

Дизайн, изготовление и характеристика рентгеновской платинированной решетки с блеском и шагом $1.2\text{-}\mu\text{m}$ для работы в схемах классической и конической дифракции

© Л.И. Горай,^{1,2,3} Д.В. Мохов,^{1,3} Т.Н. Березовская,¹ К.Ю. Шубина,¹ Н.А. Костромин,^{1,3} Е.В. Пирогов,¹ Н.Д. Прасолов,⁴ А.А. Чуприк,⁵ К.В. Николаев,⁶ Г.В. Пруцков,⁶ А.В. Рогачев,⁶ С.А. Гарахин,⁷ Н.И. Чхало,⁷ С.Н. Якунин,⁶ А.Д. Буравлев^{2,3,4}

¹ Академический университет им. Ж.И. Алфёрова РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия

² Институт аналитического приборостроения РАН,
198095 Санкт-Петербург, Россия

³ СПбГЭТУ „ЛЭТИ“,
19702 Санкт-Петербург, Россия

⁴ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия

⁵ Московский физико-технический институт,
141701 Долгопрудный, Московская обл., Россия

⁶ НИЦ „Курчатовский институт“,
123182 Москва, Россия

⁷ Институт физики микроструктур РАН,
603087 Нижний Новгород, Россия
e-mail: lig@pcgrate.com

Поступило в Редакцию 17 апреля 2026 г.

В окончательной редакции 17 апреля 2026 г.

Принято к публикации 17 апреля 2026 г.

Платинированная дифракционная решетка с периодом $d = 1.2\text{ }\mu\text{m}$ и различными углами блеска α исследована на предмет использования ее в установках классической и конической дифракции в диапазоне так называемого „нежного рентгена“. В конической установке абсолютная дифракционная эффективность решетки η с идеальными штрихами и $\alpha = 3.5^\circ$ приближается в максимуме к 70 % для -1 -го порядка на энергии 6 keV и слабо зависит от учета реалистичной формы штрихов и случайной шероховатости. В классической установке решетка с $\alpha = 0.5^\circ$ имеет $\eta(-1) > 10\%$. Методом жидкостного анизотропного травления полупроводниковой пластины Si(111)4° через фотолитографическую маску изготовлена и охарактеризована Si-решетка-прототип с $d \approx 1.2\text{ }\mu\text{m}$, Pt-покрытием и $\alpha \sim 3.3^\circ$. Форма профиля штрихов и шероховатость решетки измерены с помощью атомно-силовой микроскопии, а эффективность и рассеяние — охарактеризованы в конической дифракции на источнике синхротронного излучения.

Ключевые слова: дифракционная Si-решетка, решетка с блеском, нежный рентген, дифракционная эффективность, коническая дифракция, атомно-силовая микроскопия, синхротронное излучение.

DOI: 10.61011/JTF.2026.09.63506.95-26

Введение

Идеальный оптический дизайн отражательной решетки предполагает хорошую дисперсию, высокое разрешение и максимальную дифракционную эффективность $\eta(n)$ в порядке спектра n при заданных углах падения и длинах волн излучения. В рентгеновском диапазоне спектра (от жесткого рентгена (ЖР) до экстремального ультрафиолета (ЭУФ)) для этого наиболее подходят решетки с асимметричным треугольным профилем штриха („с блеском“). Для достижения высокого разрешения возможно два подхода: 1) высокочастотная решетка работает в первых дифракционных порядках [1]; 2) среднечастотная решетка работает в высоких порядках [2]. Для достижения высокой дис-

персии и разрешения и, одновременно, максимальной эффективности в ЖР и жесткой части мягкого рентгена (МР) — „нежном рентгене“ („tender X-ray“ [3]) — предпочтительнее использовать рентгеновские дифракционные решетки (РДР), работающие в схеме так называемой конической (вне плоскостной) дифракции и не имеющие ограничений на максимальную частоту штрихов [4,5]. Для поднятия коэффициента отражения и уменьшения углов падения эффективно использовать многослойные РДР [6–8], однако, их сложнее изготавливать, и они меньше подходят для использования в мощных пучках на источниках синхротронного излучения (СИ) 4-го поколения и на концевых станциях рентгеновских лазеров на свободных электронах [9].

Эффективность РДР тем выше, чем ближе реальная структура штриха к идеальной треугольной с плоской отражающей поверхностью. Штрихи РДР имеют две отражающие грани: рабочую („blaze“) и противоположную ей („anti-blaze“), которые характеризуются соответствующими углами наклона α и β [2]. Рабочая грань является основной отражающей поверхностью и от ее качества зависит максимально достижимая $\eta(n)$. Для наиболее перспективных на сегодня РДР, получаемых анизотропным жидкостным травлением вицинальных пластин Si(111) через маску резиста [1,10–13], в том числе их копий (реплик) [14,15], можно выделить несколько важных параметров. Во-первых, длина отражающей грани должна составлять не менее 75% от периода решетки d . Во-вторых, коэффициент асимметрии углов β/α должен быть не менее пяти. В-третьих, кривизна (изогнутость) рабочей грани должна составлять не более одной-двух десятых долей α . Наконец, шероховатость отражающей поверхности (высота) должна быть минимальной и составлять несколько десятых нм для среднеквадратичного отклонения σ (СКО). Только такие РДР имеют максимально достижимую эффективность и могут работать в высоких дифракционных порядках, в том числе в схемах конической дифракции [2,5,7,16,17].

В настоящей работе мы сообщаем о разработке дизайна, изготовлении прототипа и измерении дифракционных характеристик на источнике СИ Si-решетки, покрытой платиной и имеющей период $d = 1.2 \mu\text{m}$. Решетка с такими параметрами была выбрана по нескольким причинам. Во-первых, указанный период близок к лучшему разрешению, получаемому на нашем литографе DWL 66 fs от HeidelbergTM на основе прямой лазерной записи. В [18,19] сообщалось об изготовлении ламельных РДР с переменной плотностью штрихов (VLS) и центральной частотой 300, 600 и 200 nm^{-1} с использованием прямой лазерной литографии (DWL). Качество решеток в этих работах оценивалось по измерению волнового фронта с использованием интерферометра Физо от ZygoTM. Точность изготовления периода решеток с помощью DWL приближается к точности нанесения штрихов голографическим методом и вполне удовлетворяет требованиям для большинства приложений оптической спектроскопии. Во-вторых, для нежного рентгена, наиболее сложной и неосвоенной на сегодня части рентгеновской области с длинами волн в условном диапазоне от ~ 0.2 до $\sim 1 \text{ nm}$, лучшие результаты по достижению максимальной дифракционной эффективности демонстрируют решетки с блеском, имеющие частоту $\sim 2500 \text{ nm}^{-1}$ — как многослойные, так и покрытые благородным металлом — и работающие в первом порядке спектра, в том числе в конической установке [5,6,8,20,21]. Следует отметить, что решетки с блеском имеют как минимум вдвое большую эффективность по сравнению с аналогичными ламельными решетками, а в высоких порядках дифракции они незаменимы. Исследуемая нами решетка имеет частоту в три раза меньше, следовательно, она может

„блестеть“ в выбранном диапазоне спектра в высоких порядках дифракции, если это не противоречит другим соображениям. Наконец, покрытие из Pt дает высокие коэффициенты отражения на $E = 6$ и 8 keV — основные энергии, на которых тестировалась наша решетка на источнике СИ „КИСИ-Курчатов“ [22] — и оно, по сравнению с многослойным покрытием, позволяет использовать решетку как в классической, так и в конической установках в широком диапазоне длин волн нежного рентгена и за его пределами.

1. Дизайн и моделирование эффективности решетки

1.1. Дизайн и метод моделирования

Разрабатываемая Si-решетка с $d = 1.2 \mu\text{m}$ и покрытием из Pt предназначена для работы в нежном рентгене в одной из схем классической или конической дифракции в определенном порядке и, следовательно, должна иметь соответствующую глубину штрихов (угол блеска). Наши предыдущие исследования показали, что при работе в классической схеме в отличие от конической для $\eta(n)$ имеется существенное ограничение на максимальную частоту решетки, зависящую от энергии излучения, материала покрытия и номера дифракционного порядка. Оно связано с эффектом полного внешнего отражения и оптимальной глубиной штрихов. Так, в случае решетки с блеском и Pt-покрытием в первом порядке дифракции для $E = 6 \text{ keV}$ должно выполняться $d > 965 \text{ nm}$, а для $E = 8 \text{ keV}$ — $d > 1253 \text{ nm}$. Таким образом, выбранная нами частота, кроме всего прочего, близка к максимально возможной для коротковолновой границы нежного рентгена.

