Рентгеновская оптика — 2008



Материалы совещания г. Черноголовка, 6-9 октября 2008 г.

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН

Рабочее совещание «Рентгеновская оптика – 2008» г. Черноголовка, 6 - 9 октября 2008 г.

Организаторы рабочего совещания:

 Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН (ИПТМ РАН, г. Черноголовка)

При поддержке:

- Российская Академия Наук
- Российский Фонд Фундаментальных Исследований

Комитет по проведению совещания

- Председатель: Д.В.Рощупкин, ИПТМ РАН, г. Черноголовка
- Ученый секретарь: Д.В.Иржак, ИПТМ РАН, г. Черноголовка
- Ответственный секретарь: Л.А.Казьмирук, ИПТМ РАН, г. Черноголовка
- М.В.Григорьев, ИПТМ РАН, г. Черноголовка

Программный комитет

- В.В.Аристов, ИПТМ РАН, г. Черноголовка
- Н.Н.Салащенко, ИФМ РАН, г. Нижний Новгород
- М.В.Чукалина, ИПТМ РАН, г. Черноголовка
- В.А.Бушуев, МГУ, г. Москва
- Э.В.Суворов, ИФТТ РАН, г. Черноголовка

Программа совещания

- рентгеновская кристаллооптика
- многослойная оптика для рентгеновского и экстремального ультрафиолетового диапазона
- технология изготовления элементов рентгеновской оптики
- применение рентгеновской оптики для исследования микро- и наноструктур
- рентгеновская литография
- рентгеновская микроскопия и томография
- новые методы исследования микро- и наноструктур с использование синхротронных и лабораторных источников рентгеновского излучения

Учреждение Российской академии наук

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН 142432 г. Черноголовка, ул. Институтская, д. 6, Московская область, Россия Тел.: (496) 5244058, (495) 9628074 e-mail: x-ray@iptm.ru

СОДЕРЖАНИЕ

Рентгеновская кристаллооптика

Э.В.Суворов, И.А.Смирнова	11
Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская область, Россия	
Особенности когерентного рассеяния рентгеновских лучей на деформациях,	
локализованных вдоль вектора дифракции	
И. А. Смирнова	14
Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская область, Россия	
Формирование изображения дефектов в рентгеновской топографии при разном	
освещении	
Д.В. Рощупкин, Д.В. Иржак	17
Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,	
Черноголовка, Россия	
Исследование структурного совершенства пьезо- и сегнетоэлектрических кристаллов	
методами рентгеновской топографии и дифрактометрии	

Многослойная оптика для рентгеновского и экстремального ультрафиолетового диапазона

А.Д. Ахсахалян Институт физики макроструктур РАН, г. Нижний Новгород, Россия Достижения и проблемы в создании фокусирующих многослойных рентгеновских зеркал	23
А.Д. Ахсахалян, Ю.А. Вайнер, Д.Г. Волгунов, М.Н. Дроздов, Е.Б. Клюенков, М.И. Кузнецов, H.H. Салащенко, А.И. Харитонов, Н.И. Чхало Институт физики микроструктур РАН, г. Нижний Новгород, Россия Применение реактивного ионно–лучевого травления для корректировки формы поверхности рентгеновских зеркал	26
А.Е. Пестов, Н.Н. Салащенко, Л.А. Суслов, М.Н. Торопов, Н.И. Чхало Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия Коррекция формы подложек для рентгеновской оптики с субнанометровой точностью	29
М.М. Барышева, С.С. Андреев, Ю.А. Вайнер, С.А. Гусев, С.Ю. Зуев, А.Е. Пестов, В.Н. Полковников, Н.Н. Салащенко, Н.И. Чхало. Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия Изучение строения и отражательных характеристик в окрестности К-края поглощения бора La/B ₄ C(B ₉ C) многослойных структур	32
<u>Е.Д. Казаков¹</u> , В.И. Лучин ² , Н.Н. Салащенко ² , В.В. Чернов ² , Н.И. Чхало ² , А.П. Шевелько ¹ ,О.Ф. Якушев ¹ ¹ Институт физики микроструктур РАН, Н.Новгород, Россия ² Физический институт им. П.Н.Лебедева, Москва, Россия Применение новых фокусирующих многослойных структур для рентгеновской и ВУФ спектроскопии лазерной плазмы	35
А.А. Ахсахалян, А.Д. Ахсахалян, Ю.А. Вайнер, М.В. Зорина, В.А. Муравьев, Н.Н. Салащенко Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия Зондирование многослойных зеркал в расходящемся рентгеновском пучке с использованием двух характеристических линий анода и двух щелей на выходе	38
<u>С.Ю. Зуев¹, Н.И. Чхало¹ ¹Институт Физики Микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия Средства измерений (СИ) для рентгеновской рефлектометрии многослойных структур в ИФМ РАН</u>	41

И.Г. Забродин, Е.Б. Клюенков, А.Е. Пестов, Н.Н. Салащенко, Н.И. Чхало Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия Разборные рентгеновские трубки для исследований в диапазоне длин волн 0,6-20 нм	44
С. Ю. Зуев, Е. Б. Клюенков, З. Л. Кожевникова, А. Я. Лопатин, В. И. Лучин, А. Е. Пестов, Н. Н. Салащенко, Н. Н. Цыбин, Н. И. Чхало Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия Многослойные тонкопленочные фильтры экстремального ультрафиолетового и мягкого рентгеновского диапазонов	47
С. Ю. Зуев ¹ , С. В. Кузин ² , А. Я. Лопатин ¹ , В. И. Лучин ¹ , В. Н. Полковников ¹ , Н. Н. Салащенко ¹ , Л. А. Суслов ¹ , Н. Н. Цыбин ¹ , С. В. Шестов ² ¹ Институт физики микроструктур РАН, Н. Новгород, Россия ² Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия Многослойная оптика для рентгеновской астрофизики в рамках эксперимента ТЕСИС	50
С. В. Кузин, С. В. Шестов, А. А. Перцов, А. А. Рева, А. А. Ульянов Физический институт им. П. Н. Лебедева РАН Применение элементов рентгеновской оптики в космическом эксперименте ТЕСИС	53
 Е. А. Вишняков, К. Н. Медников, А. А. Перцов, Е. Н. Рагозин, А. А. Рева, А. С. Ульянов, С. В. Шестов Физический институт им.П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия Измерение спектров отражения многослойных зеркал в мягкой рентгеновской области спектра при помощи широкополосного лазерно-плазменного источника излучения 	55
С.А. Гусев ¹ , И.Г. Забродин ¹ , И.А. Каськов ¹ , А.Я. Лопатин ¹ , В.И. Лучин ¹ , А.Е. Пестов ¹ , Н.Н. Салащенко ¹ , Н.Н. Цыбин ¹ , Н.И. Чхало ¹ , Л.А. Шмаенок ² ¹ Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия ² PhysTeX, Vaals, Netherlands Влияние водородной среды на характеристики пленочных EUV-фильтров в условиях высоких тепловых нагрузок	58
Технология изготовления элементов рентгеновской оптики	
Д.В. Рощупкин Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия Перспективы развития рентгеновской оптики в Институте проблем технологии микроэлектроники и особочиситых материалов РАН	63
Е.В.Шулаков Институт проблем технологии микроэлектроники РАН 142432, Черноголовка, Московская область Оптимизация линейных зонных пластинок	66
Л.Г.Шабельников, Т.А.Сагдуллин Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия Преломляющая рентгеновская оптика на основе фотополимеров	71
В.И. Пунегов Коми Научный Центр УрО РАН, ул. Коммунистическая д.24, Сыктывкар, Россия Влияние длины волны ультразвука на процесс многоволнового рассеяния рентгеновских лучей от кристалла, промодулированного ПАВ	73
В.И. Пунегов ¹⁾ , Я.И. Нестерец ²⁾ ¹ Коми Научный Центр УрО РАН, ул. Коммунистическая д.24, Сыктывкар, Россия ² CSIRO Manufacturing and Infrastructure Technology, Victoria 3169, Australia Рекуррентные соотношения в теории рентгеновской дифракции на несовершенных кристаллах, промодулированных поверхностной акустической волной	76

Л. И. Горай, ^{1,2} ¹ Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург, Россия ² I.I.G., Inc., Staten Island, New York, U.S.A. Строгий метод анализа рассеяния на случайных и квази-периодических шероховатостях	79
<u>Л.Г.Шабельников,</u> В.В.Старков, Т.А.Сагдуллин., С.В. Пяткин. Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН. (ул. Институтская д.б. г. Черноголовка, 142432 Россия Рентгеновские дифракционные решетки на кремниевой основе	82
<u>О Якушев¹</u> , А. Шевелько ¹ ,С. Бергесон ² , Н. Грэй ² , М. Харрисон ² , Л. Найт ² ¹ Физический Институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия ² Университет Бригхама Янга, Юта, США ВУФ спектрометр с пропускающей решеткой для абсолютных измерений интенсивностей в экстремально широком диапазоне спектра (λ=2-250 нм)	84
Д.В. Иржак, Д.В. Рощупкин, В.В. Старков Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия Дифракция рентгеновского излучения на структуре из кремния с периодически изменяющейся пористостью	86
А.В.Митрофанов ¹ , А.В.Попов ² ¹ ФИАН, Москва, ² ИЗМИРАН, Троицк, Россия Характеристики полимерных волноводов в мягкой рентгеновской области спектра	88
Применение рентгеновской оптики для исследования	
микро- и наноструктур	
A. Snigirev European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), Grenoble, France Hard X-ray microoptics development at the ESRF: Hard ways to nanometer resolution	91
Юнкин В.А. ¹ , Григорьев М.В. ¹ , Кузнецов С.М. ¹ , Снигирев А.А. ² , Снигирева И.И. ² , Кон В.Г. ³ ¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН (ИПТМ РАН), Черноголовка, Россия ² European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), Grenoble, France ³ Российский научный центр «Курчатовский институт», г. Москва, Россия Развитие кремниевых планарных преломляющих линз для нанофокусировки жесткого рентгеновского излучения	92
А.Снигирев ¹⁾ , И.Снигирева ¹⁾ , В.Юнкин ²⁾ , <u>М.Григорьев²⁾,</u> С.Кузнецов ²⁾ ¹⁾ Европейский центр синхротронного излучения (ESRF), Гренобль, Франция ²⁾ Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка, М.О., Россия Двумерная фокусировка синхротронного излучения нанофокусирующими планарными преломляющими линзами	95
Рентгеновская литография	
Е.Б. Клюенков, Н.И. Чхало, Н.Н. Салащенко Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия Проекционная XEUV Нанолитография	101
М.М. Барышева ¹ , С. Ю. Зуев ¹ , А. Е. Пестов ¹ , В. Н. Полковников ¹ , Н. Н. Салащенко ¹ , А.М. Сатанин ²	104

¹Институт физики микроструктур РАН, Н. Новгород, Россия ²Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, Н. Новгород, Россия Влияние антидиффузионных слоев на свойства многослойных рентгеновских зеркал на основе Mo/Si

Рентгеновская микроскопия и томография

А. И. Ерко, А. А. Фирсов Берлинский Источник Синхротронного Излучения BESSY GmbH, Ул. Альберта Эйнштейна 15, 12489 Берлин, Германия Рентгеновский микропроб и его применения	109
М.В. Чукалина, ¹ Д. П. Николаев ² , С. Зайцев ¹ , А. Самогуи ³ , Л. Менард ⁴ . ¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия ² Институт проблем передачи информации им. А.А. Харкевича РАН, Москва, Россия ³ Источник синхротронного излучения Soleil, Париж, Франция ⁴ IMNC - UMR 81656, Universite' Paris Diderot - Париж 7, Франция Формирование изображений в сканирующем рентгено-флуоресцентном микроскопе: анализ и способы решения возникающих задач	112
Л.Г.Шабельников Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов, Черноголовка, Россия Сравнительный анализ фокусирующих устройств и безлинзовых схем при формировании рентгеновских изображений	115
Е.В. Егоров, В.К. Егоров Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН Свойства плоского рентгеновского волновода-резонатора и важнейшие направления их модификации	117
В.К. Егоров ¹ , Е.В. Егоров ¹ , Н.С. Афанасьев ² ¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН ² МИРЭА, Москва РФА ПВО спектроскопия в условиях применения различных типов устройств формирования потока возбуждения	120

Новые методы исследования микро- и наноструктур с использованием синхротронных и лабораторных источников рентгеновского излучения

А. Ю. Никулин Монаш Университет, Мельбурн, Австралия Трехмерная дифракция рентгеновских лучей: новые приложения для диагностики наноструктур	125
Е.Б. Якимов ИПТМ РАН, Черноголовка Исследование свойств протяженных дефектов методом ЕВІС и ХВІС	128
В. Д. Гелевер, Д. С. Репин ООО "Диагностика-М", г. Москва, Россия Нанофокусный рентгеновский источник на разборной трубке	130
А. И. Франк Лаборатория нейтронной физики им. И.М.Франка Объединенного института ядерных исследований, Дубна, Россия Спектрометрия УХН с интерферометрами Фабри-Перо	133
В. А. Бушуев Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 119991 ГСП-1 Москва, Россия Изменение функции пространственной когерентности при дифракционном отражении	136
ренттеновского излучения	

