08

Многослойные структуры NiMo/C, изготовленные методом реактивного магнетронного распыления

© К.В. Дуров, А.Д. Ахсахалян, И.В. Малышев, В.Н. Полковников, Н.И. Чхало

Институт физики микроструктур РАН — филиал Федерального исследовательского центра
Институт прикладной физики им. А.В. Гапонова-Грехова РАН,
603950 Нижний Новгород, Россия
e-mail: zevs2801@mail.ru, kirill.d@ipmras.ru

Поступило в Редакцию 29 мая 2025 г.
В окончательной редакции 29 мая 2025 г.
Принято к публикации 29 мая 2025 г.

Исследованы характеристики многослойной системы NiMo/C, перспективной для зеркал гебелевского типа. Синтезировались структуры методом реактивного магнетронного распыления в аргоне с импульсной подачей азота, процентное содержание которого в камере равнялось 15 % и 30 % от общего давления рабочего газа. Изучалось влияние отжига при максимальных температурах 250 °C и 320 °C на отражательные и структурные свойства многослойных структур NiMo/C. По результатам малоугловой рентгеновской рефлектометрии на длине волны 0.154 nm были определены структурные параметры NiMo/C. Показано, что величины переходных областей на слоях C и NiMo находятся в пределах 4−7 Å и, в общем, после отжига имеют тенденцию к снижению, либо небольшим флуктуациям. После отжига образцы NiMo/C, синтезированные при доле азота 15 %, имели коэффициенты отражения в первом порядке 78.8 %−76.1 % для периодов 41.5−33.5 Å соответственно. Для структур, синтезированных с 30 % содержанием азота, коэффициент отражения составил 81.4 %−77.4 %.

Ключевые слова: многослойные рентгеновские зеркала, реактивное магнетронное распыление, гебелевские зеркала.

Введение

Появление многослойных рентгеновских зеркал с переменным по поверхности периодом [1,2] существенно расширило диапазон их применения. Важными направлениями для исследований стали изготовление и повышение эффективности коллимирующих и фокусирующих зеркал для жесткого рентгеновского диапазона длин волн [2–5]. В настоящей работе пойдет речь о параболических зеркалах Гебеля. Применение таких структур более чем на порядок увеличило интенсивность излучения в экспериментах по рентгеновской дифракции и малоугловому рассеянию [5,6]. На сегодняшний день такими зеркалами оснащены многие современные аналитические приборы, например, дифрактометры ДРОН и Bruker [7]. Таким образом, задача повышения эффективности (отражательной способности, в том числе) коллимирующей и фокусирующей оптики для жесткого рентгеновского излучения остается актуальной до сих пор.

Зачастую в мире (в том числе и в Институте физики микроструктур РАН) в качестве пары материалов для гебелевских зеркал выбирают W/Si [8–10]. Такие зеркала имеют относительно высокие ($\geq 70\,\%$) средние по поверхности параболического зеркала коэффициенты отражения на рабочей длине волны $\lambda = 0.154\,\text{nm}$ (линия излучение $\text{Cu}\,K_{\alpha 1}$). Однако экспериментально в работе [11] было продемонстрировано, что в W/Si многослойных структурах проявляется квазибрэгговское рассеяние линии $\text{Cu}\,\text{K}\beta$ с $\lambda = 0.139\,\text{nm}$. Незеркальное отражение (квазибрэгговское рассеяние) предсказано теоретически в работе [12] и наблюдалось ранее экспериментально [13]. Это следствие интерференционного усиления интенсивности рассеянных волн от когерентно-повторяющихся шероховатых границ раздела слоев. Кроме того, угловое разрешение W/Si многослойных зеркал достаточно низкое (пик отражения широкий). Естественно все это снижает разрешающую способность дифрактометра и даже может приводить к некорректной идентификации пиков при рентгеноструктурном анализе. Поэтому перед нами встает задача повышения разрешающей способности и ослабление побочной линии излучения $\text{Cu}\,\text{K}\beta$.

Обозначенные выше проблемы и пути их решения ранее обсуждались в статьях [7,10,14,15]. Было предложено вводить в рентгенооптическую систему фильтр из никеля, который по сравнению с вольфрамом имеет большее поглощение $\text{Cu}\,\text{K}\beta$-линии и значительно большее пропускание Cu Kα-линии. Однако использование в оптической схеме поглощающего фильтра приводит к снижению полезного сигнала. Вместе с тем возрастет сложность конструкции рентгенооптической системы — в ней появляется дополнительный элемент. Поэтому логичнее использовать фильтрующие свойства Ni непосредственно в зеркалах, таких как Ni/Si и Ni/C, которые теоретически могут обладать более высокой, по сравнению с W/Si, отражательной способностью и угловым разрешением. Это показано, например, в [14]. Таким

образом, использование никеля в составе многослойного зеркала может увеличить отношение интенсивностей излучений $I_{\mathrm{Cu\,K}\alpha}/I_{\mathrm{Cu\,K}\beta}$ и решить проблему подавления линии Cu Kβ. Кроме того, можно ожидать большей величины коэффициента отражения от никельсодержащих многослойных зеркал.

Структурные и отражательные характеристики Ni/C и Ni/Si подробно изучены [16–20]. Авторы исследовали величины межслоевых шероховатостей по данным рефлектометрии и просвечивающей микроскопии, на основе которых выполняли теоретические предсказания коэффициентов отражения. Проводились измерения отражательной способности этих зеркал в мягкой и жесткой области рентгеновского излучения. В [20] сообщалось о низкой межслоевой шероховатости ($\sigma \leq 0.3$ nm) и высоком коэффициенте отражения ($R > 75\,\%$ на длине волны 0.154 nm) структуры Ni/C с периодом $d \geq 3.5$ nm.

Здесь следует отметить, что никель является магнитным материалом. Это обстоятельство существенно усложняет технологический процесс синтеза Ni/C и Ni/Si зеркал методом магнетронного распыления. Как правило, при работе с мишенями из магнитных материалов толщины мишеней выбирают менее 1 mm. Столь тонкие мишени быстро выходят из строя. Это не позволяет проводить с ними длительные циклы работ.