Моделирование дифракционных свойств решеток, включая оптимизацию параметров излучения и профиля штрихов, проводилось с использованием серии коммерческих программ PCGrate-SXTM различных версий [23], написанных на основе метода граничных интегральных уравнений [24]. Для расчета $\eta(n)$ в конической (3D) дифракции мы использовали теорему инвариантности на основе приближения идеальной проводимости материала решетки (the Invariance Theorem [24]), которая позволяет свести задачу в 3D- к ее 2D-компонентам. Выполненное нами (не представлено) сравнение с результатами строгих расчетов эффективности для исследуемых решеток в конической дифракции в выбранном диапазоне длин волн и углов падения показывает, что полученная $\eta(n)$ отличается не более, чем на нескольких десятых процента в максимумах эффективности для всех значимых порядков дифракции. Кроме того, данный подход прошел детальную верификацию путем сравнения с данными измерений, полученных на источнике СИ для более длинноволнового диапазона [25]. Этот подход позволяет не только ускорить на порядки вычисления $\eta(n)$, но и легко инкорпорировать в них учет случайной

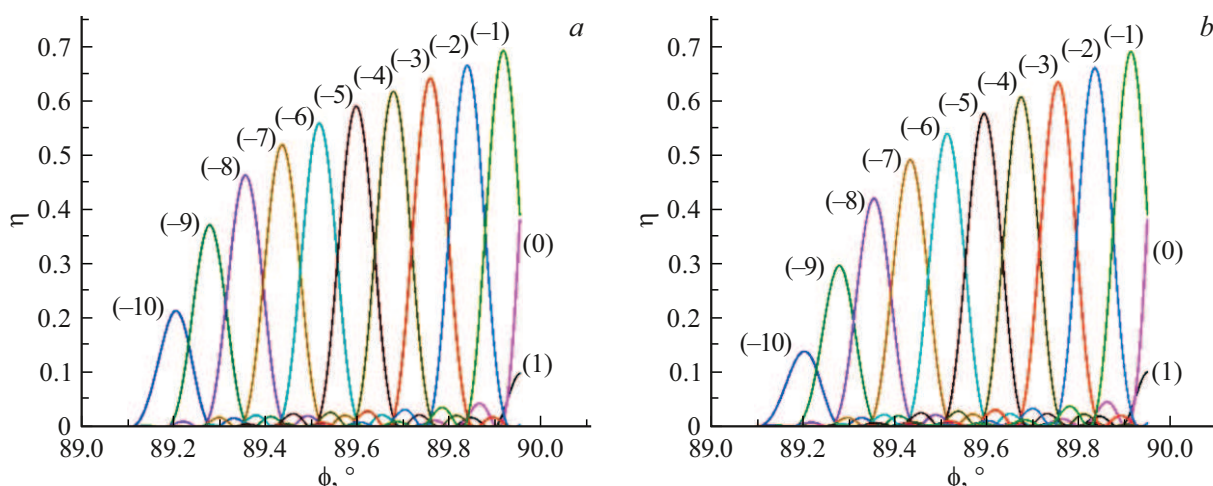


Рис. 1. Дифракционная эффективность порядков (.) Pt- (a) и Au- (b) решетки с $d = 1.2 \mu\text{m}$, $\alpha = 3.5^\circ$ и $\beta = 17.5^\circ$ в конической дифракции ($\theta = 0$) на $\lambda = 0.2066 \text{ nm}$, в зависимости от азимутального угла падения.

шероховатости — с помощью амплитудного фактора Nevot-Croce [26].

Показатели преломления материалов брались на сайте CXRO [27].

1.2. Схема конической дифракции

Для получения теоретической оценки максимально достижимой дифракционной эффективности рассмотрим сначала решетку в приближении идеальной проводимости материала штрихов, работающую в установке конической дифракции. Это позволяет найти максимальную относительную (решеточную) эффективность, определяемую только формой профиля штрихов. Будем исследовать решетку с $d = 1.2 \mu\text{m}$, $\alpha = 3.3^\circ$ и $\beta = 17.5^\circ$. Угол блеска был задан при изготовлении решетки-прототипа по технологии, описанной в разд. 2, а угол антиблеска — условием превышения значения угла блеска в пять раз, обеспечивающим получение $\eta(n)$, близкой к максимальной. Оптимизационные расчеты показывают, что дальнейшее увеличение угла антиблеска до 90° и более не приводит к заметному изменению эффективностей основных порядков. Дифракционная эффективность данной решетки рассчитывалась для энергии 6 keV (длина волны $\lambda = 0.2066 \text{ nm}$) в диапазоне азимутальных (конических) углов падения φ от 89 до 89.95° (см. обозначение углов в схеме конической дифракции, например, в [23,24]). При этом полярный угол $\theta = 0$, т.е. использовалась экстремальная коническая установка, при которой излучение скользит строго вдоль штрихов. Для всех порядков от -1 -го до -23 -го в этом диапазоне углов падения были получены одинаковые значения $\eta(n) = 70.5\%$. Значения $\eta(n)$ в ТЕ- и ТМ-поляризациях практически не отличаются.

Следующим шагом в моделировании вышеописанной решетки стал учет конечной проводимости материала

покрытия решетки, работающей в конической дифракции. Мы сравнивали эффективности для $\lambda = 0.2066 \text{ nm}$ в диапазоне углов падения от $\varphi = 89^\circ$ до 89.95° ($\theta = 0$) и двух материалов, Au и Pt, которые будут наноситься на разрабатываемые решетки. Результаты расчетов $\eta(n)$ для основных порядков показаны на рис. 1. Дифракционные эффективности сосчитаны при падении ТЕ-поляризованного излучения; они с графической точностью совпадают с данными для ТМ-поляризации. Как и следовало ожидать, абсолютная дифракционная эффективность решетки, покрытой благородным металлом и работающей в скользкой конической дифракции, близка к максимальной относительной эффективности при угле падения $\sim 89.9^\circ$. В максимуме $\eta(-1)$ она составляет 69.15% в обеих поляризациях при угле падения 89.915° . При больших скользких углах, соответствующих более высоким порядкам, $\eta(n)$ быстро падает, оставаясь все равно высокой, порядка нескольких десятков процентов. Как следует из рисунка, платиновое покрытие для этой длины волны немного лучше золотого для -1 -го порядка (на $\sim 0.4\%$) и намного лучше для -10 -го порядка (на $\sim 80\%$).

Завершающим этапом моделирования дифракционных свойств разрабатываемой решетки стало исследование влияния реалистичной (измеренной с помощью атомно-силовой микроскопии (АСМ) — см. разд. 2.3) формы профиля штрихов и случайной шероховатости. На рис. 2, a представлены эффективности порядков Pt треугольной решетки, представленной на рис. 1, a, но с $\sigma = 1 \text{ nm}$. Как видно на рисунке, подобное значение СКО шероховатости практически не сказывается на величинах $\eta(n)$ для первых порядков дифракции, но уменьшает ее максимальное значение почти в полтора раза для -10 -го порядка, что связано с меньшим углом падения в максимуме. На рис. 2, b представлены эффективности порядков аналогичной Pt-решетки, но с усредненным

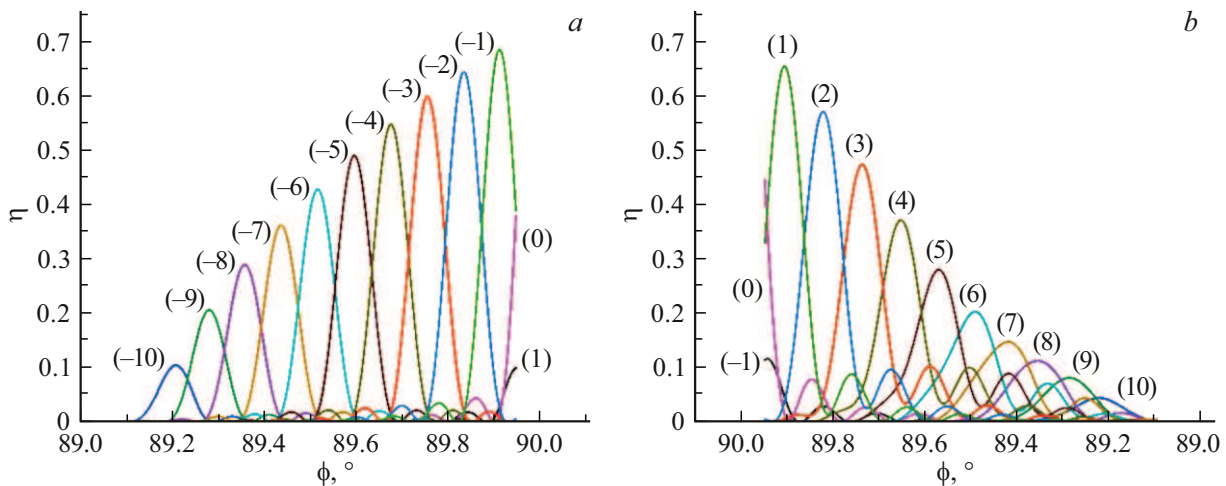


Рис. 2. Дифракционная эффективность порядков (.) Рт-решетки с $d = 1.2 \mu\text{m}$ и $\sigma = 1 \text{ nm}$ в конической дифракции ($\theta = 0$) на $\lambda = 0.2066 \text{ nm}$, в зависимости от азимутального угла падения: *a* — с треугольным профилем штрихов; *b* — АСМ-измеренным (решетка Si-*p*-10-4).

