

Влияние Si-прослойки на отражательную способность нейтронных периодических зеркал Ni/Ti

© П.С. Савченков,^{1,2} Р.С. Плешков,³ Е.О. Серов,¹ В.В. Сидоров,^{1,2} О.А. Кондратьев,¹ В.И. Боднарчук,^{1,4}
В.Н. Полковников,³ Н.И. Чхало,³ А.В. Белушкин,^{1,4} С.Н. Якунин¹

¹НИЦ „Курчатовский институт“,
123182 Москва, Россия

²Национальный исследовательский ядерный университет „МИФИ“,
115409 Москва, Россия

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

⁴Объединенный институт ядерных исследований,
141980 Дубна, Московская обл., Россия
e-mail: pleshkov@ipmras.ru

Поступило в Редакцию 14 мая 2026 г.

В окончательной редакции 14 мая 2026 г.

Принято к публикации 14 мая 2026 г.

Методами рентгеновской рефлектометрии, диффузного рассеяния рентгеновского излучения и нейтронной рефлектометрии исследована серия периодических многослойных зеркал (МЗ) Ti/Ni с прослойкой Si и без с толщинами слоев, соответствующими параметру нейтронных зеркал $m = 3$. Показано, что добавление Si-прослойки на границу Ni–на–Ti понижает межслойную шероховатость с 2.0 до 1.67 Å. При этом абсолютный коэффициент отражения нейтронов, измеренный в первом брэгговском максимуме, увеличивается с 67 % до 69.2 %.

Ключевые слова: многослойные рентгеновские зеркала, нейтронная оптика, нейтронное излучение, интерфейс инжиниринг.

DOI: 10.61011/JTF.2026.09.63504.171-26

Введение

Эффективность исследований на современных источниках нейтронов и синхротронного излучения напрямую зависит от качества используемой тонкопленочной оптики [1,2]. Одной из базовых и наиболее востребованных систем для создания интерференционных зеркал являются многослойные структуры никель–титан (Ni/Ti). В нейтронной оптике данная пара в виде тонкопленочного бислоя является стандартом для изготовления неполяризующих суперзеркал и нейтроноводов, что обусловлено высоким контрастом плотностей длин когерентного рассеяния нейтронов ρ для этих элементов $\rho_{\text{Ni}} = 9.4 \cdot 10^{-6} \text{ Å}^{-2}$, $\rho_{\text{Ti}} = -1.9 \cdot 10^{-6} \text{ Å}^{-2}$. Одновременно с этим структуры на основе Ni/Ti востребованы в рентгеновской оптике: в спектральном диапазоне окна прозрачности воды (вблизи L-края поглощения титана на длине волны 2.74 nm) они обеспечивают высокую отражательную способность, делая эти зеркала более эффективными по сравнению с классическими аналогами, такими как Cr/Ti [3,4].

На практике коэффициент отражения многослойных зеркал Ni/Ti оказывается заметно ниже теоретического из-за несовершенства границ раздела между слоями. Эта проблема особенно ярко проявляется в зеркалах, рассчитанных на большие углы скольжения (суперзеркалах). Для их создания требуется уменьшать толщину

слоев, из-за чего доля переходных областей в общем объеме пленки растет, а оптический контраст падает. Уширение границ раздела в системе Ni/Ti происходит под влиянием двух основных механизмов. В первую очередь, это химическое перемешивание — взаимная диффузия атомов, приводящая к образованию протяженных слоев интерметаллидов (в основном Ni_3Ti [5]). Во-вторых, это развитие геометрической (топологической) шероховатости, которая неизбежно накапливается в процессе послойного роста и кристаллизации пленок. В совокупности формирование таких неидеальных переходных зон приводит к резкому падению отражательной способности зеркал, как для нейтронного, так и для рентгеновского излучения.

Для решения проблемы деградации интерфейсов активно развиваются методы инженерии границ раздела. Традиционные подходы включают ионное полирование, реактивное магнетронное распыление [6–8], а также использование аморфизирующих легирующих добавок [9,10]. В частности, совместное магнетронное распыление никеля и углерода (формирование системы NiC/Ti) позволяет эффективно подавить кристаллизацию как никеля, так и титана, что приводит к сглаживанию границ раздела [11]. Однако у этого метода есть серьезные недостатки: углерод скапливается на границах слоев и проникает в титан, образуя карбиды. Более контролируемым подходом является внедрение на

интерфейсы ультратонких барьерных слоев (например, С [4], $^{11}\text{B}_4\text{C}$ [12,13] или Cr [14]).

В недавних работах была продемонстрирована высокая результативность использования тонких пленок кремния в качестве барьерных слоев в многослойных структурах Ni/Ti [5,15]. Структурный и химический анализ показал, что внедрение Si блокирует взаимную диффузию и формирование дефектных интерметаллических фаз Ni_3Ti [5]. Исследование рентгенооптических характеристик таких структур выявило, что наибольший положительный эффект достигается при нанесении прослойки Si на обе границы раздела [15]. Для многослойных периодических структур Ni/Si/Ti/Si это приводит к заметному сужению ширины переходных областей (до 5,0 Å на границе Ni–на–Ti и до 6,0 Å на границе Ti–на–Ni) и соответствующему росту коэффициента отражения рентгеновского излучения (с 60% до 65,7% на длине волны 1,54 Å) [15]. Кроме того, такие зеркала продемонстрировали высокую эффективность (около 56%) в спектральном диапазоне „водного окна“ на длине волны 27,4 Å [15].