А.Г. Сутырин, Р.М. Имамов	141
Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия	
Одновременное решение обратной задачи методов рентгеновской дифрактометрии и	
рефлектометрии при исследовании многослойных структур	
М.А. Андреева ¹ , Е.Е. Одинцова ¹ , А.Г. Смехова ^{1,2} , А. Rogalev ² , F. Wilhelm ² ¹ Физический факультет МГУ им. Ломоносова, Ленинские горы, Москва, Россия ² Европейский Центр Синхротронного Излучения, Гренобль, Франция Определение магнитных вкладов в восприимчивость вблизи L _{2,3} краев поглощения иттрия рефлектометрическим методом	144
М.А. Андреева ¹ , А.Д. Грибова ¹ , А. Gupta ² ¹ Физический факультет МГУ им. Ломоносова, Москва, Россия ² UGC-DAE Consortium for Scientific Research, Indore, India Исследование распределения сверхтонких взаимодействий по глубине слоя ⁵⁷ Fe с помощью стоячих рентгеновских волн	147
Л. И. Огнев Институт ядерного синтеза, РНЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия О роли рассеяния при волноводной коллимации рентгеновского излучения	150
Список участников рабочего совещания	153
Авторский указатель	157

Рентгеновская кристаллооптика

Особенности когерентного рассеяния рентгеновских лучей на деформациях, локализованных вдоль вектора дифракции

Э.В.Суворов, И.А.Смирнова

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская область, Россия e-mail: suvorov@issp.ac.ru

лучей Дифракция рентгеновских на неоднородностях кристаллической решетки, связанных с дефектами, исследуются давно. Имеется множество публикаций на эту тему, достаточно посмотреть, например, монографию [1]. Интерес к этой проблеме связан с одной стороны с чисто фундаментальной точки зрения – имеется в виду развитие динамической теории рассеяния реального кристалла, а с другой знания особенностей дифракции позволяют анализировать количественно рентгеновский дифракционный контраст дефектов кристаллической решетки. Прямая задача теории рентгеновского изображения решается довольно просто - уравнения Такаги позволяют получить изображение данного дефекта, если известно выражение для поля смещений кристаллической решетки вблизи дефекта. Обратная задача, т.е. когда имеется рентгеновское дифракционное изображение, получить вид поля смещений (функцию локальных разориентаций) в общем виде не представляется возможным. Интерпретация и анализ дифракционных изображений существенно упрощается для случаев, когда ось дефекта совпадает с одной из осей системы координат. Обычно система координат выбирается так. что ось Х совпадает с вектором дифракции и антипараллельна ему, ось Z выбирается перпендикулярно поверхности кристалла перпендикулярно И вектору дифракции, а ось У соответственно параллельна поверхности кристалла. Это так называемые особые положения дефекта. Особый интерес представляет изучение особенностей когерентного рассеяния рентгеновских лучей на деформациях, локализованных вдоль вектора дифракции. Дело в том, что именно в этой геометрии наиболее ярко проявляется роль межветвевого рассеяния (по терминологии А.Отье [2] inter-branch scattering) в формировании рентгеновского дифракционного изображения дефектов. Именно это явление, как показывают немногочисленные имеющиеся в литературе исследования, вносит наиболее существенный вклад В дифракционное изображение и, как это не удивительно, именно это явление оказалось наименее исследованным, как экспериментально, так и теоретически.

В работах [3-7] описаны дифракционные явления, возникающие при рассеянии рентгеновского волнового поля для двух особых

положений дислокаций, когда ось дефекта перпендикулярна плоскости рассеяния и когда ось дефекта лежит в плоскости рассеяния перпендикулярно вектору дифракции. B представленной работе исследованы закономерности дифракции рентгеновского излучения для случая, когда ось дефекта располагается параллельно вектору дифракции. Этот случай представляет особый интерес, т.к. он является частным одномерным случаем при исследованиях тонких приповерхностных слоев используемых монокристаллах, в в микроэлектронике, оптоэлектронике И рентгеновской оптике. Дислокации в данном случае являются лишь удобной хорошо исследованной моделью для изучения рассеяния рентгеновского волнового поля на локализованных деформациях в реальных кристаллах.

На рис.1 (а, б, в) приведены секционные топограммы, полученные для трех значений вектора дифракции $(0\overline{2}2)$, $(0\overline{4}4)$, $(0\overline{6}6)$ на излучении Мо $K_{\alpha l}$. На рис.1 (г) приведена секционная топограмма того же фрагмента кристалла на излучении CuK_{al}. Анализ изображений на топограммах показывает, что с ростом величины вектора дифракции отчетливо наблюдается увеличение размеров прямого изображения и усложнение его формы. На топограмме рис.1 (г) экстинкционные полосы уже не наблюдаются, т.к. здесь остается только одна аномальная слабо поглощающаяся волна, т.е. работает бормановский случай, и в соответствии с теорией в середине треугольника наблюдается колоколообразное рассеяния распределение интенсивности. ростом С величины вектора дифракции размеры прямого изображения увеличиваются, и появляется его тонкая структура, связанная с межветвевым рассеянием. а прямое изображение в бормановском случае просто исчезает И наблюдается лишь светлая тень под лислокацией.



Рис.1 Экспериментальные секционные топограммы.

Необходимо особо подчеркнуть, что каждая точка дислокации (точнее каждая точка сильно искаженной области вблизи ядра дислокации), попадая в волновое поле, распространяемое в треугольнике рассеяния в области лауэвского отражения, становится источником нового волнового поля, т.е. будет возникать новый треугольник рассеяния. Это и есть межветвевое рассеяние (inter-branch scattering). Сильно искаженная область вблизи ядра дислокации при взаимодействии с рентгеновским волновым полем в треугольнике рассеяния работает наподобие рентгеновского зеркала – возникают новые волновые поля в новых треугольниках рассеяния, когерентное взаимодействие этих новых волновых полей со старым полем и приводит образованию рентгеновского к изображения. Общий вид контраста будет формой и ориентацией определяться оси дислокации, т.к. каждое вновь образованное волновое поле распространяется из определенной точки треугольника рассеяния и имеет свою определенную начальную фазу. Именно сложение этих волн с учетом их фаз и приводит к такому большому разнообразию изображений дефектов.

Для качественного объяснения наблюдаемых изображений на рис.1 ближнее поле дислокации можно приближенно рассматривать [8, 9] как полоски двух близко расположенных дефектов упаковки. В этом случае вновь образующееся волновое поле под дислокацией будет, очевидно, аналогично полю, возникающему в известном случае дефекта упаковки [8, 1]. Это значит, что изображение ближнего поля дислокаций будет состоять из двух частей – динамической осциллирующей тени, образующейся расходящимся конусом лучей под дислокацией, и дифракционной фокусировки лучей, формируемых сходящимся пучком траекторий нового волнового поля [9], рождающегося в каждой точке ближнего поля дислокации. На рис.2 показано сечение волнового плоскостью поля рассеяния, рассчитанное на ЭВМ путем решения уравнений Такаги [10]. На рисунке видно, что новое волновое поле в результате интерференции со старым волновым полем, распространяющимся в кристалле, фокусируется в точке под дислокацией. Это и будет прямое изображение дислокации.



Рис.2 Структура волнового поля в плоскости рассеяния, содержащей ось дислокации.

В случае сильного поглощения (см. рис.1 г) вид волнового поля в треугольнике рассеяния заметно меняется. Все волновое поле оказывается, сосредоточено в средней части треугольника рассеяния (эффект Бормана). На рис.3 показаны распределения волновых полей, образующихся в треугольнике рассеяния от дислокации, посчитанные с помощью уравнений Такаги [10] на разных расстояниях от оси дислокации (по координате Y).



Рис.3 Рассчитанные на ЭВМ сечения рассеяния для трех значений расстояний от оси дислокации.

Из анализа рисунка хорошо видно, как исчезают осцилляции поля по мере роста толщины кристалла, и до оси дислокации доходит практически одна аномально проходящая мода. В сильно искаженной области вблизи ядра дислокации эта аномальная волна межветвевое вызывает рассеяние И под дислокацией вновь распространяются две моды нормальная и аномальная. Вновь возникает интерференция и появляются интерференционные полосы. Далее нормальная мода опять постепенно затухает за счет интерференционного поглощения, волновое поле концентрируется в средней части треугольника рассеяния. а изображение дислокации превращается просто в светлую тень.

Обращает на себя внимание сдвиг полосы светлой тени динамического изображения вверх и вниз по обе стороны прямого изображения. Это связано со сдвигом траекторий, наблюдавшихся ранее в работе [6], для нормальной и аномальной мод волнового поля по обе стороны дислокации по Ү-координате. Так как поглощение для нормальной и аномальной моды волнового поля будет наблюдаться различны. асимметрия амплитуд распределении суммарного в волнового поля в плоскости рассеяния.

На рис.4 показаны два семейства траекторий рентгеновских блоховских волн для нормальной и рассчитанные аномальной методами мод. геометрической оптики [6]. Из рисунка видно, что траектории нормальной и аномальной мод волнового поля смещаются к противоположным краям треугольника рассеяния. По разные стороны от оси дислокации (по координате Ү) изображение дислокации зеркально симметрично, т.е. траектории нормальной и аномальной мод меняются местами. С ростом толщины кристалла или ростом поглощения амплитуда нормальной моды будет ослабевать, и появится асимметрия изображения по разные стороны от оси дислокации. Таким образом, эта особенность в изображении дислокации в случае толстого кристалла позволяет по одному снимку определить знак вектора Бюргерса дислокации.



Рис.4 Два семейства траекторий для рентгеновских волн нормальных и аномальных мод смещающиеся в упругом поле дислокации.

Экспериментальные секционные топограммы, приведенные выше, получены на кристаллах кремния введенными с при изгибе прямолинейными пластическом лислокациями. Для введения в кристалл желаемого типа дислокаций применялась методика, описанная в [14,15]. Источниками служили либо специально дислокаций нанесенная индентором вдоль длинного ребра призмы царапина, либо (при больших нагрузках) концентраторы внутренние напряжений. Исходные бездислокационные образцы подвергались четырехопорному изгибу. Условия деформации, способ нанесения царапины, постоянная нагрузка на образец 2-10 кГ/мм², температура 500-600°С и время деформирования подбирались таким образом, чтобы в кристалле преимущественно возникали единичные дислокационные полупетли. Размер полупетель и глубину залегания дислокаций можно оценить, зная динамические характеристики дислокации в используемых кристаллах [14].

Таким образом, подводя итог сказанному утверждать, что схема образования можно дифракционного изображения дефектов выглядит так. Если идеальная периодичность кристалла нарушена упругим полем дефекта, блоховские волны, описывающие волновое поле в кристалле, уже не являются собственными решениями волновых уравнений [10]. В этой ситуации удобно ввести понятие локальной дисперсионной поверхности, когда блоховские подстраиваются волны к локальным отклонениям кристаллической решетки и их траектории искривляются. Это приближение справедливо, когда искажения кристалла меняются плавно расстояниях на экстинкционной длины, которая определяется расщеплением дисперсионной поверхности. Если изменения упругого поля дефекта

изменяются значительно на расстояниях экстинкционной длины, блоховские волны уже не успевают отслеживать изменения кристаллической решетки, происходит дифракция волн на сильных искажениях кристалла и возникает межветвевое рассеяние. При этом каждая волна может рождать целое семейство новых блоховских волн, и это серьезно затрудняет анализ механизмов рассеяния. Точное решение задач межветвевого рассеяния удается получить только для самых например, простых случаев, однородно изогнутого кристалла, или для случая дефекта упаковки в геометрии двукристальных схем [11-13].

Работа выполнена при поддержке Российским фондом фундаментальных исследований - РФФИ № 06-02-16536-а.

[1] Authier A., Dynamical Theory of X-Ray Diffraction, Oxford: Science Publications, 734 P, (2001)

[4] Authier A., Bull.Soc.Franc.Mineral.Cryat., 84, P.51, P.115, (1961)

[3] Суворов Э.В., Смирнова И.А., Шулаков Е.В. Поверхность. Рентгеновские синхротронные и нейтронные исследования. 2000. №4, С.100, [4] Суворов Э.В., Смирнова И.А., Шулаков Е.В. Поверхность. Рентгеновские синхротронные и нейтронные исследования. 2004. №9. С.64.

[5] Суворов Э.В., Смирнова И.А., Шулаков Е.В.
Поверхность. Рентгеновские синхротронные и нейтронные исследования. 2005. №12. С.12.
[6] Смирнова И.А., Шулаков Е.В., Суворов Э.В.