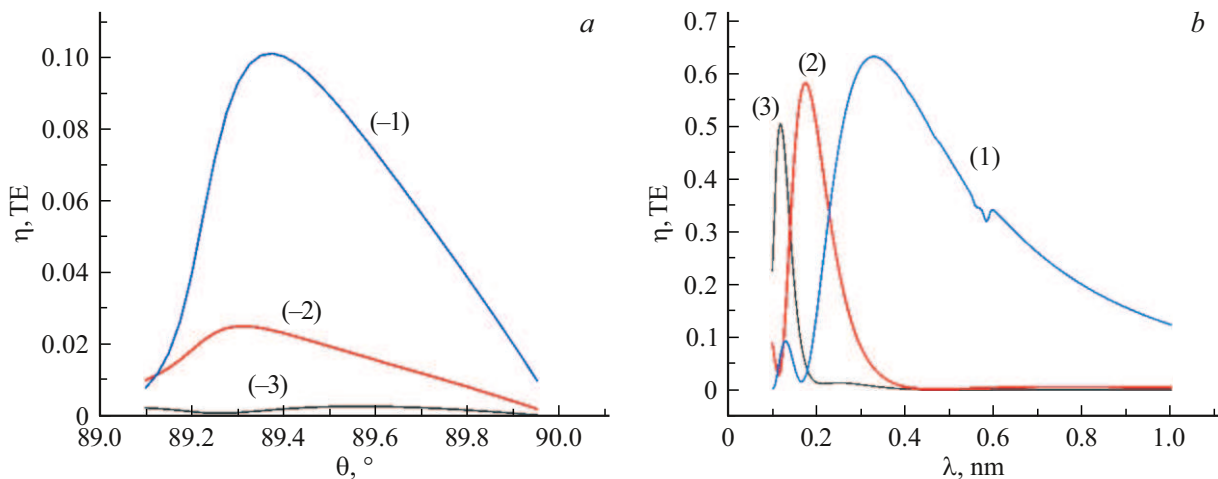


Рис. 3. Эффективности порядков (.) при падении ТЕ-излучения на Рт-решетку с $d = 1.2 \mu\text{m}$: *a* — с $\alpha = 0.5^\circ$ и $\beta = 2.5^\circ$ в классической установке на $\lambda = 0.2066 \text{ nm}$, в зависимости от угла падения; *b* — с АСМ-измеренным профилем штрихов (решетка Si-*p*-10-4) в конической установке ($\theta = 0$) при $\phi = 89.85^\circ$, в зависимости от длины волны.

АСМ-измеренным профилем штрихов и реалистичным $\sigma = 1 \text{ nm}$ (решетка прототип Si-*p*-10-4 — см. разд. 2.3). Решетка с реалистичным профилем штрихов всего на 4.5% уступает в максимуме $\eta(-1)$ решетке с идеальным треугольным профилем, однако в максимумах высоких порядков это отличие составляет разы.

1.3. Схема классической дифракции

По сравнению с конической дифракцией теоретические исследования эффективности для решетки-прототипа с $\alpha = 3.3^\circ$ на энергиях 6 или 8 keV в плоскостной схеме не представляют особого интереса. На этих энергиях решетка отражает очень плохо, так как излучение падает на ее рабочую грань под скользящим углом выше критического для третьего или четвертого

порядков дифракции, оптимальных для данного угла блеска и интересующих нас длин волн (см. замечания выше). Однако, представляет интерес рассмотреть два смежных случая. Первый связан с изучением работы решетки-прототипа на больших длинах волн, например, на $\lambda = 11.3 \text{ nm}$ — перспективной длине волны для ЭУФ-литографии [28]. Второй — рассмотреть решетку с $d = 1.2 \mu\text{m}$ и углом блеска, оптимальным для работы в первом порядке с $\lambda = 0.2066 \text{ nm}$. Простая оценка показывает, что подобная решетка должна иметь угол блеска $\alpha \sim 0.5^\circ$. Угол антиблеска β можно выбрать из упомянутого ранее критерия — в пять раз больше, чем α .

На рис. 3 представлена угловая зависимость дифракционной эффективности Рт-решетки с $d = 1.2 \mu\text{m}$,

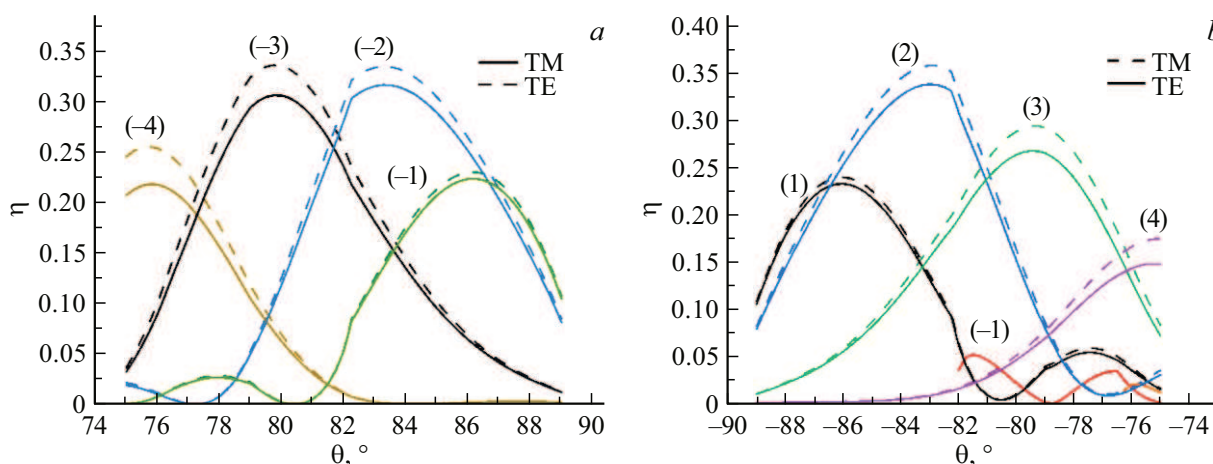


Рис. 4. Дифракционные эффективности порядков (.) Pt-решетки с $d = 1.2 \mu\text{m}$ в классической дифракции на $\lambda = 11.3 \text{ nm}$, в зависимости от угла падения с профилем штрихов: *a* — треугольным с $\alpha = 3.5^\circ$ и $\beta = 17.5^\circ$; *b* — АСМ-измеренным (Si-*p*-10-4).

$\alpha = 0.5^\circ$ и $\beta = 2.5^\circ$, работающей на $\lambda = 0.2066 \text{ nm}$ в классической дифракции. Как следует из рис. 3, $\eta(-1)$ решетки в максимуме превышают 10 %, что является высоким значением для эффективности сплошных решеток, работающих в нежном рентгене в схеме классической дифракции. Эффективности для ТМ-поляризации практически не отличаются. Хотя изготовление решетки с таким малым углом блеска по методу, описанному в разд. 2.2, весьма трудоемко, тем не менее оно возможно, если предпочтение в проектируемом приборе с решеткой будет отдано классической схеме дифракции. Для сравнения на рис. 3, *b* приведены спектральные зависимости η первых порядков решетки-прототипа с АСМ-измеренным профилем штрихов (решетка Si-*p*-10-4) и учетом шероховатости ($\sigma = 1 \text{ nm}$), работающей в конической установке ($\theta = 0$) при $\varphi = 89.85^\circ$ в расширенном диапазоне нежного рентгена — от 0.1 до 1 nm. Как следует из рисунка, $\eta(-1)$ превышает в максимуме 60 %, а $\eta(-2)$ и $\eta(-3)$ — 50 %. $\eta(-1)$ не опускается ниже 10 % в диапазоне λ от 0.2 до 1 nm; для трех приведенных порядков η не опускается ниже 20 % в диапазоне от 0.1 до 0.8 nm. Эти данные говорят о возможности использовать разработанную нами решетку в широчайшем диапазоне нежного рентгена с очень высокой эффективностью, не достижимой для схем классической дифракции, в том числе для многослойных решеток.