В то же время сплав никеля с молибденом на уровне 80 % никеля и 20 % молибдена подавляет его магнитные свойства [21], однако практически в полном объеме сохраняет рентгенооптические свойства Ni, на что указывают теоретические расчеты. Таким образом, в качестве альтернативы зеркалам на основе чистого Ni могут быть выбраны многослойные структуры NiMo/Si и NiMo/C.

В работе [14] мы исследовали отражательные свойства NiMo/Si. Значительное перемешивание материалов на границах раздела слоев не позволило достичь высокой отражательной способности. Пиковые коэффициенты отражения в первом порядке на $\lambda = 0.154$ nm находились в пределах $R = 69.5\,\%-56.1\,\%$ для периодов в диапазоне $d = 41.5-32$ Å. В [15] мы перешли к изучению структуры NiMo/C. После отжига зеркала коэффициенты отражения для того же диапазона периодов составили $R > 70\,\%$, что стало большим прогрессом в решении поставленных задач. При этом теоретический предел для структур такого типа лежит в области около 90 %. Следовательно, сохраняется потенциальная возможность повышения эффективности получаемых на практике многослойных зеркал.

Существующие методы синтеза многослойных структур, в частности, магнетронное распыление, не позволяют добиться идеальных границ раздела. На практике химическое взаимодействие и диффузия атомов снижают оптический контраст в многослойной структуре, а развитие межслоевых шероховатостей приводит к диффузному рассеянию излучения. Негативное влияние обоих этих факторов необходимо снижать, иначе высокой отражательной способностью рентгеновское зеркало обладать не будет.

В процессе выращивания тонких пленок часто применяется реактивное распыление в среде активного газа (чаще всего азота) — метод, который может эффективно уменьшить механические напряжения, шероховатость и перемешивание в тонких пленках. В некоторых случаях ионы азота могут занимать междоузлия в элементарной ячейке распыляемых частиц и вызывать ее искажение, что может привести к нанокристаллической или аморфной структуре осаждаемой пленки [22]. Для напыляемых металлических слоев нанокристаллическая или аморфная фаза может приводить к более гладким границам раздела многослойных покрытий за счет меньшего размера зерен кристаллитов или отсутствия кристаллитов вообще. Уменьшение шероховатости интерфейсов и напряжения наблюдалось у многослойной системы W/B_4C, изготовленной методом реактивного магнетронного распыления в смеси газов аргон и азот [23].

С другой стороны, благодаря азотированию и, следовательно, пассивации поверхности слоев, уменьшается взаимная диффузия и образование соединений на границах раздела, что наблюдалось для нескольких многослойных покрытий (Cr/Sc [24], La/B [25,26], La/B_4C [27], Pd/Y [28]), включая и Ni/C [29].

В настоящей работе изучено влияние реактивного магнетронного распыления на структурные и отражательные характеристики многослойных рентгеновских зеркал NiMo/C. Ранее в работе [15] мы отмечали положительное влияние вакуумного отжига на отражательную способность системы NiMo/C. Поэтому здесь мы также исследовали влияние термического отжига в вакууме на отражательные и структурные характеристики NiMo/C.

1. Методика эксперимента

В рамках представленной работы многослойные структуры NiMo/C были изготовлены методом реактивного магнетронного распыления на постоянном токе. Перед началом технологического процесса давление остаточных газов в вакуумной камере находилось на уровне $8 \cdot 10^{-7}$ Torr. В качестве основного рабочего газа использовался высокочистый (99.998 %) аргон, давление которого в процессе напыления структур поддерживалось постоянным и составляло $1.5 \cdot 10^{-3}$ Torr.

Синтез структур происходил при последовательном перемещении подложки между двумя магнетронами. На одном установлена мишень углерода, на другом — мишень никель-молибденового сплава. При нахождении подложки над магнетроном с мишенью NiMo в камеру подавался только аргон. Во время прохождения подложки над магнетроном с мишенью углерода производилась подача азота чистоты 99.998 %. При этом процентное содержание азота в вакуумной камере определялось

согласно следующему выражению:

$$C_{\mathrm{N}_2} = \frac{p_{\mathrm{N}_2} + p_{res}}{p_{\mathrm{N}_2} + p_{\mathrm{Ar}} + p_{res}} \cdot 100\,\%,$$

где p_{res} — парциальное давление остаточных газов (пренебрежимо мало), p_{Ar} — парциальное давление аргона, p_{N_2} — парциальное давление азота. Таким образом был изготовлен ряд структур при $C_{\mathrm{N}_2} = 15$ и $C_{\mathrm{N}_2} = 30\,\%$.

Мишени NiMo и C толщиной 6 mm имели круглую форму и диаметр зоны эрозии примерно 107 mm. Массовое содержание Mo в мишени NiMo составляло 20 %. Питание распылительной системы обеспечивалось источниками стабилизированного тока, разработанными в ИФМ РАН. На протяжении всего процесса значения токов составляли 300 mA для NiMo и 800 mA для C.

Подложки в настоящей работе размером 25×25 mm вырезали из стандартных для микроэлектронной промышленности плоских пластин из монокристаллического кремния с ориентацией (100) диаметром 100 mm и толщиной 0.46 mm. Эффективная среднеквадратичная шероховатость поверхности подложек находилась на уровне 0.2–0.3 nm.

Крепились подложки вертикально на держатель, который в процессе напыления совершал возвратно-поступательные движения над мишенями. Контролировать толщину слоев, наносимых на подложку, можно было, изменяя скорость прохождения держателя над мишенями (фактически временем нахождения подложки в зоне магнетронного разряда). Таким образом осуществлялось послойное осаждение NiMo и C.

Из-за особенностей линейного перемещения подложкодержателя над мишенями, полная структура имеет следующий вид: Si-substrate/NiMo/$[$CC/NiMoNiMo$]_N$ CC/NiMo, где N — число периодов, CC и NiMoNiMo — обозначение слоев многослойного зеркала, напыленных за два прохода (туда и обратно) подложкодержателя над мишенями, Si-substrate — кремниевая подложка. Такая последовательность материалов существенно не влияет на максимальный коэффициент отражения зеркал в первом порядке, т. е. она будет идентична структуре Si-substrate/$[$CC/NiMoNiMo$]_N$ с точки зрения значения величины отражения в первом порядке. Однако в области между критическим углом и первым порядком отражения определенная разница может наблюдаться, поэтому в дальнейших рассуждениях под NiMo/C мы будем подразумевать полную структуру.

