

КОНФЕРЕНЦИИ И СИМПОЗИУМЫ

Многослойная рентгеновская оптика на основе бериллия

В.Н. Полковников, Н.Н. Салащенко, М.В. Свечников, Н.И. Чхало

Дается обзор современного состояния области физики и технологии многослойных бериллийсодержащих зеркал, предназначенных для проекционной литографии и изучения короны Солнца в вакуумном ультрафиолетовом (ВУФ) диапазоне. Описывается методика изготовления и изучения бериллийсодержащих многослойных зеркал. Приводятся результаты последних исследований внутреннего строения и коэффициентов отражения в ВУФ-диапазоне многослойных зеркал Mo/Be, Mo/Si, Be/Al и Be/Mg. Объясняется влияние Si- и Be-прослоек на коэффициенты отражения. Обсуждаются направления дальнейших исследований по бериллийсодержащим зеркалам.

Ключевые слова: многослойное рентгеновское зеркало, рентгеновская проекционная фотолитография, микроскопия, астрономия, спектроскопия, рефлектометрия, магнетронное распыление, синтез нанопленок, бериллий, коэффициент отражения, прослойка

PACS numbers: 07.60. – j, 07.85.Fv, 42.79. – e, 68.35.Ct, 68.35.Fx, 68.47.De, 68.55.A, 68.65.Ac, 81.15. – z

DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNr.2019.05.038623>

Содержание

1. Введение (92).
 2. Расчёт отражательных свойств бериллийсодержащих многослойных зеркал в вакуумном ультрафиолетовом диапазоне (94).
 3. Методика напыления многослойных рентгеновских зеркал (95).
 4. Методы изучения внутреннего строения и коэффициентов отражения (97).
 - 4.1. Дифрактометрия в жёстком рентгеновском диапазоне.
 - 4.2. Рефлектометрия в мягком рентгеновском и вакуумном ультрафиолетовом диапазонах.
 - 4.3. Просвечивающая электронная микроскопия.
 - 4.4. Вторичная ионная масс-спектрометрия.
 5. Внутреннее строение и отражательные характеристики бериллийсодержащих многослойных рентгеновских зеркал (99).
 - 5.1. Многослойные рентгеновские зеркала для фотолитографии.
 - 5.2. Многослойные рентгеновские зеркала для изучения короны Солнца в вакуумном ультрафиолетовом диапазоне.
 6. Заключение (104).
- Список литературы (105).

1. Введение

Многослойные рентгеновские зеркала (МРЗ), обеспечивающие высокие коэффициенты отражения в широком диапазоне длин волн (10^{-2} – 10^2 нм), находят широкое применение в самых разных областях науки, техники и технологии. Столь широкое распространение МРЗ об-

условлено рядом их возможностей, недоступных другим рентгенооптическим элементам. В частности, являясь отражателями брэгговского типа, МРЗ, в отличие от кристаллов, могут изготавливаться практически с любым периодом (аналогом расстояния между кристаллографическими плоскостями в кристаллах), тем самым перекрывая широкий (четыре порядка) диапазон длин волн. МРЗ могут наноситься на подложки с произвольной формой поверхности, тем самым обеспечивая коллимацию и фокусировку рентгеновского излучения и построение изображений [1, 2]. Размеры подложек могут варьироваться от нескольких миллиметров до 1 м [3, 4]. Могут использоваться самые различные материалы подложек, в том числе с высокой теплопроводностью, что позволяет применять МРЗ в условиях воздействия экстремальных потоков падающего излучения [5–8].

Другая специфика МРЗ заключается в возможности управления спектральной полосой отражения в широких пределах. Это важно, так как в одних задачах требуется отразить максимальное число фотонов, генерируемых источником, в других — только одну выбранную спектральную линию и подавить ближайшее окружение. Периодические МРЗ позволяют это осуществить за счёт выбора пар материалов и/или изменения доли сильнопоглощающего вещества в периоде. Так, для сужения спектральной полосы отражения подбирают материалы с меньшим поглощением и меньшим оптическим контрастом на границах (см., например, [9–13]). В ряде случаев иногда достаточно уменьшить долю сильнопоглощающего вещества в периоде МРЗ [13, 14]. Для уширения спектральной полосы отражения, наоборот, используют пары материалов с большим оптическим контрастом на границах и/или увеличивают долю сильнопоглощающего вещества в периоде МРЗ. Однако существенно увеличить полосу отражения зеркал можно, используя апериро-

В.Н. Полковников (*), Н.Н. Салащенко, М.В. Свечников, Н.И. Чхало
Институт физики микроструктур РАН,
ул. Ульянова 46, 603950 Нижний Новгород, Российская Федерация
E-mail: (*)polkovnikov@ipmras.ru

Статья поступила 18 июля 2019 г.

дические МРЗ (толщины всех слоёв в структуре различаются) [15–19] или стековые системы (МРЗ состоит из нескольких периодических блоков с разными периодами) [20–22]. Такие МРЗ позволяют также передавать фемто- и аттосекундные пучки электромагнитного излучения без размытия волнового пакета во времени или даже уменьшать длительность импульса [23–25].

Свободно висящие, без подложки, периодические МРЗ позволяют делить рентгеновские пучки, изменять и анализировать их поляризационное состояние [26, 27].

Новые задачи требуют постоянного совершенствования рентгенооптических характеристик МРЗ. В частности, для разрабатываемых в настоящее время новых миссий по изучению короны Солнца в вакуумном ультрафиолетовом (ВУФ) диапазоне требуется повышение одновременно и временного, и пространственного разрешения телескопов [28]. Эти цели могут быть достигнуты за счёт увеличения размера первичного зеркала телескопа, а также коэффициента отражения и спектральной селективности отражающих покрытий.

Для литографических применений важнейшими задачами являются повышение коэффициента отражения традиционных Mo/Si-зеркал на длине волны 13,5 нм и поиск новых составов многослойных зеркал, обеспечивающих высокие коэффициенты отражения на длине волны менее 13,5 нм [29–33]. Эта задача является критически важной для развития литографии следующего поколения. Ввиду значительного объёма рынка микроэлектроники, а также большого числа зеркал (до 12-ти) в оптической системе литографа увеличение коэффициента отражения МРЗ всего на 1–1,5 % приводит к существенному экономическому эффекту.

Рентгеновская микроскопия в "окне прозрачности воды", на длинах волн 2,3–4,4 нм, обладает поистине уникальными возможностями для микробиологии [34–36]. Так как периоды многослойных зеркал для микроскопа составляют около 1,5 нм и, соответственно, толщины отдельных плёнок находятся на уровне 0,7–0,8 нм при их общем числе около 1000, проблема получения высоких коэффициентов отражения МРЗ для этого диапазона на данный момент является сложнейшей.

Помимо рентгенооптических характеристик МРЗ, для ряда приложений важна долговременная стабильность рентгенооптических характеристик. Например, для космических приложений срок службы на орбите должен составлять не менее семи лет. При этом надо учитывать время на проведение различных испытаний и хранение, в том числе в ангарах, которое, как правило, составляет несколько лет. Надо учесть и широкий диапазон температур как до развёртывания телескопа, так и в процессе его эксплуатации.

В последнее время в связи с появлением сверхмощных источников рентгеновского излучения: лазеров на свободных электронах, синхротронов третьего-четвёртого поколения — актуальной является задача термостабильности МРЗ.

Приведённый выше краткий перечень требований к многослойным рентгеновским зеркалам указывает на необходимость комплексного и долговременного подхода при внедрении МРЗ новых составов.

К настоящему времени большая часть материалов, обладающих перспективными с точки зрения рентгенооптики значениями оптических констант и позволяющих изготавливать из них методом вакуумного напыления

тонкие плёнки, хорошо изучена, а коэффициенты отражения МРЗ на их основе практически достигли своего технологического предела. Бериллий благодаря низкому поглощению и слабой рассеивающей способности в рентгеновском диапазоне является основным кандидатом в материалы для слабопоглощающих слоёв в МРЗ. Однако широкого применения в многослойной рентгеновской оптике Be не нашёл. На наш взгляд, это связано с тем, что бериллий рассматривался главным образом лишь как слабопоглощающий и слабоссеивающий материал. В [7, 37, 38] исследовались свойства Ti/Be-зеркал в ВУФ-диапазоне. Однако из-за большой межслоевой шероховатости экспериментально полученные коэффициенты отражения оказались хуже, чем у Mo/Si-зеркал. В [39] было показано некоторое преимущество W/Be-МРЗ по сравнению с W/C-МРЗ в рентгеновском диапазоне, однако появившиеся впоследствии W/Si- и W/B₄C-МРЗ оказались ещё лучше.

Мощный всплеск интереса к бериллийсодержащим зеркалам, связанный с выбором длины волны для ВУФ-литографии, наблюдался в конце 1990–начале 2000-х годов [29, 40–42]. В [43] на длине волны 11,3 нм при нормальных углах падения на Mo/Be-МРЗ был получен рекордно высокий коэффициент отражения, 70,2 %. Согласно расчётам ещё большим коэффициентом отражения и спектральной шириной пика отражения обладают Ru/Be-МРЗ. Однако практика показала, что их экспериментальные коэффициенты отражения оказались ниже, чем у Mo/Be-МРЗ [43]. В "литографическом споре" между бериллиевой (длина волны $\lambda = 11,3$ нм) и кремниевой ($\lambda = 13,5$ нм) оптикой победила кремниевая. Причиной этого явилось то, что, хотя Mo/Si-МРЗ имели немного меньший (на тот момент) коэффициент отражения, спектральная полоса пропускания у них была шире и эффективность оловянного источника излучения оказалась немного выше, что в совокупности привело к большей производительности литографа на длине волны 13,5 нм по сравнению с производительностью литографа на длине волны 11,3 нм. Причём работа с кремниевой оптикой существенно проще, поскольку отпадают санитарные ограничения, неизбежно накладываемые при работе с бериллием. Поэтому интерес к бериллию сильно упал.

Тем не менее, помимо демонстрации высокой отражательной способности Mo/Be-зеркал, одним из важнейших результатов тех работ явились детально измеренные оптические константы бериллия в диапазоне длин волн 40–250 нм [44].

Институт физики микроструктур (ИФМ) РАН является одним из лидеров в области многослойной рентгеновской оптики, а его деятельность касается практически всех аспектов, от физики и технологии изготовления многослойных зеркал до их применения для научных исследований [45]. В 2014 г. в ИФМ РАН была создана лаборатория для напыления бериллийсодержащих зеркал. Выполнены все необходимые санитарные требования для работы с этим материалом. Мотивом возобновления работ по бериллию стало следующее. Во-первых, с развитием работ по ВУФ-литографии проявились определённые ограничения этого метода. В частности, начались активные исследования по литографии "после 13,5 нм", с более короткой длиной волны. В [46] было предложено изучить возможность использования спектральной области 6,6–7 нм, в которой зеркала на основе

La/V имеют расчётные коэффициенты отражения до 80 %. Работы охватили все ключевые аспекты литографии: и многослойную оптику, и источники излучения, и фоторезисты [31, 32, 47–51]. Однако в [52] было показано, что, несмотря на успехи по всем этим направлениям, литография на $\lambda = 6,7$ нм по производительности на порядок уступает литографии на $\lambda = 13,5$ нм. Также на основе новых данных по эффективности ксеноновых источников в окрестности $\lambda = 11$ нм и расчёта отражательных характеристик Mo/Be, Ru/Be и Rh/Sr было показано, что если рассматривать альтернативу для $\lambda = 13,5$ нм, то наиболее реальными длинами волн являются 11,2 нм (оптика на основе Be) и 10,8 нм (оптика на основе Sr). Возможность увеличения коэффициентов отражения Mo/Be, Ru/Be и Rh/Sr связывалась с развитием технологии "инженерии границ", которая позволила улучшить (и в некоторых случаях значительно) качество межслоевых границ [12, 53–55].