Добавление прослойки в многослойные структуры в большинстве случаев решает проблему деградации интерфейсов. Выбор прослойки напрямую зависит от механизма формирования границ раздела в структуре, поэтому важно понимать какой механизм преобладает. В основном различают геометрическую шероховатость и взаимное перемешивание материалов, прежде всего за счет баллистического эффекта внедрения атомов с высокой энергией (от единиц до десятков eV) конденсата, проникающего в пленку, а также диффузия, усиленная химическим взаимодействием. Таким образом, для оптимизации процесса роста многослойных структур важным является разделение вкладов геометрической шероховатости и перемешивания материалов в общую ширину границы раздела. Для разделения вкладов вышеуказанных эффектов можно использовать метод диффузного рассеяния рентгеновского излучения [16], поскольку рассеяние обусловлено межслоевой шероховатостью, тогда как перемешивание приводит лишь к незначительному снижению интенсивности рассеянного излучения из-за уменьшения скачка электронной плотности на границах.

Вместе с тем влияние кремниевых прослоек на нейтронно-оптические свойства зеркал Ni/Ti до сих пор оставалось неизученным. Важно отметить, что прямое проецирование „рентгеновских“ результатов на нейтронную оптику неочевидно. Введение дополнительного материала Si на границы раздела Ni и Ti изменяет профиль плотности длин когерентного рассеяния нейтронов, тем самым „размывая“ нейтронно-оптический контраст пары Ni–Ti. Таким образом, ключевым является вопрос, способен ли установленный в работах [5,15] выигрыш от улучшения границ интерфейсов компенсировать уменьшение нейтронно-оптического контраста.

В настоящей работе представлены результаты комплексного исследования многослойных периодических структур $\text{Si}/[\text{Ti}/\text{Ni}]_{90}$ и $\text{Si}/[\text{Ti}/\text{Si}/\text{Ni}]_{90}$ с использованием

методов нейтронной рефлектометрии, рентгеновской рефлектометрии и диффузного рассеяния рентгеновского излучения. Толщины слоев в данных образцах были выбраны таким образом, чтобы первый дифракционный максимум соответствовал критическому значению переданного импульса для суперзеркала с параметром $m = 3$ (параметр m определяется как отношение критического угла отражения нейтронов от суперзеркала к критическому углу отражения от природного никеля). Совокупный анализ полученных данных позволил установить, что внедрение барьерных слоев кремния приводит как к сужению ширин переходных областей на границе Ni/Ti, так и к достоверному уменьшению их геометрической шероховатости. Результаты нейтронной рефлектометрии показывают увеличение абсолютной отражательной способности образца с прослойкой кремния. Полученные в настоящей работе данные подтверждают целесообразность использования тонких барьерных слоев Si в структурах Ni/Ti при создании элементов рентгеновской и нейтронной оптики.

1. Материалы и методы

1.1. Синтез образцов и первичная аттестация

В настоящей работе исследовались многослойные структуры Ni/Ti и M3 Ni/Ti с Si-прослойкой, изготовленные методом магнетронного распыления при постоянном токе на установке с шестью магнетронами планарного типа. Токи на магнетронах с мишенями Ni, Ti и Si составляли 0,6 Å. Вакуум в камере перед напылением во всех случаях был $1,5 \cdot 10^{-5}$ Па. Распыление производилось в среде высокочистого (99,998%) Ar при давлениях порядка 0,2 Па. Толщины пленок контролировались временем нахождения подложки над магнетроном. В каждом цикле напыления последовательно наносились (от подложки) слои Ti, а затем Ni со скоростями осаждения порядка 0,1 и 0,28 nm/s соответственно. В случае Ni/Ti с Si-прослойкой кремниевый слой наносился на Ti со скоростью осаждения 0,05 nm/s. Число N периодов для каждого образца было одинаково и равнялось 90. Доля Ni (β_{Ni}) в одном бислое по отношению к другим материалам в каждом случае составляла величину около 0,5. В случае трехкомпонентного зеркала добавление кремниевой прослойки осуществлялось за счет уменьшения толщины слоя Ti. Для обеспечения равномерности покрытия по площади подложки над каждым магнетроном расположены фигурные прецизионные диафрагмы. Изменением формы диафрагм контролировалось распределение плотности потока вещества, поступающего на подложку. Точность управления распределением периода по площади зеркала составляло величину менее 0,5% от величины периода. Материалы осаждались на гладкие (величина среднеквадратичной шероховатости 0,2 nm) подложки из монокристаллического кремния с ориентацией (100) диаметром 100 mm и толщиной 0,47 mm.

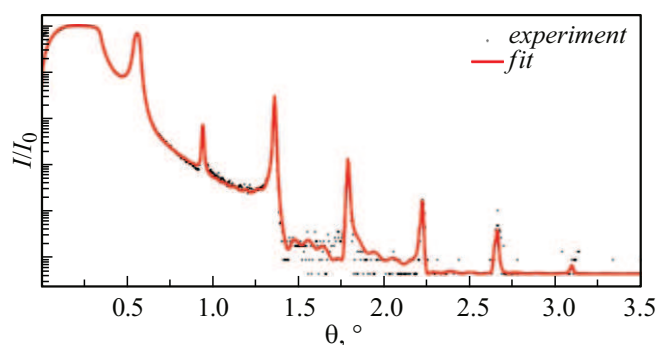


Рис. 1. Пример подгонки угловой зависимости коэффициента отражения, измеренной на длине волны рентгеновского излучения 0.154 nm для периодической многослойной структуры Si/[Ni/Ti]₉₀. Точки — экспериментально измеренная кривая, сплошная линия — подгонка.

После изготовления многослойных зеркал проводилась их первичная аттестация, заключающаяся в определении их основных параметров, таких как период, толщин индивидуальных слоев, ширин переходных областей и геометрических шероховатостей. Все эти параметры определялись методом одновременной подгонки экспериментально измеренных угловых зависимостей коэффициента отражения и кривых диффузного рассеяния на длине волны рентгеновского излучения 0.154 nm. Измерения проводились на четырехкристальном высокоразрешающем дифрактометре PANalytical XPert Pro с размером щели детектора 100 μm . Этот прибор позволяет производить исследования кристаллических материалов и искусственных многослойных систем методом дифракции рентгеновских лучей, в том числе малоугловой. Для всех исследуемых в настоящей работе образцов снимались угловые зависимости коэффициента отражения. Измерения проводились в диапазоне углов скольжения образца 0–4°. Подгонка проводилась с помощью программы для рефлектометрической реконструкции многослойных структур „Multifitting“ [17]. Пример типичной кривой отражения, полученной на этапе аттестации, представлен на рис. 1.

