

13,12

Комплексная диагностика многослойных периодических систем с наноразмерными слоями на примере структур Mo/Si

© Г.А. Вальковский, М.В. Байдакова, П.Н. Брунков, С.Г. Конников, А.А. Ситникова, М.А. Яговкина, Ю.М. Задиранов

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

E-mail: xray@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 30 июля 2012 г.)

Возможности комплексной диагностики многослойных периодических систем, используемых для создания зеркал жесткого ультрафиолетового диапазона, продемонстрированы на примере структур Mo/Si, выращенных методом магнетронного распыления при различных технологических условиях. Результатами комплексного исследования явились взаимосогласованные данные о толщинах и кристаллической структуре слоев, а также о качестве интерфейсов. На основе данных атомно-силовой микроскопии было проведено сопоставление шероховатости поверхностей подложек и выращенных на них многослойных систем. Анализ функций спектральной плотности мощности показал, что низкочастотная шероховатость наследуется от подложки, тогда как высокочастотная может быть сглажена в процессе роста. Методом рентгеновской дифрактометрии с использованием моды тонких пленок было показано, что исследованные образцы обладают различной кристаллической структурой слоев Mo от аморфной и поликристаллической до тестированной в направлении [110]. Анализ данных просвечивающей электронной микроскопии подтвердил различие степени кристалличности Mo-слоев. Методом рентгеновской рефлектометрии были определены толщины отдельных слоев, период и невоспроизводимость толщин и периода. Была оценена среднеквадратичная амплитуда шероховатости интерфейсов и показано существование переходных слоев, формирующихся главным образом за счет Si слоя. В результате на основе проведенного исследования была предложена стратегия анализа многослойных периодических систем с наноразмерными слоями.

Работа выполнена с использованием оборудования регионального ЦКП „Материаловедение и диагностика в передовых технологиях“ при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ.

1. Введение

Ключевым моментом, обеспечивающим в течение последних десятилетий беспрецедентные темпы развития микроэлектроники, являлась возможность непрерывного уменьшения размеров компонентов интегральных схем [1]. Однако такое развитие невозможно без развития литографических установок, в частности оптических систем переноса изображения, функционирующих при длинах волн от мягкого рентгеновского до жесткого ультрафиолетового диапазона. Отражающие элементы в таких системах создаются на основе многослойных периодических систем (далее МПС). МПС представляют собой последовательности чередующихся наноразмерных слоев, состоящих из материалов со значительным контрастом электронной плотности.

МПС интенсивно исследовались последние годы различными методами [2–23]. Особое место среди них занимают рентгенодифракционные методы, такие как рентгеновская рефлектометрия (РР) и дифрактометрия (РД). Эти методы являются неразрушающими и позволяют контролировать геометрические параметры, а также кристаллическое совершенство слоев и интерфейсов МПС. РР использовалась во многих работах для определения периода и толщин отдельных слоев [2–11]. РД применялась с целью определения кристаллической

структуры слоев. При этом использовалась как стандартная мода получения дифракционных кривых $\theta-2\theta$ -сканирования [2–3], так и геометрия скользящего падения или, по определению авторов работы [24], мода тонких пленок (далее — мода ТП).

Впервые мода ТП использовалась в работе [24] с целью получения информации с различной глубины пленок, толщины которых составляли единицы микрометров. При этом угол падения рентгеновского излучения на образец α выбирался порядка 5° . Этот метод оказался информативен и для определения кристаллической структуры слоев в МПС W/Si [12] и Pt/C [13]. В обоих случаях суммарная толщина МПС составляла менее 100 nm и, чтобы увеличить площадь поверхности освещаемой рентгеновским пучком и, как следствие, интенсивность, дифрагированную наноразмерными слоями, угол падения был зафиксирован при 0.5° . Аналогично в работе по исследованию МПС Mo/Si с суммарными толщинами около 350 nm [14] определялась кристаллическая структура слоев Mo и было обнаружено формирование на интерфейсах силицидов (в этом случае угол α выбирался равным 1°). Следует заметить, что во всех приведенных работах мода ТП использовалась с целью анализа кристаллического состояния слоев МПС. Для такого анализа применялись традиционные методы порошковой дифрактометрии.

Таблица 1. Сопоставление данных ПЭМ с результатами моделирования РР в двухслойной и четырехслойной модели

Образец	N , число бислоев	T , nm (ПЭМ)	t_{Si}/t_{Mo} , nm (ПЭМ)	T , nm	t_{Si}/t_{Mo} , nm ¹	σ_{Si}/σ_{Mo} , nm ¹	$t_{Si}/t_1/t_{Mo}/t_2$, nm ²	σ_{av} , nm ²	ρ , g/cm ³ ²
S27	45	7.9	4.3/3.7// 4.7/3.4	7.71	(4.68/3.03) ±0.01	(0.29/0.41) ±0.03	(3.46/0.88/2.89/0.48) ±0.23// (3.67//0.77/2.77/0.50) ±0.21*	0.21 ± 0.03	4.2 ± 0.6
S49	40	5.7	2.4/3.4	5.92//5.78*	2.97/2.81 ±0.04	(0.30/0.85) ±0.08	(1.55/1.49/2.52/0.36) ±0.23// (1.85/1.30/2.61/0.02) ±0.28*	0.30 ± 0.03	4.7 ± 0.2
K92	60	7.1	4.0/3.2	6.93//6.98**	(5.17/1.81) ±0.02	(0.32/0.64) ±0.05	4.65/-/1.61/0.67// (4.70/-/1.63/0.65)±0.11**	0.28 ± 0.04	5.1 ± 0.5

Примечание. Толщины переходных слоев t_{Si}/t_{Mo} , определенные из светлопольных изображений ПЭМ, для образца S27 заметно отличаются вблизи поверхности и вблизи подложки. Параметры из двухслойной¹ и четырехслойной² модели, t_1 — толщины переходных слоев ($t_1 - t_{Si-Mo}$, $t_2 - t_{Mo-Si}$), ρ — плотность переходных слоев.

*S27 и S49 описывались моделью, в которой верхние 10 слоев характеризовались параметрами, отличными от параметров для нижних слоев. Для S49 меняется также период верхних 10 слоев.

**K92 описывался моделью, в которой период считался удвоенным (вместо 60 бислоев, рассматривалось 30 повторений по два бислоя).

В настоящей работе представлены результаты комплексного исследования МПС на примере Mo/Si структур, используемых в качестве зеркал для литографии на длине волны ~ 13.5 nm [15,25,26]. Для таких МПС суммарная толщина бислоя (период) составляет ~ 7 nm, количество повторений слоев варьируется от 40 до 60. Рабочие характеристики зеркал определяются геометрическими параметрами МПС (период, соотношение толщин слоев) непосредственно задаваемыми в технологическом процессе, а также качеством интерфейсов и кристаллическим совершенством слоев МПС [16–17]. Например, негладкость (шероховатость) интерфейсов приводит к диффузному рассеянию при рабочей длине волны [4].

В ряде работ [2–3,5–6] было показано, что кристаллическая структура отдельных слоев может варьироваться от аморфной до поликристаллической в зависимости от технологических условий (температура подложки, давление рабочего газа, толщины слоев). Некоторые авторы указывали на то, что при определенных условиях слой Mo характеризуется текстурой, т.е. предпочтительной ориентацией кристаллитов Mo вдоль направления [110] перпендикулярно поверхности [2,18]. Однако влияние кристаллической структуры (в частности, текстуры) слоев на оптические свойства МПС до сих пор остается неясным. В работах [3] считалось, что МПС с поликристаллическими слоями Mo обладают лучшим оптическим контрастом, но, с другой стороны, характеризуются большей шероховатостью интерфейсов. Авторы [2,5], напротив, заключают, что возрастание шероховатости происходит в узком диапазоне вблизи критической толщины, при которой происходит переход из аморфного в поликристаллическое состояние. В работе [18] специализированный метод двумерной рентгеновской микродифракции использовался для исследования текстуры

Mo-слоев в МПС Mo/Si, в частности с барьерными слоями W₄C. Показано, что введение барьерных слоев приводит к увеличению степени текстурированности, но это не всегда сопровождается уменьшением амплитуды шероховатости.