Во-вторых, проведение работ с бериллийсодержащими зеркалами было мотивировано необходимостью увеличения пиковых коэффициентов отражения и спектральной селективности МРЗ для исследований короны Солнца в ВУФ-диапазоне. Проведённый на тот момент анализ оптических констант бериллия в ВУФ-диапазоне показал, что если использовать бериллий не в качестве слабопоглощающего и слаборассеивающего материала (спейсера), как он всегда рассматривался, а наоборот, в качестве сильнорассеивающего материала в пару к Al и Mg, то можно ожидать значительного улучшения характеристик МРЗ.

В настоящей статье описывается методика изготовления и изучения бериллийсодержащих многослойных зеркал. Приводятся результаты исследований внутреннего строения и коэффициентов отражения в ВУФ-диапазоне многослойных зеркал на основе Mo/Be, Mo/Si, Be/Al и Be/Mg. Рассматривается влияние Si- и Be-прослоек на коэффициенты отражения. Обсуждаются направления дальнейших исследований по бериллийсодержащим зеркалам.

2. Расчёт отражательных свойств бериллийсодержащих многослойных зеркал в вакуумном ультрафиолетовом диапазоне

Для ВУФ-диапазона характерно сильное поглощение, ограничивающее выбор слабо- и сильнопоглощающих материалов. Обычно в качестве слабопоглощающих

материалов используются бериллий (диапазон длин волн 11,1–12,4 нм), кремний ($\lambda = 12,4$ –17 нм), алюминий ($\lambda = 17,1$ –60 нм) и магний ($\lambda = 25$ –60 нм). В качестве сильнорассеивающих материалов используются молибден ($\lambda = 10$ –60 нм) [56–59] и цирконий ($\lambda = 17$ –20 нм) [60]. МРЗ на основе этих материалов обладают неплохими коэффициентами отражения. При наличии защиты от окисления такие МРЗ отличаются высокой стабильностью рентгенооптических характеристик (см., например, [61, 62]). И если для литографии на длинах волн 11,1–13,5 нм, где требуются максимальные пиковые и интегральные коэффициенты отражения, молибден занимает доминирующую позицию (за исключением области $\lambda \approx 11$ нм, в которой конкуренцию ему может составить рутений), то в области $\lambda > 17$ нм проблема выбора сильнопоглощающего (рассеивающего) материала стоит остро. Последнее связано с тем, что диапазон $\lambda > 17$ нм интересен для изучения короны Солнца и высокотемпературной плазмы. Для этих объектов характерно наличие большого числа узких спектральных линий [13]. Задача исследователей — выделить интересующую линию и максимально уменьшить вклад в сигнал соседних линий.

Из-за значительного поглощения и оптического контраста на границах глубина экстинкции в МРЗ с Mo и Zr невелика. Следствием этого является широкая спектральная полоса отражения. Поэтому в последние годы ведутся активные поиски рассеивающего материала, способного обеспечить и высокий пиковый коэффициент отражения, и узкую спектральную полосу пропускания. Определённый успех достигнут при использовании МРЗ на основе Si [13] и SiC [62–65]. С помощью этих зеркал удалось существенно улучшить спектральную селективность, однако из-за поглощения и недостаточного оптического контраста на границах с Al и Mg коэффициенты отражения оказались ниже, чем у зеркал на основе Mo и Zr.

На рисунке 1 приведены действительная и мнимая части дисперсионной добавки к диэлектрической проницаемости материалов, используемых в МРЗ для ВУФ-диапазона, в сравнении с таковыми для бериллиевого МРЗ. Оптические константы взяты из базы данных CXRO (Center for X-Ray Optics) (http://henke.lbl.gov/optical_constants/) [66]. Из рисунка видно, что Be имеет меньшее поглощение и больший оптический контраст по сравнению с таковыми для Si, что указывает на возможность достижения более высоких коэффициентов отражения при сопоста-

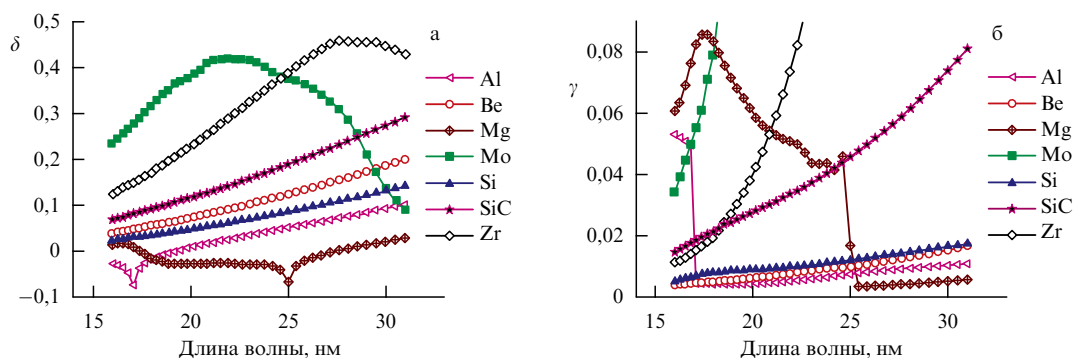


Рис. 1. (В цвете онлайн.) Действительная (а) и мнимая (б) части дисперсионной добавки к диэлектрической проницаемости материалов, используемых в МРЗ для ВУФ-диапазона, в сравнении с таковыми для бериллиевого МРЗ.

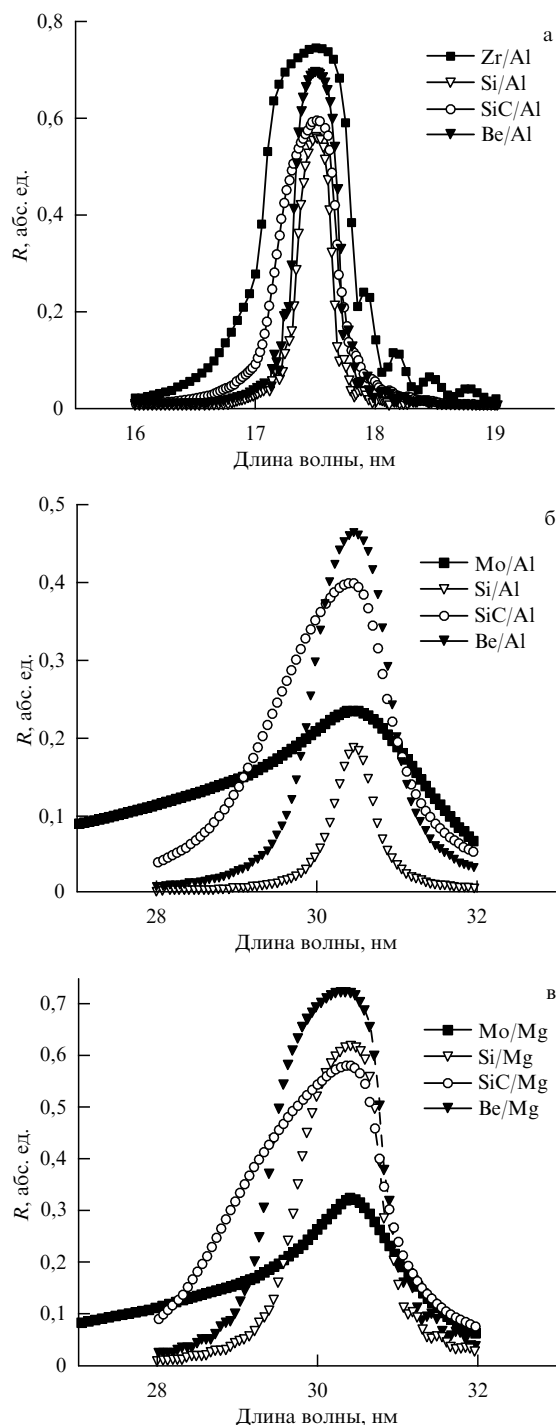


Рис. 2. Сравнение расчётных спектральных зависимостей коэффициентов отражения, используемых в настоящее время в ВУФ-диапазоне МРЗ с Be/Al и Be/Mg: (а) в окрестности $\lambda = 17,5$ нм, (б, в) в окрестности линии HeII 30,4 нм.

вимой спектральной селективности. При сравнении Be и SiC мы видим, что оптический контраст у SiC выше, чем у Be, однако поглощение намного больше, чем у Be. И в этом случае мы ожидаем как минимум сопоставимых коэффициентов отражения при большей спектральной селективности.

На рисунке 2 проведено сравнение расчётных спектральных зависимостей коэффициентов отражения используемых в настоящее время в ВУФ-диапазоне МРЗ с

Be/Al и Be/Mg в окрестности $\lambda = 17,5$ нм и в окрестности линии HeII 30,4 нм. Как видно из рисунка, численные расчёты подтверждают приведённые выше качественные рассуждения. Бериллий выглядит наиболее предпочтительным в качестве рассеивающего материала, обеспечивая одновременно высокие коэффициенты отражения и спектральную селективность.

3. Методика напыления многослойных рентгеновских зеркал

Для синтеза многослойных бериллийсодержащих зеркал в ИФМ РАН создана специализированная лаборатория, оснащённая системами вентиляции и вытяжки с несколькими степенями очистки. Системой фильтрации оснащена и откачная магистраль технологических установок. Регулярно проводятся замеры содержания бериллия в воздухе, в том числе в непосредственной близости к открытой вакуумной камере. В соответствии с санитарными правилами и инструкциями все расходные материалы, включая средства защиты оператора и рабочую одежду, утилизируются.

В лаборатории располагаются две установки магнетронного напыления, различающиеся количеством магнетронных источников (магнетронов): четыре магнетрона в одной и шесть в другой. Количество магнетронов определяет максимальное число материалов, которые можно осаждать на подложку в рамках одного технологического процесса. На рисунке 3 приведены схематическое изображение и фотография установки магнетронного напыления с комплексом сопутствующего оборудования.

Установка состоит из вакуумного объёма, откачной системы, магнетронов, устройств вращения подложки, блоков питания и системы управления процессом (последние два элемента на рис. 3 не представлены). Откачная система, состоящая из турбомолекулярного насоса производительностью 2200 л с^{-1} и форвакуумного насоса производительностью $8,3 \text{ л с}^{-1}$, обеспечивает давление остаточных газов на уровне 10^{-5} Па. Глубина остаточного вакуума непосредственно связана с количеством примесей (главным образом кислорода), попадающих в растущие тонкие плёнки. Экспериментально показано, что при давлениях на порядок выше предельно допустимого технологией значения существенно возрастает содержание кислорода в МРЗ. По периметру днища вакуумной камеры установлены магнетроны (четыре или шесть — в зависимости от конкретной установки), представляющие собой источники планарного типа. Магнитное поле арочной конфигурации способствует формированию на поверхностях мишеней кольцевой зоны эрозии (внутренний диаметр кольца 95 мм, внешний — 115 мм).

