Park, E.M. Gullikson, F. Salmassi, H.A. Padmore. *Opt. Express*, **31** (16), 26724 (2023). DOI: 10.1364/OE.495374
- [16] L.I. Goray, T.N. Berezovskaya, D.V. Mokhov, V.A. Sharov, K.Yu. Shubina, E.V. Pirogov, A.S. Dashkov. *J. Surf. Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, **17** (1), S104 (2023). DOI: 10.1134/S1027451023070145
- [17] Л.И. Горай, В.А. Шаров, Д.В. Мохов, Т.Н. Березовская, К.Ю. Шубина, Е.В. Пирогов, А.С. Дашков, А.Д. Буравлев. *ЖТФ*, **93** (7), 859 (2023). DOI: 10.21883/JTF.2023.07.55738.66-23  
[L.I. Goray, V.A. Sharov, D.V. Mokhov, T.N. Berezovskaya, K.Yu. Shubina, E.V. Pirogov, A.S. Dashkov, A.D. Bouravleuv. *Tech. Phys.*, **68** (7), 797 (2023). DOI: 10.61011/TP.2023.07.56619.66-23]
- [18] Л.И. Горай, Т.Н. Березовская, Д.В. Мохов, В.А. Шаров, К.Ю. Шубина, Е.В. Пирогов, А.С. Дашков. *ЖТФ*, **91** (10), 1538 (2021). DOI: 10.21883/0000000000  
[L.I. Goray, T.N. Berezovskaya, D.V. Mokhov, V.A. Sharov, K.Yu. Shubina, E.V. Pirogov, A.S. Dashkov. *Tech. Phys.*, **91** (10), 1531 (2021). DOI: 10.21883/0000000000]
- [19] D.L. Voronov, E.H. Anderson, R. Cambie, F. Salmassi, E.M. Gullikson, V.V. Yashchuk, H.A. Padmore, M. Ahn, C.-H. Chang, R.K. Heilmann, M.L. Schattenburg. *Proc. SPIE*, **7448**, 74480J (2009). DOI: 10.1117/12.826921
- [20] Д.В. Мохов, Т.Н. Березовская, К.Ю. Шубина, Е.В. Пирогов, А.В. Нашекин, В.А. Шаров, Л.И. Горай. *ЖТФ*, **92** (8), 1192 (2022). DOI: 10.21883/JTF.2022.08.52782.74-22  
[D.V. Mokhov, T.N. Berezovskaya, K.Yu. Shubina, E.V. Pirogov, A.V. Nashchekin, V.A. Sharov, L.I. Goray. *Tech. Phys.*, **92** (8), 1009 (2022). DOI: 10.21883/0000000000]
- [21] S.A. Garakhin, N.I. Chkhalo, I.A. Kas'kov, A.Ya. Lopatin, I.V. Malyshev, A.N. Nechay, A.E. Pestov, V.N. Polkovnikov, N.N. Salashchenko, M.V. Svechnikov, N.N. Tsybin, I.G. Zabrodin, S.Yu. Zuev. *Rev. Sci. Instrum.*, **91** (6), 063103 (2020).
- [22] Электронный ресурс. Режим доступа: [www.pegrate.com](http://www.pegrate.com)
- [23] Л.И. Горай, А.С. Дашков, Н.А. Костромин, Д.В. Мохов, Т.Н. Березовская, К.Ю. Шубина, Е.В. Пирогов, В.А. Шаров, Н.Д. Прасолов, С.А. Гарахин, М.В. Зорина, Р.С. Плешков, Н.И. Чхало, А.Д. Буравлев. *ЖТФ*, **94** (7), (2024).