1.2. Рентгеновские измерения

Характеризация состояния интерфейсов проводилась с использованием метода рентгеновской рефлектометрии, позволяющем из угловой зависимости интенсивности зеркального отраженного рентгеновского излучения, падающего на образец под скользким углом, восстанавливать профиль распределения оптических констант и, следовательно, электронной плотности по глубине.

Эксперимент по измерению рефлектометрических кривых проводился на лабораторном дифрактометре Rigaku SmartLab с вращающимся медным анодом, работающем на мощности 9 kW. Падающее на образец излучение формировалось многослойным параболическим

зеркалом Гебеля, собирающим расходящееся излучение от анода в квазипараллельный пучок, затем проходящий через двукратный Ge(220) монохроматор, вырезающий из характеристического спектра линию $\text{CuK}_{\alpha 1}$. Полученное монохроматическое излучение дополнительно ограничивается системой щелей для формирования заданной области засветки образца. Отраженное от образца излучение регистрируется полупроводниковым детектором на гибридных пикселях после прохождения через щели, ограничивающие его приемную апертуру. Использование щелей Соллера, установленных до и после образца, и ограничивающих расходимость в плоскости, перпендикулярной плоскости рассеяния, позволяет измерять кривые рентгеновской рефлектометрии с практически нулевым шумом, что делает возможным проводить информативные измерения до больших углов рассеяния.

Диффузное рассеяние измерялось на том же дифрактометре, который использовался при первичной аттестации исследуемых зеркал. Геометрия эксперимента была следующая: образец поворачивался вокруг первого брэгговского пика (например, $\theta = 0.56^\circ$ в случае Ni/Ti), а детектор оставался неподвижным в положении двойного брэгговского угла ($2\theta = 1.12^\circ$). В результате сканирования образцом (в диапазоне $\theta = 0.56^\circ - 1.12^\circ$) получалась зависимость интенсивности от угла поворота образца (кривая качания). Экспериментальный подход состоял в том, чтобы по измеренным зеркальным коэффициентам отражения определить общую ширину интерфейса, включающую как перемешивание материалов, так и геометрическую шероховатость, в то время как по диффузному рассеянию определить геометрическую шероховатость, которая скоррелирована и в продольном, и в поперечном направлениях. Эффект рассеяния на шероховатостях усиливается особенно в квази-брэгговской геометрии, использованной в настоящей работе.

1.3. Нейтронные измерения

Для исследования образцов на источнике нейтронов из кремниевых пластин диаметром 100 mm вырезались образцы квадратной формы 40 × 40 mm. Измерения отражательной способности нейтронного излучения многослойными зеркалами Ni/Ti проводились на нейтронном рефлектометре „Нептун“ (реактор ИР-8) [18]. Оптическая схема рефлектометра представлена на рис. 2. Монохроматизация пучка нейтронов обеспечивается кристаллом HOPG (002) 2 с мозаичностью 1°, отражающего в заданных углах пучок нейтронов с длиной волны $\lambda = 2.45 \text{ \AA}$. Фильтрация высших гармоник и отклонение от оси прямого пучка обеспечивается аперийодической структурой (суперзеркалом) Ni/Ti 5 с коэффициентом $m = 2$, установленным после монохроматора. Система коллимации пучка обеспечивается тремя прецизионными нейтронными диафрагмами 4, 6, 7 с изменяемыми вертикальной и горизонтальной апертурами и створками из нитрида бора (BN) толщиной по 12 mm каждая, что позволяет с высокой эффективностью поглощать

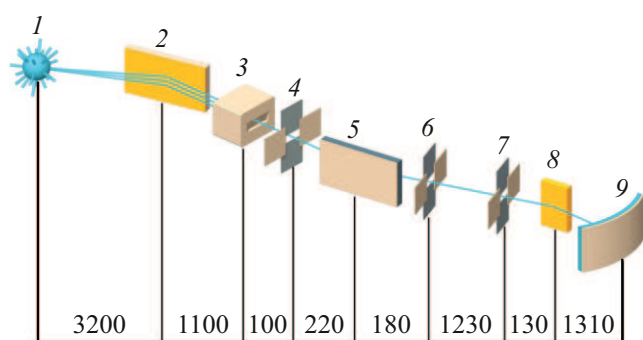


Рис. 2. Нейтронно-оптическая схема нейтронного рефлектометра: 1 — реактор ИР-8; 2 — монокроматор НОРГ (002); 3 — коллиматор; 4, 6, 7 — нейтронные регулируемые диафрагмы; 5 — суперзеркало $m = 2$; 8 — узел образца; 9 — He_3 позиционно-чувствительный детектор.

тепловые нейтроны, ограничивая размеры нейтронного пучка в зависимости от используемого суперзеркала — фильтра или исследуемого образца 8. Регистрация нейтронов происходит на позиционно-чувствительном He^3 -детекторе [19] 9, имеющем размеры окна регистрации нейтронов $200 \times 80 \text{ mm}$. Детектор располагается на расстоянии 1310 mm от узла образца, что позволяет проводить исследования без движения на угол 2θ , наблюдая за изменением позиции отраженного пучка относительно прямого. Пространственное разрешение детектора — 2 mm , программное — 0.33 mm . Управление всеми устройствами установки реализовано в системе автоматического управления TANGO.