Распыляемые мишени через токопроводящий слой устанавливаются на поверхности магнетрона. В системе формирующегося газового разряда мишень является катодом. Проводящие ток мишени (металлы, легированный бором кремний и др.) можно распылять в разряде с постоянным током. Непроводящие мишени (бор, нитрид кремния и др.) распыляются высокочастотным разрядом. Источниками питания магнетронов служат стабилизированные блоки на постоянном токе, разработанные в ИФМ РАН. Эти блоки позволяют варьировать ток разряда в пределах 100–2000 мА при напряжениях от 100

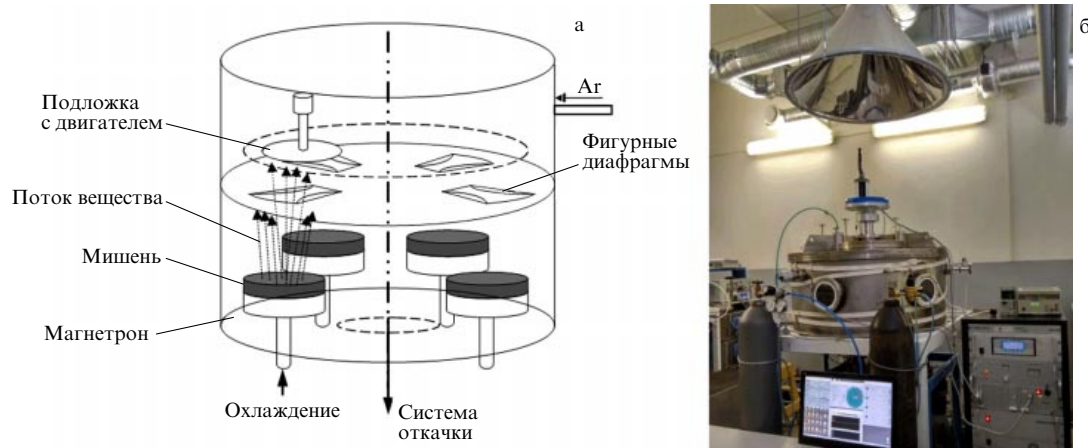


Рис. 3. Схема (а) и фотография (б) установки магнетронного напыления с комплексом сопутствующего оборудования.

до 500 В. Для высокочастотного распыления мишеней используются блоки фирмы Balzers с частотой 13,56 МГц. В процессе синтеза типичные значения электрической мощности находятся в пределах 150–250 Вт. Охлаждение магнетронов с мишенями производится посредством принудительной подачи воды с помощью помпы.

Индукция магнитного поля на поверхности мишени составляет $(4-7) \times 10^{-2}$ Тл (в зависимости от толщины мишени, которая может достигать 10 мм). Величина магнитного поля во многом определяет энергию частиц, попадающих на подложку. При малых значениях поля энергия возрастает пропорционально увеличению приложенного к разряду напряжения, что в свою очередь приводит к размытию межслоевых границ раздела [67]. Параметры магнитного поля в магнетронах описываемых установок обеспечивают диапазон напряжений 250–300 В при давлениях рабочего газа (аргона чистотой 99,998 %) в вакуумном объёме $(2-3) \times 10^{-2}$ Па. При этом характерные значения скорости роста плёнок составляют порядка $0,1-1$ нм с^{-1} (существенным образом зависят от материала мишени).

Технологический процесс синтеза происходит следующим образом. Подложка крепится на вращающемся диске, расположенном над магнетронами рабочей поверхностью вниз. Характерные расстояния мишень–подложка составляют 75–80 мм. При меньших расстояниях подложка попадает в область разряда, внося в него возмущения, что приводит к нестабильности процесса. При больших расстояниях убывает скорость роста плёнок (из-за уменьшения плотности распылённого вещества).

При вращении диска подложка проходит над работающими магнетронами. Их число определяется составом зеркала и может достигать четырёх или шести (в зависимости от технологической установки). Это позволяет наносить слои последовательно один за другим. За один оборот диска напыляется полный период структуры. Изменяя скорость прохождения подложки (угловую скорость вращения диска) над магнетронами, можно регулировать толщины напыляемых слоёв.

В дополнение к вращению диска подложка вращается вокруг своей оси с высокой угловой скоростью (до 10 оборотов в 1 с). Это обеспечивает равномерность покрытия по углу.

Для обеспечения равномерности толщины плёнок на требуемом уровне либо заданного распределения периода МРЗ по радиусу подложки над каждым магнетроном расположены фигурные прецизионные диафрагмы. Изменяя их форму, можно управлять распределением плотности потока вещества, поступающего на подложку. Точность управления распределением периода по площади зеркала составляет до 0,2 % от величины периода.

Высокие требования к периодичности напыляемых зеркал накладывают жёсткие условия на стабильность таких параметров технологического процесса, как давление рабочего газа в камере, электрическая мощность на магнетронах, скорость прохождения подложки над магнетронами. Флуктуации или дрейф значений этих параметров отражаются на толщинах растущих слоёв. В первом приближении зависимость можно считать линейной. Например, изменение электрической мощности на магнетроне на 1 % приведёт к такому же изменению толщины растущего слоя данного материала. Требование к точности поддержания величины периода МРЗ можно оценить как $\Delta d < d/N$, где Δd — амплитуда флуктуаций периода, d — период структуры, N — число отражающих периодов. Например, для Cr/Sc-MРЗ нормального падения [68], рассчитанного на длину волны 3,12 нм, период $d \approx 1,56$ нм, число периодов $N = 400$, допустимый разброс величин периодов по глубине не должен превышать $\Delta d < 0,004$ нм (или менее 0,25 %).

Решение задачи стабилизации параметров технологического процесса проводится с помощью программно-аппаратного комплекса на базе промышленного контроллера i-8431, совместимого с персональным компьютером. Контроль и протоколирование параметров процесса напыления осуществляются с помощью персонального компьютера. Кроме того, при синтезе необходимо учитывать возможное изменение условий, в частности состава остаточных газов, состояния поверхности мишени, температуры окружающей магнетрон арматуры. Для обеспечения стабильных параметров процесса перед началом нанесения многослойного покрытия на подложку необходимо добиться стационарных условий в камере синтеза.

Как правило, стационарные условия в камере синтеза создаются в ходе длительной (порядка 1 ч) холостой (без нанесения материалов на подложку) работы магнетро-

нов. В ходе холостой работы приходят в равновесие внешние условия, стравливается верхний, окисленный, слой мишени, выходит на стационарный уровень температура мишени и арматуры, устанавливается стационарное состояние атмосферы, состоящей из остаточных и рабочего газов.

Все образцы, описываемые в настоящей статье, наносились на суперполированные кремниевые пластины с эффективной среднеквадратичной шероховатостью в диапазоне пространственных частот $0,02\text{--}60\text{ мкм}^{-1}$ на уровне $0,3\text{ нм}$. Измерение шероховатости производилось на специальном стенде по методике, описанной в [69, 70].

4. Методы изучения внутреннего строения и коэффициентов отражения

Вследствие малости толщин (порядка $\lambda/4$) индивидуальных плёнок, составляющих МРЗ, коэффициенты отражения зеркал в наибольшей степени определяются состоянием межслоевых областей и шероховатостью. По сути, физика и технология многослойных рентгеновских зеркал — это физика и технология межслоевых границ (интерфейсов). Поэтому совершенствование рентгенооптических характеристик МРЗ непосредственно связано с изучением внутреннего строения МРЗ, прежде всего протяжённости и профиля межслоевых областей. Чувствительность методов должна находиться на ангстремном и субангстремном уровне.

4.1. Дифрактометрия в жёстком рентгеновском диапазоне

Одна из стандартных и широко используемых техник для контроля слоистых наноструктур — рефлектометрические измерения. Скорость и простота проведения измерений на лабораторных дифрактометрах, а также чувствительность метода к отличиям в толщинах плёнок на уровне 1 Å обуславливают популярность этого инструмента. Рефлектометрические измерения являются неразрушающими и не требуют специальной подготовки образцов, а измерения в жёстком рентгеновском (ЖР) диапазоне могут проводиться на воздухе, что ещё больше упрощает процесс измерения. Лабораторные дифрактометры, как правило, работают на линии меди $K_{\alpha 1}$ с длиной волны $0,154\text{ нм}$, а интенсивность источника позволяет измерять отражение до значений порядка 10^{-6} . В отдельных случаях динамический диапазон дифрактометра может достигать восьми порядков [71], что сравнимо с возможностями синхротронных станций. Величина отражения от границ раздела слоёв очень сильно зависит от состояния межслоевых интерфейсов. Последнее совместно с большим динамическим диапазоном дают поистине уникальное сочетание возможностей для изучения состояния интерфейсов и процессов, происходящих в них при росте и эксплуатации структуры. На рисунке 4 представлены кривые отражения от периодического Мо/Ве-зеркала до и после отжига.

Рефлектометрическая диагностика является опосредованным методом — интерпретация результатов существенным образом зависит от модели структуры, используемой для решения обратной задачи [72]. Основным методом анализа рефлектометрических кривых является построение модели структуры на основе априорной информации и общефизических соображений и численная подгонка параметров, таких как толщины, плот-

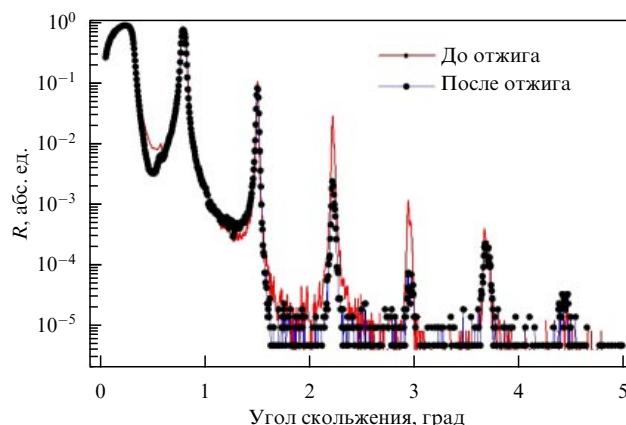


Рис. 4. (В цвете онлайн.) Кривые отражения от периодического Мо/Ве-зеркала до и после отжига на воздухе в течение 2 ч при температуре 350°C . Длина волны $0,154\text{ нм}$.

ности слоёв, эффективные шероховатости и переходные слои интерфейсов [73]. Модель интерфейсов при этом жёстко задана. Конечно, такой подход может быть оправданным, только если априорная модель достаточно хорошо описывает структуру. Обнаружение новых и исследование малоизученных особенностей в распределении вещества при такой постановке задачи затруднено или вообще невозможно.

Для МРЗ представление в виде простой модели — традиционный и в некотором смысле естественный подход. Дело в том, что коэффициент отражения от периодической бинарной структуры с резкими границами может быть найден в аналитическом виде [74, 75]. При применении модели размытия границ в ряде случаев могут быть использованы модифицированные коэффициенты отражения от каждой границы раздела сред. Наиболее известные из таких поправок — это факторы Нево–Кросе и Дебая–Валлера [76], справедливые для переходного слоя в виде функции ошибок $\text{erf}(x)$. Для переходных слоёв других видов также могут быть найдены модифицирующие факторы [77]. Использование модифицированных коэффициентов отражения вместо френелевских позволяет применять аналитическое выражение для расчёта и оптимизации периодических МРЗ.

Несмотря на чувствительность коэффициента отражения к толщине и форме межслоевых интерфейсов, рефлектометрия не позволяет разделить вклады взаимопроникновения материалов слоёв и шероховатости. Здесь на помощь приходит техника измерения малоуглового рассеяния ЖР-излучения на шероховатостях образца. Высота и статистика шероховатостей отвечают за интенсивность и угловое распределение рассеянного излучения, а межслоевая корреляция в интерференционных структурах (каковыми являются МРЗ) приводит к конструктивной или деструктивной интерференции рассеянного излучения [78, 79]. Благодаря интерференции в МРЗ формируются незеркальные, так называемые квазибрэгговские резонансы. Пример такого резонанса приведён на рис. 5б, в окрестности угла $1,5^\circ$ от зеркального направления. По ширине, высоте и угловому положению квазибрэгговских пиков можно делать вывод о высоте и глубине корреляции пространственной гармонике шероховатости в глубь структуры.