Равномерность наносимых на подложки покрытий по всей площади определялась формой прецизионных фигурных диафрагм, размещаемых между распыляемой мишенью и подложкой. Тем самым регулируется пространственное распределение потока атомов, осаждающихся на подложке. Конкретный вид прецизионных диафрагм для каждой мишени определялся экспериментально. Неравномерность толщин отдельных пленок, периода структуры или полной толщины зеркала по площади подложки диаметром 100 mm составляла менее 0.5 %.

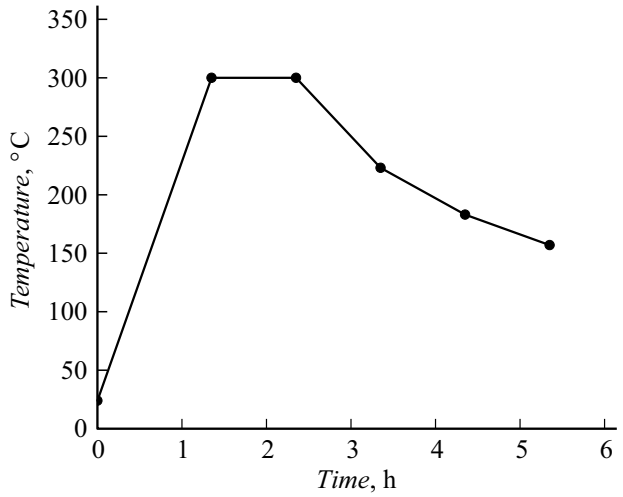

Рис. 1. Временна́я зависимость температуры образца многослойной структуры NiMo/C при нагреве до 300 °C.

Для работ с гебелевскими зеркалами требуется распределение периода по параболическому закону. В этом случае также используются фигурные диафрагмы, но их форма выбирается таким образом, чтобы обеспечивать не равномерное распределение толщин, а распределение, удовлетворяющее заданному закону. Точность воспроизведения параболического закона распределения периода также должна составлять величину лучше 0.5 %.

Отжиг образцов NiMo/C проводился в вакуумной (уровень давления остаточных газов $\sim 10^{-7}$ Torr) печи. Температура контролировалась термопарой хромель-алюмель с точностью ± 5 °C. Каждый образец отжигался последовательно при двух температурах в течение 1 h. Сначала при максимальной температуре $T = 250$ °C, затем при $T = 320$ °C. До и после каждой итерации отжига проводились измерения отражательных характеристик образцов. Таким образом выявлялись изменения, которые могли произойти в результате отжига.

Типичная временная зависимость температуры нагрева образца в вакуумной печи в наших экспериментах представлена на рис. 1. Чуть больше часа требовалось на то, чтобы выйти на рабочую температуру, затем температура поддерживалась постоянной в течение 1 h, после чего на протяжении нескольких часов происходило остывание до комнатной температуры. Как правило, остывающий образец оставался в вакуумной печи с выключенным нагревом на всю ночь и извлекался на атмосферу утром следующего дня. Таким образом, длительность термического воздействия на каждый образец не ограничивалась 1 h. Но максимальная температура воздействовала точно в течение 1 h.

Измерение отражательных характеристик многослойных структур проводилось на четырехкристальном лабораторном дифрактометре PANalitycal X'Pert PRO MRD методом малоугловой рентгеновской рефлектометрии. Образец устанавливался на столик с шестью степеня-

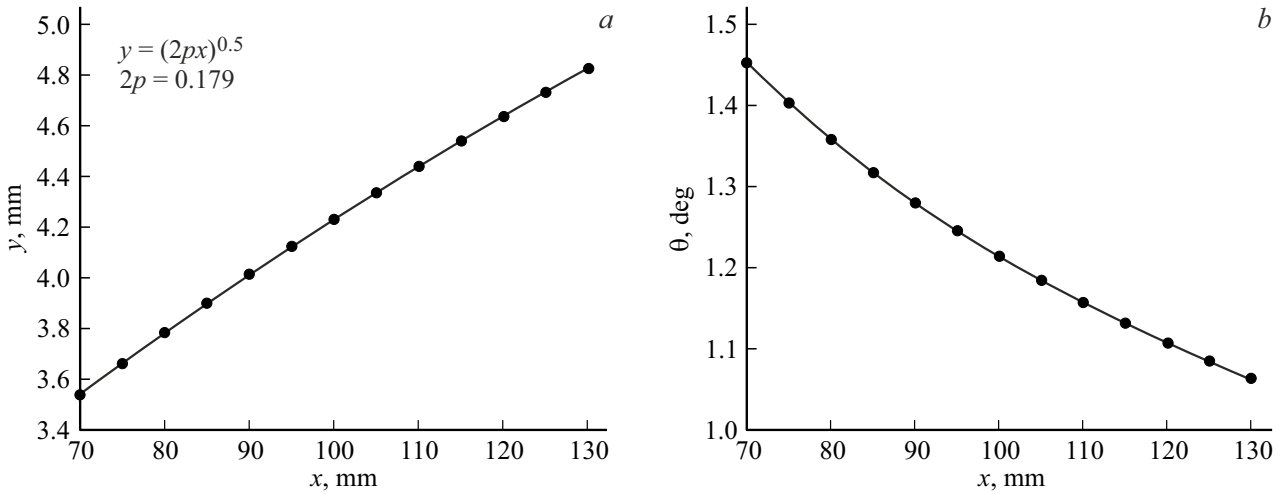

Рис. 2. Заданное уравнение направляющей параболического зеркала (a) и локальные углы скольжения излучения (b).