В рамках настоящей работы исследовались два образца: Ni/Ti и Ni/Si/Ti размерами $40 \times 40 \text{ mm}$. Узел образца представляет собой юстировочный стол с вакуумным прижимом, установленный на трехосевую систему позиционирования. Юстировочный стол задает вертикальную плоскость образца. Образец имеет возможность перемещения поперек пучка, ось вращения вокруг оси распространения пучка и ось вращения перпендикулярно оси распространения для изменения угла падения пучка нейтронов на образец. Для каждого образца проводилась юстировка с целью исключения ошибки позиционирования. Угловое разрешение рефлектометра задается апертурой диафрагм 6 и 7 (рис. 2). В ходе измерений ширина каждой щели составляла 0.2 mm , а расстояние между щелями было 1230 mm , что обеспечивало угловую расходимость нейтронного пучка 0.019° .

Для количественного определения отражательной способности перед снятием графика нейтронной рефлектометрии проводилось два измерения. Первое измерение содержит в себе информацию об интегральной интенсивности пучка нейтронов при фиксированных для данного эксперимента значениях апертур регулируемых диафрагм 6 и 7 (рис. 2) 0.2 mm . На время измерения образец полностью выводился из пучка, и набиралась статистика за 400 s . Второе измерение содержит в себе

информацию об интегральной интенсивности отраженного пучка нейтронов при том же растворе щелей и размере пучка на позиции образца 0.243 mm . Проводилось измерение после того как образец был введен в пучок и выставлен в угол падения нейтронов на образец, соответствующий центру первого брэгговского пика $\approx 0.735^\circ$, а проекция образца на пучок составляла 0.514 mm . Измерение проводилось так же с экспозицией 400 s . После из отношения площади отраженного пучка к площади первоначальной была получена информация об отражательной способности зеркал для нейтронного излучения в процентах.

Для получения дополнительной структурной информации о зеркалах Ni/Ti и оценки влияния Si на образцы с точки зрения нейтронов был снят график нейтронной рефлектометрии. Образец выставлялся в угол, соответствующий нулевому углу (параллельно пучку) после чего угол падения нейтронов на образец менялся от 0° до 2.25° с шагом 0.005° . Время экспозиции (накопления статистики) при каждом значении угла измерения составляло 150 s . Из полученных экспериментальных данных были получены графики нейтронной рефлектометрии, представленные ниже.

1.4. Модельно-независимый анализ профиля границ раздела

Анализ данных рентгеновской рефлектометрии и восстановление структурных параметров образцов (толщин слоев, ширин интерфейсов и профилей электронной плотности) проводились с использованием модельно-независимого подхода. В отличие от стандартных процедур подгонки, использующих жестко заданные аналитические функции (например, функцию ошибок) для описания границ раздела, применяемый алгоритм не накладывает априорных ограничений на форму переходной области. Данный подход особенно эффективен в исследованиях образцов с малой величиной периода структуры, для которых ширина интерфейса сопоставима с толщиной слоя. В таких системах интердиффузия и взаимное проникновение атомов приводят к существенному размытию межслоевых границ. Вследствие этого точность восстанавливаемых характеристик (и, в частности, подтверждение наличия слоев чистых материалов) зависит от правильного выбора формы переходной области. Использование модельно-независимого подхода снимает проблему выбора аппроксимирующей функции, позволяя алгоритму реконструировать форму интерфейсов исключительно на основе экспериментальных данных.

Кратко опишем суть применяемого алгоритма [20]. Искомый профиль электронной плотности разбивается на малые подслои (ламели), в пределах которых электронная плотность остается постоянной. Размер ламели $d_{\min}$ определяется пространственным разрешением конкретного эксперимента и зависит от максимального достигнутого переданного импульса $q_{z(\max)}$ как

$d_{\min} = \pi/(2q_{z(\max)})$. Отражательная способность структуры рассчитывается с использованием стандартного матричного формализма [21].

В настоящей работе свободная форма профиля меняется исключительно для описания интерфейсов: переходная область представляется как совокупность равных интервалов с варьируемыми промежуточными значениями плотности. При этом обоснованно предполагается, что в центральных частях слоев профиль выходит на насыщение, при этом значение плотности в области насыщения также является варьируемым параметром. Полная модель многослойной структуры формируется путем трансляции полученного периода. Для точного описания реальных образцов в алгоритме дополнительно учитываются эффекты наследования шероховатости от подложки к поверхности, линейный дрейф толщины слоев в процессе напыления, а также наличие варьируемого приповерхностного слоя, который позволяет учитывать окисление поверхностного слоя и потенциальное наличие поверхностных дефектов.

Поиск оптимального вектора структурных параметров P осуществляется путем минимизации критерия согласия χ^2 , представляющего собой нормированную сумму квадратов невязок:

$$\chi^2 = \frac{1}{N-l} \left(\sum_{\theta} u^2(\theta, P) \right), \quad (1)$$

$$u(\theta, P) = \frac{I_{\text{calc}}(\theta, P) - I_{\text{exp}}(\theta)}{\sigma(\theta)}, \quad (2)$$

где N — количество экспериментальных точек, l — количество варьируемых параметров, I_{calc} и I_{exp} — расчетная и измеренная интенсивности отражения при угле падения θ_i , соответственно, а $\sigma(\theta_i)$ — экспериментальная погрешность измерения.

Поскольку обратная задача рефлектометрии является некорректной и допускает неединственность решения, в целевую функцию интегрирован механизм математической регуляризации [20]. Данный механизм исключает резкие нефизичные скачки плотности на соседних ламелях, обеспечивая гладкость восстанавливаемого профиля и оставляя лишь те решения, которые имеют строгий физический смысл. Изложенный подход был применен для обработки всех полученных данных рентгеновской рефлектометрии.