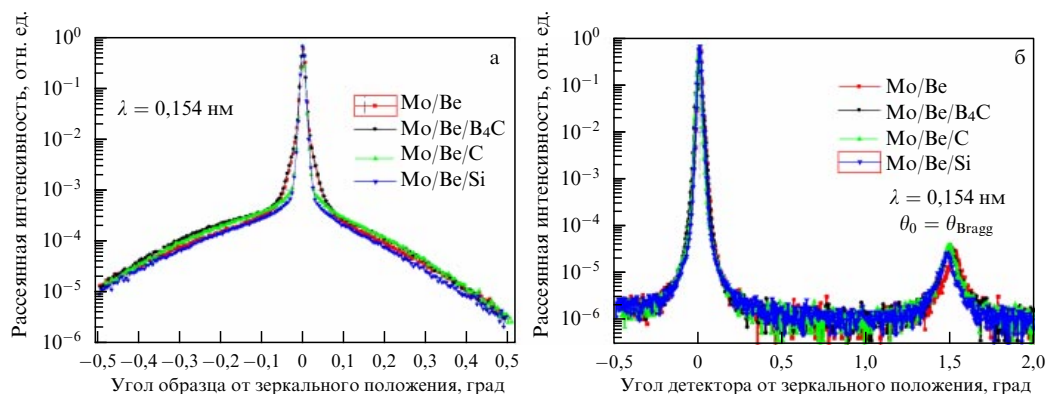


Рис. 5. (В цвете онлайн.) (а) Кривые качания вблизи зеркального отражения (первого брэгговского пика) для периодических МРЗ на основе Mo/Be. (б) Результат сканирования детектором в окрестности зеркального направления и квазибрэгговского пика.

4.2. Рефлектометрия в мягком рентгеновском и вакуумном ультрафиолетовом диапазонах

Если рефлектометрия в ЖР-диапазоне широко используется для контроля слоистых наноструктур в самых разных областях науки и технологии, то измерение коэффициентов отражения в мягком рентгеновском (МР) и вакуумном ультрафиолетовом диапазонах — это гораздо более нишевая методика, наиболее часто применяемая именно для характеристики рентгенооптических элементов. В значительной степени эти измерения проводятся на рабочих длинах волн и, таким образом, не просто служат источником вспомогательной информации для последующего численного восстановления структуры, но и являются способом аттестации покрытий и получения финальной информации о их целевых характеристиках.

Для измерений в указанном спектральном диапазоне требуется работа в вакуумной камере, а интенсивность источников МР- и ВУФ-излучения значительно ниже таковой в ЖР-области. В ИФМ РАН используются несколько лабораторных рефлектометров разных типов для оперативной метрологии напыляемых зеркал. Рефлектометр первого типа основан на спектрометре-монохроматоре РСМ-500. Источник излучения — рентгеновская трубка со сменными мишенями, позволяющая пере-

крыть диапазон длин волн 0,9–25 нм [80]. Другой рефлектометр на базе монохроматора ЛНТ-30 с тороидальной решёткой [81] использует газоразрядный источник и позволяет проводить измерения в диапазоне длин волн 30–200 нм. Третий рефлектометр со спектрометром Черни–Тюрнера и широкополосным лазерно-плазменным источником даёт возможность проводить измерения в диапазоне длин волн 5–50 нм, причём в непрерывном спектре, что принципиально важно при аттестации широкополосных аperiodических зеркал [82]. Лабораторные измерения регулярно сравниваются с прецизионными данными, полученными на канале Optics Beamline синхротрона BESSY-2 (от нем. Berliner Elektronenspeicherring-Gesellschaft für Synchrotronstrahlung) (Берлин) [83, 84], одного из мировых метрологических центров. Пример рефлектометрических кривых одного и того же образца, полученных в ИФМ РАН и на BESSY-2, приведён на рис. 6.

4.3. Просвечивающая электронная микроскопия

По данным рентгеновской рефлектометрии невозможно однозначно восстановить структуру межслоевых интерфейсов, для этого требуется дополнительная информация. Электронная микроскопия поперечных срезов многослойных структур представляет собой способ получить эту информацию, в частности позволяет сравнить интерфейсы внутри одной структуры и однозначно установить, какая из границ является более резкой, а какая — более размытой. В высокоразрешающем режиме (высокоразрешающая просвечивающая электронная микроскопия — High-Resolution Transmission Electron Microscopy, HRTEM) пространственное разрешение метода достигает субнанометровых значений.

Подготовка образцов для электронной микроскопии, в отличие от их подготовки в рентгеновских методах исследования, достаточно сложна. Она начинается с вырезания ламелей с помощью фокусированных ионных пучков Ga⁺ с энергией 30 кВ. Полученные поперечные срезы имеют толщину около 1–2 мкм и не подходят для непосредственного анализа методами просвечивающей микроскопии. Поэтому в ламели дополнительно фокусированным ионным пучком Ga⁺ 30 кВ протравливаются области толщиной 50–150 нм [85]. При таком травлении образуется нарушенный слой, не позволяющий получать качественные микрофотографии высокого разрешения. Более того, если ламель после травления высокоэнерге-

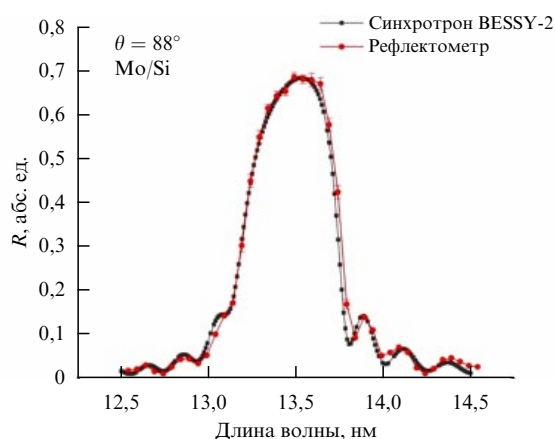


Рис. 6. (В цвете онлайн.) Спектральная зависимость коэффициента отражения Mo/Si-зеркала, измеренная на лабораторном рефлектометре и на синхротроне BESSY-2. Угол скольжения (от поверхности) 88°.

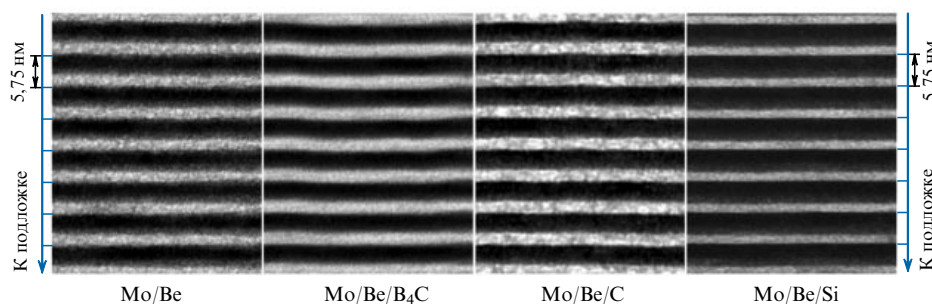


Рис. 7. HRTEM-изображения сечений МРЗ на основе бериллия. Светлые области соответствуют прозрачному материалу (Be), а тёмные — непрозрачному (Mo).

тическими ионами будет иметь малую толщину, то она будет целиком состоять из нарушенного слоя и фактически из образца нельзя будет извлечь никакой качественной или количественной информации. Поэтому ламели дополнительно подвергались травлению ионами Ag^+ с энергией 300 эВ. И уже таким образом подготовленные образцы исследовались методами просвечивающей электронной микроскопии [86, 87]. На рисунке 7 приведены фотографии срезов четырёх МРЗ на основе бериллия.

Помимо информации об интерфейсах, картина дифракции электронов на образце несёт информацию о периоде МРЗ и степени кристалличности материалов слоёв.

4.4. Вторичная ионная масс-спектрометрия

Вторичная ионная масс-спектрометрия (ВИМС) не обладает ангстремным разрешением по глубине и не позволяет определить точное значение концентрации химических элементов в слоях многослойной структуры, а может дать лишь её оценку, однако в последнее время ВИМС находит всё большее применение для изучения внутреннего строения МРЗ [88–90]. В ряде случаев благодаря улучшению алгоритмов восстановления профиля концентрации по данным ВИМС удаётся обнаружить асимметрию распределения элементов в пределах слоя. В частности, авторам [91] удалось объяснить механизм влияния тонких барьерных прослоек углерода в $\text{La}/\text{B}_4\text{C}$ -МРЗ на наблюдаемое увеличение коэффициента отражения этих зеркал в окрестности $\lambda = 6,7$ нм [51]. В [92] было показано уменьшение ширины переходных областей и

увеличение глубины модуляции Al и Be в Be/Al -МРЗ с кремниевыми прослойками. Результаты измерений полностью коррелируют с данными рентгеновского отражения. В [93] только использование ВИМС-методики позволило объяснить наблюдаемое увеличение коэффициента отражения Mo/Be -МРЗ примерно на 1 % на длине волны 11,4 нм при вакуумном отжиге в течение 1 ч и последующее его уменьшение с увеличением времени отжига. Измеренные профили концентрации кислорода в слоях (рис. 8) показали, что в приготовленных образцах максимумы концентрации приходится на бериллиевые плёнки. После отжига модуляции кислорода убывают, что указывает на уход части кислорода в молибденовые плёнки. Так как в условиях брэгговского резонанса пучность стоячей волны находится в бериллиевых плёнках, среднее поглощение в МРЗ уменьшается, что и приводит к возрастанию коэффициента отражения. Уменьшение коэффициента отражения с возрастанием времени отжига связано с увеличением глубины окисления верхних слоёв МРЗ и, как следствие, с дополнительным поглощением. В целом, для технологии МРЗ защитные (антиоксидантные) слои играют важную роль, особенно в ВУФ-области, где поглощение кислорода велико. Используемый часто метод подгонки кривых отражения всегда даёт неоднозначные решения, поэтому ВИМС-исследования распределения кислорода по глубине могут предоставить дополнительную информацию, позволяющую скорректировать модель при подгонке кривых отражения.

Метод ВИМС может быть очень полезным при изучении различных кинетических процессов, связанных с перемещением атомов в многослойных плёночных структурах. Например, в [94] наблюдалось полное растворение бора из защитного верхнего слоя B_4C в глубь тонкоплёночной структуры при отжиге. На наш взгляд, исследователи в области многослойных рентгеновских и нейтронных зеркал ещё не осознали в полной мере широкие возможности ВИМС и, соответственно, не уделяют должного внимания этому перспективному методу диагностики многослойных тонкоплёночных структур.