ми свободы. Источником рентгеновского излучения с длиной волны $\lambda = 0.154\,\text{nm}$ (линия $\text{Cu K}\alpha 1$) служила рентгеновская трубка. Рабочие параметры рентгеновской трубки были следующие: напряжение $U = 30\,\text{kV}$, ток электронного пучка $I = 20\,\text{mA}$. Спектральная и угловая монохроматизация зондового пучка осуществлялась с помощью четырехкристального асимметричного монохроматора Ge (220). Выходные щели далее за монохроматором ограничивали пучок в горизонтальной и вертикальной плоскостях. Перед газовым детектором установлен держатель с коллиматором Соллера и входная щель.

Для получения кривой зеркального отражения дифрактометр юстировался таким образом, чтобы образец делил пополам рентгеновский пучок, имеющий гауссову форму. Это угловое положение принималось за нулевое. Источник излучения оставался неподвижным, а детектор, поворачиваясь с угловой скоростью, в два раза большей, чем образец, регистрировал интенсивность отраженного от образца излучения. Значения коэффициентов отражения, приведенные в работе, определялись как отношение интенсивности излучения (число фотонов в секунду), отраженного от зеркала, к интенсивности опорного сигнала. За счет достаточного времени экспозиции и малых статистических флуктуаций фотонов из источника и электронов в детекторе мы можем говорить о погрешности определяемых значений коэффициентов отражения в $\pm 1\,\%$.

Параметры рентгеновских зеркал (периоды, толщины слоев материалов и перемешанных областей) определялись методом подгонки кривых зеркального отражения с использованием программы для рефлектометрической реконструкции многослойных структур „Multifitting“, разработанной в ИФМ РАН [30] и развитой впоследствии [31]. Она позволяет проводить расчет спектральных и угловых зависимостей коэффициента отражения от смоделированной структуры путем решения системы рекуррентных соотношений, а также осуществлять одновременную подгонку нескольких экспериментальных кривых, снятых в различных спектральных диапазонах.

При выборе периода изучаемых многослойных NiMo/C-структур необходимо было исходить из реально существующих систем коллимации жесткого рентгеновского излучения (линии $\text{Cu K}\alpha 1$), выходящего из рентгеновской трубки дифрактометра типа ДРОН. Для расчетов использовалось типичное уравнение направляющей цилиндрической поверхности $y = (2px)^{0.5}$, где $2p = 0.179$, $80 \le x \le 120$ (рис. 2, a). Соответствующее распределение локальных углов скольжения излучения представлено на рис. 2, b. Локальный угол скольжения излучения определялся как угол между касательной к параболе в данной точке и лучом, выходящим из фокуса (рентгеновской трубки) и проходящим через данную точку. С высокой ($< 0.0013^\circ$) точностью при $80 \le x \le 120$ скользящие углы можно вычислить, взяв производную $y' = \tan\theta \approx \theta = \sqrt{p/2x}$, где $[\theta] = \text{rad}$.

Крайним (максимальному и минимальному) значениям углов скольжения излучения в диапазоне значений $80 \le x \le 120$ соответствуют периоды многослойного рентгеновского зеркала NiMo/C $d \approx 41.5$ и $\approx 33.5\,\text{Å}$. Коэффициенты отражения при этом максимальны, согласно [14,15], когда доля толщины NiMo в периоде составляет $\beta = 0.3-0.5$. Эти параметры и были взяты за основу при проведении процесса магнетронного распыления.

2. Результаты и их обсуждение

На первом этапе мы работали с зеркалами, имеющими период $d \approx 33.5\,\text{Å}$ — минимальное значение для конкретного гебелевского зеркала. Распыление мишени углерода происходило при $C_{\text{N}_2} = 15\,\%$.

По результатам подгонки (рис. 3, 4) в программе „Multifitting“ кривых зеркального отражения определены

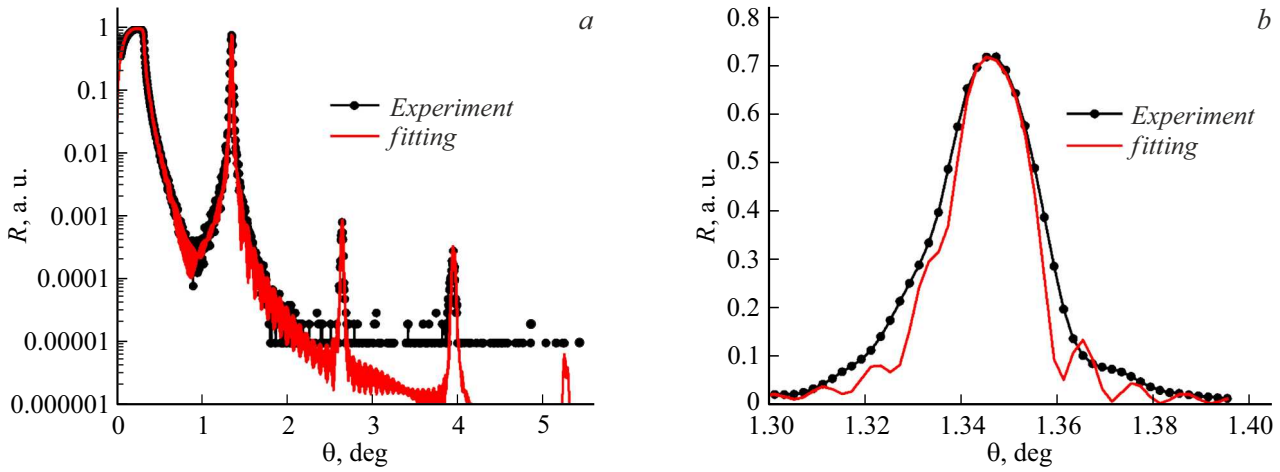

Рис. 3. Пример экспериментальной и смоделированной в „Multifitting“ кривых зеркального отражения образца NiMo/C с $d \approx 33.5$ Å: *a* — общая кривая, *b* — первый порядок отражения.