На рис. 4 представлены расчеты угловой зависимости дифракционной эффективности первых порядков Pt-решетки с $d = 1.2 \mu\text{m}$ с идеальным ($\alpha = 3.5^\circ$, $\beta = 17.5^\circ$) и АСМ-измеренным (Si-*p*-10-4) профилями штрихов, работающей на $\lambda = 11.3 \text{ nm}$ в схеме классической дифракции. Как следует из рис. 4, *a*, $\eta(-3)$ решетки с идеальным профилем штрихов в максимуме превышает 33 % в ТЕ-поляризации. Близкая по значениям эффективность наблюдается для $\eta(-3)$ в ТМ-поляризации и разница между эффективностями различных поляризаций для всех порядков небольшая. Для изготовленной

решетки-прототипа с АСМ-измеренным профилем эффективность в максимуме второго порядка даже больше, чем для решетки с идеальным профилем, и составляет 35.7 %, что связано с более точным попаданием в оптимальную глубину штрихов для этого порядка. Также как для решетки с идеальными треугольными штрихами, разница между эффективностями различных поляризаций для основных порядков дифракции не принципиальная. Таким образом, абсолютная дифракционная эффективность Pt-решетки может быть высокой, 30 %–40 %, и сравнимой с эффективностью многослойных решеток, предназначенных для ЭУФ литографии [7].

2. Изготовление, характеристика и измерение эффективности решетки-прототипа

2.1. Изготовление тестовых образцов

Прежде чем изготавливать прототип решетки с периодом $1.2 \mu\text{m}$, мы изготовили серию тестовых образцов, на которых были подобраны дизайн полос маски и режим записи рисунка полос в фоторезисте. Согласно данным производителя литографа DWL 66 fs от HeidelbergTM, возможна запись минимальных элементов топографии с разрешением $1 \mu\text{m}$, т.е. запись маски фоторезиста (PR-маска) для изготовления решетки с периодом $2 \mu\text{m}$ производится на пределе разрешающей способности оборудования. Однако, с использованием модифицированного высокоразрешающего фоторезиста и тщательного подбора режимов записи рисунка PR-маски нам удалось получить PR-маску для решетки с периодом $1.2 \mu\text{m}$.

В литографе прямой записи рисунок решетки записывается сканированием сфокусированным лазерным лучом поверхности кремниевой пластины, покрытой фоторезистом. Режим записи рисунка PR-маски включает

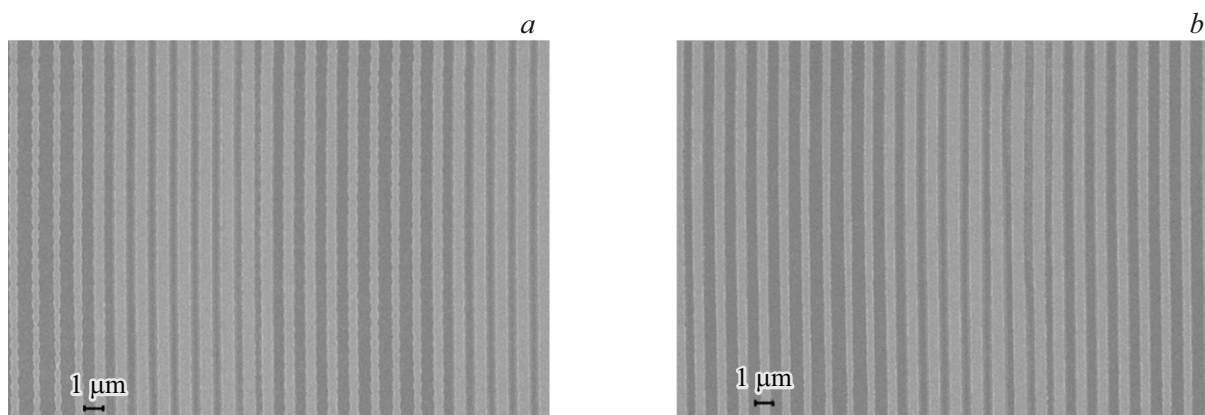


Рис. 5. РЭМ-изображения Cr-маски при увеличении 10К для режимов записи: *a* — 15; *b* — 16. Полоски хрома светлые, незащищенные хромом кремниевые просветы — темные.

значения фокусировки и интенсивности лазерного луча в процессе прямой записи, которые экспериментально подбираются для каждой решетки. В литографе предусмотрена опция смещения фокуса, приводящего к другому (относительно установок по умолчанию) конечному положению линзы относительно подложки, выражаемое в условных единицах. Для получения оптимального соотношения ширины засвеченной и не засвеченной части периода решетки мы опробовали несколько дизайнов PR-маски, полученных в разных режимах записи рисунка, и выбрали оптимальные для нашей решетки смещение фокуса лазерного луча 15 и 16 условных единиц и интенсивность лазерного излучения 55 % и 70 %. Следует отметить, что ширина полос на PR-маске, а впоследствии и ширина полос на Cr-маске оказалась недостаточно однородной по образцу, хотя для Cr-маски решеток с периодом $d \geq 2.0 \mu\text{m}$ мы получали удовлетворительную однородность ширины полос. На рис. 5 представлены РЭМ изображения вида сверху Cr-маски для режимов записи 15 и 16, на которых видно, что режим 15 обеспечивает более однородную ширину полос и меньшую волнистость краев линий (LER) на Cr-маске, чем режим записи 16.

На готовую маску фоторезиста был нанесен термическим вакуумным напылением слой хрома, после чего была получена маска хрома техникой взрыва металлизации (lift-off). Ширина полос Cr-маски должна быть достаточной, чтобы при травлении в растворе KOH они не отвалились из-за недостаточной ширины области сцепления вследствие бокового подтравливания кремния под маской хрома. Травление тестовых образцов в водном растворе KOH 20 mass% выполняли в условиях, подробно описанных в [29], после чего удалили маску хрома травлением в стандартном цериевом травителе.

На рис. 6 приведены РЭМ изображения вида сверху поверхности решеток при разном увеличении после травления штрихов до удаления Cr-маски (верхний ряд) и после удаления Cr-маски (нижний ряд) в разных режимах записи PR-маски. Изображения на рис. 6 (верхний

ряд) наглядно иллюстрируют различие в однородности ширины и LER-полос хрома на Cr-маске, полученной при разных режимах записи PR-маски. На рис. 6, *b* (нижний ряд) видно, что рисунок решетки отсутствует, поскольку при травлении в растворе KOH из-за бокового подтравливания отвалились узкие и очень узкие полосы хрома на Cr-маске, полученной при записи PR-маски в режиме 16.

После травления штрихов в растворе KOH на гребнях штрихов образуются кремниевые выступы, которые уменьшают длину рабочей грани и затевают соседнюю грань при отражении излучения, поэтому их необходимо удалить. По результатам АСМ- и РЭМ-измерений определили высоту и ширину Si-выступов (табл. 1), которые удалили анизотропным травлением в сглаживающем-полирующем травителе [30]. АСМ-профили образцов после травления штрихов и после удаления Si-выступов представлены на рис. 7, где AFM 154 и AFM 156 — порядковые номера выполненных АСМ-измерений. В табл. 2 представлены результаты АСМ- и РЭМ-измерений характеристик тестовых решеток после удаления Si-выступов.