5. Внутреннее строение и отражательные характеристики бериллийсодержащих многослойных рентгеновских зеркал

5.1. Многослойные рентгеновские зеркала для фотолитографии

Как отмечалось во введении, для литографических применений первостепенное значение имеют величина

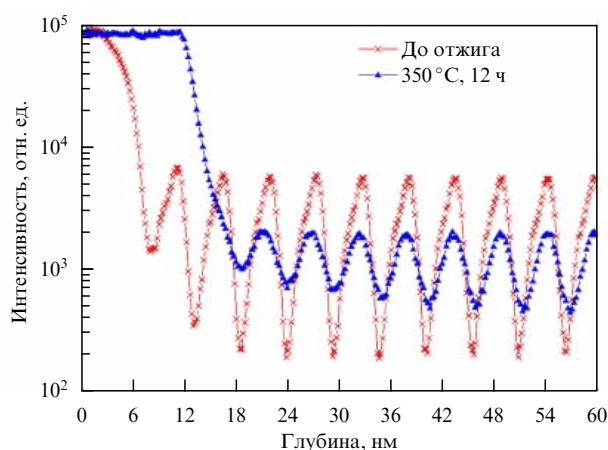


Рис. 8. Динамика распределения кислорода в Mo/Be -МРЗ до и после отжига в течение 12 ч.

коэффициента отражения и ширина спектральной полосы МРЗ. При оптимальных значениях этих параметров может быть достигнута максимальная эффективность использования полезного излучения источника, так как ширины эмиссионных линий ионов Sn и Xe больше, чем полоса пропускания оптической системы литографа [49, 95–97]. Причём в многозеркальной системе (а в современном ВУФ-литографе имеется до 12 зеркал) [98] увеличение коэффициента отражения даже на 1,5 %, например с 70 % до 71,5 %, приведёт к увеличению производительности литографического процесса почти на 30 %, что с учётом масштабов производства микроэлектроники является уже прорывным результатом.

Нами изучалась возможность повышения коэффициента отражения Мо/Ве-зеркал. В ходе исследований на длине волны 11,3 нм при угле падения от нормали 6° получен коэффициент отражения 70,25 % [87], что является абсолютным повторением ранних результатов, опубликованных в [43]. Проведённое нами исследование показало, что основной причиной пониженного, по сравнению с теоретическим значением 76 %, коэффициента отражения являются протяжённые границы, причём наихудшая граница — Мо-на-Ве.

Аналогичные результаты получены и на МРЗ типа Ru/Ве, коэффициент отражения оказался существенно меньше 70 %.

Для решения этой проблемы нами была изучена возможность улучшения границ за счёт тонких прослоек С, В₄С и Si, хорошо зарекомендовавших себя в других системах [53, 54, 99, 100]. Так как худшей границей является Мо-на-Ве, прослойки наносились на Ве-слои. На рисунке 9 приведены результаты подгонки для экспериментальных кривых отражения образцов с прослойками и без них. В левой части рис. 9 показаны угловые зависимости коэффициента отражения на длине волны 0,154 нм, в центре — на длинах волн 11,3–11,4 нм, а в правой части — спектральные зависимости коэффициентов отражения в области $\lambda = 11,4$ нм, измеренные при угле падения от нормали 2°. Красные кривые с символами обозначают экспериментальные данные, синие кривые — результаты подгонки. Восстановленные по этим данным параметры МРЗ приведены в таблице.

Как видно из таблицы и рис. 9а, б, г, д, ж, з, к, л, прослойки только ухудшили коэффициент отражения Мо/Ве-МРЗ в ВУФ-области. В случае В₄С- и С-прослоек это связано с увеличением ширины переходных областей, причём за счёт увеличения межслоевой шероховатости, а

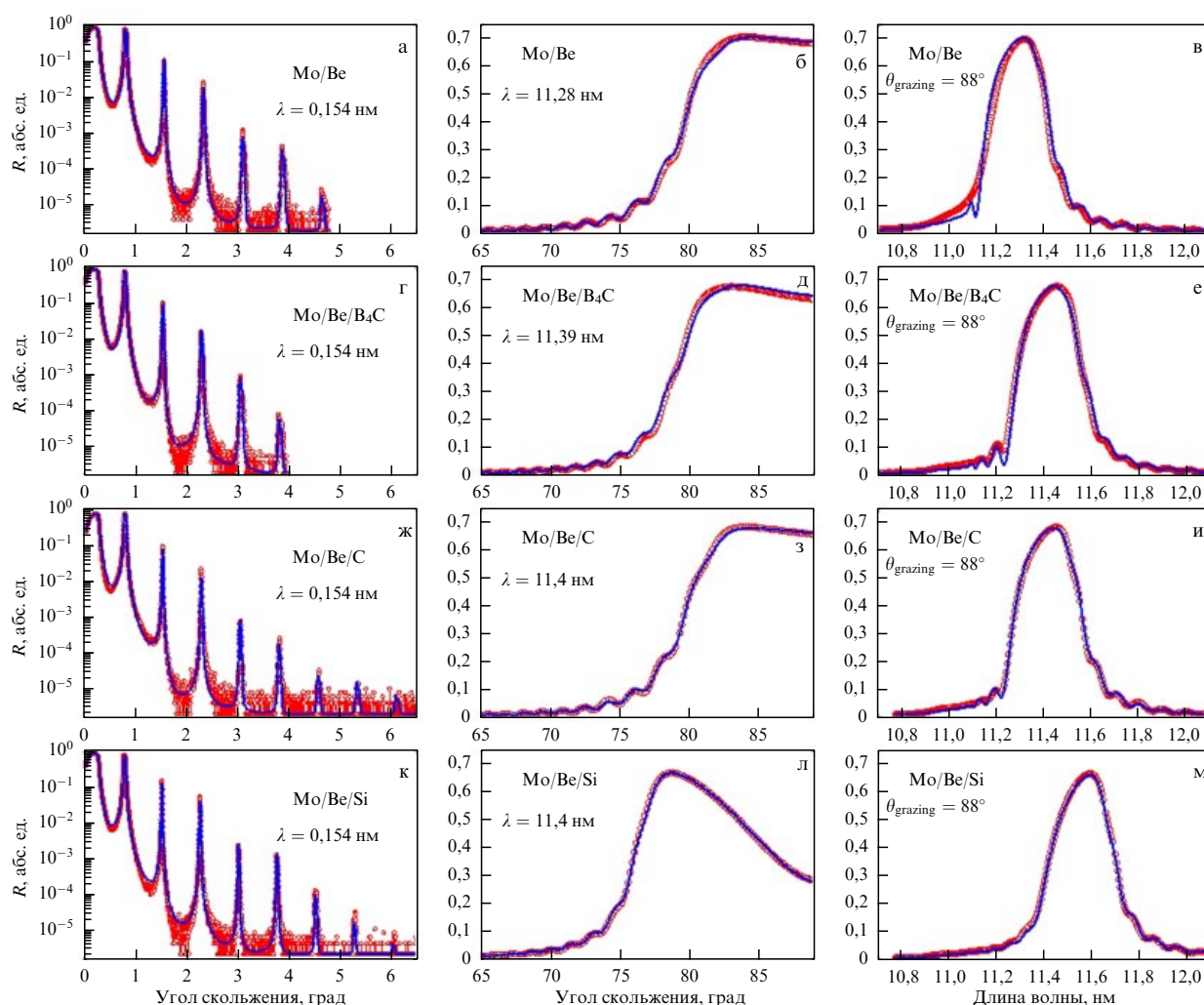


Рис. 9. (В цвете онлайн.) Экспериментальные кривые отражения и восстановленные по ним кривые отражения. Красные кривые с символами соответствуют экспериментальным данным, синие кривые — результатам подгонки.

Таблица. Основные характеристики образцов, полученные подгонкой кривых рентгеновского отражения *

Образец	Состав	$\langle d \rangle$, нм	$\langle h(M) \rangle$, нм	Ширина переходных областей, нм	$\Delta\lambda_{1/2}$, нм	$\lambda_{\text{peak}} (88^\circ)$, нм	R , %
D364	Mo/Be	5,67	$h(\text{Be}) = 3,44$ $h(\text{Mo}) = 2,23$	Mo-на-Be = 0,67 Be-на-Mo = 0,33	0,26	11,31	69,7
D366	Mo/Be/B ₄ C	5,75	$h(\text{B}_4\text{C}) = 0,36$ $h(\text{Be}) = 3,34$ $h(\text{Mo}) = 2,05$	Mo-на-B ₄ C = 0,74 B ₄ C-на-Be = 0,77 Be-на-Mo = 0,5	0,29	11,45	67,6
D381	Mo/Be/C	5,78	$h(\text{C}) = 0,39$ $h(\text{Be}) = 2,95$ $h(\text{Mo}) = 2,44$	Mo-на-C = 0,6 C-на-Be = 0,87 Be-на-Mo = 0,39	0,29	11,45	68,2
D383	Mo/Be/Si	5,85	$h(\text{Si}) = 0,48$ $h(\text{Be}) = 3,04$ $h(\text{Mo}) = 2,33$	Mo-на-Si = 0,72 Si-на-Be = 0,16 Be-на-Mo = 0,28	0,29	11,59	66,5

* $\langle d \rangle$ — среднее значение периода, $\langle h(M) \rangle$ — усреднённая по всем периодам толщина плёнки.

не диффузии материалов, что показали результаты исследований диффузного рассеяния рентгеновского излучения и атомной силовой микроскопии поверхности образцов. С кремниевой прослойкой наблюдается сглаживание границы Ве-на-Мо. Уменьшение коэффициента отражения в окрестности $\lambda = 11,4$ нм связано с сильным поглощением кремния за L-краем поглощения, $\lambda = 12,4$ нм. Результаты этого исследования подробно изложены в [87]. Несмотря на то что увеличить коэффициент отражения Mo/Be-MPЗ в ВУФ-диапазоне с помощью прослоек не удалось, тем не менее важным результатом исследования, о котором будет говориться ниже, стало сглаживание границ за счёт Si-прослойки.

Исследование влияния вакуумного отжига на Mo/Ве-зеркала показало возможность некоторого увеличения коэффициента отражения. Эффект нестабилен из-за идущего параллельно процесса окисления верхних слоёв. Также, как видно по данным ВИМС, после изготовления образцов верхний период MPЗ частично окислен, что с учётом двукратного прохождения волны при отражении снижает коэффициент отражения зеркала. Для решения этой проблемы были синтезированы Mo/Be-MPЗ с защитным верхним Ru-слоем. Толщина слоя, которая вы-

биралась оптимальной с точки зрения максимума отражения в ВУФ-области, составила 1,8 нм. На рисунке 10 приведена спектральная зависимость коэффициента отражения этого образца в ВУФ-диапазоне. Угол падения излучения от нормали 5° . Измерения проводились на рефлектометре с лазерно-плазменным источником рентгеновского излучения и монохроматором с плоской дифракционной решёткой [82]. Спектральная ширина зондового пучка 0,03 нм.

Как видно из рис. 10, коэффициент отражения образца Mo/Be с Ru-защитным слоем стал больше и после отжига составил рекордно высокую величину $R = 71,2 \pm 0,6\%$ при ширине спектральной кривой отражения на полувысоте $\Delta\lambda_{1/2} = 0,32$ нм.