1.5. Определение геометрической шероховатости

Для количественной оценки геометрической шероховатости использовалась линейная модель роста [16], в которой функция спектральной плотности мощности (PSD) границ раздела частично наследуется от предыдущих, а частично заменяется моделью роста. Спектр

шероховатостей поверхности пленки, выросшей на подложке, имеет вид

$$PSD_{2D}(v) = PSD_{\text{sub}}(v)e^{-b(v)h} + \Omega \frac{1 - e^{-b(v)h}}{e^{-b(v)h}}, \quad (3)$$

где $e^{-b(v)h}$ — фактор наследования, Ω — объем осаждаемой частицы (атома, молекулы или кластера), h — толщина пленки, $b(v) = \sum_{n=1}^4 a_n v^n$ — функция релаксации поверхности. Первое слагаемое соответствует унаследованной шероховатости, рассеяние на которой когерентно с рассеянием на нижележащем интерфейсе, а второе — собственной ростовой шероховатости. В качестве модели, описывающей функцию PSD-подложки, была выбрана модель ABC [22]:

$$PSD_{\text{sub}}(v) = \frac{4\pi\sigma^2\xi^2\alpha}{[1 + \xi^2(2\pi v)^2]^{\alpha+1}}, \quad (4)$$

где σ — общая среднеквадратичная высота шероховатости подложки, α — фрактальная размерность, определяющая скорость затухания спектра в высокочастотной области, и ξ — длина поперечной (вдоль слоя) корреляции. Продольная корреляция (в направлении, перпендикулярном слою) L рассчитывалась из функции поверхностной релаксации: $L = b(v) - 1$.

Значение шероховатости слоев получали путем интегрирования PSD-функции в заданном диапазоне пространственных частот, который определяли из условия $2\pi v = k(\cos\theta_0 - \cos\theta)$, где v — значение пространственной частоты, θ_0 — угол, соответствующий зеркальному отражению, θ — угол рассеяния, а k — волновой вектор. Для получения нижней границы интегрирования выбирали значение угла рассеяния, близкого к пику Брэгга, а для получения верхней границы — значение, соответствующее углу максимального рассеяния.

2. Обсуждение результатов

2.1. Рентгеновская рефлектометрия

На рис. 3 представлены результаты рентгеновских рефлектометрических исследований для базовой структуры подложка/[Ti/Ni]₉₀ (образец #1) и модифицированной структуры подложка/[Ti/Si/Ni]₉₀ (образец #2). В центральной части графиков показаны экспериментальные данные (символы) и соответствующие им теоретические кривые (сплошные линии), рассчитанные с использованием модельно-независимого подхода (см. разд. 1.4). Для наглядности экспериментальные данные для образца #2 смещены на 10^6 по оси ординат. На верхнем и нижнем полях графиков приведены распределения невязок, демонстрирующие высокую степень согласия предложенной физической модели с экспериментальными данными во всем измеренном диапазоне переданных импульсов.

Оба исследованных образца демонстрируют высокое структурное качество, о чем свидетельствует наличие 11 четко различимых брэгговских максимумов. Положения

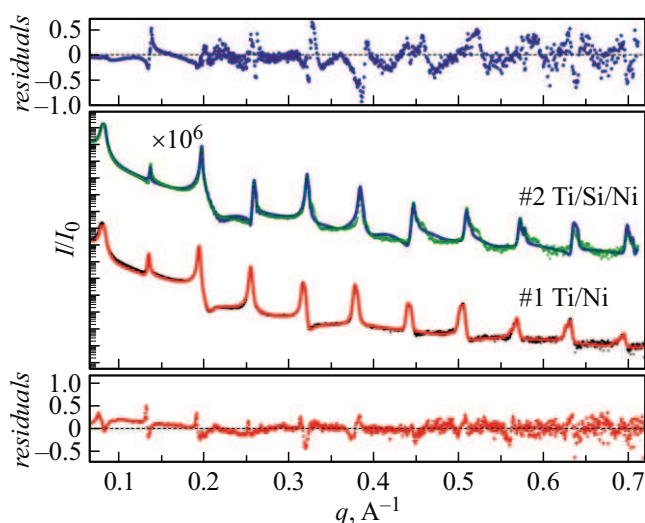


Рис. 3. Экспериментальные кривые рентгеновской рефлектометрии и результаты их моделирования для структур $[\text{Ti/Si/Ni}]_{90}$ и $[\text{Ti/Ni}]_{90}$: сплошные линии (синяя — $[\text{Ti/Si/Ni}]_{90}$, красная — $[\text{Ti/Ni}]_{90}$) соответствуют расчетным зависимостям, точки (зеленые — $[\text{Ti/Si/Ni}]_{90}$, черные — $[\text{Ti/Ni}]_{90}$) — измеренным данным; на верхней и нижней панелях приведены зависимости невязки для указанных образцов.

пиков для структур с кремнием и без него практически совпадают, что подтверждает идентичность периодов синтезированных многослойных зеркал. При сравнении кривых можно видеть, что образец #2 (с прослойкой кремния) обладает лучшими структурными характеристиками: брэгговские пики высших порядков (в области больших $q > 0.4 \text{ \AA}^{-1}$) являются более интенсивными и узкими по сравнению с максимумами, полученными для образца #1. Следует отметить, что для обоих образцов наблюдается уширение брэгговских пиков и падение их интенсивности с ростом переданного импульса. Подобный эффект связан с постепенным накоплением шероховатости интерфейсов от подложки к поверхности, а также незначительным линейным дрейфом толщин слоев в процессе магнетронного напыления.