2.2. Изготовление решетки-прототипа

После выбора на тестовых образцах дизайна полос и режима записи PR-маски, уточнения условий и длительности травления штрихов в растворе KOH и длительности сглаживающего-полирующего травления для удаления Si-выступов был изготовлен прототип решетки с периодом $1.2 \mu\text{m}$ на фрагменте размером $1/4$ подложки Si(111) 4° $\varnothing 76.2 \text{ mm}$, толщиной 1.5 mm, с односторонней полировкой. На поверхности образца Si-*p*-10-4 была сформирована PR-маска размерами $14 \times 14 \text{ mm}$. На PR-маску напылили хром и получили Cr-маску взрывом металлизации. Затем выполнили травление в растворе KOH и после удаления Cr-маски определили ширину и высоту Si-выступов, которые были удалены анизотропным травлением в сглаживающем-

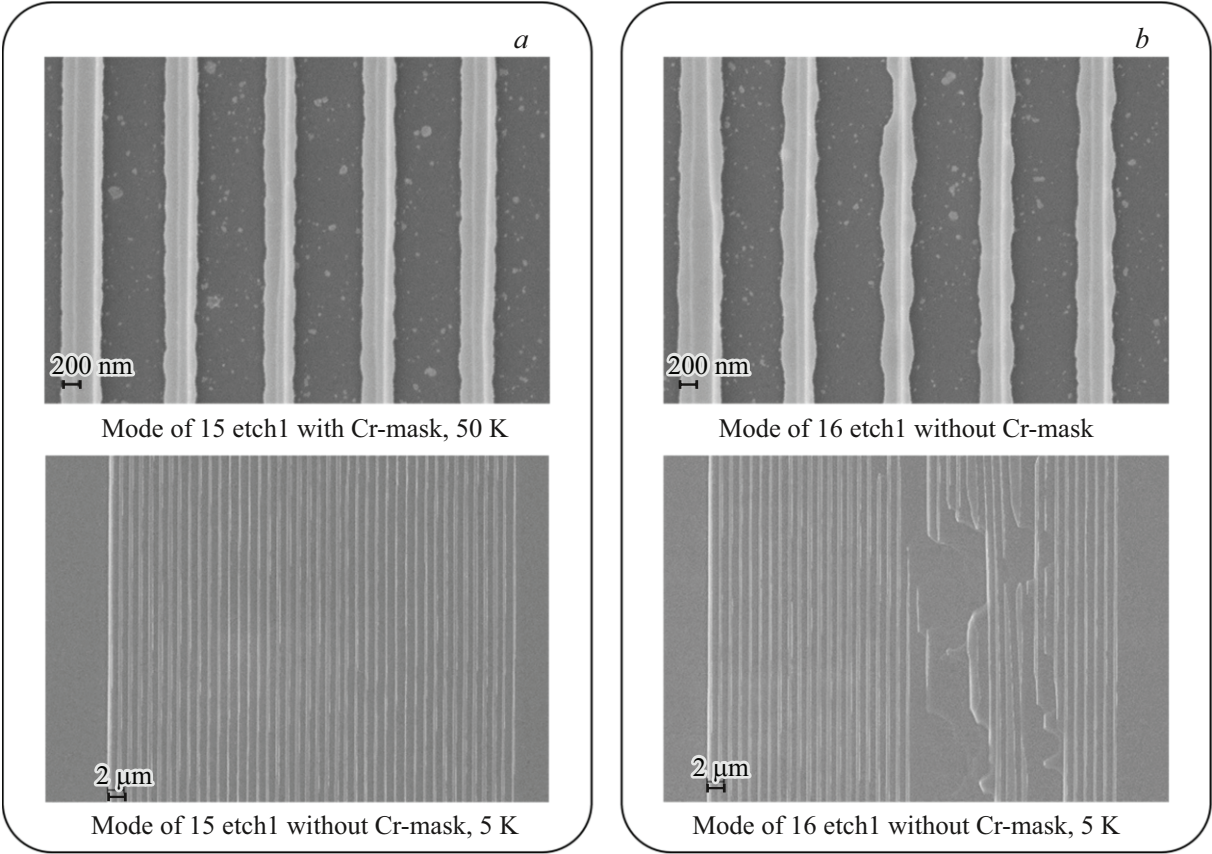


Рис. 6. РЭМ-изображения поверхности решетки при разном увеличении после травления штрихов с Cr-маской (верхний ряд, 50 К) и после удаления Cr-маски (нижний ряд, 5 К) при записи PR-маски в режиме: *a* — 15, *b* — 16. В нижнем ряду светлые полосы — это выступы, а темные полосы — это просветы травления.

Таблица 1. Характеристики образца Si-*p*-10-2 после травления в растворе KOH по АСМ и РЭМ измерениям

Режим записи PR-маски и дизайн полос	Глубина травления, nm	Высота Si-выступа, nm	Угол наклона рабочей грани, °	Ширина Si-выступов (СКО), nm (РЭМ)
15–55	129	105	3.44	277 (166)
15–70	135	103	3.19	249 (163)

полирующем травителе. На рис. 8 представлены РЭМ-изображения поверхности образца Si-*p*-10-4 на разных стадиях изготовления.

На решетку-прототип было нанесено платиновое покрытие в ИФМ РАН методом магнетронного распыления. Толщина Pt-покрытия составила ~ 30 nm.

2.3. Характеризация решетки-прототипа

Для удаления продуктов травления, оставшихся после удаления Si-выступов, решетка-прототип Si-*p*-10-4 была обработана в „пиранье“ — крайне агрессивном химическом растворе, состоящем из концентрированной серной кислоты и перекиси водорода в соотношении от 3:1 до 7:1. Профили поверхности и шероховатость штри-

хов решетки были измерены с помощью микроскопа Ntegra Aura. На рис. 9 представлены топограммы АСМ-измерений поверхности решетки-прототипа Si-*p*-10-4 — до (рис. 9, *b*) и после (рис. 9, *a*) платинирования. В табл. 3 приведены характеристики изготовленной решетки-прототипа Si-*p*-10-4. Решетка имеет большое значение изогнутости отражающей грани штриха (хотя и намного меньшее, чем у тестовых образцов из табл. 2), что обычно приводит к уменьшению эффективности в высоких порядках [2]. Как следует из приведенных рисунков и табл. 3, решетка характеризуется хорошим асимметричным треугольным профилем со средним углом блеска ~ 3.3° и антиблеска ~ 14.4°. Интересно, что случайная шероховатость (измерения в поле 1 × 1 μm) после нанесения Pt-покрытия оказалась почти в два

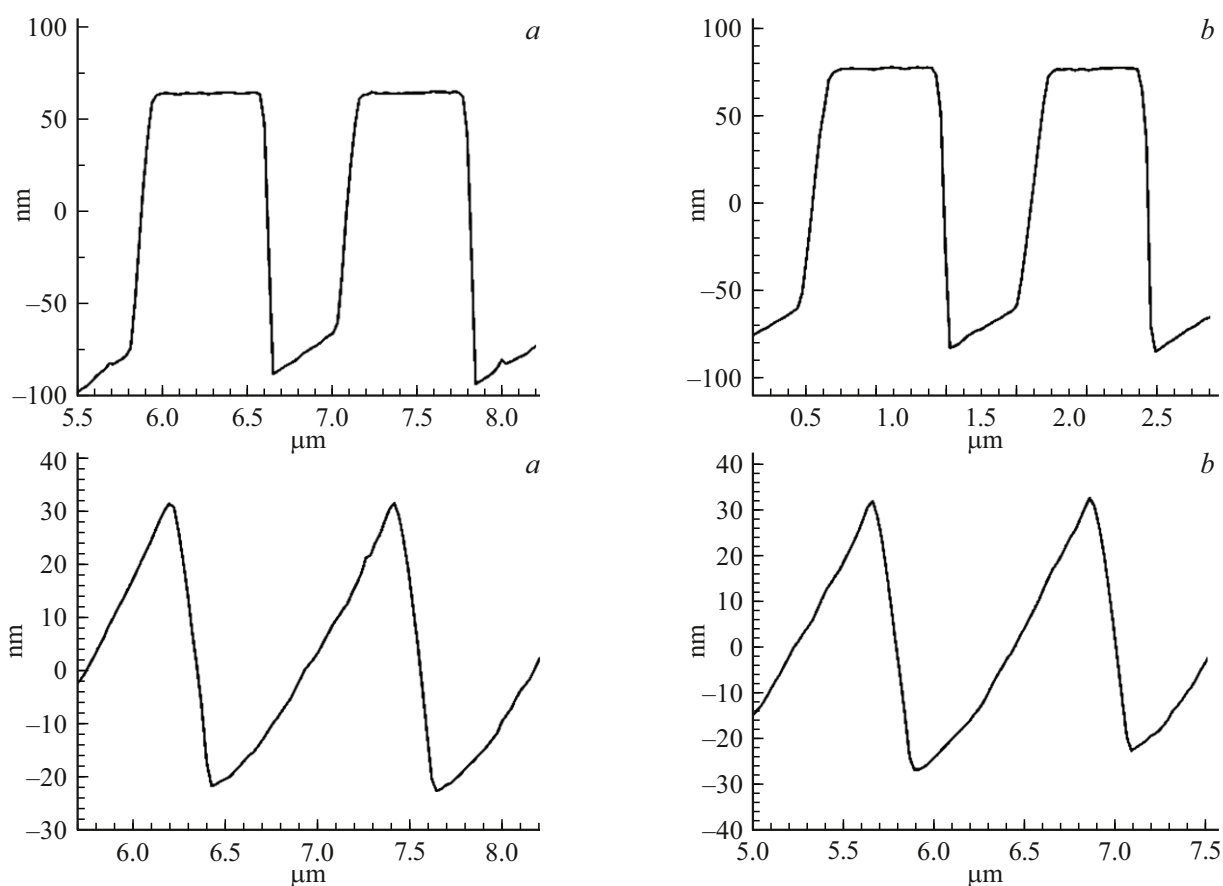


Рис. 7. АСМ-профилей образцов после травления штрихов (верхний ряд) и после удаления Si-выступов (нижний ряд), полученных при записи PR-маски в режиме 15 с разным дизайном полос (вверху — АФМ 154, внизу — АФМ 156): *a* — вариант 55; *b* — вариант 70.