Поверхность. Рентгеновские синхротронные и нейтронные исследования. 1996. №7, С.32

[7] Suvorov E.V., Polovinkina V.I., Nikitenko V.I., Indenbom V.L., Phys. Stat. Sol. (a), 26, 1, 385, (1974)

[8] Инденбом В.Л., Чуховский Ф.Н.,

Кристаллография, 19, 1, 35, (1974)

[9] Инденбом В.Л., Слободецкий И.Ш.,

Кристаллография, 19, 1, 42, (1974)

[10] Takagi S., J. Phys.Soc.Japan, 26, 5, 1239, (1969)

[11] Инденбом В.Л., Слободецкий И.Ш., Труни К.Г. ЖЭТФ 66, 1110, (1974)

[12] Петрашень П.В., Чуховский Ф.Н. ЖЭТФ 69, 477, (1975)

[13] Indenbom V.L., Slobodetskii I.Sh. Phys.Stat.Sol. (b) 71, 751, (1975)

[14] Никитенко В.И., Ерофеев В.Н., Надгорная Н.М. Сб. Динамика дислокаций, Харьков: Физ.техн. Институт низких температур ФН УССР, 1969, с.84

[15] Ерофеев В.Н., Никитенко В.И., Половинкина В.И., Суворов. Э.В. // Кристаллография.. 16, 1. С.190 (1971)

Формирование изображения дефектов в рентгеновской топографии при разном освещении

И. А. Смирнова

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская область, Россия e-mail: irina@issp.ac.ru

Различные методы рентгеновской топографии широко используются для исследования реальной структуры полупроводниковых, ионных или металлических кристаллов, они обладают высокой чувствительностью к нарушениям идеальности кристаллической решетки и позволяют получить информацию об объемном распределении дефектов без нарушения целостности и качества образца. Однако для большинства экспериментальных ситуаций возможен лишь качественный анализ наблюдаемого изображения дефектов. При этом количественный анализ рентгеновского дифракционного изображения дефектов в кристаллах требует решения системы дифференциальных уравнений Такаги [1]:

$$\begin{cases} \frac{\partial \psi_O}{\partial s_O} = -i\pi KC \chi_{-H} \psi_H, \\ \frac{\partial \psi_H}{\partial s_H} = -i\pi KC \chi_H \psi_0 + i2\pi K \beta_H \psi_H \end{cases}$$
(1)

где функция β_H характеризует локальную разориентацию отражающих плоскостей и связана с отклонением всего кристалла как целого от точного условия Брэгга - β_O и с полем смещений внутри кристалла U(x,y,z) соотношением

$$\beta_{H} = \beta_{O} - \frac{1}{K} \frac{\partial (\mathbf{HU})}{\partial s_{H}},$$

$$\beta_{O} = -\Delta \theta \sin 2\theta_{B} + \chi_{Hr} (\gamma_{1} / \gamma_{0} - 1) / 2$$
(2)

Как известно, точного аналитического решения системы уравнений (1) с произвольной функцией β_H построить не удается, поэтому теория дифракционного контраста развивается в двух направлениях. Первый подход связан с приближенными методами решения системы уравнений (1) и качественным анализом основных деталей изображения. На этом пути эффективными приемами расшифровки изображения является метод функций влияния, метод геометрической оптики. Второй подход связан с использованием численных математических методов решения уравнений (1) для дефектов различного типа и произвольного вида фронта падающей рентгеновской волны.

В настоящей работе приведены результаты численного моделирования дифракционного контраста дефектов в двух возможных физических моделях падающей вакуумной волны, первое приближение – падающая плоская волны (бесконечный фронт падающей волны), и второе – падающая расходящаяся волна (ограничение фронта падающей волны узкой щелью). Дефектом является прямолинейная краевая дислокация перпендикулярная поверхности монокристалла ранее кремния. Секционные изображения рассмотрены в работах [2,3]. В данной работе рассмотрено изображение дислокации в сильно поглощающем кристалле кремния в плосковолновом приближении при разных углах падения, далее проведено интегрирование изображения по углу падения. Полученные изображения сопоставляются секционными с изображениями.

Рассмотрим дифракцию пространственно рентгеновской неоднородной волны в деформированном кристалле. Пусть на кристалл падает когерентное монохроматическое излучение. В кристалле выполняются условия дифракции по Лауэ. Распространение излучения в кристалле описывается уравнениями Такаги (1). Рассмотрим первые случай – падающая плоская волна: источник рентгеновского излучения бесконечно удален, и на амплитуда падающей волны входной поверхности кристалла постоянна [4]. Для идеального слабопоглащающего кристалла интенсивность рентгеновского излучения имеет маятниковое решение по глубине кристалла. На кривой отражения кристалла, как функции угла падения, будут наблюдаться побочные максимумы, обусловленные интерференцией двух блоховских волн (период осцилляций существенно выше в центре кривой качания). В толстом кристалле в режиме эффекта Бормана осцилляции пропадают.

Теперь в идеальном кристалле находится краевая дислокация перпендикулярная поверхности кристалла. Существенным здесь является то, что в плоскости рассеяния контуры постоянных угловых разориентаций отражающих плоскостей (2), связанные с полем смещений дислокации. представляют собой прямые линии параллельные дислокационный линии и пересекают весь кристалл. Например, на расстоянии от линии дислокации 15µm контур максимальной разориентации находится на расстоянии ±12µm и разориентация имеет величину 0.14 угл.сек., на расстоянии 50µm - 0.043 угл.сек., 100µm - 0.021 угл.сек. Данные разориентации намного меньше угловой области отражения кристалла. Поэтому наблюдаемое на выходной поверхности распределение интенсивности в кристалле с дислокацией будет иметь динамический характер, за исключением центральной области порядка 5µm. Изображение дислокации, при падении излучения под точным углом Брэгта ($\Delta \theta=0, \Delta \theta=\theta - \theta_B, \theta$ - угол падения), должно быть почти симметричным относительно дополнительной полуплоскости в силу симметрии розетки эффективных угловых разориентаций и кривой отражения. И, наконец, контраст изображения дислокации должен зависеть от угла падения излучения на кристалл. При углах падения $|\Delta \theta| > \Delta \theta_{1/2}$ рассеяние становится близким к кинематическиму и должны пропадать эффекты динамического режима рассеяния излучения, что отразится на контрасте изображения дислокации связанное с дальним полем смещений.

При расчетах изображений дислокации приведение системы (1) к уравнениям в конечных разностях осуществлялось неявным методом второго порядка точности. Начальные условия, т.е. граничные условия на входной поверхности, задавались, как было предложено в [5]. На входной поверхности кристалла:

$$\begin{cases} \psi_O(x_i) = \psi_a(x_i) \\ \psi_H(x_i) = 0 \end{cases}$$

где $\Psi_a(x_i) = const$ амплитуда падающей волны в *i*-ой точке с координатами x_i (*i*=[0;+ ∞]) на входной поверхности кристалла. Распределение интенсивности дифрагированной и прошедшей волны на выходной поверхности:

$$I_{H}(x_{i}) = |\psi_{H}\psi_{H}^{*}| \le I_{0}(x_{i}) = |\psi_{0}\psi_{0}^{*}|,$$

где x_i (*i*=[0;+ ∞]) координата вдоль выходной поверхности.



Рис.1 Принцип моделирования

Принцип моделирования в плосковолновом приближении показан на рис.1. Монохроматическое излучение от бесконечно удаленного источника падает на кристалл, т.е. Бесконечная входная поверхность кристалла освещена монохроматическим и не расходящимся излучением. Интегрирование системы уравнений проводилось по сходящейся трехточечной схеме, количество расчетных точек на каждом нижележащем слое уменьшалось на две. Площадь засветки кристалла выбиралась таким образом, чтобы в плоскости рассеяния

справа и слева от дислокации оставался идеальный кристалл. Плоскость наблюдения находилась на выходной поверхности кристалла.



Рис.2 Кривая качания, σ - поляризация, излучение Cu $K_{\alpha 1}$, Si(220), $T = 1810 \ \mu m$.







Рис.3 Моделирование дифракционного эксперимента, рабочая точка $I_w(a) = I_w(b) = 5*I_w(c)$, $\Delta \theta$ равен :

а) 0 угл.сек., b) 0.309 угл.сек., c) 1.0 угл.сек.

На рис.2 показана кривая качания идеального кристалла, коэффициент отражения равен 0.089, ширина кривой качания на половине высоты 1.2 угл.сек.. Точками показаны углы при которых проводилось падения. моделирование топограмм. На рис.3 фрагменты распределения интенсивности на выходной поверхности кристалла с краевой дислокацией (лишняя полуплоскость подходит сверху) в случае падения плоской волны. Излучение $CuK_{\alpha 1}$, σ - поляризация, Si(220), T = 1810 µm,

 μT = 28.4, ширина изображения фрагментов 600 µm. Центр изображения соответствует выходу линии дислокации на нижнюю поверхность образца. Хорошо видно, что изображение дислокации различно при разных углах падения излучения на образец. Анализ изображений можно проводить приближении в геометрической оптики аналогично тому, как это работах [6,7], делалось В рассматривая траектории блоховских волн в кристалле и их пересечения.







Рис.5а), b), c) – Экспериментальные фрагменты секционных изображений краевой дислокации, $CuK_{\alpha 1}$, Si(220), $T = 1810 \mu m$, смещения x_0 равны: a) 0 μm , b) 100 μm , c) - топограмма линейного сканирования.

На рис.4 представлено моделирование углового сканирования кристалла с дислокацией, т.е. выполнено интегрирования изображения дислокации по углу падения. Шаг

0.004 интегрирования угл.сек., диапазон интегрирования 2.8 угл.сек. Видно, что при интегрировании изображения дислокации пропадают осциллирующие детали изображения И полученное изображение соответствует изображению дислокации секционной в сканирующей топографии (рис. 5с).

Таким образом, в работе рассмотрены особенности формирования изображения дефектов в топографии при разном освещении на примере краевой дислокации, расположенной перпендикулярно поверхности образца. Первый случай освещения, точечный источник монохроматического излучения бесконечно удален - плосковолновой топография. Второй случай, точечный источник находится на входной поверхности кристалла метод топография. Изображение секционная в плосковолновой топографии лислокации зависит от угла падения излучения на кристалл и ориентации вектора Бюргерса. Изображение дислокации в секционной топографии зависит от ее положения в треугольнике рассеяния и ориентации вектора Бюргерса. В поглощающем кристалле при $x_0 \neq 0$ и $\Delta \theta \neq 0$ изображения дислокации не имеет элементов симметрии. Изображение краевой дислокации в топографии углового И линейного сканирования в поглощающем кристалле в целом не имеет элементов симметрии и состоит из центральной которая розетке части. соответствует эффективных угловых разориентаций И кинематического изображения дислокационной линии.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований грант 06-02-16536.

[1] S. Takagi. J. Phys.Soc.Japan 26, 5, 1239 (1969).

[2] Смирнова И.А., Суворов Э.В., Шулаков Е.В.. ФТТ, 49, 6, 1050-1056 (2007).

[3] Суворов Э.В., Смирнова И.А., Шулаков Е.В.. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 12, 12-19 (2005).

[4] Кон В.Г. Кристаллография, т. 52, №4, 625-630 (2007)

[5] Y. Epelboin, P Riglet. Phys. Stat. Sol.(a) 54, 2, 547 (1979).

[6] Инденбом В.Л., Чуховский Ф.Н. УФН, том 107, вып. 2, 229-265 (1972)

[7]] Кон В.Г. Кристаллография, т. 53, №2, 203-209 (2008)

Исследование структурного совершенства пьезо- и сегнетоэлектрических кристаллов методами рентгеновской топографии и дифрактометрии

Д.В. Рощупкин, Д.В. Иржак

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия

e-mail: rochtch@iptm.ru

Для исследования структурного совершенства пьезо- и сегнетоэлектрических кристаллов целесообразно использовать методы рентгеновской дифрактометрии и топографии, которые позволяют не только визуализировать структурные дефекты (домены, двойники, полосы роста, дислокации и т.д.) [1-2], но и исследовать физические свойства кристаллов [3-4].

В настоящей работе представлены структурного совершенства исследования лантангалиевого танталата La₃Ga_{5.5}Ta_{0.5}O₁₄ (LGT перспективные пьезоэлектрический кристалл для акустоэлектроники И датчиков физических величин) И сегнетоэлектрических доменных структур в кристаллах LiNbO3. Исследования были выполнены методами рентгеновской топографии и дифрактометрии В схеме двухкристального рентгеновского дифрактометра.

1. Экспериментальная схема

Оптическая схема двухкристального рентгеновского дифрактометра схематично представлена на рис. 1. В качестве источника рентгеновского излучения была использована рентгеновская трубка с вращающимся Си анодом Rigaku Rotaflex RU-200 (излучение CuK_{α 1}, λ =1.54 Å). Монхроматизация рентгеновского излучения осуществлялась с помощью двойного кристалламонхроматора Si(111). После монохроматора рентгеновское излучение под углом Брэгга падает Дифрагированное кристалл. на исследуемый рентгеновское излучение регистрировалось С помощью сцинтилляционного детектора. Так как источника рентгеновского излучения размер составлял 50 мкм по горизонтали и 10 мм по вертикали, то для съемки рентгеновских топограмм использовалось параллельное перемещение образца и рентгеновской пленки, что позволяет получать изображение большой области кристалла.

2. Исследование структурного совершенства кристаллов LGT

Кристаллы LGT выращивают методом Чохральского из расплава. В процессе роста в кристаллах формируется целый спектр структурных дефектов: двойники, полосы роста, центры окраса, аморфные включения и т.д., которые в дальнейшем негативно сказываются на работе различных устройств. Наиболее распространенным дефектом кристаллической



Рис. 1. Оптическая схема двухкристального рентгеновского дифрактометра.

структуры являются полосы роста. На рис. 2 представлена рентгеновская топограмма поперечного сечения кристалла LGT, выращенного вдоль оси роста {001}. На топограмме хорошо видны концентрическая структура полос роста, связанные со сферичностью фронта кристаллизации. Также на топограмме можно наблюдать симметрию третью порядка, связанную с выходом граней [100].