Для выяснения структурных причин наблюдаемого улучшения были определены профили рентгеновской плотности длины рассеяния. На рис. 4 представлен восстановленный профиль в пределах одного периода многослойной структуры. Красная сплошная линия соответствует базовому образцу #1, синяя — модифицированному образцу #2 с прослойками кремния. Оранжевой вертикальной штриховкой на рис. 4 выделена переходная область Ti–Ni, а зеленой горизонтальной штриховкой — переходная область Ni–Ti (для образца #1) и интерфейс Ni–Si–Ti (для образца #2). Поскольку номинальная толщина барьерного слоя кремния мала (около $4 \text{ \AA}$), достоверно выделить его в виде отдельного слоя не представляется возможным: профиль плотности барьера неразрешим на фоне протяженной зоны межслоевого взаимодействия. В связи с этим в рамках проводимого

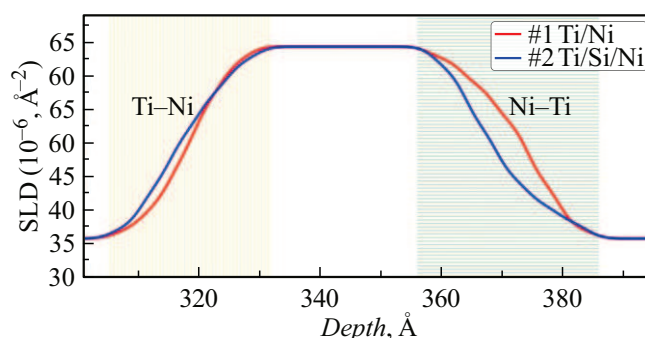


Рис. 4. Период профиля рентгеновской плотности длины рассеяния, полученный в результате подгонки. Синяя сплошная линия соответствует образцу $[\text{Ti/Si/Ni}]_{90}$, красная сплошная линия — $[\text{Ti/Ni}]_{90}$. Переходные области титан-никель и никель-титан помечены вертикальной желтой и горизонтальной зеленой штриховкой соответственно.

анализа рассматривается не форма самого слоя Si, а оценивается его влияние на общие размеры и форму переходных областей. Сравнение полученных профилей электронной плотности указывает на асимметричный характер действия кремниевой прослойки. В области интерфейса Ni–Ti (зеленая штриховка) переход между слоями в модифицированном образце оказывается существенно более резким по сравнению с базовой структурой. Подобное увеличение крутизны профиля электронной плотности напрямую визуализирует эффект сужения переходной зоны и подтверждает эффективность кремния как барьера, блокирующего диффузию никеля в слой титана. На обратной границе Ti–Ni (оранжевый фон) профили плотности обоих образцов практически идентичны. Важно отметить, что в центральных частях слоев профили выходят на четко выраженные плато, соответствующие значениям плотности „чистых“ материалов.

Основные структурные параметры исследуемых образцов, восстановленные в результате обработки данных рентгеновской рефлектометрии, представлены в таблице. Период структур для обоих образцов составляет порядка $100 \text{ \AA}$, при этом толщина слоя никеля в обоих образцах сохранена неизменной и составляет $\sim 54 \text{ \AA}$. Внедрение барьерной прослойки кремния привело к модификации ширин переходных областей. Наиболее выраженный положительный эффект наблюдается при напылении никеля на подслой титана (интерфейс Ni–Ti): даже с учетом наличия дополнительной кремниевой прослойки толщиной порядка $4 \text{ \AA}$ эффективная ширина переходной зоны сузилась с 27.0 до $25.0 \text{ \AA}$. На обратной границе (Ti–Ni) формально полученная эффективная ширина увеличилась с 22.0 (для базового образца) до $24.0 \text{ \AA}$ (для образца с барьером). Однако, как было показано ранее на восстановленных профилях плотности (рис. 4), физическая форма этой границы для обоих образцов остается практически идентичной. Такое сов-

Параметры исследуемых образцов

Параметр	[Ti/Si/Ni] ₉₀	[Ti/Ni] ₉₀
Период, Å	99.6	101.2
Толщина Ti + Si, Å	45.6	47.0
Толщина никеля, Å	54.0	54.2
Переходный слой Ni–Ti, Å	25.0	27.0
Переходный слой Ti–Ni, Å	24.0	22.0

падение профилей свидетельствует о том, что реальная глубина взаимного проникновения материалов друг в друга практически не изменилась.

Особого внимания заслуживает соотношение полученных толщин слоев и ширин интерфейсов. Максимальная эффективная ширина интерфейса в исследованных структурах (27 Å) оказывается меньше толщины как никелевого (~ 54 Å), так и титанового (~ 47 Å) слоев. Физически это означает, что встречные диффузионные профили от соседних интерфейсов не перекрываются. Данный вывод наглядно подтверждается прямым наблюдением характерных плато на восстановленных профилях плотности (рис. 4). Именно сохранение беспримесных зон в сочетании с резкими переходными областями гарантирует высокий нейтронно-оптический контраст многослойного зеркала.

2.2. Диффузное рассеяние рентгеновского излучения

На рис. 5 приведены измеренные (точки) и подгоночные (линии) кривые диффузного рассеяния для обоих образцов. При наложении друг на друга измеренных кривых диффузного рассеяния отмечается, что области вне центрального пика для образцов #1 и #2 различаются. У образца с Si-прослойкой интенсивность рассеянного рентгеновского излучения в этих областях заметно меньше, что качественно свидетельствует о меньшей геометрической шероховатости на границах.

В результате подгонки кривых диффузного рассеяния были определены два предельных значения шероховатости: начальная шероховатость подложки (sub) и шероховатость поверхности (surf) для обоих типов структур. Шероховатости слоев зеркала постепенно увеличиваются от подложки к поверхности от каждого предыдущего слоя к следующему. Значение шероховатости нижнего слоя (исходной подложки) σ_{sub} по данным подгонки диффузного рассеяния у всех образцов одинаковое и составило 1.19 Å. Значение шероховатости верхнего слоя σ_{surf} в зеркале Ni/Ti составило 2.04 Å. В случае зеркала Ni/Ti с Si-прослойкой шероховатость σ_{surf} получилась меньше, ее значение составило 1.67 Å. Подгонка проводилась в диапазоне пространственных частот 0.5–65 μm^{-1} .