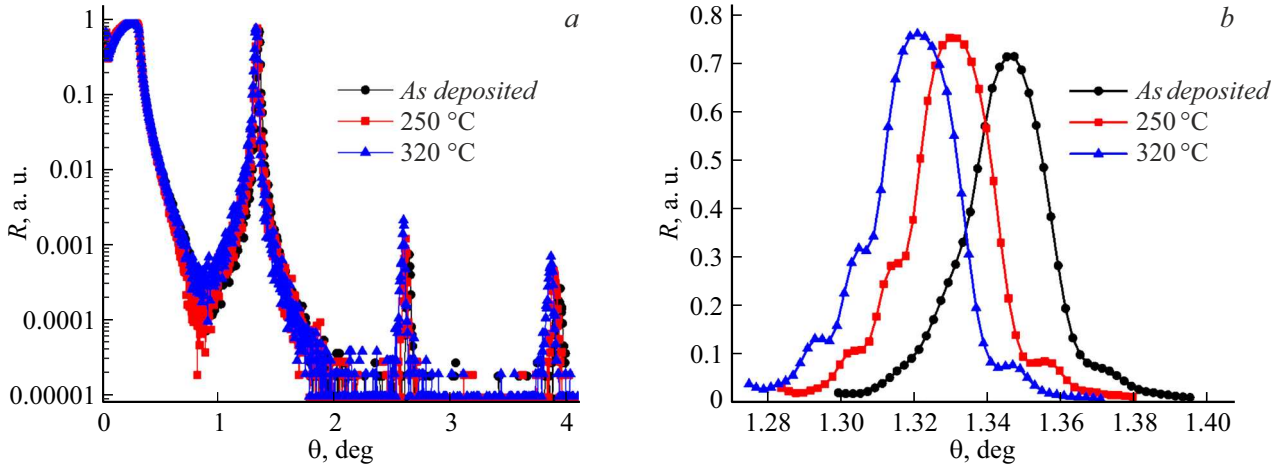

Рис. 4. Кривые зеркального отражения образца NiMo/C с $d \approx 33.5$ Å, синтезированного при $C_{N_2} = 15\%$ и отожженного при 250 и 320 °C: *a* — общая кривая, *b* — первый порядок отражения.

параметры (табл. 1) многослойной структуры NiMo/C с периодом $d \approx 33.5$ Å, синтезированной при доле азота $C_{N_2} = 15\%$ и отожженной при максимальных температурах $T = 250$ °C и 320 °C.

Реальная структура многослойного зеркала не является строго периодической. В процессе магнетронного напыления меняется давление газов, происходит эрозия мишени, поэтому меняется и скорость роста пленок. Это приводит к монотонному увеличению или уменьшению толщины периода по всей глубине структуры. В таблице *dz* означает линейное изменение толщины слоя C и NiMo с ростом номера периода на единицу, в процентах от номинальной толщины слоя. Средняя толщина слоя по всем периодам при этом сохраняется и равна номинальной толщине, т. е. с одной стороны, слои будут тоньше, а с другой стороны — толще. Этот дрейф может быть как положительной, так и отрицательной величиной, т. е. слои могут становиться толще вглубь структуры, а могут — тоньше. В нашем случае по форме экспериментальных пиков трудно сказать, какие слои (C или NiMo) претерпевали существенный дрейф и каков знак (положительный или отрицательный) этого дрейфа. Поэтому в таблицах далее мы указываем абсолютное значение дрейфа обоих слоев (C и NiMo).

Из приведенных данных можно сделать следующие выводы. Структура с распыленным в азотной среде углеродом имеет коэффициент отражения в первом брэгговском порядке 71.5 %. В [15] показано, что структура с таким же периодом, распыленная в исключительно аргонной атмосфере, имела отражение 69 %.

После отжига период NiMo/C вырос на 1.9 % по сравнению с изначальным. Ширины интерфейсов на обеих границах несколько уменьшились. Наблюдалось также небольшое (1.1 %) снижение доли NiMo в периоде. Отражение во всех порядках выросло. В первом порядке коэффициент отражения вырос на 4.6 абсо-

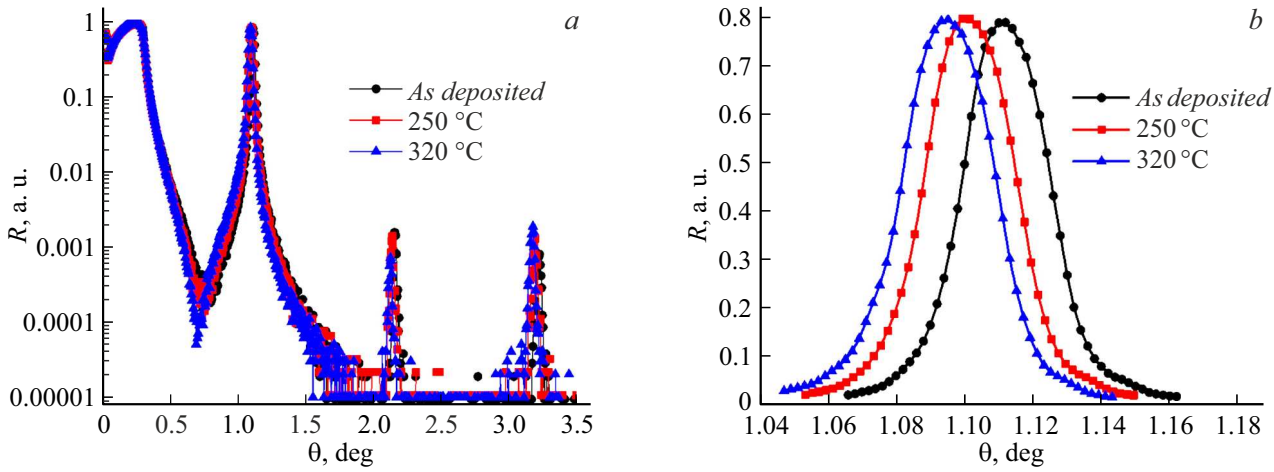

Рис. 5. Кривые зеркального отражения образца NiMo/C с $d \approx 41.5$ Å, синтезированного при $C_{N_2} = 15\%$ и отожженного при 250 и 320 °C: *a* — общая кривая, *b* — первый порядок отражения.