Таблица 2. Характеристики образца Si-*p*-10-2 после обработки в сглаживающем-полирующем травителе по АСМ и РЭМ измерениям

Группа	Глубина штриха, nm	Период, nm (АСМ / РЭМ)	Угол блеска, °	Изогнутость отражающей грани, °	Угол антиблеска, °	Проекция грани антиблеска, nm (РЭМ)
15–55	54.7	1193 / 1183	3.43	1.42	15.8	196
15–70	54.9	1195 / 1185	3.46	1.39	16.1	198

раза меньше — $\sigma = 0.52$ nm против $\sigma = 1.03$ nm, измеренной на Si-решетке. Это можно объяснить сглаживанием высокочастотной составляющей шероховатости, а также случайным попаданием при измерениях в особо гладкие/шероховатые места на поверхности (измерения проводились в нескольких областях решетки). Шероховатость, измеренная вдоль рабочей грани Pt-штриха на длине $10\text{ }\mu\text{m}$ составила величину $\sigma = 1.6$ nm. Хотя такие величины шероховатости являются довольно значительными для схем около-нормального падения в ЭУФ и не слишком скользящего падения в МР, они слабо сказываются на величинах $\eta(n)$, особенно для низких порядков (разд. 1).

2.4. Измерение эффективности на источнике СИ

Измерения конической дифракции в нежном рентгеновском диапазоне были проведены на станции „Микрофокус“ Курчатовского источника синхротронного излучения. Станция была сконфигурирована для измерений малоуглового рассеяния в скользящей геометрии, предполагающих использование параллельного пучка. Оптическая схема включала пару плоских Si-зеркал, монохроматор на основе двух брэгговских зеркал, а также два набора оптических щелей, расположенных после монохроматора и перед столиком образца. Мо-

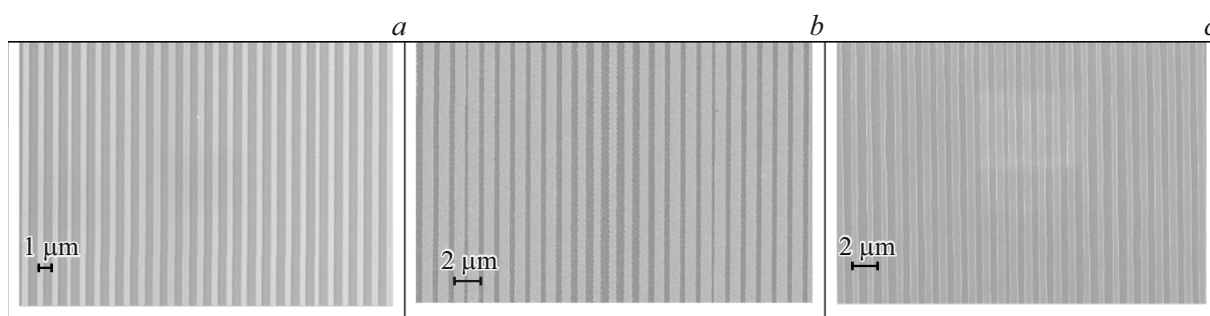


Рис. 8. РЭМ-изображения PV поверхности образца Si-p-10-4 при различных увеличениях: *a* — PR-маска (полоски фоторезиста светлые); *b* — Cr-маска (полоски хрома светлые); *c* — после травления в КОН и удаления Cr-маски (Si-выступы светлые).

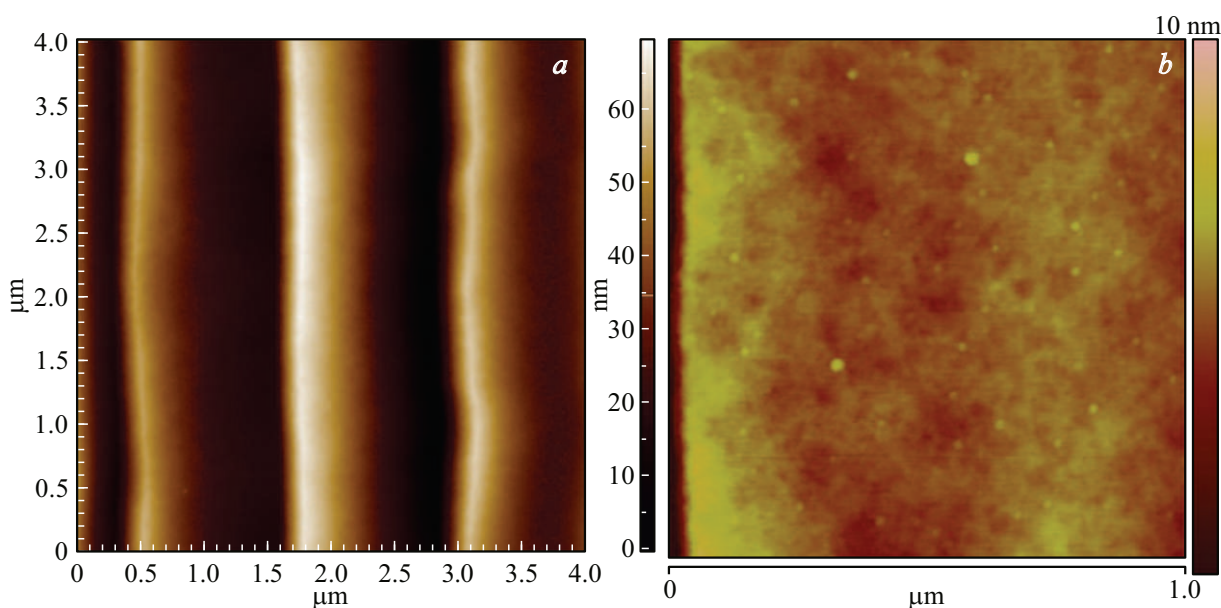


Рис. 9. Топограмма ACM-измерений поверхности решетки-прототипа Si-p-10-4: *a* — в поле $4 \times 4 \mu\text{m}$ после нанесения Pt-покрытия; *b* — в поле $1 \times 1 \mu\text{m}$ на Si.

нохроматор состоит из двух W/C-зеркал с периодом 2.88 nm, обеспечивающих временную когерентность порядка $dE/E \sim 10^{-2.5}$. Плоские зеркала обеспечивают подавление гармоник излучения с $E > 11 \text{ keV}$. Другие параметры и конфигурация станции „Микрофокус“ описаны в [22]. Измерения проводились при $E = 6 \text{ keV}$; сечение пучка на входе гониометра составляло $50 \times 50 \mu\text{m}$. Паттерны рассеяния регистрировались двумерным детектором LambdaTM Medipix3.