Подчеркнем, что исчерпывающую информацию о параметрах МПС можно получить лишь с помощью комплекса взаимодополняющих методов. Для исследования МПС Mo/Si в дополнение к рентгенодифракционным методам мы использовали также методы визуализации шероховатости и микроструктуры, а именно атомно-силовую микроскопию (АСМ) и просвечивающую электронную микроскопию (ПЭМ). В настоящей работе впервые продемонстрирована эффективность комплексной диагностики, основанной на совместном применении методов АСМ, ПЭМ, РД, РР.

2. Образцы и методика измерений

МПС Mo/Si были выращены методом магнетронного распыления на подложках — химико-динамически полированных пластинах Si(100) (образцы S27, S49, K92). Количество бислоев приведено в табл. 1.

Была применена технология сглаживания поверхности подложек, заключающаяся либо в наращивании слоя аморфного Si (толщина порядка 20 nm, магнетронное распыление), либо в ионно-лучевом травлении исходной пластины (ионы Ar, угол падения 60°, ускоряющее напряжение 500 V). Далее будут использоваться обозначения Si + a-Si и Si-etch для подложек, обработанных первым и вторым способом соответственно. Образцы S49 и S27 были выращены на Si + a-Si и Si-etch подложках. Также для сравнения была получена тестовая МПС S40 на исходной Si-подложке.

Образцы S27 и S49 отличаются технологическими условиями роста: соответствующие температуры подложек в процессе напыления были 40 и 220°C, давления Ar 0.005 и 0.003 mBar, скорости осаждения слоев 1.4 и 0.5 nm/s. Тестовая МПС S40 была выращена при тех же условиях, что и S27, таким образом эти образцы отличаются только обработкой подложек.

Исследование шероховатости поверхностей подложек и МПС производилось с помощью атомно-силового микроскопа Veeco Dimension 3100. Сканирование осуществлялось в контактном режиме с использованием кремниевой иглы, имеющей радиус 10 nm. Для каждой подложки и выращенной на ней МПС было получено несколько изображений топографии поверхности при различных площадях сканирования: 1×1 , 5×5 , $10 \times 10 \mu\text{m}^2$. Каждое изображение содержало 512×512 точек. Для получения статистического описания шероховатых поверхностей производилось двумерное преобразование Фурье полученных изображений. Таким образом, определялась функция спектральной плотности мощности (PSD-функция), дающая представление об амплитуде поверхностной шероховатости в зависимости от пространственной частоты [27]. Следует отметить, что PSD-функция, соответствующая определенному изображению, отвечает ограниченному диапазону пространственных частот: $f_{\min} = 1/S$, $f_{\max} = N/2S$, N — количество точек, S — длина области сканирования.

Исследование кристаллической структуры и оценка толщин слоев проводились на просвечивающем электронном микроскопе JEOL-2100F с ускоряющим напряжением 200 kV в геометрии поперечного сечения образцов. Были получены картины электронной дифракции, а также изображения с использованием различных механизмов формирования контраста. Светлопольное и темнопольное изображения в дифракционном контрасте получаются при пропускании только недифрагированного и дифрагированного пучка соответственно. Изображение с фазовым контрастом формируется при взаимодействии нескольких дифрагированных электронных пучков, что позволяет исследовать элементы структуры с размерами менее 1 nm. Последний режим получения изображений выделяют в метод высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии (ВРПЭМ).

Исследование кристаллического совершенства слоев и шероховатости интерфейсов проводилось на рентгеновском дифрактометре D8 Discover (Bruker AXS, Германия). Источником рентгеновского излучения является трубка с вращающимся анодом мощностью 6 kW. Дифракционные кривые регистрировались как в режиме θ - 2θ -сканирования, так и в режиме ТП в диапазоне углов 2θ от 25 до 100° с использованием щели перед детектором 6°. Кривые рефлектометрии были получены в режиме θ - 2θ -сканирования в диапазоне 2θ от 0 до 15° с использованием щели перед детектором 0.2°. Следует отметить, что при проведении измерений в геометрии скользящего падения площадь проекции рентгеновского пучка на образец увеличивается с уменьшением угла.

Это приводит к увеличению вклада в анализируемый объем информации от приповерхностной области, обеспечивая тем самым поверхностную чувствительность. Однако, если площадь проекции рентгеновского пучка оказывается больше площади поверхности образца, возникают нежелательные краевые эффекты. Поэтому мы использовали систему коллимирующих щелей. Дополнительно при измерении кривых рефлектометрии использовался специальный коллиматор с изменяемой апертурой, обеспечивающий постоянство площади проекции пучка на образец при изменении угла сканирования.

В моде ТП рентгеновское излучение падает на образец под фиксированным малым углом α , дифрагированная интенсивность регистрируется детектором в зависимости от угла дифракции 2θ . Известно, что максимальная глубина проникновения (при углах превышающих критический угол полного внешнего отражения) связана с α следующим соотношением:

$$D \approx 2 \sin \alpha / \mu,$$

где μ — линейный коэффициент поглощения [28].

Для рассмотренных в данной работе МПС с суммарными толщинами ~ 400 nm оценка D показывает, что рентгеновское излучение проникает на полную толщину структуры уже при $\alpha \approx 1^\circ$. В отличие от авторов [12–14,19,24], целью которых являлась лишь диагностика кристаллического состояния нанослоев, мы использовали широкий диапазон α от 2 до 14°. Это позволило нам дополнительно выявить наличие текстуры Mo-слоев посредством определения соотношения интенсивностей пиков Mo (211) и (110) при различных α . Следует отметить, что при $\alpha > 5^\circ$ вышеупомянутым эффектом изменения площади проекции рентгеновского пучка с изменением α можно пренебречь.

3. Исследование методом АСМ

Исследование образцов методом АСМ позволило сопоставить шероховатости поверхностей подложек и выращенных на них МПС.

На рис. 1 приведены PSD-функции подложек Si (кривая *a*) и Si + *a*-Si (кривая *b*). Видно, что графики, совпадающие в области низких частот, начиная с частоты $\sim 1.2 \cdot 10^{-3} \text{ nm}^{-1}$ (соответствующий латеральный размер $L \approx 800$ nm) расходятся так, что кривая для Si лежит выше, чем для Si + *a*-Si. Поскольку площадь под графиком PSD-функции имеет смысл среднеквадратичной амплитуды шероховатости (σ), возведенной в квадрат, можно заключить, что σ для Si-подложки больше, чем для Si + *a*-Si. Таким образом, нанесение слоя аморфного Si приводит к сглаживанию шероховатостей при высоких частотах.