Также следует отметить, что в кристаллах LGT часто формируются области центров окраса. Наличие областей центров окраса в кристалле приводит к искажению кристаллической решетки и изменению межплоскостных расстояний, что в свою очередь приводит к изменению значений пьезоэлектрических констант. Ha рис. 3 представлены результаты исследования кристалла LGT, в котором в процессе роста кристалла сформировалась большая область центров окраса. На рис. 3(а) приведена оптическая фотография кристалла с область центров окраса. Также на фотографии схематично показана область кристалла, с которой была получена рентгеновская топограмма (б) при отражении от плоскостей (200) и значении угла Брэгга $\Theta_B = 12.983^\circ$. Ha можно наблюдать рентгеновской топограмме только область центров окраса, параметры решетки



Рис. 2. Топограмма кристалла LGT, выращенного вдоль оси роста $\{001\}$. Отражение (002), $\Theta_B = 17.495^\circ$.



Рис. 3. Кристалл LGT, выращенный вдоль оси роста $\{110\}$: (а) оптическая микрофотография; (б) рентгеновская топограмма, отражение (200), $\Theta_B = 12.983^\circ$.

в которой отличаются от остальной части объема кристалла. Полосы роста перпендикулярны оси роста кристалла. Однако на топограмме рис. 3(а) видно, что в области центров окраса угол между осью роста кристалла и полосами роста составляет ~40°, что свидетельствует об особенностях роста кристалла в области центров окраса.

3. Исследование сегнетоэлектрической доменной структуры в *X*-срезе кристалла LiNbO₃

Для исследования регулярных доменных (РДС) сегнетоэлектрических структур В можно применять селективное кристаллах поляризационнохимическое травление, оптические, электронно-микроскопические и дифракционные рентгеновские методы. Визуализировать РДС можно только в срезах, нормальных полярным и пьезоэлектрически активным осям.

В кристалле LiNbO₃ доменные структуры можно визуализировать только в Z-срезе (полярный) и Y-срезе (пьезоэлектрически активный) [2-3]. В X-срезе кристалла LiNbO₃ доменные границы являются нейтральными, а соседние домены имеют одинаковые параметры элементарных ячеек, что не позволяет визуализировать РДС в данном случае. Однако анализ матрицы пьезомодулей

$$d_{ij} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & -2d_{22} \\ -d_{22} & d_{22} & 0 & d_{15} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

показывает, что приложение внешнего

электрического поля E_1 вдоль оси X вызывает Х-срезе кристалла LiNbO₃ появление в деформаций сдвиговых $r_5 = d_{15} \cdot E_1$ (сдвиг плоскостей между осями Х и *Z*) и $r_6 = -2d_{22} \cdot E_1$ (сдвиг плоскостей между осями Х и У). Таким образом, наличие сдвиговых деформаций в X-срезе кристалла LiNbO₃ позволяет визуализировать доменные структуры методами рентгеновской топографии И дифрактометрии в условиях внешнего электрического поля за счет противоположного изменения угла наклона отражающих плоскостей в соседних доменах.

работе В методами рентгеновской топографии и дифрактометрии был исследован Х-срез кристалла LiNbO3 с РДС, в которых вектора спонтанной поляризации \vec{P}_S лежат в плоскости поверхности кристалла, антипараллельны между собой и параллельны доменной границе. В данном случае доменные границы являются электрически нейтральными, а соседние домены имеют одинаковые значения структурных факторов. РДС в кристалле LiNbO₃ была сформирована методом послеростовой термоэлектрической обработки вблизи температуры Кюри в условиях приложения к кристаллу знакопеременного электрического поля. Ширина доменов составляет ~750 мкм. Толщина исследуемого кристалла с РДС составляла d = 1 мм. Для исследования РДС в Xсрезе в условиях приложения внешнего электрического поля E₁ на кристалле с двух сторон были сформированы Al – электроды толщиной 1000 Å. На рис. 4 схематично представлена РДС в отсутствии (а) и в условиях приложения к кристаллу внешнего электрического поля E₁. Как видно из рисунка приложение внешнего электрического поля вызывает противоположный наклон отражающих плоскостей в соседних доменах на угол $r_6 = -2d_{22} \cdot E_1$.

На рис. 5 представлены рентгеновские топограммы *X*-среза кристалла LiNbO₃ с РДС, полученные в отсутствии (а) и в условиях приложения внешнего электрического поля (б).



Рис. 4. Схема РДС в *X*-срезе кристалла LiNbO₃ в отсутствии (а) и в условиях приложения внешнего электрического поля вдоль оси *X*.



Рис. 5. Рентгеновские топограммы *X*-среза кристалла LiNbO₃ с РДС: (a) U = 0 кВ, (б) U = 1.5 кВ. Отражение (220), $\Theta_B = 36.789^\circ$.

Для рентгеновской топографии было использовано отражение от плоскостей (220) при значении угла Брэгга $\Theta_B = 36.789^\circ$. В отсутствии внешнего электрического поля на топограмме нельзя визуализировать доменную структуру. На рис. 5(б) представлена рентгеновская топограмма в условиях приложения к кристаллу электрического потенциала U = 1.5 кВ. Внешнее электрическое поле за счет обратного пьезоэлектрического эффекта вызывает сдвиговые деформации $r_6 = -2d_{22} \cdot E_1$ соответственно, И, наклон отражающих плоскостей (220) между осями Х и *Y*: $\partial \Theta = -2d_{22} \cdot (U/d)$ ($d_{22} = 20.7 \cdot 10^{-12}$ Кл/H). Электрический потенциал U = 1.5 кВ вызывает наклон отражающих плоскостей в одном домене на $\partial \Theta = 12^{"}$, а в соседнем домене на $\partial \Theta = -12^{"}$. соответственно.

На рис. 6 представлены двумерные карты распределения рентгеновской интенсивности, дифрагированной на X-среза кристалла LiNbO₃ с РДС в отсутствии (а) и в условиях приложения к кристаллу внешнего электрического поля (б). В электрического отсутствии внешнего поля распределения двумерная карта дифрагированной рентгеновской интенсивности соответствует монокристаллу. Приложение к кристаллу потенциала U = 1.5 кВ вследствие пьезоэлектрического обратного эффекта вызывает наклон отражающих плоскостей за счет сдвиговых деформаций, что выражается в изменении значений угла Брэгга. Следует отметить, что в соседних доменах углы наклона отражающих плоскостей противоположны по



Рис. 6. Двумерные карты распределения рентгеновской интенсивности, дифрагированной на *X*-среза кристалла LiNbO₃ с РДС: (a) *U* = 0 кB. (б) *U* = 1.5 кB. Отражение (220)

$$\Theta_B = 36.789^\circ$$
.

знаку и значения углов Брэгга в соседних доменах изменяются в противоположные стороны, соответственно. Изменение значений угла Брэгга между двумя соседними доменами составляет $2\partial \Theta = 20^{"}$, что находится в соответствии с расчетным значением.

Заключение

Впервые продемонстрирована возможность исследования доменных структур в *X*-среза кристалла LiNbO₃. рентгеновскими методами в условиях приложении внешнего электрического поля к кристаллу.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проекты №06-02-22005-НЦНИ_а и №07-02-00318-а).

[1] Roshchupkin D.V., Irzhak D.V., Roshchupkina H.D., Buzanov O.A., Crystallography Reports, 49(1), S80 (2004).

[2] Antipov V.V., Blistanov A.A., Roshchupkina H.D., Tucoulou R., Ortega L., Roshchupkin D.V., Appl. Phys. Lett., 85(22), 5325 (2004).

[3] Irzhak D., Roshchupkin D., Punegov D., Ferroelectrics, 351, 163, (2007).

[4] Roshchupkin D.V., Irzhak D.V., Tucoulou R., Buzanov O.A., J. Appl. Phys., 94, 6692 (2003).

г. Черноголовка, 6 - 9 октября 2008 г.

Многослойная оптика для рентгеновского и экстремального ультрафиолетового диапазона

Достижения и проблемы в создании фокусирующих многослойных рентгеновских зеркал

А.Д. Ахсахалян

Институт физики макроструктур РАН, г. Нижний Новгород, Россия e-mail: akh@ipm.sci-nnov.ru

Введение

В работе приводится обзор исследований и полученных важнейших результатов 38 последние пять лет в Институте физики микроструктур PAH области создания В фокусирующих многослойных зеркал для жесткого рентгеновского диапазона длин волн $(\lambda = 0.05 - 0.25)$ HM, E=25-5 кэВ). Основное внимание уделялось зеркалам цилиндрической формы, которые наиболее широко используются в современных рентгенооптических схемах и зеркалам в форме эллипсоида вращения, которые являются весьма перспективными элементами рентгенооптики будущего.

Существующие рентгеновские источники можно разделить на две категории: линейные, с большим аспектным отношением длины к ширине, и точечные, у которых аспектное отношение порядка единицы. Для работы с линейными источниками используются зеркала цилиндрической формы. Для работы с точечными источниками используются скрещенные зеркальные системы Киркпатрика -Байеза (К-Б), состоящие из двух цилиндрических зеркал с общим фокусом, образующие которых взаимно перпендикулярны. При этом каждое из зеркал обеспечивает фокусировку излучения в плоскости, перпендикулярной образующей зеркала. Частным случаем К-Б системы является симметричная уголковая система, состоящая из двух одинаковых рядом расположенных зеркал. Светосила такой системы в четыре раза превосходит светосилу классической системы К-Б, что делает ее весьма привлекательной для практического использования. Кроме того. светосила таких систем может быть еще увеличена за счет мультиплицирования. Однако, как будет показано ниже, такая система имеет существенный недостаток. Из-за симметрии в ней появляются специфический тип аберраций, что накладывает определенные ограничения на ее применение.

В зависимости от формы направляющей цилиндрической поверхности (эллипс или парабола), зеркала используются соответственно для масштабного переноса изображения источника из фокуса в фокус, или для перевода расходящегося пучка в квазипараллельный (коллимации) и наоборот - для фокусировки квазипараллельного пучка в линию или точку. Нами разработана методика изготовления зеркал цилиндрической формы [1-5]. В ее основе лежат три метода – методы пластического и упругого изгиба плоских пластин и метод реплик. Совокупность этих методов обеспечивает вполне удовлетворительную для большинства практических применений точность изготовления формы поверхности - отклонение локального угла к направляющей от расчетного значения не превышает 0,05 милирадиана. Однако, в последнее время стали появляться задачи, требующие более высокой точности формы поверхности. Для решения этой проблемы проводятся исследования по реактивному ионному травлению поверхности с целью корректировки ее формы. Разработана методика, позволяющая осуществлять травления стекла, кварца и кремния со скоростями до 0.3 мкм в минуту практически без увеличения микрошероховатости поверхности [6,7].

Кроме К-Б систем, для работы с точечными источниками могут применяться зеркала в форме фигур вращения. В наших исследованиях значительное внимание уделялось зеркалам в форме эллипсоида вращения (ЭВ). Такие зеркала по светосиле могут в десятки раз превосходить эллиптические системы К-Б. Кроме того, ЭВ зеркала обладают меньшими по сравнению с системами К-Б аберрациями. Изготовление таких зеркал является весьма сложной задачей из-за огромной разницы в радиусах кривизны вдоль и перпендикулярно оптической оси и на сегодняшний день никто в мире не выпускает зеркала вращения хорошего качества.

Развитие технологии изготовления фокусирующих зеркал в ИФМ РАН шло по трем направлениям: теоретическое изучение зеркал и зеркальных систем с точки зрения получения максимальной светосилы и минимальных аберраций; развитие метрологии – методов измерения локального периода и локальной кривизны зеркал; изготовление и исследование характеристик зеркал и зеркальных систем.

Светосила и аберрации зеркальных систем

Развиты методы расчета светосилы цилиндрических зеркал с направляющей в форме параболы и эллипса, составленных из таких зеркал скрещенных систем К-Б, и зеркал в форме эллипсоида вращения. Установлено, что для всех перечисленных типов зеркал заданной длины L, установленных на заданном расстоянии X_c от источника размера Δ существует оптимальный параметр направляющей k_{opt} , обеспечивающий максимальную выходную мощность P_{max} . Для

параболы $k_{opt} = 2p$, для эллипса $k_{opt} = b/a$, p – параметр параболы, b и a – малая и большая полуоси эллипса. Получены аналитические выражения для расчета k_{opt} и P_{max} в зависимости от L, X_c и Δ . Показано, что светосила зеркал в форме ЭВ может в десятки раз превосходить светосилу эллиптической системы К-Б с тем же k, и это отношение растет с уменьшением длины зеркал [8,9].

Исследовано распределение интенсивности рентгеновского излучения плоскости в многослойных изображения эллиптических зеркал цилиндрической формы И зеркал, имеющих форму эллипсоида вращения. Получены формулы, позволяющие рассчитать это распределение в зависимости от отношения полуосей эллипса. положения зеркала относительно источника, размера источника и величины микрошереховатости поверхности зеркала. Показано, что если в фокус зеркала в форме эллиптического цилиндра поместить однородный линейный источник шириной δ , то в плоскости изображения будет наблюдаться следующая картина. В центре будет однородно засвеченная область шириной $\Delta_l = \Gamma_2 \cdot \delta$, а по краям - спадающие хвосты шириной $\Delta_2 = \Gamma_1 \cdot \delta_2$ где $\Gamma_{1,2} = (z_{1,2}-a)/(z_{1,2}+a)$ - локальное увеличение в начальной z₁ и в конечной z₂ точке зеркала. Похожая картина наблюдается как в скрещенных эллиптических системах, так и для зеркал в форме эллипсоида вращения [10].