Как отмечалось выше, одним из интересных результатов стало сглаживание шероховатости в Mo/Ве-зеркала при использовании кремниевых прослоек. В работе [101] впервые было теоретически рассмотрено возможное влияние этого эффекта на коэффициенты отражения классических Mo/Si-MPЗ на длине волны 13,5 нм. Было показано, что, используя Ве-прослойки толщиной около 1,4 нм на границе Si-на-Mo, можно ожидать в окрестности длины волны 13,5 нм значения коэффициента отражения более 72 %. Важность этого результата для литографии заключается в том, что рекордно высокий коэффициент отражения 70,15 % был получен более 10 лет назад на Mo/B₄C/Mo/B₄C-MPЗ [99]. Эксперимент был проведён, и результаты исследований представлены в [102]. На рисунке 11 приведены угловые зависимости коэффициента отражения Mo/Be/Si-MPЗ, измеренные на длинах волн 13,5 и 12,9 нм. На длине волны 13,5 нм коэффициент отражения $R = 71,89\%$, а на $\lambda = 12,9$ нм $R = 72,83\%$. Полуширина спектральной кривой отражения на $\lambda = 13,5$ нм составила около 0,52 нм, что пока уступает таковой для классических Mo/Si-зеркал, составляющей около 0,53 нм. Это расхождение связано с тем, что в нашем эксперименте толщина бериллиевой прослойки была неоптимальной. Кроме того, на границе Мо-на-Si не было барьерных B₄C-прослоек, тогда как в эксперименте [99] они присутствовали. Поэтому мы надеемся повысить спектральную ширину кривой отражения в структуре Mo/Be/Si/B₄C. Предварительный эксперимент подтвердил эти ожидания — кривая отражения в четырёхкомпонентной структуре увеличилась до $\Delta\lambda_{1/2} = 0,535$ нм [103].

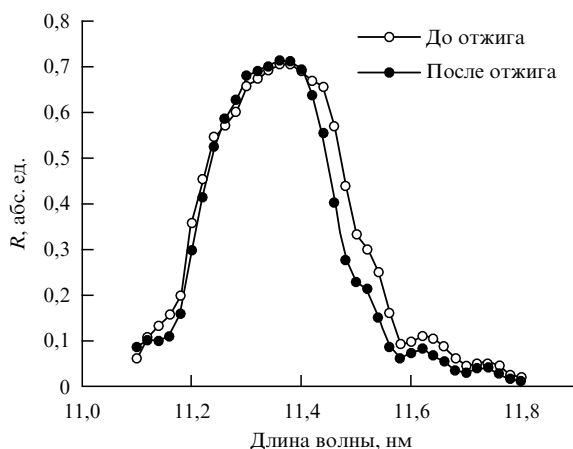


Рис. 10. Спектральные зависимости коэффициента отражения в ВУФ-диапазоне Mo/Ве-зеркала с защитным Ru-слоем, угол падения излучения на образец от нормали 5° , после изготовления и после отжига в вакууме в течение 1 ч при температуре 300°C .

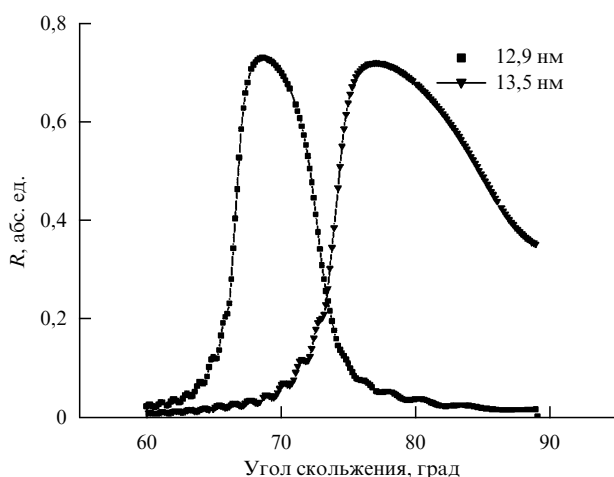


Рис. 11. Угловые зависимости коэффициента отражения Mo/Be/Si-MP3, измеренные на длинах волн 13,5 и 12,9 нм.

5.2. Многослойные рентгеновские зеркала для изучения короны Солнца

в вакуумном ультрафиолетовом диапазоне

Как отмечалось в разделе 4, благодаря низкому поглощению использование бериллия в качестве рассеивающего материала в паре с алюминием и магнием позволяет одновременно получать и высокие коэффициенты отражения, и высокую спектральную селективность в диапазоне длин волн 17,1–40 нм. В [100] впервые были изготовлены Be/Al-MP3 и изучены их отражательные характеристики в спектральной области 17,1–17,5 нм. На рисунке 12а приведены расчётная для случая идеальных границ (сплошная кривая) и измеренная (кривая с символами) угловые зависимости коэффициента отражения на длине волны 17,14 нм. Как видно из рисунка, коэффициент отражения составил около 43 % при теоретически возможном 66 %. Причиной этого является большая межслоевая шероховатость, которая, по результатам подгонки кривой отражения на длине волны 0,154 нм (рис. 12б), составила $\sigma = 1,3$ нм.

Для решения этой проблемы были изучены влияние кремниевых прослоек на структуру переходных областей и коэффициенты отражения рентгеновского излучения. Из известных эффективных прослоек для "инженерии

границ" в MP3 Si имеет минимальное поглощение в этой области и, следовательно, является перспективным материалом. Прослойки наносились на разные границы, изменялась их толщина. В ходе исследований было обнаружено, что коэффициенты отражения в ВУФ-области возрастают при нанесении Si на любую границу (или сразу на обе), однако максимума коэффициент отражения достигает при нанесении прослойки кремния толщиной 0,8–1 нм только на одну границу — поверхность бериллия.

На рисунке 13 приведены угловые зависимости коэффициентов отражения Be/Si/Al-MP3 на длинах волн 17,14 и 0,154 нм. Как видно из рисунка, в ВУФ-диапазоне коэффициент отражения увеличился почти в 1,5 раза, а на кривой с $\lambda = 0,154$ нм появились дальние брэгговские пики отражения. Причиной возрастания коэффициента отражения явилось снижение межслоевой шероховатости от 1,3 нм до 0,7 нм. Качественно мы объясняем этот эффект тем, что плёнки алюминия на начальной стадии своего роста имеют мелкокристаллическую структуру. С увеличением толщины размеры кристаллитов возрастают, что приводит к увеличению шероховатости поверхности плёнки. Аморфные прослойки кремния препятствуют росту кристаллитов, так как на каждом периоде на аморфной поверхности начинает расти плёнка алюминия.

В [104] были изучены отражательные свойства Be/Si/Al-MP3 на длине волны 30,4 нм (линия HeII). На рисунке 14 приведены угловые зависимости коэффициента отражения образца Be/Si/Al, снятые на длине волны 30,4 нм сразу после напыления, через 8 месяцев и через 20 месяцев. Как видно из рисунка, за 20 месяцев хранения на воздухе коэффициент отражения изменился не более чем на 2 %.

Для этой же структуры снималась спектральная зависимость $R(\lambda)$ при угле падения излучения 2° от нормали. Результаты измерений приведены на рис. 15. Максимум коэффициента отражения составил $R = 34,3\%$, а спектральная селективность $\Delta\lambda_{1/2} = 1$ нм. И по коэффициенту отражения после длительного хранения, и по спектральной селективности Be/Si/Al-MP3 превосходит структуры, используемые другими исследовательскими группами. В диапазоне длин волн 17,1–40 нм эта многослойная структура будет использована в готовящихся

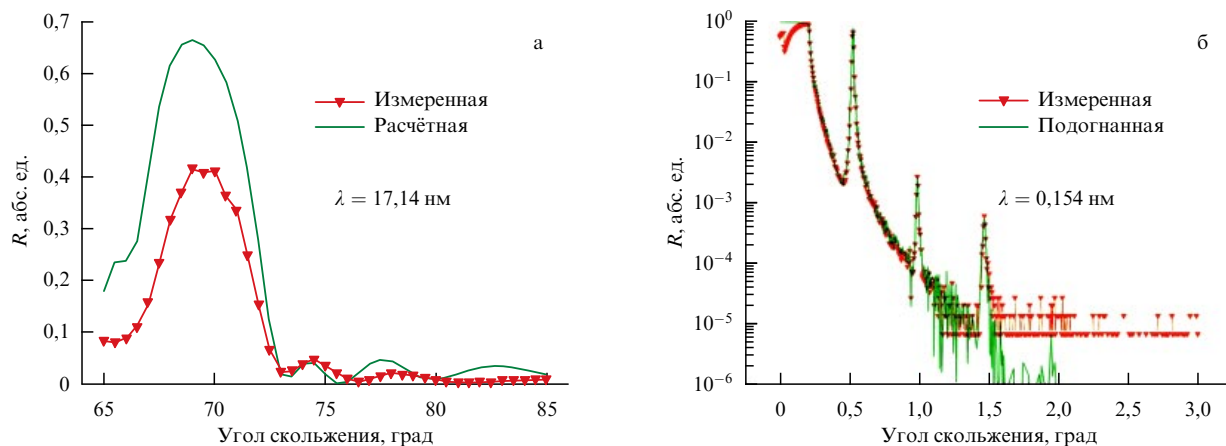


Рис. 12. (В цвете онлайн.) (а) Угловые зависимости коэффициентов отражения Be/Al-MP3 на длине волны 17,14 нм: расчётная для случая идеальных границ (сплошная кривая) и измеренная (кривая с символами). (б) Измеренная (кривая с символами) и подогнанная (сплошная кривая) угловые зависимости коэффициента отражения на длине волны 0,154 нм.

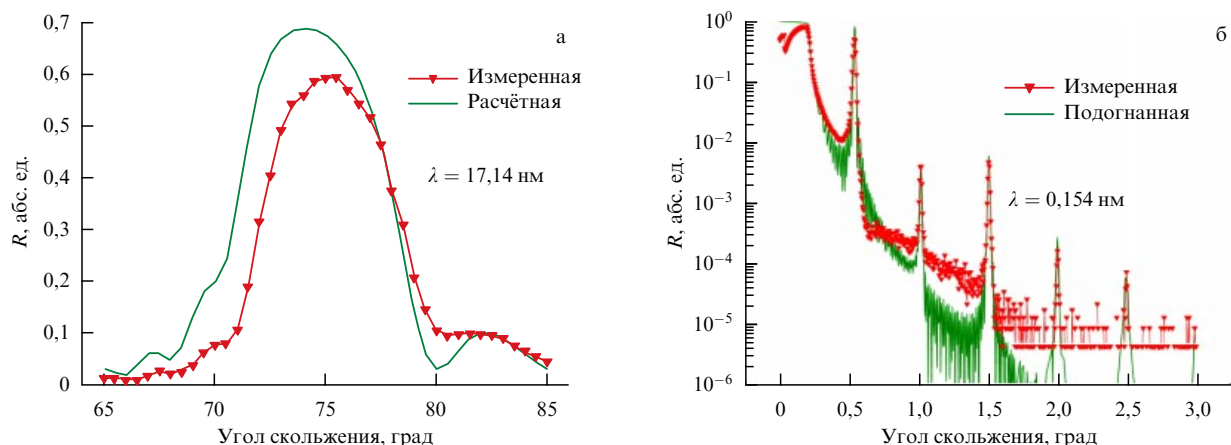


Рис. 13. (В цвете онлайн.) (а) Угловые зависимости коэффициентов отражения Be/Si/Al-MPЗ на длине волны 17,14 нм: расчётная для случая идеальных границ (сплошная линия) и измеренная (кривая с символами). (б) Измеренная (кривая с символами) и подогаанная (сплошная кривая) угловые зависимости коэффициента отражения на длине волны 0,154 нм.

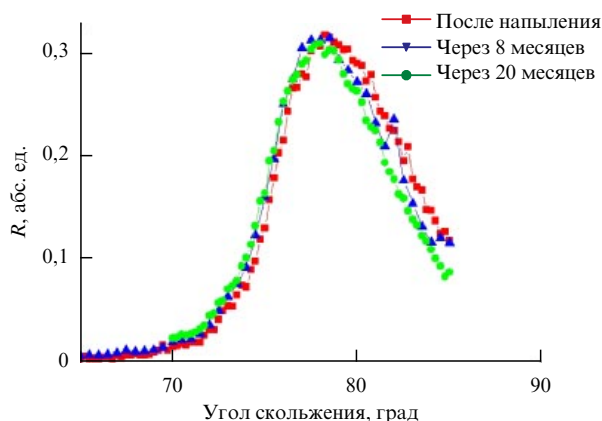


Рис. 14. (В цвете онлайн.) Угловые зависимости коэффициента отражения Be/Si/Al-зеркала, снятые на длине волны 30,4 нм сразу после напыления, через 8 месяцев и через 20 месяцев.