Следует отметить, что PSD-функции подложек Si + *a*-Si и Si-etch практически повторяют друг друга,

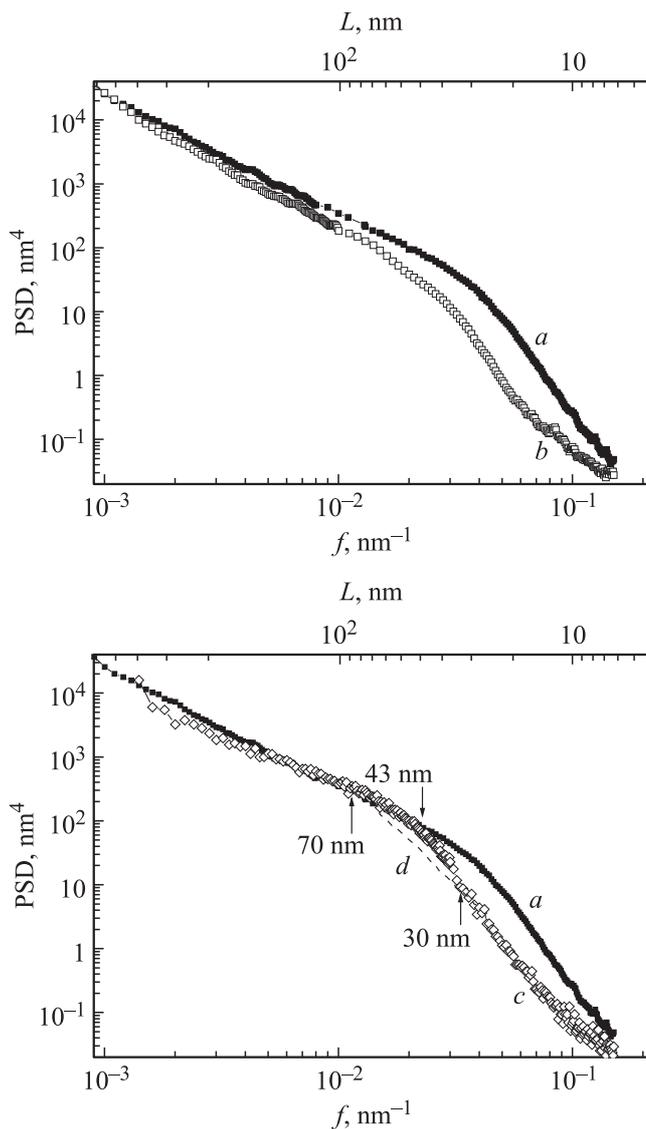


Рис. 1. PSD-функции поверхностей: *a* — Si; *b* — Si + *a*-Si; *c* — S40, *d* — S27.

т. е. дополнительное травление Si, так же как и нанесение слоя аморфного Si, приводит к сглаживанию шероховатостей, и полученные поверхности имеют негладкость одного порядка.

Из рис. 1 видно также, что PSD-функция тестового образца S40 (кривая *c*) воспроизводит PSD-функцию своей подложки (кривая *a*) в низкочастотной области вплоть до частоты $\sim 0.023 \text{ nm}^{-1}$ ($L \approx \text{nm}$). А в высокочастотной области кривая для S40 лежит ниже, чем для Si. Таким образом, в данном случае амплитуда крупномасштабных негладкостей ($L > 40 \text{ nm}$) на поверхности МПС соизмерима с амплитудой этих негладкостей, присущих подложке. А амплитуда мелкомасштабных шероховатостей ($L < 40 \text{ nm}$) на поверхности МПС уменьшается.

PSD-функции S40 и S27 практически повторяют друг друга, отличие наблюдается только на участке, соответствующем диапазону латеральных размеров 30–70 nm

(штриховая линия, кривая *d*). В приведенном диапазоне кривая для S27 расположена ниже, чем для S40. Это можно объяснить тем, что S27 была выращена на более гладкой подложке.

4. Исследование методом ПЭМ

На рис. 2 приведен типичный пример светлопольного изображения (образец S27). Анализируя контраст изображения, можно заключить, что структура представляет собой отчетливо выраженную последовательность слоев с достаточно резкими интерфейсами. Исследование картин электронной дифракции показало, что слои Mo — поликристаллические, тогда как слои Si — практически аморфные. Поэтому темные и светло-серые полосы на светлопольных изображениях отвечают Mo- и Si-слоям соответственно. В результате анализа светлопольных изображений были определены толщины отдельных слоев (Si и Mo) с точностью не хуже 0.1 nm (4-й столбец в табл. 1). Следует отметить локальность такого метода определения геометрических параметров. Так, для образца S27 в таблице приведены толщины слоев, измеренные в приповерхностной области и вблизи подложки. Видно, что в верхней части структуры толщина Mo-слоя больше, а толщина Si-слоя меньше, тогда как период совпадает в пределах погрешности. Точные значения средних периодов T , найденные из картин электронной дифракции по сверхструктурным рефлексам около 000 узла обратной решетки, приведены в 4-м столбце табл. 1.

Анализ темнопольных изображений (рис. 3) позволяет судить о кристаллической структуре слоев молибдена: яркость светлых пятен характеризует соответствие ориентации Mo-кристаллитов условиям отражения от (110) Mo. Из полученных изображений видно, что степень кристаллическости Mo в различных образцах различна. Слои Mo в K92 практически аморфны или состоят из мелких, хаотически ориентированных зерен, в S49 наблюдаются отдельные крупные блоки кристаллического Mo, тогда как Mo в МПС S27 характеризуется сильно выраженной текстурой в направлении [110]. Наличие

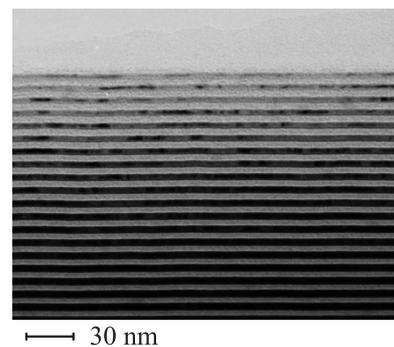


Рис. 2. Светлопольное изображение ПЭМ для МПС Mo/Si: S27.

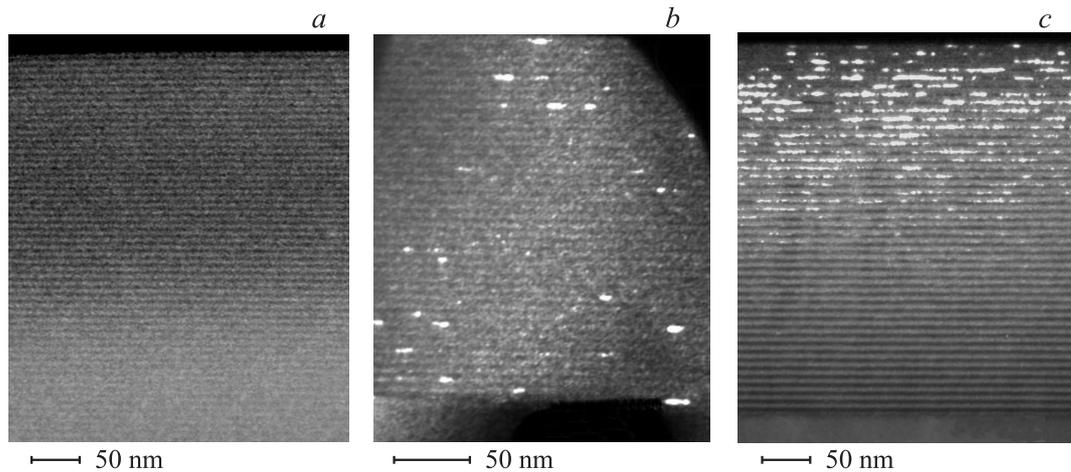


Рис. 3. Темнопольные изображения ПЭМ в кольце (110) Mo для МПС Mo/Si: *a* — K92, *b* — S49, *c* — S27.