Изучены аберрации рентгеновских уголковых отражателей (УО) эллиптического типа. Установлено, что в таких системах наряду с аберрациями, связанными с конечной длиной зеркал [10], имеются поперечные аберрации, связанные с симметрией системы, которые проявляются раздвоении изображения В изображения предмета в плоскости (ПИ). расчета Предложен алгоритм формы аберрационного пятна в ПИ. Исследованы аберрации УО для источника в виде диска конечного радиуса в зависимости от длины УО, его расположения относительно источника, отношения полуосей эллипса, радиуса диска и микрошероховатости степени поверхности зеркал. Определены условия, при которых уголковая система конечной длины может считаться изображающей [11].

Метрология зеркал и зеркальных систем

Прогресс в развитии методов изготовления фокусирующих многослойных зеркал в значительной степени определяется прогрессом в развитии методов измерения основных зеркал — локального параметров периода многослойной структуры и локальной кривизны поверхности.

Разработан изготовлен И стенд для фокусирующих измерения свойств рентгеновских зеркал в жестком диапазоне длин волн λ≈0.1 нм, позволяющий измерять как форму, так и распределение периода по поверхности зеркала. Стенд состоит ИЗ квазиточечного рентгеновского источника, стола для юстировки образца и детектора в виде ПЗС матрицы с разрешением 13 мкм, разработанного в ФИАНе. Между источником и образцом устанавливается диафрагма с тонким отверстием (30-100 мкм), перемещающаяся в вертикальной и горизонтальной плоскостях, позволяюшая освещать заданный участок поверхности зеркала. В качестве источника излучения используется серийная рентгеновская трубка прострельного типа БСВ-1 с разработанной нами магнитной системой, позволяющая изменять диаметр фокусного пятна от 20 до 100 мкм. Большой размер матрицы (~1*1 см) в сочетании с высокой точностью измерений (~10 мкм) позволяет не только легко юстировать образец, но и получать дополнительную информацию о распределении интенсивности рентгеновского излучения как в фокальной плоскости, так и в промежуточных плоскостях. На стенде проведены исследования фокусирующих свойств четырехуголковой скрещенной системы и зеркала в форме эллипсоида вращения [12].

Для обеспечения максимальной светосилы рентгеновского зеркала его период и кривизна в каждой точке поверхности должны строго соответствовать расчетным значениям. Измерение кривизны представляют не сложности, поскольку поверхность является успешно зеркальной. Здесь применяются оптические метолы. Значительно более сложными являются измерения локального периода на изогнутой поверхности. Для этой цели используются рентгенодифракционные методы. При этом образец должен быть установлен на столике, имеющем пять степеней свободы. Такие измерения и длительны и трудоемки. В работе [13] была предложена методика измерений обоих этих параметров в линейного расходящемся пучке от рентгеновского источника. Идея метода опирается на селективный характер брэгговского отражения: из расходящегося от источника пучка лучей от зеркала отражаются лишь те, для которых выполняется условие Брэгга. В работах [14,15] эта методика развита применительно к тем случаям. когда образующая цилиндрического зеркала не совпадает с осью гониометра.

Прогресс в изготовлении зеркальных систем

Рассчитаны, изготовлены и исследованы на приборах ДРОН-3М и ДРОН-4-07 опытные образцы многослойных зеркал в форме параболических цилиндров для серийных отечественных дифрактометров серии ДРОН на две длины волны 0.154 нм и 0.071 нм. Размеры, форма и распределение периода рассчитаны так, чтобы зеркала могли быть установлены на место кристалла-монохроматора. Использование таких зеркал существенно улучшает характеристики дифрактометров ДРОН и позволяет уменьшить время измерения образцов в 5-20 раз [16,17].

Впервые разработана методика изготовления четырехуголковых отражающих систем на многослойных структурах для фокусировки излучения квазиточечных источников жесткого рентгеновского излучения. Система состоит из четырех одинаковых зеркал, имеющих форму эллиптического цилиндра. Образующие соседних зеркал взаимно перпендикулярны. Угловая апертура системы равна ΔΩ=6*10⁻⁴ стерадиан. Светосила таких систем в четыре раза превосходит светосилу наиболее эффективных симметричных на сегодняшний день скрещенных систем. Изучены отражательные характеристики системы. Исследования на рентгеновском стенде показали, что при размере источника d_{ист}=100 мкм пятно фокусировки практически квадратное, а интенсивность, измеренная в пятне фокусировки, хорошо совпадает с расчетной. При размере источника d_{ист}=20 мкм проявляется ассиметрия пятна фокусировки, а картина, наблюдаемая в промежуточной плоскости позволяет выявить дефекты сборки [12,18,19].

На основе метода реплик впервые в мире разработана лабораторная технология изготовления многослойных зеркал в форме вращения жесткого эллипсоида для рентгеновского диапазона длин волн $\lambda \approx 0,1$ нм. Изготовлен опытный образец зеркала в виде сектора эллипсоида вращения. Изучены его форма и отражательные характеристики. Установлено, что макроскопическая форма поверхности с высокой точностью совпадает с расчетной, тогда как микропрофиль поверхности имеет волнообразный характер с несколькими характерными расстояниями между волнами -20, 5 и 1 мкм. Похожий характер поверхности, но с большей глубиной модуляции, наблюдался и у шаблона. Проведено сравнение фокусирующих свойств зеркала в форме эллипсоида вращения и симметричной скрещенной системы одинаковыми параметрами и апертурами [20].

Работа поддержана РФФИ, проект 07-02-00249.

[1] Ахсахалян А.Д., Володин Б.А., Клюенков Е.Б. и др. Поверхность. Рент., синхр. и нейтр. исслед. 1, 162 (1999).

[2] Ахсахалян А.Д., Володин Б.А., Клюенков Е.Б. и др. Поверхность, **1**, 112 (2000).

[3] Ахсахалян А.А., Ахсахалян А.Д., Муравьев В.А., и др. Поверхность, 1, 51 (2002).

[4] Akhsakhalyan A.A., Akhsakhalyan A.D., Kharitonov A.I., et all. Central European Journal of Physics. CEJP. **3**(2). 163 (2005).

[5] Ахсахалян А.А., Ахсахалян А.Д., Клюенков Е.Б. и др. Известия РАН. Сер. физическая, **69**, №2, 174 (2005).

[6] Ахсахалян А.Д., Волгунов Д.Г., Клюенков Е.Б. и др. Матер. Симпозиума "Нанофизика и наноэлектроника". Нижний Новгород, 10-14 марта 2008г, 192 (2008).

[7] Ахсахалян А.Д., Волгунов Д.Г., Клюенков Е.Б. и др. Матер. рабочего совещания «Рентгеновская оптика 2008. Черноголовка, 6-9 октября 2008г.

[8] Ахсахалян А.Д., Клюенков Е.Б., Муравьев В.А., Салащенко Н.Н. Поверхность, **1**, 86 (2003).

[9] Ахсахалян А.Д., Клюенков Е.Б., Муравьев

В.А., Салащенко Н.Н. Поверхность, 2, 28 (2005).

[10] Ахсахалян А.Д., Муравьев В.А., Салащенко Н.Н. Поверхность, **2**, 1 (2007).

[11] Ахсахалян А.Д., Муравьев В.А., Салащенко Н.Н. Матер. Симпозиума "Нанофизика и наноэлектроника". Нижний Новгород, 10-14 марта 2007г., 329(2007).

[12] Ахсахалян А.А., Ахсахалян А.Д., Клюенков Е.Б. и др. Поверхность, **7**, 1 (2007).

[13] Ахсахалян А.Д., Муравьев В.А. Поверхность, **10**, 1 (2007).

[14] Ахсахалян А.А., Ахсахалян А.Д., Вайнер Ю.А. и др., Матер. Симпозиума "Нанофизика и наноэлектроника". Нижний Новгород, 10-14 марта 2008г. 194 (2008).

[15] Ахсахалян А.А., Ахсахалян А.Д., Вайнер Ю.А. и др., Матер. рабочего совещания «Рентгеновская оптика 2008. Черноголовка, 6-9 октября 2008г.

[16] Дроздов Ю.Н., Ахсахалян А.А., Ахсахалян А.Д. и др. Поверхность, **5**, 33 (2005).

[17] Ахсахалян А.А., Ахсахалян А.Д., Дроздов Ю.Н. и др. Поверхность, **11**, 1 (2007).

[18] Ахсахалян А.А., Ахсахалян А.Д., Володин Б.А. и др. Известия РАН. Сер. физическая, **68**, №4, 569 (2004).

[19] Akhsakhalyan A.A., Akhsakhalyan A.D., Kharitonov A.I., et all. Nucl. Instr. and Meth., **A543**, 346 (2005).

[20] Ахсахалян А.А., Ахсахалян А.Д., Клюенков Е.Б. и др. Известия РАН. Сер. физическая, **71**, №1, 69 (2007).

Применение реактивного ионно–лучевого травления для корректировки формы поверхности рентгеновских зеркал

А.Д. Ахсахалян, Ю.А. Вайнер, Д.Г. Волгунов, М.Н. Дроздов, Е.Б. Клюенков, М.И. Кузнецов, Н.Н. Салащенко, А.И. Харитонов, Н.И. Чхало Институт физики микроструктур РАН, г. Нижний Новгород, Россия

e-mail: akh@ipm.sci-nnov.ru

В последние годы в качестве фокусирующих рентгенооптических элементов широкое распространение получили многослойные цилиндрические зеркала с различной формой направляющей поверхности – парабола, эллипс и др. Для достижения высокой светосилы таких зеркал, к их поверхности предъявляются два требования: форма направляющей поверхности должна максимально соответствовать расчетной и микрошероховатость поверхности должна составлять доли нанометра ($\sigma=0,2-0,4$ нм). изготовления поверхностей Для рентгеновских зеркал применяются методы упругого и термопластического изгиба плоских пластин из стекла, кварца или кремния и метод реплик, который используется наиболее часто [1-3]. Он состоит в том, что к поверхности шаблона нужной формы плотно прижимается тонкая пластина из кремния, кварца или стекла. Далее к ней приклеивается толстая матрица и после отвердевания клея система разъединяется. Данная методика обеспечивает очень хорошее соответствие формы шаблона и изготовленной поверхности – реплики. Разность локальных углов наклона касательной к поверхности шаблона и реплики не превышает ∆ф**≈(5- $10)*10^{-6}$ радиан. В качестве шаблона используются нами же изготовленные методами упругого термопластического И изгиба цилиндрические поверхности. Точность формы поверхностей, изготовленных последними двумя методами, хотя и достаточна для большинства практических применений, но значительно ниже, чем в методе реплик - отклонение локального угла наклона касательной к направляющей от расчетного значения - ∆ φ*≈5*10⁻⁵ радиан. Эта точность является предельной для методов термопластического и упругого изгиба И определяет суммарную ошибку всей методики.

Для получения большей точности формы поверхности необходимо привлекать другие методы изготовления или корректировки формы поверхности, изготовленной методами упругого и термопластического изгиба. Одним из наиболее перспективных нам представляется метод, представленный в [4], где он был назван методом плазмохимического травления. Однако, по целому ряду признаков [5], его следует отнести к методу реактивного ионно – лучевого травления (РИЛТ). В работе [4] было показано, что при травлении сверхгладкой ($\sigma=0.4$ нм) поверхности стекла и кремния на глубину порядка нескольких микрон. микрошероховатость остается на исхолном уровне. Этот замечательный факт позволяет налеяться на успешное применение этого метола для формирования поверхности зеркал. В настоящей работе продолжены исследования процесса РИЛТ применительно к задаче формирования сверхгладких поверхностей заданной формы.

Исследования проводились на установке, описанной в [4], дополненной устройством перемещения образца. Травление образца осуществлялось сфокусированным плазменным пучком. Главными узлами установки травления являются разрядная камера (источник плазмы), камера травления и система формирования плазменного пучка, состоящая из выходной щели и электрода смещения (рис.1).

Источником плазмы является цилиндрический резонатор с волной Е11, в котором СВЧ излучение магнетрона поддерживает газовый разряд в смеси аргона с фреоном CF₃H при давлении $P_{PK} = 0.03$ - 0.1 Pa. Газы поступают в разрядную камеру через CHA-2. Резонатор натекатель окружен соленоидом, магнитное поле которого позволяет обеспечить стабильный разряд при минимальной СВЧ мощности около 100 ватт.

Плазма инжектируется в камеру травления через узкую металлическую щель в торцевой стенке резонатора. Ширина щели - 5 мм, длина -60 мм. Щель выполняет две функции. Вопервых, она позволяет снизить давление в камере



Рис.1 Схема установки реактивного ионно – лучевого травления.

травления по сравнению с разрядной камерой

более чем на порядок, поскольку напуск газа идет в разрядную камеру, а откачка идет из камеры травления. Это позволяет исключить разряд в камере травления. Во – вторых, система щель – электрод смещения, работает как собирающая цилиндрическая электростатическая линза. Зона травления в области фокусировки представляет собой длинную узкую область шириной на полуглубине около 0,5 мм и длиной около 80 мм. Длина области травления с равномерностью 98 % составляет 10 мм, с равномерностью 90% - 20 мм, что вполне приемлемо для формирования цилиндрических поверхностей, поскольку обычно ллина линейных рентгеновских источников составляет 10-12 мм.