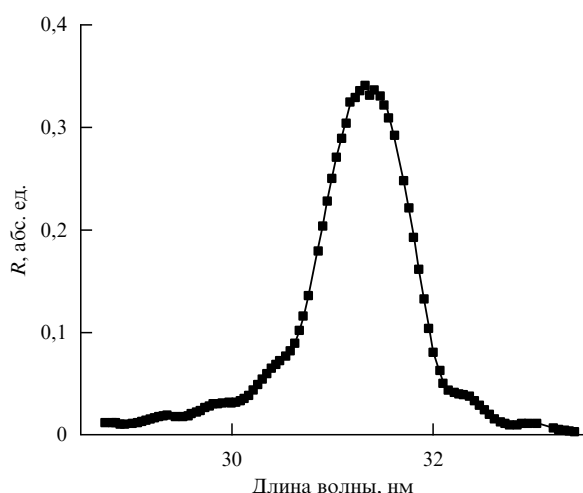


Рис. 15. Спектральная зависимость коэффициента отражения Be/Si/Al-зеркала, снятая при угле падения излучения 2° от нормали.

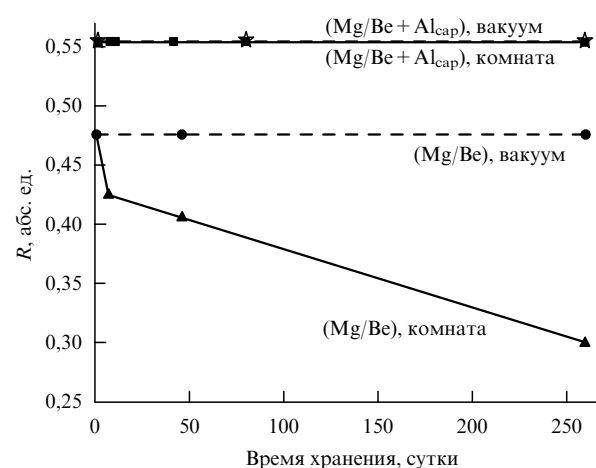


Рис. 16. Сравнение временных зависимостей коэффициентов отражения Mg/Be-MPЗ и Mg/Be + Al_{cap}-MPЗ, хранившихся в комнатных условиях и в форвакууме (при давлении 100 Па).

ниевые. Однако магнийсодержащим зеркалам присуща нестабильность рентгенооптических характеристик, прежде всего из-за сильного окисления магния. В [105] были изучены отражательные характеристики Be/Mg-MPЗ в ВУФ-диапазоне и их долговременная стабильность. Изучались как простые двухкомпонентные Mg/Be-MPЗ, так и структуры с тонкой защитной плёнкой алюминия, осаждённой сверху, Mg/Be + Al_{cap}. После синтеза зеркала хранились в разных условиях: половина образцов находилась в комнатных условиях, а другая их половина — в форвакууме (давление остаточной атмосферы ~ 100 Па). На рисунке 16 приведены зависимости коэффициентов отражения для этих образцов на длине волны 30,4 нм от времени наблюдения.

Как видно из рис. 16, в отсутствие защитного покрытия наблюдается сильная деградация коэффициента отражения Be/Mg-MPЗ. За девять месяцев этот коэффициент уменьшился от 49 % до 30 %. Исходя из того что образец, помещённый в вакуум, продемонстрировал высокую стабильность, можно сделать вывод, что ключевым фактором, приводящим к деградации коэффициента отражения, является окисление.

в настоящее время проектах солнечных исследований "Арка" и "Кортес" [19, 28].

Как отмечалось ранее, с точки зрения оптических констант магнийсодержащие зеркала превосходят алюми-

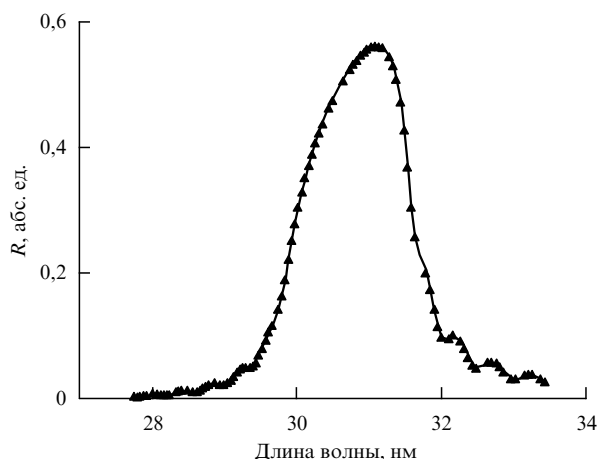


Рис. 17. Спектральные зависимости коэффициентов отражения Mg/Be + Al_{сap}-MP3 для образцов, хранившихся в атмосфере (символы) и в вакууме (сплошная кривая).

На рисунке 17 приведены спектральные зависимости коэффициентов отражения Mg/Be + Al_{сap}-MP3 для образцов, хранившихся в атмосфере (символы) и в вакууме (сплошная кривая). Угол падения излучения 2° от нормали. Кривые сняты спустя девять месяцев после напыления. При очень хорошей временной стабильности данная структура обладает рекордно высоким коэффициентом отражения $R = 56\%$ при умеренной полосе пропускания $\Delta\lambda_{1/2} = 1,6$ нм ($\lambda/\Delta\lambda \approx 20$).

Охарактеризуем вклад, который бериллийсодержащие MP3 внесли в современную многослойную рентгеновскую оптику для ВУФ-диапазона. На рисунке 18 приведены рекордные коэффициенты отражения зеркал нормального падения, полученные в ИФМ РАН за последние четыре года с использованием бериллия (звёзды) и ранее другими исследовательскими группами. Как видно из рис. 18, в спектральной области 11–40 нм все результаты превзошли мировой уровень, а в некоторых спектральных областях коэффициент отражения был увеличен почти в два раза.

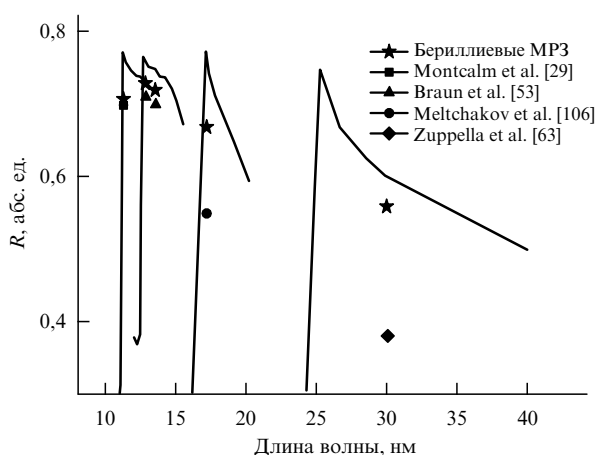


Рис. 18. Рекордные коэффициенты отражения зеркал нормального падения в ВУФ-диапазоне. Звёздами показаны результаты, соответствующие бериллийсодержащим MP3, изготовленным в ИФМ РАН, другими символами — результаты, полученные в работах [29, 53, 63, 106]. Сплошные кривые — теоретические зависимости.

6. Заключение

Результаты экспериментальных исследований MP3 на основе бериллия для диапазона длин волн 17,1–40 нм указывают на эффективность предложенной в [100] идеи использовать Ве в качестве рассеивающего материала. Благодаря малому поглощению MP3 на основе Ве показали одновременно рекордно высокие коэффициенты отражения и спектральную селективность, а также достаточную для практических применений долговременную стабильность рентгенооптических характеристик. В области длин волн за L-краем поглощения Mg ($\lambda_L = 25,07$ нм) коэффициенты отражения увеличились почти в два раза по сравнению с таковыми для альтернативных составов MP3. До конца не понятны механизмы долговременной стабильности зеркал на основе Ве/Al и Mg/Be + Al_{сap}-зеркал с алюминиевым защитным слоем. Очевидно, что это связано с границей Al-на-Ве, так как в случае Ве/Mg-образцов, если Al наносится на Mg, то барьерные свойства Al исчезают и зеркало деградирует практически с такой же скоростью, как и в отсутствие защитного Al-слоя.

Бериллий оказался полезным материалом для литографии, причём для длины волны как 13,5 нм, так и 11,3 нм. В настоящей статье впервые сообщается о достигнутом коэффициенте отражения $R = 71,2\%$ с помощью Mo/Be + Ru_{сap}-MP3 на длине волны 11,3 нм. Рекордно высокий коэффициент отражения получен благодаря защитному верхнему слою из Ru и вакуумному отжигу структуры. Нерешёнными проблемами остались относительно узкая полоса пропускания Mo/Be/Si-MP3 на длине волны 13,5 нм и относительно невысокий (менее 70 %) коэффициент отражения Ru/Be-зеркал в области длины волны 11,3 нм. Предварительные результаты показывают, что обе эти проблемы могут быть решены посредством оптимизации толщины Ве-прослойки и применения прослойки В4С на второй границе в Mo/Si-MP3, а также за счёт введения Мо-прослойки в Ru/Ве.

Благодаря низкому поглощению в MP-диапазоне, малым плотности и атомному номеру бериллий обеспечивает высокий оптический контраст практически со всеми материалами. Поэтому Ве является крайне перспективным в этом диапазоне длин волн. В дальнейших исследованиях будут изучены Cr/Ве-, Ni/Ве- и W/Ве-MP3 для диапазона длин волн 0,01–4 нм. Первые экспериментальные данные, приведённые в [107], указывают на хорошие перспективы этого направления.

В заключение отметим, что все полученные рекордные результаты подчёркивают современную тенденцию развития многослойной рентгеновской оптики, а именно использование барьерных слоёв внутри MP3 и защитных слоёв на поверхности. Время простых двухслойных систем уже прошло. Поэтому актуальной задачей является ревизия полученных ранее результатов на ставших уже "классическими" MP3, благодаря чему можно ожидать существенного улучшения их рентгенооптических характеристик.

Работа выполнена с использованием оборудования центра коллективного пользования "Физика и технология микро- и наноструктур" ИФМ РАН в рамках государственного задания ИФМ РАН (тема 0035-2014-0204) при поддержке Российским фондом фундаментальных исследований (гранты 19-07-00173, 19-02-00081,

18-02-173, 18-02-00588, 17-52-150006, 18-42-520007, 18-32-00671, 18-32-00173).