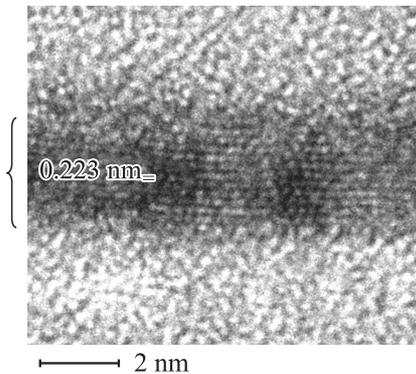


Рис. 4. Изображение ВРПЭМ для образца S27. Белыми отрезками показано расстояние между отдельными атомными плоскостями Mo (0.223 nm). Фигурной скобкой отмечен Mo-слой.

текстуры, обнаруженное нами в S27, хорошо коррелирует с литературными данными [2,18].

Следует отметить, что на рис. 3, с количество светлых пятен увеличивается в приповерхностной области. На первый взгляд, это можно было бы трактовать как увеличение степени текстуры в верхней части образца S27, так как означает увеличение количества кристаллитов, удовлетворяющих условиям дифракции.

Дополнительные исследования методом ВРПЭМ для образца S27 подтвердили наличие кристаллических включений Mo. На рис. 4 видны отдельные атомные плоскости, расстояние между которыми приблизительно равно 0.223 nm, что хорошо соответствует межплоскостному расстоянию Mo в направлениях типа $\langle 110 \rangle$ (0.222 nm). Следует отметить, что плоскости типа $\{110\}$ являются плоскостями наиболее плотной упаковки Mo. Для слоев Si атомных плоскостей не наблюдается, что является дополнительным подтверждением аморфности материала (рис. 4).

5. Исследование методом рентгеновской дифрактометрии

Для определения кристаллического совершенства слоев было проведено исследование МПС методом РД.

На рис. 5 приведена дифракционная кривая для образца S27, полученная в стандартной моде $\theta-2\theta$ сканирования (кривая *a*). На ней наблюдаются пики подложки Si ((200) и (400)) и хорошо выраженные максимумы молибдена (Mo (110) и (220)). На аналогичных кривых для S49 и K92 в моде тонких пленок помимо пиков подложки наблюдаются только слабые максимумы Mo (110), интенсивность которых на порядок меньше соответствующего пика для S27. При этом интегральная интенсивность максимума для S49 примерно в 2.5 раза

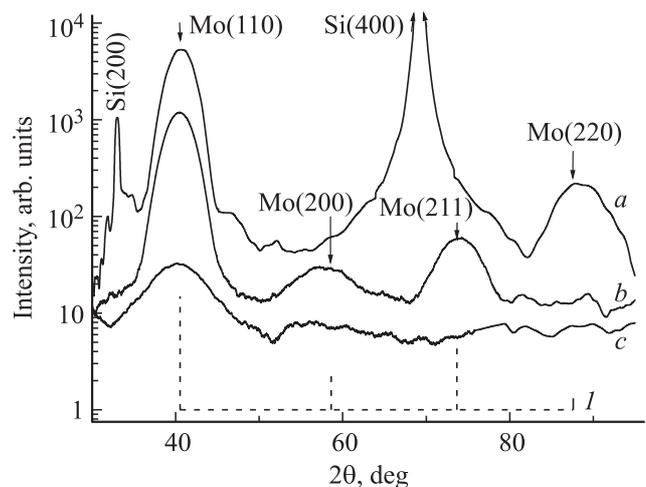


Рис. 5. Дифракционные кривые для образца S27 в моде $\theta-2\theta$ сканирования (*a*) и в моде тонких пленок при фиксированном угле падения $\alpha = 14^\circ$ (*b*). Кривая для образца K92 в моде тонких пленок при $\alpha = 14^\circ$ (*c*). *I* — штрих-диаграмма Mo. Кривые смещены по вертикали для наглядности.

больше, чем для К92. Идентификация максимумов Мо осуществлялась путем сравнения с штрих- диаграммой, построенной на основе данных базы ICDD [29]. Положения пиков на штрих-диаграмме показаны вертикальными отрезками, пропорциональными интегральным интенсивностям соответствующих пиков для структуры с хаотической ориентацией зерен. А именно соотношение интенсивностей $I_{100}/I_{200}/I_{211}/I_{220}$ в процентном отношении составляет 100/16/31/9. Из сопоставления экспериментальной кривой (a) и диаграммы видно, что в случае стандартной моды θ - 2θ -сканирования максимумы Мо (211) и Мо (200) перекрываются интенсивным пиком подложки Si (400).

Для определения размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) использовались полуширины максимумов (FWHM) Мо (110), полученные из анализа кривых θ - 2θ -сканирования с использованием формулы Селякова-Шеррера. Для исследованных образцов FWHM лежит в диапазоне от 4 до 7°. Отметим, что в грубом приближении размер ОКР может служить оценкой размеров кристаллитов Мо. Оцененные таким образом размеры составляют 2.6 ± 0.1 nm, 2.1 ± 0.2 nm и $1.4 + 0.2$ nm для S27, S49 и К92 соответственно. Подчеркнем, что в данном случае формула Селякова-Шеррера позволяет оценить верхний предел размеров кристаллитов.

Для получения более детальной информации из дифракционных кривых проводились измерения в моде ТП. Выбирая угол падения α , отличным от брэгговского угла (θ_B) более чем на полуширину кривой качания, для самого интенсивного отражения от подложки — (400) Si и, таким образом, выводя подложку из отражающего положения, можно практически исключить ее вклад в дифракционную кривую. На рис. 5 приведена кривая, полученная при $\alpha = 14^\circ$ для образца S27 (кривая b). Видно, что на кривой b , в отличие от полученной в стандартной моде (a), действительно отсутствуют пики отражения подложки и проявляются максимумы Мо (200) и (211). Но при этом пик Мо (220) на кривой b при $\alpha = 14^\circ$ не наблюдается. Для образца К92 на кривой в моде ТП, полученной в тех же условиях (см. рис. 5, c), наблюдается только пик Мо (110).

Для выявления наличия текстуры для S27 (кривая b на рис. 5) был проведен анализ соотношения интегральных интенсивностей пиков $I_{110}/I_{200}/I_{211}$, которое составляет 100/1/2%. Полученное нами соотношение отличается от табличного, т. е. по сравнению с I_{110} , I_{200} и I_{211} оказались существенно меньше. При этом соотношение I_{200}/I_{211} соответствует табличному. Можно предположить, что для образца S27 завышенное значение для I_{110} связано с присутствием значительной доли кристаллитов, ориентированных плоскостями (110) параллельно поверхности, т. е. текстурированной составляющей в направлении [110]. Это предположение хорошо коррелирует с данными ПЭМ.

Для определения степени кристалличности было проведено сравнение кривых в моде тонких пленок при

различных углах α в диапазоне от 2 до 14°. Для К92 и S49 на всех кривых присутствуют только максимумы Мо (110), приблизительно равные по интенсивности соответствующим пикам на кривых θ - 2θ -сканирования. Идентичность кривых, полученных как в стандартной моде, так и в моде ТП, указывает на присутствие в слое Мо кристаллитов со всевозможными ориентациями или поликристаллической составляющей. Только в этом случае при любом фиксированном α рентгеновское излучение будет рассеиваться на образце, формируя дифракционную картину.