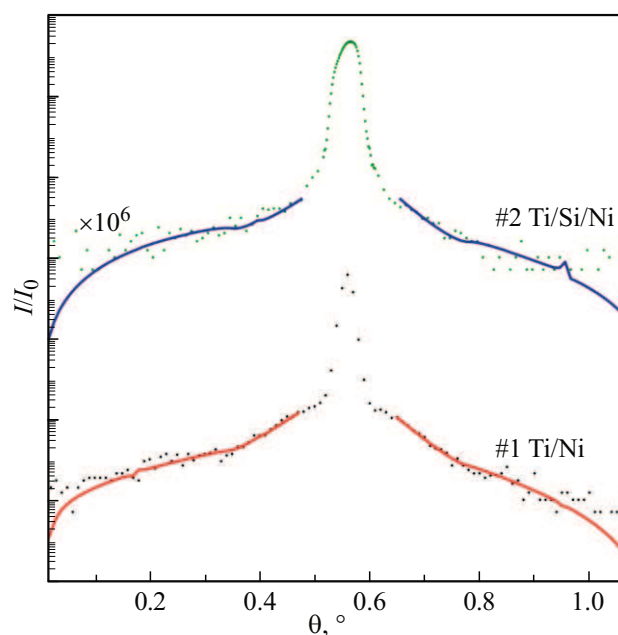


Рис. 5. Измеренные (точки) и подгоночные (линии) кривые диффузного рассеяния (кривые качания) для образцов [Ti/Si/Ni]₉₀ и [Ti/Ni]₉₀. Максимумы на кривых соответствуют первому брэгговскому пику.

Длины корреляции в продольном направлении для зеркал Ni/Ti и Ni/Ti с Si-прослойкой одинаковы и составили ~ 14 μm , в поперечном направлении длины корреляции составили ~ 1400 и 2300 Å соответственно. Таким образом, показано, что Si-прослойка приводит к уменьшению межслоевой шероховатости. Сглаживание гетерограниц можно объяснить тем, что Ni-слой, формирующийся в процессе напыления на аморфный Si-слой, не успевает кристаллизироваться, так же как в случае зеркала Ni/Ti без прослойки.

2.3. Нейтронная рефлектометрия

Для прямой оценки практического эффекта от внедрения барьерных слоев Si на отражающую способность структур были проведены измерения зеркальной нейтронной рефлектометрии. На рис. 6 представлены экспериментальные кривые для базовой структуры Ti/Ni (образец #1) и модифицированной структуры Ti/Si/Ni (образец #2). Для наглядности кривая образца #2 смещена на 10^3 по оси ординат.

Ключевым результатом является прямое количественное сравнение интенсивностей в области первого брэгговского пика ($\theta \approx 0.75^\circ$), соответствующего рабочей зоне нейтронных суперзеркал $m = 3$. Образец с барьерными слоями кремния демонстрирует увеличение абсолютного коэффициента отражения в максимуме брэгговского пика: для базового образца #1 это значение составляет 66.99 %, тогда как для образца с прослойками Si оно достигает 69.23 %. Улучшение структуры модифи-

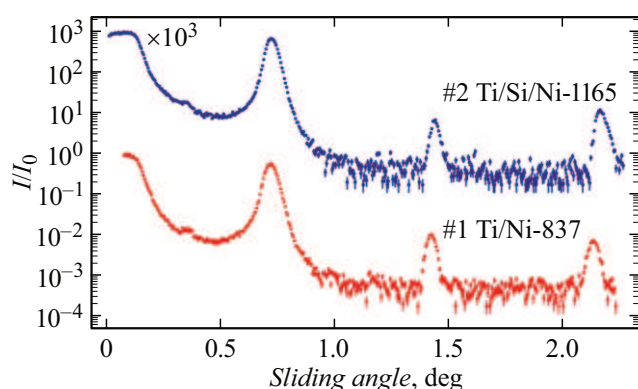


Рис. 6. Экспериментальные кривые зеркальной нейтронной рефлектометрии для базовой структуры (подложка/[Ti/Ni]₉₀, красные точки, образец #1) и модифицированной структуры (подложка/[Ti/Si/Ni]₉₀, синие точки, образец #2). Для удобства визуального сравнения интенсивность для образца #2 умножена на 10^3 .

цированного образца также проявляется в пиках высших порядков. Брэгговские максимумы второго ($\theta \approx 1.4^\circ$) и третьего ($\theta \approx 2.1^\circ$) порядков для образца #2 являются более интенсивными и четко выраженными по сравнению с базовой структурой. Такое возрастание интенсивности высших порядков отражения обусловлено повышением резкости границ раздела слоев. Этот результат полностью согласуется с выводами об эффективном сужении интерфейсов, сделанными ранее на основе модельно-независимого анализа рентгеновских данных.

Заключение

В работе проведено комплексное исследование влияния ультратонких барьерных прослоек кремния на структурные и нейтронно-оптические характеристики многослойных периодических структур Ni/Ti. Совместное использование методов рентгеновской и нейтронной рефлектометрии позволило однозначно установить взаимосвязь между модификацией интерфейсов и оптическими свойствами зеркал.

С применением модельно-независимого алгоритма анализа рентгеновских данных восстановлены профили электронной плотности и доказан асимметричный характер действия кремниевых барьеров. Установлено, что внедрение Si эффективно блокирует интердиффузию и приводит к сужению переходной области на интерфейсе Ni–Ti (с 27.0 до 25.0 Å) при сохранении в объеме структуры областей беспримесного никеля. С помощью метода диффузного рассеяния показано, что межслоевая шероховатость при этом уменьшается с 2.04 до 1.67 Å.

Прямые нейтронные измерения позволили однозначно установить, что выигрыш, полученный за счет улучшения структурного качества интерфейсов (в частности, сужения границы Ni–Ti), компенсирует потенциальное

снижение нейтронно-оптического контраста, вызванное введением атомов кремния. Абсолютный коэффициент отражения в рабочей зоне суперзеркал $m = 3$ (первый брэгговский максимум) для модифицированного образца возрос с 66.99 % до 69.23 %.