Для неподвижных образцов изучались зависимости скорости травления от расстояния щель – подложка, состава газа и напряжения смещения. Во всех экспериментах проводилось сравнение шероховатости травленой поверхности с шероховатостью исходной поверхности. Установлено, что во всех случаях шероховатость травленной И исходной поверхности совпадают с точностью 0,1-0,2 нм. Травлению подвергались образцы из кремния и стекла. Скорости травления для этих двух материалов практически идентичны.

Изучение профиля и микрошероховатости проводилось на сканирующем интерференционном микроскопе белого света фирмы Taylor/Hobson "Talysurf CCI 2000". позволяет измерять Микроскоп профиль поверхности с точностью 0,2 нм. Максимальное поле обзора 1*1 мм² и может быть произвольно уменьшено. Измерительная матрица 1024*1024 пикселей. Существует возможность измерения среднеквадратичного отклонения з измеренной поверхности от поверхности, аппроксимированной полиномом до 13 степени. Величина s характеризует микрошероховатость поверхности σ , однако надо иметь в виду, что всегда s> σ , поскольку в нее входит еще и ошибка аппроксимации, причем, чем меньше поле обзора, тем ближе эти величины. Измеренная величина s составила на размерах 1*1 мм² и 30*30 мкм² соответственно 1-1,2 нм и 0,6-0,8 нм. На меньшем поле измерять эту величину не имеет смысла, поскольку статистика при этом не будет представительной.

Для сравнения были проведены альтернативные измерения величины микрошероховатостй на атомно-силовом микроскопе "Soiver PRO" фирмы NT-MDT (Зеленоград). Измерения проводились на поле 30*30 мкм² и 1*1 мкм². Измеренные значения о составили соответственно 0,5-0,8 нм и 0,3-0,5 нм. Поскольку измерения на этих двух приборах на поле 30*30 мкм² практически совпали, можно полагать, что истинная величина σ ~ 0.3-0,5 нм.

Такая величина является вполне приемлемой для применения такой поверхности в качестве подложки для нанесения рентгеновских зеркал.

Зависимость скорости травления от расстояния щель-подложка приведены на рис. 2.

Видно, что скорость травления достигает



Рис. 2. Зависимость скорости травления от расстояния щель – подложка при различных составах газа. Время травления

максимума на расстоянии 8 мм от щели. Максимальная скорость травления достигается при составе газа 50% Ar – 50% CF₃H и почти в два раза превышает скорость физического травления в чистом аргоне. При дальнейшем увеличении процентного содержания фреона скорость травления падает примерно в 3 раза.

С ростом напряжения смещения скорость травления монотонно растет как для чистого Ar, так и для смеси газов (рис. 3).





Наибольший интерес представляют эксперименты по травлению подложки из кремния, которая в процессе травления перемещалась в направлении, перпендикулярном длинной стороне зоны травления. Травление осуществлялось в атмосфере чистого аргона и в 50 % смеси аргона с фреоном. Длина зоны сканирования - 10 мм. Глубина удаленного слоя составила 0,3 микрона. Были проведены измерения шероховатости травленой и исходной поверхности на интерференционном и на атомно-силовом микроскопе. В обоих случаях шероховатость не изменилась. Большой (10 мм) размер травленой области позволил также провести измерения шероховатости на рентгеновском дифрактометре по кривой отражения вблизи угла полного внешнего отражения, гораздо более которые дают величине достоверную информацию 0 шероховатости, сравнению по с вышеуказанными методами (рис. 4).



Рис. 4. Зависимость логарифма коэффициента отражения от скользящего угла падения для исходной (1) и травленой (2) поверхности при различном составе газа.

Из рисунка видно, что шероховатость в обоих случаях практически не изменилась. В травленой области наблюдаются осцилляции интенсивности, которые указывают на то, что поверхности вблизи травленой появилась однородная по толщине модифицированная область с отличным от материала подложки показателем преломления. Толщина этой области составила для чистого аргона и смеси газов соответственно 40 и 10 нм. Исследования на вторичном ионном масс-спектрометре показали что эта область обогощена кислородом, SiO, SiO₂, углеродом и фтором.

Главной особенностью представленной методики является тот факт, что при травлении поверхности на глубину в несколько микрон, ее микрошероховатость остается на уровне долей нанометра. Это является совершенно не типичным для реактивного и, тем более, для физического распыления, когда на толщинах удаленного слоя в десятки нанометров шероховатость становится более 2 нм. Для объяснения этого, на наш взгляд, необходимо привлекать процесс, отличный от процессов, происходящих при РИЛТ (физическое распыление и химическое взаимодействие активного газа с материалом подложки). Таким процессом может быть плавление поверхности под действием ионного пучка. В этом случае сглаживание поверхности будет происходить под действием сил поверхностного натяжения. В рамках этого предположения легко объяснить и появления под травленой поверхностью толстого модифицированного слоя, объяснить появление которого процессами РИЛТ практически невозможно, поскольку глубина проникновения ионов с энергиями порядка 1 кэВ составляет единицы нанометров.

Представленная методика РИЛТ, благодаря высоким скоростям травления поверхности при сохранении ее микрошероховатости на атомном уровне открывает большие перспективы ее использования для решения задач формирования поверхностей заданного профиля для рентгеновских зеркал как цилиндрической формы, так и в форме фигур вращения.

Работа поддержана РФФИ, проект 07-02-00249.

[1] Ахсахалян А.А., Ахсахалян А.Д., Муравьев В.А. и др. Поверхность, 1, 51 (2002).

[2] Ахсахалян А.А., Ахсахалян А.Д., Волгунов Д.Г. и др., Поверхность, 1, 78 (2003).

[3] Ахсахалян А.А., Ахсахалян А.Д., Клюенков Е.Б. и др., Известия РАН. Сер. физическая., 2, 174 (2005).

[4] Ахсахалян А.Д., Волгунов Д.Г., Клюенков Е.Б., и др. Матер. Симпозиума "Нанофизика и наноэлектроника". Нижний Новгород, 10-14 марта 2008 г., 192 (2008).

[5] Плазменная технология в производстве СБИС. Пер. с англ.. Под ред. Н. Айнспрука, Д. Брауна. М.: Мир, 1987.

Коррекция формы подложек для рентгеновской оптики с субнанометровой точностью

А.Е. Пестов, Н.Н. Салащенко, Л.А. Суслов, М.Н. Торопов, Н.И. Чхало Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия e-mail: pector@ipm.sci-nnov.ru

Введение

Будущее микроэлектроники, переход на топологические размеры рисунка БИС 20-30 нм и менее, связывается мировым научным сообществом с развитием проекционной литографии с рабочими длинами волн. лежашими в лиапазоне экстремального ультрафиолета (ЭУФ) и мягкого рентгеновского (MP) излучения, прежде всего с длиной волны 13,5 нм. Несмотря на довольно высокие научные и технологические заделы в области многослойной рентгеновской оптики, в разработке фоторезистов [1] и генерации излучения в ЭУФ диапазоне [2], отечественная программа по ЭУФ литографии во многом сдерживалась отсутствием технологий изготовления подложек для многослойных зеркал проекционного объектива с необходимой точностью формы поверхностей. Малая рабочая ллина волны потребовала vвеличения точности отражающих формы поверхностей, как правило, асферических, до субнанометрового расчетам уровня (по максимальное отклонение формы подложки от заданной асферической поверхности не должно превышать 0,27 нм [3]). Таким образом, назрела острая необходимость в изучении методов и подходов для коррекции (доведения) формы исходных поверхностей подложек ло субнанометровых точностей. Задача осложняется тем, что поверхность подложки после еще процедуры коррекции должна оставаться атомарно гладкой, для обеспечения высокого коэффициента отражения нанесенных на нее многослойных зеркал.

В прикладной оптике на данный момент несколько способов асферизации известно поверхности в основном это механические метолы локального стачивания поверхности, механической деформации и притирка со сферическими объектами разного радиуса кривизны [4], однако, обеспечить данные методы не позволяют требуемую точность изготовления формы поверхности. Более прогрессивными направлениями являются процессы в вакууме - это нанесение тонких слоев и ионная полировка. В настоящее время в литературе имеются данные по достижению точности формы по среднеквадратичному отклонению (RMS) лучше 8 нм [5] на образцах диаметром 150 мм методом ионного распыления. В работах фирмы ZEISS сообщается о применении метода ионно-пучкового травления для коррекции формы асферических

точностью подложек с субнанометровой И атомарной гладкостью поверхностей. Однако ни установка ионно-пучкового травления, ни характеристики ионных пучков не приводятся [6]. В рамках данной работы для доведения формы исходной подложки до расчетных значений применялись оба этих метода: ионно-пучковое травление [7] и нанесение тонких корректирующих слоев [8]. Результаты, полученные с применением этих методов, уже сейчас позволили начать работы по созданию проекционного объектива для ЭУФ нанолитографа.

Методика

Метод асферизации вакуумным напылением используется для изготовления поверхностей имеющих малое отступление от сферы. Он заключается в нанесении напылением дополнительного слоя переменной толщины на исходную сферическую подложку.

В настоящее время в ИФМ РАН наработаны методики изготовления многослойных структур (MC) со сверхмалыми периодами [9], что является стартовой площадкой для отработки технологии нанесения сверхтонких пленок для коррекции методом вакуумного магнетронного напыления. В качестве пары материалов применяется структура Cr/Sc. В ИФМ РАН проведено глубокое изучение данной структуры [10]. Показано, что при нанесении Cr/Sc многослойной структуры в качестве подслоя не развивается микрошероховатость подложки, что не приводит к легралации коэффициентов отражения рентгеновских зеркал. При соотношении толщин слоев Cr и Sc 1:1 в MC отсутствует стресс, что не приводит к деформации поверхности подложки нанесения на нее корректирующего после покрытия. Другим достоинством данной МС является то, что она может быть химически снята с подложки без последствий лпя микрошероховатости поверхности.

Схема процесса коррекции методом вакуумного нанесения тонких пленок через маску приведена на рис.1. Характеристики установки и параметров технологического процессы нанесения тонких пленок можно найти в [11].



Рис.1. Схема процесса коррекции оптической подложки методом вакуумного нанесения тонких пленок через маску.

Ионная обработка – это управляемый процесс формирования оптических поверхностей с заданными характеристиками и топографией, в основе которого лежит физический процесс атомной эмиссии (распыление) с поверхности бомбардировки мишени под действием энергетическими частицами (ионами). Метод ионного травления имеет преимущества над механическими, поскольку позволяет проводить травление в заданной точке на заданную сверхмалую (менее 1 нм) глубину. С этой целью была разработана и изготовлена экспериментальная установка ионно-пучкового травления (рис.2).



Рис.2. Схема установки ионного травления. 1 – линейное перемещение образца; 2 – вращение образца; 3 – образец (оптическая подложка); 4 – шаговый двигатель привода диафрагм; 5 – ионный источник; 6 – диск со сменными диафрагмами (в одной из позиций установлен измеритель ионного тока); 7 – вакуумная камера.

В вакуумную камеру, на столик, имеющий три степени свободы, устанавливается образец (размер образца ограничивается габаритами вакуумной камеры и достигает 230 мм в диаметре). Используется источник ускоренных ионов, разработанный в ИФМ РАН [12]. Поверхность образца сканируется с заданной скоростью, обеспечивающей расчетную скорость травления, под пучком ускоренных ионов (ионы Ar+ с энергией от 300 до 1500 эВ). Распределение плотности тока в пучке после 6 мм диафрагмы представлено на рис.3.



Рис.3. Карта распределения плотности тока в пучке, после 6 мм диафрагмы, полученная в точке падения пучка на образец.

Для достижения высоких коэффициентов отражения многослойных зеркал, нанесенных на подложки, подвергшиеся ионной коррекции, микрошероховатость поверхностей должна оставаться на уровне 0,1-0,2 нм. Таким образом, возникла необходимость изучения влияния параметров ионных пучков на микрошероховатость поверхности. С этой целью был поставлен изучению эксперимент по зависимости среднеквадратической шероховатости поверхности, подвергнутой ионной бомбардировке от угла падения ионов на подложку, их энергии и глубины травления.

представляли Образцы собой плоские мм². Подготовка пластины размером 15x15 образцов производилась следующим образом: поверхность очищалась ОТ пыли И грязи посредством мытья в ультразвуковой ванне. Подготовленная поверхность высушивалась, и на методом наносился слой фоторезиста нее центрифугирования. Далее на образец посредством УΦ литографии наносился рисунок, представляющий собой последовательность эквидистантных полос шириной 10 мкм и высотой 1 мкм. Полосы наносились для измерения глубины травления при помощи интерференционного микроскопа. Затем образцы устанавливались в вакуумную камеру и подвергались воздействию ионного пучка при различных энергиях ионов (500,

750, 1000 эВ), углах падения ионного пучка на образец (14 и 42°) и глубинах травления (10-70 нм).

По результатам исследования влияния параметров ионного травления на высоту микрошероховатости кристаллического кремния и MC Cr/Sc получены рабочие параметры источника ионов и угла падения ионов на образец (таблица 1).

Таблица 1.

Значения среднеквадратической шероховатости поверхности Si и Cr/Sc после ионной бомбардировки.