Как указывалось ранее, I_{110} для S49 примерно в 2.5 раза больше, чем для К92. При этом максимальная интенсивность пика для К92 меньше чем на порядок превышает уровень фона. Суммарное же количество Мо в этих образцах одинаковое. Сопоставление этих фактов позволяет заключить, что слои Мо в S49 обладают большей степенью кристалличности, чем в К92, в котором слои молибдена в основном аморфные с незначительной долей кристалличности [3]. Этот вывод, как и вывод о большей степени кристалличности слоев молибдена в S49, хорошо согласуется с результатами ПЭМ.

На дифракционных кривых для образца S27, полученных в моде ТП, присутствует пик (200), интенсивность которого на порядок меньше, чем (110). Это указывает на еще большую степень кристалличности для этого образца по сравнению с S49 и, тем более, с К92. При этом вид дифрактограмм для S27 меняется с изменением угла α . Так, для S27 интенсивность пиков Мо (200) и (211) практически не зависит от выбора угла α . А интенсивность пика Мо (110) увеличивается с ростом α . Сопоставление этих фактов косвенно указывает на присутствие в слоях молибдена составляющих с разной степенью ориентированности, а именно текстурированной и поликристаллической.

Для определения степени текстурированности S27 строилась зависимость I_{211}/I_{110} от α , как показано на рис. 6. Полученная зависимость аппроксимировалась гладкой функцией (см. рис. 6). При выборе функции учитывались следующие факты: I_{110} на кривых при $\alpha = 14^\circ$ и θ - 2θ -сканирования имеют близкие значения; в точке при $\alpha = 5^\circ$ величина I_{211} завышена, как будет обосновано ниже, поэтому эта точка была исключена при построении аппроксимирующей функции. Кроме того, выбранная функция (функция Лоренца) удовлетворяет условию минимальной невязки, т. е. характеризуется минимальным суммарным отклонением от значений в экспериментальных точках. Из рис. 6 видно, что при малых α (до 5°) I_{211}/I_{110} примерно равно табличному значению, характерному для структуры с хаотической ориентацией зерен ($\sim 31\%$). Далее, с ростом α , I_{211}/I_{110} заметно уменьшается, что свидетельствует об увеличении относительной интенсивности пика (110). При α около 14° I_{211}/I_{110} практически достигает минимального значения. Этого и следовало ожидать, поскольку значение α близко к брэгговскому углу для Мо (110), $\theta_{Br(110)}$.

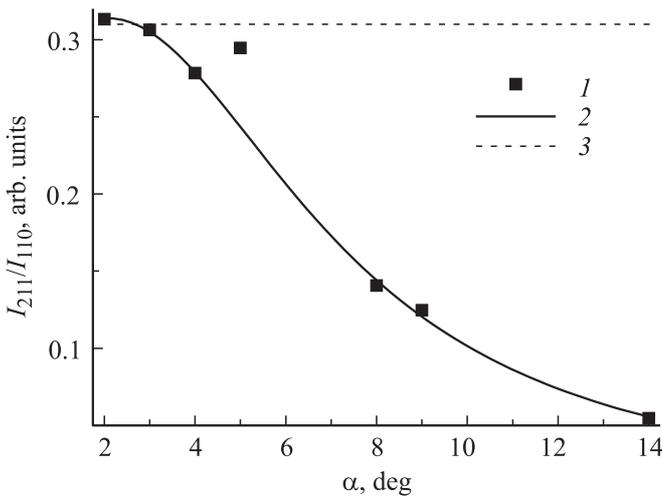


Рис. 6. Зависимость соотношения интегральных интенсивностей пиков Mo (211) и Mo (110) для S27 от угла падения α (1 — экспериментальные данные, 2 — аппроксимация, 3 — табличное значение этого соотношения, характерное для структуры с хаотической ориентацией зерен $\sim 31\%$).

Поведение аппроксимирующей функции при α до 5° показывает, что в области малых углов падения дифракция происходит на кристаллитах, не имеющих выделенного направления ориентации. То, что интенсивности пиков Mo (200) и (211) практически не зависят от выбора моды измерения, также указывает на поликристаллическую природу Mo слоев в S27. Таким образом, можно заключить, что в этом образце присутствуют хаотически ориентированные кристаллиты или, другими словами, поликристаллическая составляющая.

Рост I_{110} по мере приближения α к $\theta_{\text{Br}(110)}$ является результатом того, что кристаллиты, ориентированные плоскостями (110) параллельно поверхности, вводятся в отражающее положение, т.е. реализуется случай текстуры в направлении [110]. При этом достижение минимума I_{211}/I_{110} при α уже при 14° означает, что ψ — угол отклонения кристаллитов от преимущественного направления, достаточно большой. По нашим оценкам $\psi \approx 12^\circ$. Это значение хорошо соответствует результатам работы [18], в которой показано, что ψ составляет от 10 до 20° в зависимости от энергии осаждающихся частиц.

Завышенное значение I_{211} при $\alpha = 5^\circ$ хорошо соответствует предположению о наличии текстуры для S27. Действительно, в случае текстуры [110] при $\alpha \approx 5^\circ$ для отражения (211) будет выполняться условие Брэгга, поскольку угол φ между плоскостями (211) и (110) составляет 30° . Как было отмечено выше, для S27 максимум Mo (220) отсутствует на кривых в моде ТП в отличие от кривой $\theta-2\theta$ -сканирования. Это обстоятельство объясняется тем, что интенсивность (220) увеличивается при α , близких к $\theta_{\text{Br}(220)} \approx 44^\circ$, и является дополнительным подтверждением наличия текстуры.

Полный анализ поведения аппроксимирующей функции позволяет сделать вывод, что в образце S27 присутствуют как хаотически ориентированные кристаллиты, так и кристаллиты, имеющие выделенное направление роста. Сопоставление интенсивностей в крайних точках функции на рис. 6 (при $\alpha = 2$ и 14°) позволяет заключить, что доля текстурированной составляющей как минимум в 3 раза больше.

Следует подчеркнуть, что использование только одной дифракционной кривой, например при малых α , не позволяет однозначно выявить наличие текстуры; необходимо привлекать данные других методов или проводить дополнительные измерения рентгеновскими методами. Это могут быть измерения кривых в моде ТП при α близких к $\theta_{\text{Br}(110)}$ (в случае текстуры [110]) или кривой в стандартной моде $\theta-2\theta$ -сканирования. Авторы работы [19] помимо кривой при $\alpha = 1^\circ$ использовали данные ПЭМ в режиме электронной дифракции. Это позволило им заключить, что в слоях Mo присутствует только поликристаллическая составляющая.

Размеры ОКР, вычисленных по FWHM пиков Mo (211) и Mo (110) в образце S27 при $\alpha = 14^\circ$, составляют 2.2 ± 0.2 nm и 2.6 ± 0.1 nm соответственно. Сопоставление этих размеров позволяет предположить, что кристаллиты имеют форму прямоугольных параллелепипедов [19]. При этом их вертикальный размер больше латерального. По-видимому, эта форма является следствием текстуры, поскольку в таком случае направление, перпендикулярное поверхности подложки, оказывается неэквивалентным направлениям, лежащим в латеральной плоскости.

В результате, в S27 наблюдается сосуществование как поликристаллической составляющей, так и текстуры в направлении [110] с $\psi \approx 12^\circ$. При этом доля текстурированной фазы как минимум в 3 раза превышает долю поликристаллической. Кристаллиты имеют форму прямоугольных параллелепипедов, вытянутых в вертикальном направлении.

Подводя итоги данного раздела, следует сказать, что слой Mo в образце K92 в основном аморфен, с незначительной долей кристаллической составляющей. Образец S49 обладает промежуточной степенью кристалличности, имеющиеся кристаллиты ориентированы хаотически. В S27 слой Mo характеризуется наибольшей степенью кристалличности. Присутствует как поликристаллическая составляющая, так и текстура в направлении [110]. При этом текстурированная фаза преобладает над поликристаллической. Полученные результаты хорошо согласуются с данными ПЭМ.