В совокупности полученные результаты подтверждают эффективность и практическую целесообразность использования тонких кремниевых прослоек для повышения отражательной способности элементов нейтронной оптики. В качестве продолжения данных исследований представляется актуальным изучение других конфигураций кремниевых барьеров (в частности, эффектов от их асимметричного нанесения), а также оценка влияния прослоек на отражательную способность структур с ультратонкими слоями, необходимыми для создания нейтронных суперзеркал с $m = 5$ и выше.

Благодарности

Синтез и рентгеновские измерения характеристик многослойных структур выполнены при поддержке гранта РФФИ 25-72-00156, расчеты и моделирование выполнены в рамках Государственного задания FFUF-2024-0022. Измерения нейтронной рефлектометрии проводились на оборудовании нейтронного исследовательского комплекса на базе реактора ИР-8 НИЦ „Курчатовский институт“. В работе использовалось оборудование Центра коллективного пользования „Физика и технология микро- и наноструктур“ (ЦКП ИФМ РАН).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] W. Singhapong, C. Bowen, H. Wang, K. Sawhney, A.J. Lunt. *Advanced Mater. Technol.*, **9** (18), 2302187 (2024). DOI: 10.1002/admt.202302187
- [2] C. Schanzer, M. Schneider, P. Böni. *J. Physics: Conf. Ser.*, **746**, 012024 (2016). DOI: 10.1088/1742-6596/746/1/012024
- [3] P. Sarkar, A. Biswas, N. Abharana, S. Rai, M. Modi, D. Bhattacharyya. *Synchrotron Radiation*, **28** (1), 224 (2021). DOI: 10.1107/S1600577520013429
- [4] H. Takenaka, H. Ito, K. Nagai, Y. Muramatsu, E. Gullikson, R.C. Perera. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **467**, 341 (2001). DOI: 10.1016/S0168-9002(01)00320-5
- [5] S.S. Sakhonenkov, A. Gaisin, A. Konashuk, A. Bugaev, R. Pleshkov, V. Polkovnikov, E. Filatova. *J. Phys. Chem. Solids*, **207**, 113003 (2025). DOI: 10.1016/j.jpcs.2025.113003
- [6] R.M. Smertin, M.M. Barysheva, N.I. Chkhalo, S.A. Garakhin, I.V. Malyshev, V.N. Polkovnikov. *Opt. Express*, **32** (15), 26583 (2024). DOI: 10.1364/OE.524921
- [7] R.A. Shaposhnikov, V.N. Polkovnikov, S.A. Garakhin, N.I. Chkhalo, M.M. Barysheva. *Opt. Lett.*, **51** (4), 1049 (2026). DOI: 10.1364/OL.584623

- [8] R.S. Pleshkov, N.I. Chkhalo, K.V. Durov, V.N. Polkovnikov, R.A. Shaposhnikov, R.M. Smertin, S.Y. Zuev. *Opt. Lett.*, **48** (20), 5301 (2023). DOI: 10.1364/OL.500966
- [9] A. Schebetov. *Neutron News*, **9** (3), 35 (1998). DOI: 10.1080/10448639808233462
- [10] R. Kovács-Mezzei, T. Krist, Z. Révay. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **586** (1), 51 (2008). DOI: 10.1016/j.nima.2007.11.034
- [11] H. Jiao, C. Yu, Z. Zhang, W. Li, Q. Huang, H. Chen, Z. Wang. *Vacuum*, **155**, 49 (2018). DOI: 10.1016/j.vacuum.2018.05.043
- [12] S. Broekhuijsen, N. Ghafoor, A. Vorobiev, J. Birch, F. Eriksson. *Opt. Mater. Express*, **13** (4), 1140 (2023). DOI: 10.1364/OME.481049
- [13] S. Stendahl, N. Ghafoor, A. Zubayer, M. Lorentzon, A. Vorobiev, J. Birch, F. Eriksson. *Mater. Design*, **243**, 113061 (2024). DOI: 10.48550/arXiv.2404.03390
- [14] Q. Qiu, X. Li, Y. Zhang, Y. Zhang, J. Liu, B. Dai, Y. Ren. *Appl. Phys. A*, **131** (12), 993 (2025). DOI: 10.1007/s00339-025-09130-5
- [15] R. Smertin, E. Antyushin, I. Malyshev, M. Zorina, N. Chkhalo, P. Yunin, S. Garakhin, V. Polkovnikov, Y. Vainer. *Appl. Crystall.*, **57** (5), 477 (2024). DOI: 10.1107/S1600576724007702
- [16] R. Pleshkov, N. Chkhalo, V. Polkovnikov, M. Svechnikov, M. Zorina. *J. Appl. Crystall.*, **54** (6), 1747 (2021). DOI: 10.1107/S160057672101027X
- [17] M. Svechnikov. *Appl. Crystall.*, **53** (1), 244 (2020). DOI: 10.1107/S160057671901584X
- [18] E. Serov, P. Savchenkov, A. Rogachev, A. Kalyukanov, V. Bodnarchuk, A. Belushkin. *J. Surf. Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, **19** (1), 37 (2025). DOI: 10.1134/S1027451025700065
- [19] A. Belushkin, A. Bogdzel', V. Zhuravlev, S. Kutuzov, F. Levchanovskii, J. Li Yong, E. Litvinenko, A. Nikiforov, T. Panteleev, V. Prikhod'ko, A. Chernikov, A. Churakov, V. Shvetsov. *Instruments and Experimental Techniques*, **50** (6), 737 (2007). DOI: 10.1134/S0020441207060048
- [20] A. Zameshin, I.A. Makhotkin, S.N. Yakunin, R.W. Van De Kruijs, A.E. Yakshin, F. Bijkerk. *Appl. Crystall.*, **49** (4), 1300 (2016). DOI: 10.1107/S160057671601044X
- [21] S. Blundell, J. Bland. *Phys. Rev. B*, **46** (6), 3391 (1992). DOI: 10.1103/physrevb.46.3391
- [22] M. Bass. *Handbook of Optics: Fundamentals, Techniques, and Design*, Volume I (McGraw-Hill, 1995)