Таблица 1. Параметры NiMo/C с $d \approx 33.5$ Å при $C_{N_2} = 15\%$

T, °C	As-deposited	250	320
N	120		
d, Å	33.68	34.06	34.32
dz, %	0.013	0.013	0.014
β, a.u.	0.460	0.455	0.455
σ (NiMo), Å	4.70	4.50	4.30
σ (C), Å	6.80	6.20	6.10
R, %	71.5	75.4	76.1

Таблица 2. Параметры NiMo/C с $d \approx 41.5$ Å при $C_{N_2} = 15\%$

T, °C	As-deposited	250	320
N	80		
d, Å	41.34	41.75	41.99
dz, %	0.021	0.020	0.021
β, a.u.	0.416	0.408	0.408
σ (NiMo), Å	5.80	6.00	6.20
σ (C), Å	6.80	6.70	6.60
R, %	78.3	79.0	78.8

Примечание. R — коэффициент отражения в первом брэгговском порядке отражения на длине волны 0.154 nm, N — число периодов, β — доля толщины NiMo в периоде, σ(NiMo) и σ(C) — среднеквадратичные значения ширин интерфейсов (областей перемешивания материалов и шероховатостей) на поверхности слоев NiMo и C соответственно, dz — линейный дрейф слоя.

лютных процента, с 71.5 % до 76.1 %. Для сравнения в [15] показано, что коэффициент отражения структуры, изготовленной без азота, после отжига при 320 °C достигал 72 %. Там же было выдвинуто предположение о том, что увеличение коэффициента отражения после отжига могло происходить вследствие „разуплотнения“ слоев углерода и диффузии атомов углерода из переходных областей.

Изменения в области между критическим углом и первым порядком отражения указывали на некоторые преобразования в толщинах или шероховатостях поверхностных слоев многослойной структуры NiMo/C после отжига.

На втором этапе исследований изучалась структура NiMo/C с периодом $d \approx 41.5$ Å (другое крайнее значение на параболическом гебелевском зеркале). Доля азота при напылении также составляла $C_{N_2} = 15\%$. Восстановленные по данным рефлектометрии (рис. 5) структурные параметры представлены в табл. 2.

Сразу после синтеза (до отжига) такая структура имеет в первом брэгговском порядке коэффициент отражения 78.3 %. Для сравнения в [15] структура с подобным периодом, синтезированная без азота, имела 71 % до отжига и 75 % после отжига при максимальной температуре 320°.

После отжига период изучаемого зеркала вырос на 1.6 % по сравнению с изначальным. Толщины интерфейсов на слое C уменьшились, а на слое NiMo — увеличились. Наблюдалось также небольшое (1.9 %) снижение доли NiMo в периоде. Отражение во втором порядке уменьшалось, а в третьем — увеличивалось, что может говорить об изменении в соотношении толщин материалов в периоде.

Отражение в первом порядке дифракции существенно не изменилось после отжига. Можно сказать, что оно находится в пределах погрешности измерений, формально достигая 79 %. Изменения в области между критическим углом и первым брэггом указывали на некоторые преобразования толщин или интерфейсов в

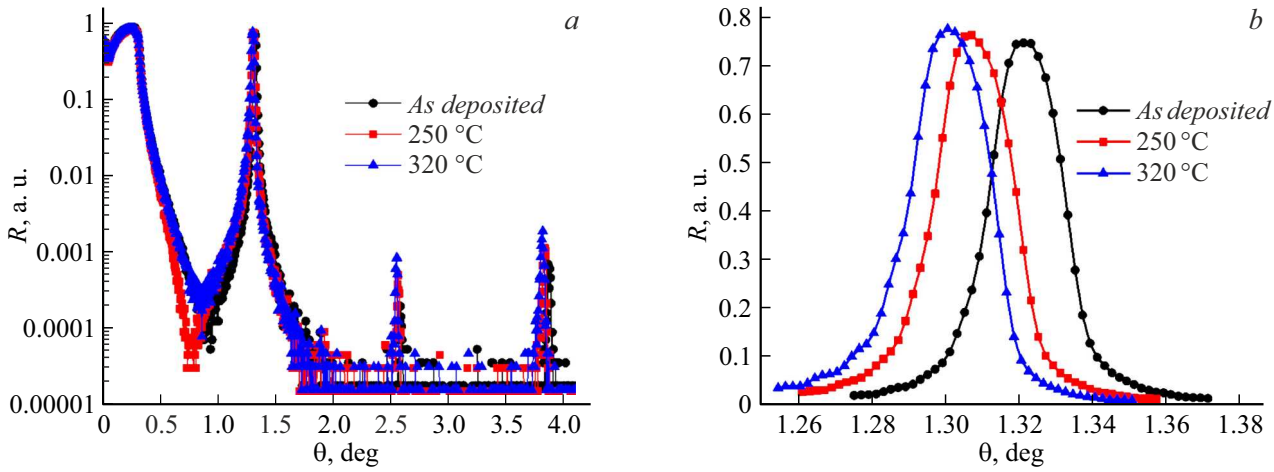

Рис. 6. Кривые зеркального отражения образца NiMo/C с $d \approx 33.5$ Å, синтезированного при $C_{N_2} = 30\,\%$ и отожженного при 250 и 320 °C: *a* — общая кривая, *b* — первый порядок отражения.

Таблица 3. Параметры NiMo/C с $d \approx 33.5$ Å при $C_{N_2} = 30\,\%$

T, °C	As-deposited	250	320
N	120		
d, Å	34.33	34.72	34.88
dz, %	0.01	0.01	0.01
β, a.u.	0.440	0.434	0.434
σ (NiMo), Å	5.90	5.40	5.50
σ (C), Å	5.30	5.60	5.20
R, %	74.6	76.1	77.4

Таблица 4. Параметры NiMo/C с $d \approx 41.5$ Å при $C_{N_2} = 30\,\%$

T, °C	As-deposited	250	320
N	80		
d, Å	41.78	42.08	42.30
dz, %	0.017	0.017	0.017
β, a.u.	0.412	0.414	0.426
σ (NiMo), Å	5.40	5.50	5.40
σ (C), Å	6.80	6.70	6.40
R, %	80.3	80.4	81.4

поверхностных слоях многослойной структуры NiMo/C после отжига.