6. Исследование методом рентгеновской рефлектометрии

На рис. 7 приведены экспериментальные кривые рентгеновской рефлектометрии (РР). На кривых для всех образцов наблюдается последовательность отчетливо

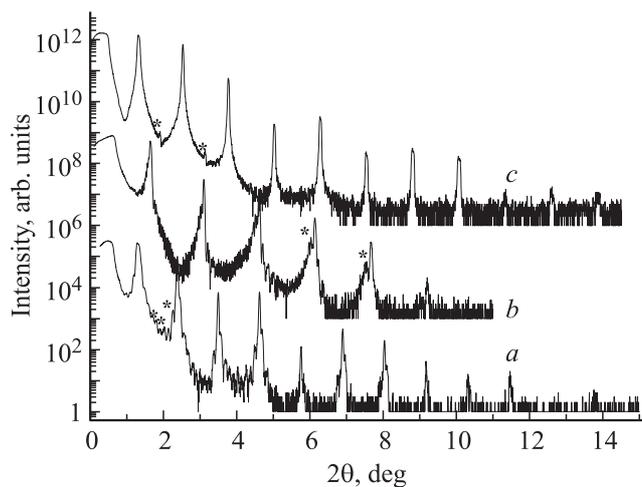


Рис. 7. Экспериментальные кривые рентгеновской рефлектометрии для МПС Mo/Si: *a* — S27, *b* — S49, *c* — K92. Дополнительные особенности помечены звездочками. Кривые смещены по вертикали для наглядности.

выраженных пиков, отвечающих периоду МПС (так называемые сателлиты). Это свидетельствует о резкости интерфейсов и незначительной флуктуации периода. На кривых видны также дополнительные особенности, появление которых, вероятнее всего, обусловлено нестабильностью процесса напыления.

Для выявления невоспроизводимости структуры и определения геометрических параметров (толщина отдельных слоев — t , среднеквадратичная амплитуда шероховатости — σ) было проведено моделирование кривых рентгеновской рефлектометрии с использованием программного пакета Leptos (Bruker AXS, Германия). Целью моделирования являлось получение наилучшего соответствия расчетной (на основе заданной стартовой модели структуры) и экспериментальной кривых. Для этого применялись различные алгоритмы подгонки, такие как генетический алгоритм, симплекс метод и метод Левенберга–Марквардта [30].

В результате моделирования удалось объяснить особенности, наблюдающиеся на РР кривых. Так, для образца S27 между сателлитами, отвечающими периоду структуры, наблюдаются дополнительные осцилляции, отвечающие некоторой толщине, кратной периоду МПС (рис. 7, кривая *a*). Кривая РР для данного образца описывается моделью, в которой толщина Mo больше, а Si меньше в верхних 10 бислоях по сравнению с соответствующими толщинами в нижних 35 бислоях, при неизменном периоде. На кривой для образца S49 наблюдается расщепление основных сателлитов на два пика — узкий и широкий (рис. 7, кривая *b*). Эта кривая описывается моделью, в которой верхние 10 бислоев имеют не только отличные толщины Mo и Si от соответствующих толщин для нижних 30 бислоев, но и другой период. На кривой для МПС K92 присутствуют дополнительные сателлиты, расположенные посередине

между основными сателлитами (рис. 7, кривая *c*). В результате моделирования этой кривой было показано, что период в действительности состоит из 4 слоев с несколько различающимися толщинами молибденовых и кремниевых слоев между собой.

Полученные параметры моделирования, а также суммарные периоды МПС– T приведены в табл. 1. В качестве стартовой модели структуры рассматривалась как двухслойная (модель 1, период МПС состоит из двух слоев — Mo и Si), так и четырехслойная (модель 2, с дополнительными переходными слоями на интерфейсах) модели. В процессе подгонки в рамках модели 2 варьируемая шероховатость была положена одинаковой для различных слоев (σ_{av}). Дополнительно варьировалась плотность переходных слоев (ρ), которая принималась одинаковой для различных переходных слоев. Подгонка в рамках этой модели привела к лучшему согласию между модельной и экспериментальной кривыми по сравнению с моделью 1 — расчетная кривая РР практически совпадает с экспериментальной (рис. 8). Однако введение дополнительных параметров может привести к уменьшению точности определения отдельных величин, что является недостатком четырехслойной модели.

Толщина Mo-слоя по модели 1 для всех исследованных образцов превышает толщину по модели 2 (см. выделенные числа в табл. 1), что может служить критерием правильности найденных параметров. При этом близость толщин Mo-слоев, полученных из обеих моделей, позволяет заключить, что упомянутые переходные слои формируются в основном за счет Si-слоя. Этот вывод подтверждается еще и тем, что плотность переходных слоев для всех образцов оказалась ближе к плотности Si.

В табл. 1 результаты РР сопоставляются с данными ПЭМ. Видно, что периоды МПС, определенные этими методами, совпадают с точностью 0.2 nm (5-я и 3-я

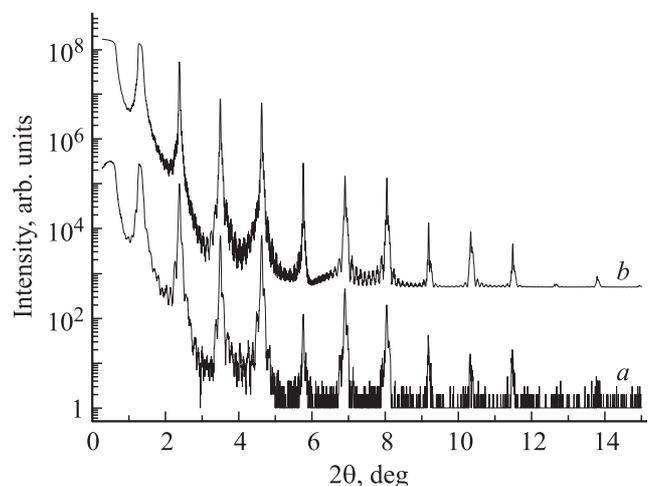


Рис. 8. Экспериментальная (*a*) и расчетная (*b*) кривые рефлектометрии для S27. Кривые смещены по вертикали для наглядности.

колонки). Однако толщины Мо-слоев по данным ПЭМ (4-я колонка) для всех образцов больше, чем по данным РР (6-я и 8-я колонки), даже в случае двухслойной модели. Это объясняется тем, что переходные слои плохо разрешимы на светлопольных ПЭМ изображениях, при этом все-таки можно выделить более светлые полосы толщиной $\sim 0.5\text{--}1\text{ nm}$ в „Мо-слое“. Таким образом, при оценке толщины Мо-слоя по данным ПЭМ учитываются также толщины переходных слоев. Подобный артефакт ПЭМ упоминается в [20] для многослойной системы W/Si и объясняется „затемнением“ слоев Si шероховатостью слоев с большим порядковым номером (W). При этом эффект „затемнения“ усиливается с увеличением толщины образца, приготовленного для исследования методом ПЭМ, поскольку происходит усреднение по большому количеству шероховатых профилей. Получающаяся в результате „добавка“ к толщине слоя более плотного материала определяется шероховатостью интерфейсов и толщиной образца ПЭМ. В работе [20] в качестве верхней оценки этого параметра (при толщине образца ПЭМ $\sim 1\text{ }\mu\text{m}$) рассматривалось значение выражения $2\sqrt{2}\sigma$, что составляет около 0.8 nm при $\sigma \approx 0.3\text{ nm}$. В нашем случае различие в определении толщины Мо-слоя методами ПЭМ и РР составляет 0.5 nm , 0.6 nm и более 1.2 nm для образцов S27, S49 и K92 соответственно. Значительное превышение упомянутой верхней оценки для K92 может быть, во-первых, связано с относительно большим значением шероховатости Мо-слоя ($\sigma \approx 0.64\text{ nm}$ при значении толщины слоя $\sim 1.8\text{ nm}$), а во-вторых, с его меньшей степенью кристалличности, что приводит к меньшей плотности слоя и, как следствие, к занижению толщины, определяемой методом РР. Следует отметить прекрасное согласие тенденции в изменении толщины Мо-слоя с глубиной, определенной из ПЭМ и РР для S27. Действительно, обоими методами показано увеличение толщины слоя в приповерхностной части структуры (4-я и 8-я колонки в табл. 1).