Мат.	Угол травл., °	U _{ac} , kV	Глубина травл., нм	RMS, нм	V _{et} , нм/ мин
Cr/Sc	42	0,5	25	0,4	0,45
Si	14	1	10,8	0,2	0,51
Cr/Sc	14	1	47,7	0,47	0,46
Cr/Sc	14	0,5	54,7	0,2	0,31
Cr/Sc	14	0,5	34,2	0,2	0,39

Как можно видеть из таблицы при углах травления 14° и энергии ионов менее 1 кэВ скорость травления остается на заметном уровне, а развитие шероховатости обработанной поверхности не наблюдается.

Возможности метода по доведению формы поверхности до расчетных параметров изучались на сферической подложке с радиусом кривизны 260 мм и диаметром 130 мм. Процесс коррекции формы является итерационным и на каждой стадии коррекции необходимо измерять форму поверхности. На первом этапе при помощи дифракционной интерферометра с волной сравнения [13] получалась карта поверхности подложки. По результатам измерений из тонкой алюминиевой фольги изготавливалась маска с отверстиями, которые соответствовали областям "холмов" на поверхности для ионного травления, либо "впадин" для вакуумного нанесения пленок. Затем через эту маску проводился этап коррекции, области впадин подвергались запылению, либо области холмов локальному травлению. После каждого этапа коррекции снималась новая карта поверхности, по которой вновь проводилась коррекция, до тех пор пока форма поверхности не начинала удовлетворять требуемым условиям.

На рис.4а и 4б представлены две последовательные карты поверхности, полученные на интерферометре [13], до и после коррекции формы ионным пучком. Травление проводилось по уровню 2. После 12-й коррекции деформации формы поверхности подложки уменьшилась с PV=42,6 нм и RMS=7,3 нм до значений PV=4,7 нм и RMS=0,6 нм.

Таким образом можно констатировать, что отработанные в ИФМ РАН методики коррекции формы оптических поверхностей при помощи локального ионно-пучкового травления и магнетронного нанесения тонких пленок позволяют

субнанометровой подложки с изготавливать точность формы поверхности для залач нанолитографии, внеземной проекционной астрономии И рентгеновской микроскопии сверхвысокого разрешения



Рис.4. Карта поверхности подложки, полученная на интерферометре [13], а) – до коррекции; b) – после коррекции.

Работа поддержана грантами РФФИ: 07-02-00992-а, 08-02-01038-а.

[1] Bulgakova S.A., Lopatin A.Ya., Luchin V.I. et. al., Nucl. Instr. Meth. A, 448, p. 487 (2000).

[2] Кошелев К.Н., Банин В.Е., Салащенко Н.Н., Успехи физических наук, 177, с. 777 (2007).

[3] Williamson D.M., OSA Proceedings on Extreme Ultraviolet Lithography, 23, p.68 (1995).

[4] М.А. Окатов, Э.А. Антонов, А. Байгожин и др., Справочник технолога-оптика, СПб, (2004).

[5] F. Beauville, D. Buskulic, R. Flaminio et. al., Class. Quantum Grav., 21, S935–S945, (2004).

[6] Lowisch M., Kuerz P., Boehm T. et al., Optics for EUV Lithography, International EUVL Symposium, 28 – 31 October 2007, Sapporo, Japan.

[7] Переев А.Ф., Ильман В.В., Михайлов А.В., ОМП, №10, с. 40-43, (1972).

[8] Рождественский В.Н., Кузнецов С.М., ОМП, №8, с. 69-70, (1967).

[9] Бибишкин М.С., Вайнер Ю.А., Пестов А.Е. и др., Известия РАН. Сер. физ., 69, №2, 199 (2005).

[10] Андреев С.С., Клюенков Е.Б., Мизинов А.Л. и др., Поверхность. №2, 45 (2005).

[11] Andreev, S.S., Akhsakhalyan A.D., Bibishkin M.S. et al., CEJP, N.1., P.191–209, (2003).

[12] Бибишкин М.С., Забродин И.Г. и др., Поверхность. №2, 41 (2003).

[13] Климов А.Ю., Клюенков Е.Б., Мизинов А.Л. и др., Поверхность. №6, 99 (2007)

Изучение строения и отражательных характеристик в окрестности К-края поглощения бора La/B₄C(B₉C) многослойных структур

М.М. Барышева, С.С. Андреев, Ю.А. Вайнер, С.А. Гусев, С.Ю. Зуев, А.Е. Пестов, В.Н. Полковников, Н.Н. Салащенко, Н.И. Чхало.

Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия e-mail: maria@ipm.sci-nnov.ru

Многослойные структуры (МС) на основе La/B4C, предназначенные для работы в области аномальной дисперсии бора (λ ~6.7 нм), в России и за рубежом изготавливаются и исследуются с 2001 года [1-5]. Тем не менее, до настоящего момента коэффициенты отражения таких МС остаются примерно на 20-30% ниже предела. теоретического Целью настоящей работы являлось выявление основных причин заниженности коэффициента отражения по сравнению с теоретическим пределом, изучение особенностей внутреннего строения $La/B_4C(B_9C)$ и нахождение способы повышения их качества

Исследуемые структуры изготавливались методом магнетронного распыления, и аттестовались рефлектометрическими методами в «мягком» рентгеновском диапазоне на рефлекометрах [5-7] и дифрактометре Philips XPert Pro ($\lambda = 0.154$ нм). Результаты измерений в области BK_a $\lambda = 6.69$ нм, приведены в Таблице 1.

MC	nd,	0	2 (• 2	R _{max}	R _{id}
MC	HM	θ_{max} ,	$\lambda/\Delta\lambda$	(%)	(%)
	3.47	74.35°	126	44	65
La/B_4C	3.39	80.45°	120	40	65
	6.91	28.95°	34	60	60
C_{a}/B_{c}	3.37	82.88°	109	36	57
Ce/D_4C	6.94	28.82°	32	47	49
I_{α}/P_{α}	3.50	72.08°	107	38	66
Lu/D ₉ C	7.35	27.06°	29	59	64

Таб.1. Отражательная способность структур $La(Ce)/B_4C(B_9C)$, измеренная при $\lambda = 6.69$ нм.

Здесь и далее используются следующие обозначения: d – период MC, θ_{max} – угол максимального отражения (отсчитывается от поверхности зеркала); nd = $\lambda/2\sin(\theta_{max})$; β - доля сильнопоглощающего вещества в периоде; σ - масштаб межслоевой шероховатости; R_{max} – пиковый коэффициент отражения; R_{id} - результат численного расчета для β = 0.5, σ = 0.

Поскольку для La/B значение $R_{id} \sim 85\%$ (вблизи нормального падения), для повышения отражения мы использовали карбид с большим содержанием *B*. Измерения продемонстрировали, однако, худшее качество полученных MC, что на данный момент заставляет отказаться от использования B_9C . Замена La на Ce также не привела к усилению отражения. Таким образом, на данный момент альтернатива паре La/B_4C для $\lambda \sim 6.7$ нм отсутствует.

В то же время полученные значения R для МС вблизи нормального падения по-прежнему теоретического далеки от предела И соответствуют $\sigma \sim 0.6$ нм (рис.1). При этом, однако, измерения на $\lambda = 0.154$ нм демонстрируют значительно более высокое качество межслоевых границ, в частности, наблюдается высокий пик отражения в 3-м порядке дифракции и заметный по амплитуде пик в 4-ом порядке, которые при σ~0.6 нм должны быть подавлены (рис.2).



Рис.1. Отражательная характеристика La/B_4C -МС для $\lambda = 6.69$ нм. Расчетная кривая соответствует d = 3.42 нм, $\beta = 0.4$, $\sigma = 0.55$ нм.

Таким образом, на данном этапе видны три проблемы: 1) R_{max} значительно ниже R_{id} для $d \sim 3.4$ нм; 2) с увеличением содержания В отражение МС падает; 3) отличие значений σ , получаемых по данным измерений в «мягком» и «жестком» диапазонах.

Во-первых, причиной таких отклонений может быть неточность используемых оптических констант *La* при $\lambda = 6.69$ нм. Вовторых, они могут быть объяснены сильным взаимодействием *La* и *B*, приводящим к образованию на гетерограницах МС переходных областей разной ширины. В этом случае при $\lambda = 0.154$ нм из-за малого поглощения отражение

в высших порядках может быть высоким за счет отражения от одной «хорошей» границы. В «мягком» диапазоне пренебречь «плохой» границей нельзя из-за сильного поглощения.



Рис.2. Отражательная характеристика La/B_4C (d = 3.42 нм) для $\lambda = 0.154$ нм. Расчетная кривая соответствует параметрам рис.1.

Для диагностики внутреннего строения структуры MC, были изготовлены большепериодные $(d \approx 7 \text{ нм})$ «копии» рассмотренных MC, нанесенные в идентичных технологических режимах с вдвое увеличенными временами напыления (таб.1).





Рис. 3. Отражательная (\mathfrak{AB} рактеристика La/B_4C для $\lambda = 6.69$ нм. Расчетная кривая (сплошная линия) соответствует d = 7.12 нм, $\beta = 0.48$, $\sigma = 0.47$ нм, $\rho_{La} = 5.5$ г/см³, $\rho_{B4C} = 1.8$ г/см³. Пунктирная линия соответствует табличным значениям плотностей, $\sigma = 0$ нм

Коэффициенты отражения таких MC относительно слабо зависят от ширины межслоевых границ и характерных (0,2-0,5%) флуктуаций периода. Кроме того, при больших толщинах пленок их плотности стремятся к табличным значениям, и основными факторами, отражение определяющим в мягком рентгеновском диапазоне, являются рентгенооптические свойства материалов МС. Измеренные значения R_{max} приведены в таблице 1, для La/B_4C кривые отражения показаны на рис. 3,4.

На основании приведенных данных можно заключить, во-первых, что оптические константы *La*, применяемые в теоретических расчетах, близки к правильным.



Рис. 4. Отражательная характеристика La/B_4C (d = 7.12 нм) для $\lambda = 0.154$ нм. Расчетная кривая соответствует параметрам рис.3.

Во-вторых, хотя МС с периодами ≈7 нм и 3.4 нм наносились при идентичных технологических условиях, зависимости $R(\theta)$ при $\lambda = 0.154 \, \mu M$ для них существенно отличаются: «большепериодная» структура демонстрирует «проваленный» второй пик, что по общепринятым представлениям должно соответствовать $\beta \cong 0.5$. В то же время у МС с понижения второго *d*≈3.4 HM пика не наблюдается.

Заметим, однако, что утверждение о близости β к 0.5 при «проваливании» второго пика основывается на модели симметричных переходных границ. Если же предположить, элементарная ячейка МС имеет форму неравнобедренной трапеции, то при $\beta = 0.5$ степень провала четных пиков будет говорить как раз о степени различия переходных областей. На этом факте основан следующий экспрессметод оценки масштаба переходных областей MC.

В общем виде профиль диэлектрической проницаемости по глубине структуры $\varepsilon(z)$ представляется рядом Фурье:

$$\varepsilon(z) = \varepsilon_0 + \sum_{m=1}^{\infty} a_m \cos\left(\frac{2\pi mz}{d}\right) + \sum_{m=1}^{\infty} b_m \sin\left(\frac{2\pi mz}{d}\right) \quad (1)$$

Произвольное, угодно сложное сколь распределение $\varepsilon(z)$ можно промоделировать, используя два «исходных» вещества [8]. образующих МС. Для этого период *d* функции разбивается на М микропериодов $\mathcal{E}(z)$ $\Delta d = d/M$, каждый из которых образован обоими веществами, взятыми в соответствующих долях $\beta_{micro}(z)$:

$$\varepsilon_1 \beta_{micro}(j) + \varepsilon_2 [1 - \beta_{micro}(j)] = \varepsilon(z_j), \qquad (2)$$

 $z_j = j\Delta d + \Delta d/2$, ј нумерует микропериоды. В этом случае сколь угодно сложный профиль $\mathcal{E}(z)$ можно представить в виде

$$\varepsilon(z) = \frac{\varepsilon_1 + \varepsilon_2}{2} + \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}{2} \widetilde{\varepsilon}(z), \qquad (3)$$

где $\varepsilon_{1,2}$ - комплексные диэлектрические проницаемости материалов MC, а $\tilde{\varepsilon}(z) \in [-1;1]$ действительная функция, не зависящая от веществ. В силу вышесказанного, (1) преобразуется к $\varepsilon(z) = \varepsilon_1 + [(\varepsilon'_1 - \varepsilon'_1) + i(\varepsilon''_1 - \varepsilon''_1)]$

$$\varepsilon(z) = \varepsilon_0 + \left[(\varepsilon_1 - \varepsilon_2) + i(\varepsilon_1 - \varepsilon_2) \right] \div \\ \times \left\{ \sum_{m=1}^{\infty} a_m^{norm} \cos(q_m z) + \sum_{m=1}^{\infty} b_m^{norm} \sin(q_m z) \right\},$$
(4)

 a_m^{norm}, b_m^{norm} - нормированные действительные амплитуды гармоник, определяющиеся только геометрией задачи. Тогда в борновском приближении тый коэффициент отражения равен

$$R_m = \left|\varepsilon_1 - \varepsilon_2\right|^2 \left(\frac{d}{\lambda}\right)^4 \left(\frac{2\pi N}{m}\right)^2 \left[\left(a_m^{norm}\right)^2 + \left(b_m^{norm}\right)^2\right].$$
(5)

Если же соотношение веществ в периоде одинаково ($\beta = 0.5$), имеем $a_m^{norm} \equiv 0$, что позволяет восстанавливать профиль $\varepsilon(z)$ по измерению серии R_m для $\lambda = 0.154$ nm. Восстановленные по этой методике профили $\varepsilon(z)$ описанных выше La/B_4C структур приведены на рис. 5.