Три паттерна малоуглового рассеяния в скользящей геометрии представлены на рис. 10. Данные приведены в координатах обратного пространства, интенсивность изображена в логарифмическом масштабе. На рис. 10, *a* показано измерение для решетки, ориентированной строго в конической геометрии дифракции, при которой рассеяние происходит в плоскостях, пересекающихся вдоль общей прямой, параллельной штрихам. Физику формирования подобных паттернов рассеяния в решетках с блеском мы подробно рассмотрели в нашей преды-

дущей работе [5], поэтому здесь приводим лишь краткое описание для удобства читателя. В паттерне различимы два основных эффекта: первый связан с диффузным рассеянием на шероховатости скошенных поверхностей решетки (длинные вертикальные тяжи, обозначенные стрелками 1 на рис. 10, *a*), второй, непосредственно с конической дифракцией (стрелка 2 на рис. 10, *a*). На паттерне также видны тонкие горизонтальные тяжи, обусловленные дифракцией на оптических щелях; далее они не рассматриваются. Картина диффузного рассеяния разделяется на две ветви: левая ветвь ($Q_x < 0$) соответствует рассеянию на отражающей поверхности (blaze) решетки, правая ($Q_x > 0$) рассеянию на ее стенке (anti-blaze). В данном эксперименте соотношение λ/d достигает значений порядка $1.7 \cdot 10^{-4}$ и при угле скользящего падения $90^\circ - \varphi = 0.2^\circ$ на конус дифракции приходится 20 дифракционных максимумов, которые сливаются в один круглый тяж вдоль сечения дифракционного конуса (стрелка 2 на рис. 10, *a*). Таким образом, в этой геомет-

Таблица 3. Характеристики решетки-прототипа Si-p-10-4 (из паспорта решетки)

Наименование и единица измерения	Значение (СКО)
Материал подложки/отражающего покрытия	кремний/платина
Форма подложки	фрагмент 1/4 часть $\varnothing 76.2$
Толщина подложки, mm	1.5
Размер заштрихованной поверхности, mm	14 × 14
Направление штрихов относительно базового среза	перпендикулярное
Постоянная решетки, μm	1.20 (0.06)
СКО шероховатости отражающей поверхности, nm ($1 \times 1 \mu\text{m}$)	0.52
Угол блеска, $^\circ$	3.27 (0.13)
Глубина штриха, nm	50.4 (7.8)
Изогнутость отражающей грани, $^\circ$	1.05 (0.29)
Угол антиблеска, $^\circ$	14.4 (1.1)

рии дифракционная эффективность отдельных порядков неразличима. В работе [7] мы предложили метод, позволяющий разрешить отдельные порядки дифракции в конической геометрии даже при экстремальных значениях λ/d . Метод заключается в отстройке образца от строго конической геометрии путем вращения вокруг нормали к поверхности на угол δ . Мы показали, что таким образом для любого λ/d можно подобрать отклонение решетки, при котором становятся разрешимыми, по крайней мере, +1-й и –1-й порядки дифракции, если это допускает пространственная когерентность источника.

На рис. 10, b, c показаны паттерны, измеренные для образцов, отстроенных на углы $\delta = -0.9^\circ$ и 0.9° соответственно. Действительно, на дифракционном конусе становятся различимыми отдельные максимумы. На рис. 10, b разрешены порядки от +1-го до +7-го включительно, тогда как на рис. 10, c различимы порядки –1, –2 и –3. Отрицательные порядки (рис. 10, c) ярче, чем положительные (рис. 10, b), что обусловлено блеском решетки. Интенсивность диффузного рассеяния убывает при повороте на положительные углы δ и, напротив, возрастает при повороте на отрицательные δ . Это связано с тем, что при $\delta > 0$ (поворот в сторону рабочей грани) по ходу луча нерабочая грань решетки экранируется отражающей поверхностью рабочей грани, оказываясь в тени, вследствие чего рассеяние на шероховатости уменьшается. Таким образом, нам удалось разрешить отдельные порядки дифракции.

Заключение

Платинированная дифракционная решетка с периодом $d = 1.2 \mu\text{m}$ и различными углами блеска, $\alpha = 3.5^\circ$ и 0.5° , была предложена и теоретически и экспериментально исследована на предмет использования ее в

установках классической и конической дифракции в диапазоне нежного рентгена. Моделирование показало, что в конической установке абсолютная дифракционная эффективность решетки η с идеальными штрихами и $\alpha = 3.5^\circ$ приближается в максимуме к $\eta(-1) \approx 70\%$ для длины волны 0.2066 nm и слабо зависит от учета реалистичной формы штрихов и случайной шероховатости, полученных с помощью АСМ-измерений. Напротив, в классической установке решетка с оптимальным $\alpha = 0.5^\circ$ имеет $\eta(-1)$ только немногим больше 10% .

Представленным в работе методом жидкостного анизотропного травления полупроводниковой пластины Si(111)4° через фотолитографическую маску была изготовлена и охарактеризована Si-решетка-прототип с $d \approx 1.2 \mu\text{m}$, Pt-покрытием и $\alpha \sim 3.3^\circ$. Форма профиля штрихов и шероховатость решетки были измерены с помощью АСМ, а эффективность и рассеяние — охарактеризованы в конической дифракции на источнике синхротронного излучения. Полученные результаты говорят о хорошем качественном согласии между теорией и экспериментом. Также была продемонстрирована возможность использовать разработанную и изготовленную нами Pt-решетку в расширенном диапазоне нежного рентгена (от 0.1 до 1 nm) с очень высокой эффективностью, больше 50% – 60% в максимумах первых порядков, не достижимой для схем классической дифракции, в том числе для многослойных решеток. В классической установке платинированная решетка с $\alpha \sim 3.3^\circ$ и АСМ-измеренным профилем штрихов может иметь во втором-третьем порядке дифракции $\sim 35\%$ на длине волны 11.3 nm .

Наши дальнейшие усилия будут направлены на улучшение качества изготовления решетки с $d = 1.2 \mu\text{m}$, в первую очередь ее шероховатости и плоскостности рабочей грани. Мы предполагаем изготовить подобные

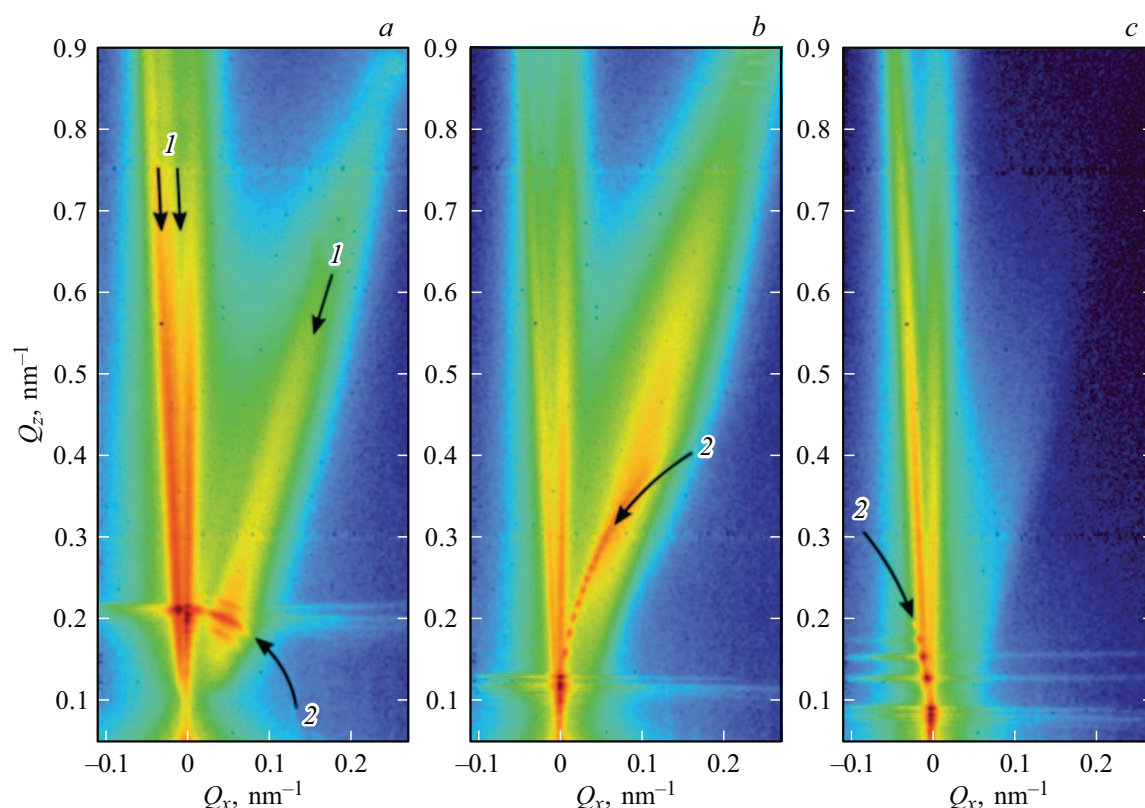


Рис. 10. Паттерны рассеяния рентгеновского излучения на образце Pt дифракционной решетки с блеском в геометрии скользящего падения. Стрелки 1 указывают на картину диффузного рассеяния на шероховатости скошенных поверхностей решетки, стрелки 2 на картину конической дифракции. *a* — паттерн, измеренный в строгой конической геометрии ($\delta = 0$) при скользящем угле падения $90^\circ - \varphi = 0.2^\circ$. Паттерны с отстройкой вращением вокруг нормали к образцу: *b* — $\delta = -0.9^\circ$, $90^\circ - \varphi = 0.12^\circ$; *c* — $\delta = 0.9^\circ$, $90^\circ - \varphi = 0.09^\circ$.

решетки большого размера, а также провести детальные измерения их дифракционной эффективности — как в схеме конической, так и классической дифракции.