Сопоставление данных РР с результатами РД для образца S27 (обладающего наибольшей степенью кристалличности по данным ПЭМ и РД) показывает, что толщины слоев Мо, определенные в результате подгонки в модели 2, совпадают в пределах погрешности с значением ОКР, полученным из FWHM пика Мо (110) ($\sim 2.6\text{ nm}$). Еще раз подчеркнем, что МПС S27 характеризуется текстурой вдоль направления [110] перпендикулярно поверхности образца. И для этой МПС было сделано предположение, что блоки Мо имеют форму прямоугольных параллелепипедов. Вертикальный размер этих блоков совпадает в пределах погрешности с толщиной слоев, определенной в четырехслойной модели, но меньше соответствующей толщины в двухслойной модели. Этот результат можно объяснить также как эффект „затемнения“ в ПЭМ, а именно тем, что блоки разориентированы друг относительно друга и,

как следствие, состоящие из них слои, обладают дополнительной шероховатостью, которую можно описывать посредством введения переходных слоев.

Для МПС S49 и K92 соответствующие средние размеры ОКР ($\sim 2.1\text{ nm}$ и 1.4 nm) сильнее, чем для S27, отличаются от толщин Мо, определенных из модели 2. Этот результат объясняется значительно меньшей степенью кристалличности и большей шероховатостью слоев молибдена в S49 и K92. При этом для образца S49 размер ОКР оказался меньше толщины Мо-слоя в модели 2 даже в пределах погрешности. Учитывая тот факт, что этот образец характеризуется большей степенью кристалличности Мо-слоев в сравнении с K92, это может быть связано только с большей шероховатостью слоев молибдена. Действительно, S49 обладает наибольшей σ_{Mo} (7-я колонка в табл. 1). Эта шероховатость описывается в четырехслойной модели посредством достаточно толстых переходных слоев (8-я колонка в табл. 1). Следует отметить, что размер ОКР может быть меньше толщины слоя вплоть до полного отсутствия ОКР, например, как для слоев аморфного Si.

7. Обсуждение

В работе проведена диагностика набора МПС, отличающихся периодами и толщинами Мо-слоев. Исследованные образцы не могут быть непосредственно использованы в литографической установке, но являются хорошими тестовыми структурами, поскольку в них наглядно проявляются стандартные факторы, оказывающие влияние на рабочие характеристики зеркал. К таким факторам относят невоспроизводимость толщин слоев и периода, шероховатости подложки и поверхности МПС, шероховатость интерфейсов и наличие переходных слоев, кристаллическую структуру Мо-слоев и степень их текстурированности. Для диагностики этих факторов в работе были апробированы следующие методы: ПЭМ, РР, РД и АСМ.

В табл. 2 приведены результаты диагностики МПС вышеперечисленными методами на примере исследованных образцов.

Толщины отдельных слоев, составляющих МПС, наиболее точно можно определить методом РР, поскольку он лишен проблемы, вызванной эффектом „затемнения“, проявляющемся в ПЭМ. Однако способ определения толщин, основанный на моделировании данных РР, является не прямым и, как следствие, полученное решение может оказаться неоднозначным. Например, наличие невоспроизводимости толщин приводит к необходимости усложнения модели и появлению нескольких возможных решений. В этом случае выбрать правильное решение можно путем локального сопоставления толщин в различных частях структуры методом ПЭМ. Таким образом, в случае сложной модели РР требуется привлекать дополнительные экспериментальные данные. Отметим, что в табл. 2 для сравнения с толщинами

Таблица 2. Результаты диагностики МПС методами ПЭМ, РР, РД и АСМ на примере исследованных образцов

Параметр	Методы	Примеры		
		S27	S49	K92
Период и толщины Мо слоев, ОКР	ПЭМ РР РД	$T \approx 7.9 \pm 0.2 \text{ nm}$ $t_{\text{Mo}} \approx 3.0 \text{ nm}$ ОКР = $2.6 \pm 0.1 \text{ nm}$	$T \approx 5.7 \pm 0.2 \text{ nm};$ $t_{\text{Mo}} \approx 2.8 \text{ nm};$ ОКР = $2.1 \pm 0.2 \text{ nm}$	$T \approx 7.1 \pm 0.2 \text{ nm}$ $t_{\text{Mo}} \approx 1.8 \text{ nm};$ ОКР = $1.4 \pm 0.2 \text{ nm}$
Невоспроизводимость толщин и периода	РР	$t_{\text{Mo}} \pm 0.12 \text{ nm}$	$t_{\text{Mo}} \pm 0.09 \text{ nm};$ $T \pm 0.14 \text{ nm}$	$t_{\text{Mo}} \pm 0.02 \text{ nm};$ $T \pm 0.05 \text{ nm}$
Кристаллическая структура Мо-слоев	ПЭМ, РД	Наибольшая степень кристалличности. Поликрист. составляющая + текстура [110], $\psi \approx 12^\circ$	Промежуточная степень кристалличности Хаотич. ориент. зерен	Аморфные слои с незначительной долей кристалличности Хаотич. ориент. зерен
Шероховатость подложки и поверхности МПС	АСМ	Сглаженная подложка Шер-ть поверхности МПС наследуется от подложки при низких частотах и сглажена при высоких	Сглаженная подложка.	
Шероховатость интерф./перех.слои	РР	$\sigma_{\text{av}} = 0.21 \pm 0.03 \text{ nm}$	$\sigma_{\text{av}} = 0.30 \pm 0.03 \text{ nm},$ $t_{\text{Si-Mo}} > 1 \text{ nm}$	$\sigma_{\text{av}} = 0.28 \pm 0.04 \text{ nm}$

Мо-слоев приведены также размеры ОКР, определенные методом РД.

Сопоставление шероховатости поверхностей подложек и выращенных на них МПС было проведено методом АСМ. Анализ функций спектральной плотности мощности показал, что низкочастотная шероховатость наследуется от подложки, тогда как высокочастотная может быть сглажена в процессе роста. АСМ дает прямую информацию о зависимости амплитуды шероховатости от ее латерального размера для подложек и выращенных на них МПС. При этом судить о негладкости внутренних интерфейсов можно лишь косвенно.

Контроль гладкости внутренних интерфейсов возможен только с помощью РР. Из табл. 2 видно, что образцы отличаются среднеквадратичной амплитудой шероховатости интерфейсов. Кроме того, было выявлено существование переходных слоев на интерфейсах, формирующихся главным образом за счет Si-слоя.