На следующем этапе синтезировалась структура NiMo/C с периодом $d \approx 33.5$ Å и долей азота при напылении $C_{N_2} = 30\,\%$. Восстановленные по данным рефлектометрии (рис. 6) структурные параметры представлены в табл. 3.

Величина отражения в первом порядке выросла (в сравнении со случаем $C_{N_2} = 15\,\%$) до 74.6 %. Период многослойного зеркала после отжига увеличился на 1.6 % по сравнению с изначальным. Толщины интерфейсов имели тенденцию к уменьшению. Отражение в первом порядке выросло до 77.4 % после отжига. Увеличение коэффициента отражения в остальных двух порядках также можно связать с улучшением гладкости границ раздела слоев.

На завершающем этапе исследований синтезировалась структура NiMo/C с периодом $d \approx 41.5$ Å с долей азота при напылении $C_{N_2} = 30\,\%$. Восстановленные по данным рефлектометрии (рис. 7) структурные параметры представлены в табл. 4.

Коэффициент отражения этого зеркала превысил 80 %. А после отжига при максимальной температуре 320° составил 81.4 %, что существенно превосходит результат для всех ранее излучавшихся структур. Толщины интерфейсов также имеют тенденцию к снижению после отжига. Период вырос на 1.2 % после отжига по сравнению с изначальным значением.

Кроме того, согласно моделям зеркал, построенным в „Multifitting“, дрейф слоев dz в NiMo/C, синтезированных при $C_{N_2} = 30\,\%$ ниже, чем при $C_{N_2} = 15\,\%$, что также могло повлиять на отражательную способность. При этом отжиг не оказывал существенного влияния на величину dz.

Заключение

Многослойные структуры NiMo/C с периодами $d \approx 41.5–33.5$ Å, синтезированные методом реактивного магнетронного распыления, показали высокую отражательную способность. Величина их отражения превосходит таковую для структур, синтезированных

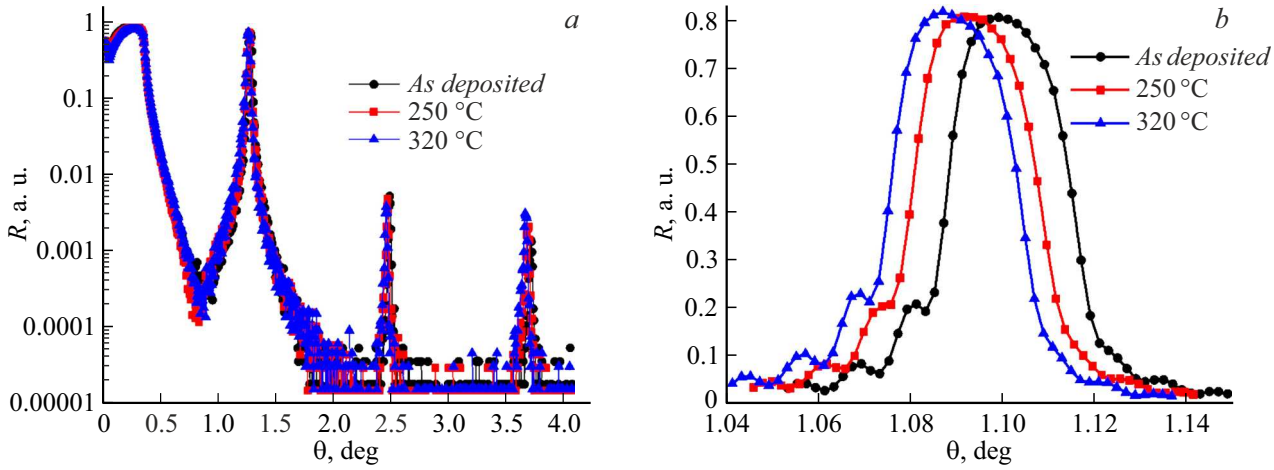

Рис. 7. Кривые зеркального отражения образца NiMo/C с $d \approx 41.5$ Å, синтезированного при $C_{N_2} = 30\,\%$ и отожженного при 250 и 320 °C: *a* — общая кривая, *b* — первый порядок отражения.

без азота. Отжиг при максимальных температурах до 320 °C привел к еще большему росту отражательной способности. После отжига образцов, синтезированных при доле азота 15 %, коэффициенты отражения в первом порядке составляли $R = 78.8\,\%-76.1\,\%$ для периодов $d \approx 41.5-33.5$ Å соответственно. Для структур, синтезированных с 30 % содержанием азота, $R = 81.4\,\%-77.4\,\%$. Этот результат существенно превосходит отражение всех ранее изучавшихся многослойных зеркал, служащих отражательными покрытиями для гебелевских зеркал, работающих на длине волны 0.154 nm.

Величины переходных областей на слоях C и NiMo находились в пределах 4–7 Å и, в общем, имеют тенденцию к снижению, либо небольшим флуктуациям после отжига.

Рост пикового коэффициента отражения в первом порядке после отжига мог быть связан с уменьшением толщин переходных областей. Кроме того, наблюдалось снижение дрейфа слоев в периоде NiMo/C после увеличения концентрации азота C_{N_2} с 15 % до 30 %.

Продемонстрированная высокая отражательная способность NiMo/C многослойных структур позволяет утверждать, что она является хорошей альтернативой широко используемым в технологии гебелевским зеркалам W/Si.

Финансирование работы

Синтез и высокотемпературный отжиг многослойных зеркал выполнен при поддержке гранта РНФ 21-72-30029-П, рентгеновские измерения характеристик многослойных структур выполнены при поддержке гранта РНФ 21-72-20108-П.