Список литературы

- Schuster M, Gobel H J. *Phys. D* **28** A270 (1995)
- Underwood J H, Barbee T W (Jr.) *Nature* **294** 429 (1981)
- Störmer M et al. *J. Synchrotron Rad.* **25** 116 (2018)
- Störmer M et al. *Rev. Sci. Instrum.* **87** 051804 (2016)
- Bilderback D H et al. *J. Synchrotron Rad.* **7** 53 (2000)
- Takacs P Z. *Synchrotron Radiat. News* **2** 24 (1989)
- Chkhhalo N I et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **359** 121 (1995)
- Zhang L et al. *J. Phys. Conf. Ser.* **425** 052029 (2013)
- Windt D L, Bellotti J A. *Appl. Opt.* **48** 4932 (2009)
- Jonnard P et al. *Proc. SPIE* **7360** 73600O (2009)
- Windt D L et al. *Proc. SPIE* **5168** 1 (2004)
- Li H et al. *Proc. SPIE* **7995** 79951E (2010)
- Bogachev S A et al. *Appl. Opt.* **55** 2126 (2016)
- Wu W-J et al. *Chinese Phys. Lett.* **28** 086801 (2011)
- Бейгман И Л, Пирожков А С, Рагозин Е Н *Письма в ЖЭТФ* **74** 167 (2001); Beigman I L, Pirozhkov A S, Ragozin E N *JETP Lett.* **74** 149 (2001)
- Kuhlmann T et al. *Proc. SPIE* **4782** 196 (2002)
- Вишняков Е А и др. *Квантовая электроника* **42** 143 (2012); Vishnyakov E A et al. *Quantum Electron.* **42** 143 (2012)
- Okajima T et al. *Appl. Opt.* **41** 5417 (2002)
- Shestov S V et al. *Proc. SPIE* **9144** 91443G (2014)
- Yamashita K et al. *Appl. Opt.* **37** 8067 (1998)
- Hecquet C et al. *Appl. Phys. A* **95** 401 (2009)
- Барышева М М и др. *Квантовая электроника* **49** 380 (2019); Barysheva M M et al. *Quantum Electron.* **49** 380 (2019)
- Wonisch A et al. *Appl. Opt.* **45** 4147 (2006)
- Пирожков А С, Рагозин Е Н *УФН* **185** 1203 (2015); Pirozhkov A S, Ragozin E N *Phys. Usp.* **58** 1095 (2015)
- Гарахин С А и др. *Квантовая электроника* **47** 378 (2017); Garakhin S A et al. *Quantum Electron.* **47** 378 (2017)
- Kortright J B, Underwood J H. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **291** 272 (1990)
- Andreev S S et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **543** 340 (2005)
- Кузин С В и др. *Изв. РАН. Сер. физ.* **75** 91 (2011)
- Montcalm C et al. *Proc. SPIE* **3331** 42 (1998)
- Sae-Lao B, Montcalm C. *Opt. Lett.* **26** 468 (2001)
- Tsarfaty T et al. *Thin Solid Films* **518** 1365 (2009)
- Andreev S S et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **603** 80 (2009)
- Platonov Y et al. *Proc. SPIE* **8076** 80760N (2011)
- Panessa-Warren B J, in *X-Ray Microscopy. Proc. of the Intern. Symp., Göttingen, Fed. Rep. of Germany, September 14–16, 1983* (Eds G Schmahl, D Rudolph) (Berlin: Springer-Verlag, 1984) p. 268; Пер. на русск. яз.: Шмаль Г, Рудольф Д (Ред.) *Рентгеновская оптика и микроскопия* (М.: Мир, 1987) с. 359
- Kirz J, Jacobsen C, Howells M Q. *Rev. Biophys.* **28** 33 (1995)
- Барышева М М и др. *УФН* **182** 727 (2012); Barysheva M M et al. *Phys. Usp.* **55** 681 (2012)
- Виноградов А В и др. *Письма в ЖТФ* **13** 129 (1987)
- Renner O et al. *Rev. Sci. Instrum.* **63** 1478 (1992)
- Takahashi J et al. *Rev. Sci. Instrum.* **60** 2024 (1989)
- Skulina K M et al. *Appl. Opt.* **34** 3727 (1995)
- Mirkarimi P B et al. *Appl. Opt.* **39** 1617 (2000)
- Singh M, Braat J J M. *Appl. Opt.* **39** 2189 (2000)
- Bajt S J. *Vac. Sci. Technol. A* **18** 557 (2000)
- Soufli R et al. *Proc. SPIE* **3767** 251 (1999)
- Ахсаханян А Д и др. *Поверхность* (1) 5 (2017)
- Салашенко Н Н, Чхало Н И *Вестник РАН* **78** 450 (2008); Salashchenko N N, Chkhhalo N I *Herald Russ. Acad. Sci.* **78** 279 (2008)
- Churilov S S et al. *Phys. Scr.* **80** 045303 (2009)
- Wagner C, Harned N. *Nature Photon.* **4** 24 (2010)
- Otsuka T et al. *Appl. Phys. Lett.* **97** 231503 (2010)
- Tsarfaty T et al. *Altern. Lithogr. Technol.* **7271** 72713V (2009)
- Chkhhalo N I et al. *Appl. Phys. Lett.* **102** 011602 (2013)
- Chkhhalo N I, Salashchenko N N. *AIP Adv.* **3** 082130 (2013)
- Braun S et al. *Jpn. J. Appl. Phys.* **41** 4074 (2002)
- Bajt et al. *S Opt. Eng.* **41** 1797 (2002)
- Nyabero S L et al. *J. Appl. Phys.* **112** 054317 (2012)
- Yamamoto M et al. *J. Jpn. Soc. Precis. Eng.* **52** 1843 (1986)
- Corso A J et al. *Opt. Express* **19** 13963 (2011)
- Nii H et al. *J. Synchrotron Rad.* **5** 702 (1998)
- Hu M-H et al. *Opt. Express* **18** 20019 (2010)
- Зуев С Ю и др. *Изв. РАН. Сер. физ.* **74** 58 (2010); Zuev S Yu et al. *Bull. Russ. Acad. Sci. Phys.* **74** 50 (2010)
- Полковников В Н и др. *Письма в ЖТФ* **45** (2) 26 (2019); Polkovnikov V N et al. *Tech. Phys. Lett.* **45** 85 (2019)
- Fernández-Perea M et al. *Opt. Express* **20** 24018 (2012)
- Zuppella P et al. *Proc. SPIE* **8076** 807608 (2011)
- Aquila A et al. *Opt. Express* **17** 22102 (2009)
- Galtayries A et al. *Surf. Interface Anal.* **42** 653 (2010)
- Henke B L, Gullikson E M, Davis J C. *At. Data Nucl. Data Tables* **54** 181 (1993)
- Bibishkin M S et al. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **543** 333 (2005)
- Andreev S S et al. *J. Synchrotron Rad.* **10** 358 (2003)
- Chkhhalo N I, Salashchenko N N, Zorina M V. *Rev. Sci. Instrum.* **86** 016102 (2015)
- Барышева М М и др. *Изв. РАН. Сер. физ.* **75** 71 (2011)
- Асадчиков В Е и др. *Приборы и техника эксперимента* (3) 99 (2005)
- Svechnikov M et al. *J. Appl. Cryst.* **50** 1428 (2017)
- Волков Ю О и др. *Кристаллография* **58** 146 (2013); Volkov Yu O et al. *Crystallogr. Rep.* **58** 160 (2013)
- Lee P. *Appl. Opt.* **22** 1241 (1983)
- Виноградов А В, Кожевников И В. *Труды ФИАН* **196** 62 (1989)
- Nénot L, Croce P. *Rev. Phys. Appl.* **15** 761 (1980)
- Stearns D G. *J. Appl. Phys.* **65** 491 (1989)
- Kozhevnikov I V. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **498** 482 (2003)
- Holý V, Baumbach T. *Phys. Rev. B* **49** 10668 (1994)
- Andreev S et al. *Open Phys.* **1** 191 (2003)
- Bibishkin M S et al. *Proc. SPIE* **5401** 8 (2004)
- Гарахин С А и др. *Квантовая электроника* **47** 385 (2017); Garakhin S A et al. *Quantum Electron.* **47** 385 (2017)
- Schäfers F et al. *J. Synchrotron Rad.* **23** 67 (2016)
- Sokolov A et al. *Rev. Sci. Instrum.* **87** 052005 (2016)
- Langford R M, Petford-Long A K. *J. Vac. Sci. Technol. A* **19** 2186 (2001)
- Чхало Н И и др., в сб. *Нанопизика и наноэлектроника. Труды XXII Международного симпозиума, 12–15 марта 2018 г., Нижний Новгород* (Нижний Новгород: Изд-во Нижегородского государственного университета им. Н.И. Лобачевского, 2018) с. 494
- Svechnikov M V et al. *Opt. Express* **26** 33718 (2018)
- Дроздов М Н и др. *Письма в ЖТФ* **38** (24) 75 (2012)
- Ber B et al. *Thin Solid Films* **540** 96 (2013)
- Tolstoguzov A B. *J. Anal. Chem.* **65** 1370 (2010)
- Drozdv M N et al. *Thin Solid Films* **577** 11 (2015)
- Drozdv M N et al. *Thin Solid Films* **661** 65 (2018)
- Nechay A N et al. *AIP Adv.* **8** 075202 (2018)
- Дроздов М Н и др. *Поверхность* (5) 50 (2010)
- Stamm U et al. *Proc. SPIE* **5037** 119 (2003)
- Rakowski R et al. *Appl. Phys. B* **101** 773 (2010)
- Banine V Y et al. *J. Phys. D* **44** 253001 (2011)
- Pirati A et al. *Proc. SPIE* **10143** 101430G (2017)
- Yakshin A E et al. *Proc. SPIE* **6517** 65170I (2007)

100. Chkhalo N I et al. *Thin Solid Films* **631** 106 (2017)
101. Chkhalo N I et al., in *Physics of X-Ray and Neutron Multilayer Structures Workshop, Univ. Twente, The Netherlands, 2016*; <https://www.utwente.nl/mesapplus/xuv/workshops/archive/pxnm-workshop-2016/program/chkhalo-structural-and-reflective-characteristics-of-mo-be-multilayer-with-barrier-layers.pdf>
102. Chkhalo N I et al. *Opt. Lett.* **42** 5070 (2017)
103. Зуев С Ю и др. *Поверхность* (3) 5 (2019)
104. Chkhalo N I et al. *J. Nanosci. Nanotechnol.* **19** 546 (2019)
105. Polkovnikov V N et al. *Opt. Lett.* **44** 263 (2019)
106. Meltchakov E et al. *Proc. SPIE* **8168** 816819 (2011)
107. Ахсаляян А А и др. *Поверхность* (1) 14 (2019)

Beryllium-based multilayer X-ray optics

V.N. Polkovnikov^(*), N.N. Salashchenko, M.V. Svechnikov, N.I. Chkhalo

Institute for Physics of Microstructures, Russian Academy of Sciences,

ul. Ul'yanova 46, 603950 Nizhny Novgorod, Russian Federation

E-mail: ^()polkovnikov@ipmras.ru*

The article provides a review of the current state of affairs in the field of physics and technology of multilayer beryllium-containing mirrors intended for projection lithography and solar corona studies in the extreme ultraviolet (EUV) range. The methods of synthesizing and studying beryllium-containing multilayer mirrors are described. The results of recent studies of the internal structure and EUV reflection coefficients are given for Mo/Be, Mo/Si, Be/Al, and Be/Mg multilayer mirrors. The effect of the Si and Be interlayers on the reflectivity is explained. The directions for further research on beryllium-containing mirrors are discussed.

Keywords: multilayer X-ray mirror, X-ray projection photolithography, microscopy, astronomy, spectroscopy, reflectometry, magnetron sputtering, nanofilm synthesis, beryllium, reflectance, interlayer

PACS numbers: **07.60.-j**, 07.85.Fv, **42.79.-e**, 68.35.Ct, 68.35.Fx, 68.47.De, 68.55.A, 68.65.Ac, **81.15.-z**

Bibliography — 107 references

Received 18 July 2019

Uspekhi Fizicheskikh Nauk **190** (1) 92–106 (2020)

Physics – Uspekhi **63** (1) (2020)

DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNr.2019.05.038623>

DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNe.2019.05.038623>