Финансирование работы

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (№ 25-12-00139). Теоретическое исследование было частично поддержано Министерством образования и науки Российской Федерации (№ 075-00003-25-04, FSEE-2025-0011). Работа выполнена с использованием УНУ „Курчатовский источник синхротронного излучения „КИСИ-Курчатов“, НИЦ „Курчатовский институт“.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] D.L. Voronov, L.I. Goray, T. Warwick, V.V. Yashchuk, H.A. Padmore. *Opt. Express*, **23** (4), 4771 (2015). DOI: 10.1364/OE.23.004771

- [2] L.I. Goray, T.N. Berezovskaya, D.V. Mokhov, V.A. Sharov, K.Yu. Shubina, E.V. Pirogov, A.S. Dashkov. *J. Surf. Inv.: X-ray, Syn. Neut. Tech.*, **17** (1), S104 (2023). DOI: 10.1134/S1027451023070145
- [3] D. Attwood. *Soft X-Rays and Extreme Ultraviolet Radiation: Principles and Applications* (Cambridge University Press, Cambridge, 2012), DOI: 10.1017/CBO9781139164429
- [4] L. Goray, W. Jark, D. Eichert. *J. Synchrotron Radiation*, **25** (6), 1683 (2018). DOI: 10.1107/S1600577518012419
- [5] K.V. Nikolaev, L.I. Goray, P.S. Savchenkov, A.V. Rogachev, A.A. Chouprik, T.N. Berezovskaya, D.V. Mokhov, S.A. Garakhin, N.I. Chkhalo, A.D. Buravlev, S.N. Yakunin. *arXiv:2507.23513* (2025). DOI: 10.48550/arXiv.2507.23513
- [6] D.L. Voronov, F. Salmassi, J. Meyer-Ilse, E.M. Gullikson, T. Warwick, H.A. Padmore. *Opt. Express*, **24** (11), 11334 (2016). DOI: 10.1364/OE.24.011334
- [7] Л.И. Горай, Т.Н. Березовская, Д.В. Мохов, В.А. Шаров, К.Ю. Шубина, Е.В. Пирогов, А.С. Дашков, А.В. Нашечкин, 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. Inst.*, **50** (2), S250 (2023). DOI: 10.3103/S1068335623140063]

- [8] K.-J. Zhou, Q. Huang, M. Garcia-Fernandez, Y. Zhuang, S. Agrestini, S. Wen, T. Rice, S. Tippireddy, J. Choi, A. Walters, I.V. Kozhevnikov, Z. Zhang, R. Qi, Z. Zhang, H. Wang, Z. Wang. *Light: Sci. Appl.*, **15**, 76 (2026). DOI: 10.1038/s41377-025-02172-7
- [9] D. Cocco, G. Cutler, M. Sanchez del Rio, L. Rebuffi, X. Shi, K. Yamauchi. *Phys. Reports*, **974**, 1 (2022). DOI: 10.1016/j.physrep.2022.05.001
- [10] R.K. Heilmann, D.P. Huenemoerder, J.A. McCoy, R.L. McEntaffer. *arXiv:2409.02297v1* (2024). DOI: 10.48550/arXiv.2409.02297
- [11] L. Golub, P. Cheimets, E.E. DeLuca, C.A. Madsen, K.K. Reeves, J. Samra, S. Savage, A. Winebarger, A.R. Brucoleri. *J. Space Weather Space Clim.*, **10**, 37 (2020). DOI: 10.1051/swsc/2020040
- [12] X. Haoyu, J. Yanxiu, C. Xingshuo, W. Ruipeng, Z. Jing. *Chinese J. Optics*, **17** (5), 1139 (2024).
- [13] Д.В. Мохов, Т.Н. Березовская, К.Ю. Шубина, Е.В. Пирогов, А.В. Нашекин, В.А. Шаров. *ЖТФ*, **94** (7), 1119 (2024). DOI: 10.61011/JTF.2024.07.58348.120-24 [D.V. Mokhov, T.N. Berezovskaya, K.Yu. Shubina, E.V. Pirogov, A.V. Nashchekin, V.A. Sharov. *Tech. Phys.*, **69** (7), 1039 (2024). DOI: 10.21883/TP.2022.08.54564.74-22]
- [14] S. Park, F. Riminucci, D.L. Voronov, H.A. Padmore. *Nanotechnology*, **37**, 045301 (2026). DOI: 10.1088/1361-6528/ac36b3
- [15] D.V. Mokhov, T.N. Berezovskaya, L.I. Goray, A.V. Uvarov, K.Yu. Shubina, E.V. Pirogov, N.D. Prasolov, N.A. Kostromin, A.D. Bouravleuv. *Radiation Phys. Chem.*, **244**, 113759 (2026). DOI: 10.1016/j.radphyschem.2026.113759
- [16] J.F. Seely, L.I. Goray, B. Kjørnattanawanich, J.M. Laming, G.E. Holland, K.A. Flanagan, R.K. Heilmann, C.-H. Chang, M.L. Schattenburg, A.P. Rasmussen. *Appl. Opt.*, **45** (8), 1680 (2006). DOI: 10.1364/AO.45.001680
- [17] L.I. Goray, A.Yu. Egorov. *Appl. Phys. Lett.*, **109** (10), 103502 (2016). DOI: 10.1063/1.4962395
- [18] D.L. Voronov, S. Diez, P. Lum, S.A. Hidalgo, T. Warwick, N. Artemiev, H.A. Padmore. *Proc. SPIE*, 8848, 88480 (2013). DOI: 10.1117/12.2024489
- [19] D.L. Voronov, T. Warwick, E.M. Gullikson, F. Salmassi, P. Naulleau, N.A. Artemiev, P. Lum, H.A. Padmore. *Proc. SPIE*, 9207, 920706 (2014). DOI: 10.1117/12.2062340
- [20] F. Senf, F. Bijkerk, F. Eggenstein, G. Gwalt, Q. Huang, R. Kruijs, O. Kutz, S. Lemke, E. Louis, M. Mertin, I. Packe, I. Rudolph, F. Schäfers, F. Siewert, A. Sokolov, J.M. Sturm, Ch. Waberski, Z. Wang, J. Wolf, T. Zeschke, A. Erko. *Opt. Express*, **24** (12), 13220 (2016). DOI: 10.1364/OE.24.013220
- [21] F. Choueikani, B. Lagarde, F. Delmotte, M. Krumrey, F. Bridou, M. Thomasset, E. Meltchakov, F. Polack. *Opt. Lett.*, **39** (7), 2141 (2014). DOI: 10.1364/OL.39.002141
- [22] K.V. Nikolaev, A.I. Safonov, O.A. Kondratev, G.V. Prutskov, I.A. Likhachev, I.A. Subbotin, M.M. Borisov, S.A. Tikhomirov, E.M. Pashaev, S.N. Yakunin. *J. Appl. Cryst.*, **56** (5), 1435 (2023). DOI: 10.1107/S1600576723007112
- [23] Л.И. Горай, С.Ю. Садов. *Компьютерная программа PCGrateTM* [Интернет-ресурс] URL: www.pcgrate.com (дата обращения 04.03.2026)
- [24] L.I. Goray, G. Schmidt. В сб.: *Gratings: Theory and Numeric Applications*, ed. by E. Popov (Universitaires de Provence, Marseille, 2014), URL: www.fresnel.fr/numerical-grating-book-2
- [25] H. Marlowe, R.L. McEntaffer, J.H. Tutt, C.T. DeRoo, D.M. Miles, L.I. Goray, V. Soltwisch, F. Scholze, A. Fernandez Herrero, C. Laubis. *Appl. Opt.*, **55** (21), 5549 (2016). DOI: 10.1364/AO.55.005549
- [26] S.K. Sinha, E.B. Sirota, S. Garoff, H.B. Stanley. *Phys. Rev. B*, **38**, 2297 (1988). DOI: 10.1103/PhysRevB.38.2297
- [27] B. Henke, E. Gullikson, J. Davis. *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, **54** (2), 181 (1993). DOI: 10.1006/adnd.1993.1013
- [28] Н.И. Чхало. *Микроэлектроника*, **53** (5), 375 (2024). DOI: 10.31857/S0544126924050038
- [29] 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/JTF.2021.10.51368.81-21 [L.I. Goray, T.N. Berezovskaya, D.V. Mokhov, V.A. Sharov, K.Yu. Shubina, E.V. Pirogov, A.S. Dashkov. *Tech. Phys.*, **68** (1), S59 (2023). DOI: 10.1134/S1063784223090074]
- [30] 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.*, **67** (8), 1009 (2022). DOI: 10.1134/S1063784223090116]