Благодарности

Исследования проводились с использованием оборудования ЦКП „Физика и технология микро- и наноструктур“ в ИФМ РАН.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

[1] P. Lee. Appl. Opt., **22** (8), 1241 (1983). DOI: 10.1364/ao.22.001241

[2] M. Schuster, H. Göbel. J. Phys. D: Appl. Phys., **28**, 270 (1995). DOI: 10.1088/0022-3727/28/4A/053

[3] M. Schuster, H. Göbel. J. Phys. D: Appl. Phys., **29**, 1677 (1996). DOI: 10.1088/0022-3727/29/6/039

[4] C. Michaelsen, J. Wiesmann, C. Hoffmann, A. Oehr, A.B. Storm, L.J. Seijbel. Proc. SPIE, **5193**, 211 (2004). DOI: 10.1117/12.530264

[5] C. Michaelsen, J. Wiesmann, C. Hoffmann, K. Wulf, L. Brügemann, A. Storm. Proc. SPIE, **4782**, 143 (2002). DOI: 10.1117/12.469363

[6] A.A. Akhsakhalyan, A.D. Akhsakhalyan, A.I. Kharitonov, E.B. Kluenkov, V.A. Murav'ev, N.N. Salashchenko. Central Europ. J. Phys., **3** (2), 163 (2005). DOI: 10.2478/BF02475584

[7] T. Holz, R. Dietsch, H. Mai, L. Brugemann. Mater. Sci. Forum, **321–324**, 179 (2000). DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.321-324.179

[8] Э.П. Кругляков, А.Д. Николенко, Е.П. Семенов, Е.Д. Чхало, Н.И. Чхало. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, **1**, 151 (1999).

[9] D.L. Windt, F.E. Christensen, W.W. Craig, C. Hailey, F.A. Harrison, M. Jimenez-Garate, R. Kalyanaraman, P.H. Mao. J. Appl. Phys., **88** (1), 460 (2000). DOI: 10.1063/1.373681

[10] C. Michaelsen, P. Ricardo, D. Anders, M. Schuster, J. Schilling, H. Göbel. Advances in X-ray Analysis, **42**, 308 (2000).

[11] D.G. Reunov, A.A. Akhsakhalyan, A.D. Akhsakhalyan, N.I. Chkhalo, R.A. Shaposhnikov, Yu.N. Drozdov. J. Appl. Cryst., **57**, 925 (2024). DOI: 10.1107/S1600576724004126
[12] A.V. Andreev, A.G. Michette, A. Renwick. J. Modern Opt., **35** (10), 1667 (1988). DOI: 10.1080/09500348814551821
[13] O. Renner, M. Kopecký, E. Krouský, F. Schäfers, B.R. Müller, N.I. Chkhalo. Rev. Sci. Instruments, **63** (1), 1478 (1992). DOI: 10.1063/1.1143047
[14] К.В. Дуров, В.Н. Полковников, Н.И. Чхало, А.А. Ахсахалян, И.В. Малышев. ЖТФ, **94** (8), 1280 (2024). DOI: 10.61011/JTF.2024.08.58555.149-24 [K.V. Durov, V.N. Polkovnikov, N.I. Chkhalo, A.A. Akhsakhalyan, I.V. Malyshev. Tech. Phys., **69** (8), 1184 (2024). DOI: 10.61011/TP.2024.08.59005.149-24]
[15] К.В. Дуров, В.Н. Полковников, Н.И. Чхало, А.Д. Ахсахалян. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, принята к печати.
[16] H. Takenaka, T. Kawamura, H. Kinoshita. Thin Solid Films, **288** (1–2), 99 (1996). DOI: 10.1016/S0040-6090(96)08837-2
[17] C. Sella, K. Youn, R. Barchewitz, M. Arbaoui, R. Krishnan. Appl. Surf. Sci., **33–34**, 1208 (1988). DOI: 10.1016/0169-4332(88)90436-9
[18] M. Cilia, J. Verhoeven. J. Appl. Phys., **82** (9), 4137 (1997). DOI: 10.1063/1.366213
[19] C. Borchers, P. Ricardo, C. Michaelsen. Philosophical Magazine A, **80** (7), 1669 (2000). DOI: 10.1080/01418610008212143
[20] R. Dietsch, S. Braun, T. Holz, H. Mai, R. Scholz, L. Brügemann. Proc. of SPIE, **4144**, 137 (2000). DOI: 10.1117/12.405887
[21] R. Kovacs-Mezei, Th. Krist, Zs. Revay. Nuclear Instruments and Methods in Phys. Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, **586** (1), 51 (2008). DOI: 10.1016/j.nima.2007.11.034
[22] R. Gupta, M. Gupta. Phys. Rev. B, Condensed Matter, **72** (2), 024202 (2005). DOI: 10.1103/PhysRevB.72.024202
[23] D.L. Windt. Proc. SPIE, **6688**, 66880R (2007). DOI: 10.1117/12.730647
[24] N. Ghafoor, F. Eriksson, E. Gullikson, L. Hultman, J. Birch. Appl. Phys. Lett., **92**, 091913 (2008). DOI: 10.1063/1.2857459
[25] I.A. Makhotkin, E. Zoethout, R. van de Kruijs, S.N. Yakunin, E. Louis, A.M. Yakunin, V. Banine, S. Müllender, F. Bijkerk. Opt. Exp., **21** (24), 29894 (2013). DOI: 10.1364/OE.21.029894
[26] D.S. Kuznetsov, A.E. Yakshin, J.M. Sturm, R.W.E. van de Kruijs, E. Louis, F. Bijkerk. Opt. Lett., **40** (16), 3778 (2015). DOI: 10.1364/OL.40.003778
[27] P. Naujok, S. Yulin, N. Kaiser, A. Tuennermann. Proc. SPIE, **9422**, 94221K (2015). DOI: 10.1117/12.2085764
[28] D. Xu, Q. Huang, Y. Wang, P. Li, M. Wen, P. Jonnard, A. Giglia, I. Kozhevnikov, K. Wang, Z. Zhang, Z. Wang. Opt. Exp., **23** (26), 33018 (2015). DOI: 10.1364/OE.23.033018
[29] J. Peng, Zh. Ouyang. Coatings, **12** (11), 1718 (2022). DOI: 10.3390/coatings12111718
[30] M. Svechnikov. J. Appl. Cryst., **53**, 244 (2020). DOI: 10.1107/S160057671901584X
[31] M. Svechnikov. J. Appl. Cryst., **57**, 848 (2024). DOI: 10.1107/S1600576724002231