Из табл. 2 видно также, что слои Мо в различных МПС обладают различной степенью кристалличности, как показано методом ПЭМ. Результаты ПЭМ хорошо согласуются с данными РД. Была оценена степень текстурированности посредством анализа кривых в моде ТП при различных углах падения. Сопоставление данных РР с результатами РД позволяет заключить, что вертикальные размеры кристаллитов Мо совпадают с толщинами Мо-слоев для МПС, обладающих значительной степенью текстуры. Размер ОКР меньше толщины слоев для образцов, характеризующихся меньшей степенью кристалличности и большей шероховатостью молибденовых слоев.

Анализ данных табл. 2 дает возможность прогнозировать влияние стандартных факторов на рабочие характеристики МПС. Большая шероховатость и толстые переходные слои, как например в образце S49,

значительно ухудшают отражательные свойства. Кроме того, нестабильность как толщин отдельных слоев, так и периода, присутствующие во всех образцах, должны негативно сказываться на рабочих параметрах МПС. Аморфность структуры слоев, характерная для образца K92, означает более низкую плотность для этой МПС и, как следствие, более низкую отражательную способность. Однако только измерение отражательных характеристик МПС при рабочей длине волны (13.5 nm в нашем случае) может дать однозначную информацию о рабочих параметрах зеркал.

8. Заключение

Комплексный подход, основанный на совместном использовании АСМ, ПЭМ, РД и РР, был применен для исследования многослойных систем Mo/Si, выращенных методом магнетронного распыления.

В работе было продемонстрировано, что выбранные методы являются взаимодополняющими и взаимоконтролирующими, а их применение в совокупности позволяет получать полную информацию о параметрах МПС, влияющих на рабочие характеристики зеркал. Показано, что в случае если одни и те же особенности рентгенодифракционных кривых могут быть обусловлены влиянием нескольких факторов, в дополнение к методам РД и РР следует применять методы визуализации шероховатости и микроструктуры, а именно АСМ и ПЭМ. Это позволит не только выявить структурные особенности МПС, но и определить их причину. Кроме того, использование АСМ и ПЭМ дает возможность убедиться в том, что найденное рентгенодифракционными методами решение и есть единственно верное.

Проведя комплексную диагностику набора тестовых МПС, можно осуществлять анализ остальных МПС на основе данных, неразрушающих экспресс-методов, какими являются РД и РР.

Авторы выражают благодарность НПК ГОИ за предоставление образцов.

Список литературы

- [1] Р.П. Сейсян. ЖТФ **75**, 5, 1 (2005).
- [2] S. Bajt, D.G. Stearns, P.A. Kearney. *J. Appl. Phys.* **90**, 1017 (2001).
- [3] E. Meltchakov, V. Vidal, H. Faik, M.-J. Casanove, B. Vidal. *J. Phys.: Cond. Matter* **18**, 3355 (2006).
- [4] S. Schroder, T. Feigl, A. Duparre, A. Tunnerman. *Optical Express*. **15**, 13997 (2007).
- [5] S.S. Andreev, S.V. Gaponov, S.A. Gusev, M.N. Haidl, E.B. Klunov, K.A. Prokhorov, N.I. Polushkin, E.N. Sadova, N.N. Salashchenko, L.A. Suslov, S.Yu. Zuev. *Thin Solid Films* **415**, 123 (2002).
- [6] H. Maury, J.-M. Andre, K.L. Guen, N. Mahne, A. Giglia, S. Nannarone, F. Bridou, F. Delmotte, P. Jonnard. *Surf. Sci.* **603**, 407 (2009).
- [7] G.A. Valkovskiy, M.V. Baidakova, P.N. Brunkov, S.G. Konnikov, M.A. Yagovkina, Ju.M. Zadiranov. *Phys. Status Solidi A* **208**, 2623 (2011). DOI:10.1002/pssa.201184274.
- [8] A. Ulyanenko, R. Matsuo, K. Omote, K. Ibana, J. Harada, M. Ishino, M. Nishii, O. Yoda. *J. Appl. Phys.* **87**, 7255 (2000).
- [9] M. Putero-Vuaroqueaux, H. Faik, B. Vidal. *J. Phys.: Cond. Matter* **14**, 8955 (2002).
- [10] J.M. Freitag, B.M. Clemens. *J. Appl. Phys.* **89**, 1101 (2001).
- [11] H. Maury, P. Jonnard, J.-M. Andre, J. Gautier, M. Roulliay, F. Bridou, F. Delmotte, M.-F. Ravet, A. Jerome, P. Holliger. *Thin Solid Films* **514**, 278 (2006).
- [12] S.K. Rai, Arijeet Das, A.K. Srivastava, G.S. Lodha, Rajnsh Dhawan. *Appl. Surf. Sci.* **257**, 10704 (2011).
- [13] A. Paul, G.S. Lodha. *Phys. Rev. B* **65**, 245416 (2002).
- [14] I. Nedelcu, R.W.E. van de Kruijs, A.E. Yakshin, F. Bijkerk. *Phys. Rev. B* **76**, 245404 (2007).
- [15] E. Louis, A.E. Yakshin, T. Tsarfati, F. Bijkerk. *Prog. Surf. Sci.* **86** (11–12), 255 (2011).
- [16] S.D. Hector, E.M. Gullikson, P. Mirkarimi, E. Spiller, P. Kearney, J. Folta. *Proc. SPIE* **4562**, 863 (2002).
- [17] D.G. Stearns, D.P. Gaines, D.W. Sweeney, E.M. Gullikson. *J. Appl. Phys.* **84**, 1003 (1998).
- [18] A. Patelli, J. Ravagnan, V. Rigato, G. Salmaso, D. Silvestrini, E. Bontempi, L.E. Depero. *Appl. Surf. Sci.* **238**, 262 (2004).
- [19] R.W.E. van de Kruijs, E. Zoethout, A.E. Yakshin, I. Nedelcu, E. Louis, H. Enkisch, G. Sipos, S. Mullender, F. Bijkerk. *Phys. Rev. B* **76**, 245404 (2007).
- [20] A. Erko, M. Idir, T. Krist, A.G. Michette. *Modern developments in x-ray and neutron optics*. Springer, Berlin. (2008). 534 p.
- [21] S.Y. Lee, S.M. Hur, H.J. Kim, C.S. Yoon, Y.T. Lee, I.Y. Kang, Y.C. Chung, M. Yi, C.K. Bok, O. Kim, J. Ahn. *Jpn. J. Appl. Phys.* **41**, 4086 (2002).
- [22] P. Siffalovic, E. Majkova, L. Chitu, M. Jergel, S. Luby, J. Keckes, G. Maier, A. Timmann, S.V. Roth, T. Tsuru, T. Harada, M. Yamamoto, U. Heinzman. *Vacuum* **84**, 19, (2010).
- [23] E. Spiller, S. Baker, P. Mirkarimi, V. Sperry, E.M. Gullikson, D.G. Stearns. *Appl. Opt.* **42**, 4049 (2003).
- [24] R.D. Tarey, R.S. Rastogi, K.L. Chopra. *The Rigaku J.* **4**, 11 (1987).
- [25] B. Wu, A. Kumar. *J. Vac. Sci. Technol. B* **25**, 1743 (2007).
- [26] V. Bakshi. *EUV Lithography*. SPIE Press, Bellingham (2009). 673 p.
- [27] S. Jakobs, A. Duparre, H. Truckenbrodt. *Appl. Opt.* **37**, 1180 (1998).
- [28] H. Dosch. *Phys. Rev. B* **35**, 2137 (1987).
- [29] База данных по порошковым дифрактограммам неорганических и органических веществ ICDD, www.icdd.com, PDF-2 (2005).
- [30] A. Ulyanenko. *Proc. SPIE*, **5536**, 1 (2004).