Рис. 5. Восстановления профиля диэлектрической проницаемости в элементарной ячейке для La/B4C структур (a) $d \approx 7$ nm и (b) $d \approx 3.4$ nm.

Наблюдается заметное различие структуры элементарной ячейки для MC с разными периодами, что, по всей видимости, объясняется высокой химической активностью лантана. Асимметрия границ видна на обоих рисунках и также подтверждается данными электронной микроскопии исследования скола.

Поскольку основной причиной отличия отражательных характеристик La/B_4C от теоретически предсказанных на данный момент видится высокая химическая активность La и B,

приводящая к образованию на гетерограницах химических соединений *La-B*, предлагается использовать буферные слои, препятствующие взаимному проникновению *La* и *B*. В качестве барьерных материалов в данной работе рассматривались *Cr*, *Mo*, *Sn*. С целью анализа взаимодействия материалов MC с барьерным веществом были изготовлены MC типа *La/Cr*, *Cr/B*₄*C* и т.д. с *d*~7-8 нм (N = 60) и $\beta \approx 0.5$.

Несмотря на привлекательность олова, на данный момент МС *La/Sn* изготовить не удалось, т.к. при нанесении слоев олова оно собиралось в капли. В соединении с La Cr и Мо демонстрируют шероховатость на уровне 0.55 нм, плотность La понижена до 5.5г/см³ (с Cr) и 6.0 г/см³ (с Mo). В соединении с карбидом *Cr/B₄C* характеризуется $\sigma \sim 0.4$ -0.5 нм, тогда как для Мо получаем $\sigma = 0.35$ нм, что пока не позволяет сделать уверенное заключение о превосходстве одной из прослоек.

Таким образом, в рамках данной работы были изготовлены и исследованы многослойные структуры La/B_4C и La/B_9C , представляющие значительный интерес для рентгеновской литографии на длине волны 6.7 нм Продемонстрированы коэффициенты отражения на уровне 40-60%, приближающиеся лпя большепериодных структур к теоретическому пределу. Проведены исследования попарных соединений Cr и Mo с La и B₄C. В настоящее время изготавливаются структуры с буферными прослойками.

Работа поддержана грантами РФФИ №№ 08-02-01015, 08-02-00873 и 07-02-00190.

[1] C. Michaelsen, J.Wiesmann, et. al. // Opt. Lett. 26 (11), p. 792-794 (2001).

[2] C. Michaelsen, P. Ricardo et al. // Adv. X-ray Anal., 42, p. 308 (2000).

[3] J.-M. André , P. Jonnard et. al.// X-Ray Spectrometry, V. 34, Is. 3, p.203 – 206.

[4] Yu. Platonov, L. Gomez, D. Broadway. SPIE Proc., V. 4782, p.152-159 (2002)

[5] С.Ю. Зуев, Е.Б. Клюенков и др. // Поверхность. Рент., синхр. и нейт. исслед., №1, с 32-35 (2002).

[6] S.S. Andreev, A.D. Akhsakhalyan et.al.// Central European Journal of Physics, №1, p. 191-209 (2003).

[7] M.S. Bibishkin, .G. Zabrodin et.al. // Journal of surface investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, №1, p. 70-77 (2003).

[8] М.М. Барышева, А.М. Сатанин. Поверхность. Рент., синхр. и нейтр. исслед., № 8. с. 1-5 (2008).
Применение новых фокусирующих многослойных структур для рентгеновской и ВУФ спектроскопии лазерной плазмы

<u>Е.Д. Казаков¹</u>, В.И. Лучин², Н.Н. Салащенко², В.В. Чернов², Н.И. Чхало², А.П. Шевелько¹, О.Ф. Якушев¹

¹Институт физики микроструктур РАН, Н.Новгород, Россия ²Физический институт им. П.Н.Лебедева, Москва, Россия e-mail: evgenische@gmail.com

В спектральных исследованиях слабоинтенсивных рентгеновских источников излучения наиболее эффективны фокусирующие схемы спектрометров. Светосильный спектрометр с цилиндрически изогнутым кристаллом слюды в качестве дисперсионного элемента, выполненный по схеме Гамоша (рис. 1), успешно использовался для регистрации рентгеновского спектров излучения, возникающего при воздействии на мишень наносекундных [1] и фемтосекундных лазерных импульсов [2]. Прибор обладает высоким спектральным разрешением $\lambda/\delta\lambda \sim 1000$ и высокой светосилой в широком диапазоне спектра $\Delta \lambda = 0.1 - 1.0$ нм.

Однако малое межплоскостное расстояние d в кристаллах ограничивает сверху регистрируемый диапазон длин волн величиной $\sim 2d \approx 2.5$ нм. т.к. максимальная величина 2d для природных кристаллов равна 2d = 2.66 нм (КАР). В связи с этим представляет интерес отражающих применение искусственных многослойных структур (МС) в качестве дисперсионных элементов для спектральных рентгеновского приборов мягкого и экстремального ультрафиолетового (ЭУФ) диапазонов. Выбирая нужный период и состав MC. можно, без изменения геометрии спектрометра Гамоша, существенно расширить регистрируемый диапазон в длинноволновую область, в том числе в так называемое "водяное окно", область между К-краями поглощения углерода и кислорода.

данной работе качестве B в дисперсионного элемента применен новый тип рентгеновского многослойного зеркала. нанесенного на поверхность слюды и затем изогнутого. Разработаны цилиндрические рентгеновские зеркала на основе MC W/B₄C с периодом d = 1.2 нм [3 - ссылка на прошлогоднюю работу] (для диапазона длин волн $\lambda = 0.8 - 0.95$ нм) и Cr/Sc с периодом d =3.75 нм (для диапазона $\lambda = 3 - 4$ нм). МС изготавливались магнетронного методом распыления. Пленочная структура W/B₄C с числом периодов N = 600наносилась на плоскую подложку кремния co среднеквадратичной шероховатостью

поверхности 0.3 нм и затем переносилась на поверхность тонкой, толщиной 15 мкм, пластины слюды. МС Cr/Sc (N = 130) наносились непосредственно на поверхность слюды.

На стенде, в состав которого входили рентгеновская трубка со сменными анодами, спектрометр-монохроматор PCM-500. вакуумный рефлектометр и детекторы излучения [4], измерялись спектральные характеристики тестовых зеркал на плоских кремниевых подложках. В качестве анодов трубки использовали Al и Ti. По результатам угловых коэффициента измерений отражения оценивалось спектральное разрешение зеркал: $\lambda/\Delta\lambda$ = 380 для линий $\lambda(Al K_{\alpha})$ = 0.834 нм (структура W/B₄C) и $\lambda/\Delta\lambda = 64$ (структура Cr/Sc) для линии λ (Ті L_{α}) = 3.14 нм. Пиковые значения коэффициента отражения зеркал составили R_{max} = 4.7 % (для MC W/B₄C) при угле скольжения θ = 20.66° и R_{max} = 27.4 % (для МС Cr/Sc) при θ = 25.14°. Спектральные характеристики цилиндрических зеркал на слюде определялись по результатам измерений параметров лазерноплазменного источника.

Лазерная плазма создавалась при фокусировке излучения второй гармоники лазера на Nd стекле (длительность импульса 2 нс, размер облученной площадки 20 мкм) на массивные магниевую, алюминиевую или полиэтиленовую мишени.

Рентгеновские спектры лазерной плазмы исследовались с помощью спектрометра Гамоша [1] с многослойным цилиндрическим зеркалом в качестве лисперсионного элемента. В схеме Гамоша используется кристалл, изогнутый по цилиндру с радиусом 20 мм, а источник излучения и плоскость регистрации лежат на оси цилиндра. Излучение от источника на различных длинах волн, после отражения от дуги кристалла, фокусируется в точку на оси спектрометра. Это приводит к очень высокой светосиле схемы в широком диапазоне спектра. Другим преимуществом схемы является этой формирование спектра на оси спектрометра, что позволило использовать ПЗС линейку в качестве детектора излучения. Большая длина детектора (в нашем случае 30 мм) давала возможность регистрировать спектр в широком диапазоне длин волн.

В качестве детектора излучения использовалась ПЗС линейка Toshiba TCD 1304АР, имеющая 3724 элемента 8 им шириной и 200 мкм высотой каждый. Для расширения динамического диапазона детектора (вплоть до λ = 3 - 4 нм) активная область ПЗС детектора соединялась с волоконной шайбой, на которую наносился тонкий слой (~ 10 мкм) люминофора. Фокусирующая геометрия спектрометра наряду с эффективностью ПЗС высокой детектора приводят к высокой чувствительности прибора: эффективность спектрометра может превышать эффективность схемы с плоским кристаллом и с фотографической регистрацией спектра в 10⁴ – 10⁶ раз [1]. Это позволяло регистрировать рентгеновские спектры в наших экспериментах при малых энергиях лазерного импульса (вплоть до 1 мДж).



фокусирующего спектрометра, выполненного по схеме Гамоша.

Для исследования спектров плазмы магния (диапазон длин волн $\lambda = 0.8 - 0.95$ нм) использовалась МС на основе пары W/B₄C с периодом d = 1.2 нм, для исследования спектров ионов углерода и алюминия (диапазон длин волн $\lambda = 3 - 4$ нм) – МС на основе пары Cr/Sc с периодом d = 3.75 нм. В первом случае для защиты от излучения УФ и видимого диапазона использовался рентгеновский фильтр (полиимид 1.1 мкм + 0.2 мкм Al), во втором случае – свободновисящий Cr/Sc фильтр.

Свободновисящий многослойный Cr/Sc фильтр с окном прозрачности $\lambda = 2.2 - 5$ нм был специально изготовлен для настоящих спектральных исследований. Использованная методика изготовления свободновисящих МС была разработана для создания фазовращателей мягкого рентгеновского диапазона [5]. Первый этап изготовления фильтра – магнетронное напыление Cr/Sc MC (d = 2.9 нм, N = 63) на кремниевую подложку с предварительно нанесенным подслоем. На следующем этапе подслой растворяется в процессе жидкого селективного травления, затем МС извлекается из жидкости и размещается на стеклянной рамке с прямоугольным отверстием 18 × 46 мм². Расчетный коэффициент пропускания фильтра в рабочем диапазоне спектрометра $\lambda = 3.2 - 4.2$ нм составляет T = 25 - 15 % при $\theta = 26^{\circ} - 35^{\circ}$.

На рис. 2, 3 и 4 приведены примеры спектров плазмы магния и углерода и алюминия, зарегистрированные с помощью W/B₄C и Cr/Sc многослойных зеркал качестве в диспергирующего элемента. Наблюдается полная структура спектра – резонансные линии w водородоподобного ([H]-) Lv_{α} И И гелиеподобного ([He]-) ионов Mg. также сателлитные линии (S).Спектральное разрешение W/B₄C зеркала составило величину $\lambda/\delta\lambda$ = 230. Спектрального разрешения Cr/Sc зеркала ($\lambda/\delta\lambda = 66$ при $\lambda = 3.5$ нм и $\lambda/\delta\lambda = 92$ при $\lambda = 4$ нм) также оказалось достаточно для наблюдения резонансных линий [Н]- и [Не]подобных ионов и перехода (1-3) в [Не]подобном ионе углерода.







Рис.3 Спектр [Li-] подобных ионов Al, полученный с помощью MC Cr/Sc в качестве диспергирующего элемента в спектрографе Гамоша.

Продемонстрированная в данной работе возможность регистрации спектров плазмы легких ионов поможет расширить диапазон применения рентгеновской спектроскопии многозарядных ионов [6]. Анализ спектра в узком участке позволяет по относительным интенсивностям сателлитов ионов различной кратности определять температуру и плотность электронов, исследовать ионизационное равновесие установить наличие И стационарности или изучать динамику развития плазмы [6, 7]. Определенные трудности в этом методе возникают при измерении малых электронных температур $T_e < 100$ эВ. При этом надо использовать спектры ионов легких элементов, а для них существенно уменьшаются относительные интенсивности диэлектронных сателлитов. В то же время, диапазон температур *T_e* < 100 эВ представляет значительный интерес в связи разработкой источников с лпя проекционной ЭУФ литографии ($\lambda = 13.5$ нм) и микроскопии живых биологических объектов в так называемом "воляном окне" (область длин волн 2.4 – 4.0 нм, между К-краями поглощения кислорода и углерода).



Рис.4. Спектры [H-] и [He-] подобных ионов углерода, полученный с помощью MC Cr/Sc в качестве диспергирующего элемента в спектрографе Гамоша.

Обработка спектров, приведенных на рис. 2 и 3, позволила определить электронную

температуру магниевой и углеродной плазмы. Температура электронов, измеренная по отношению интенсивностей диэлектронных сателлитов и резонансной линии [He]-подобного иона Mg [8], составила величину $T_e = 265$ эВ. По отношению интенсивностей переходов (1-2) в [H]-подобном и (1-3) в [He]-подобном ионах найдена электронная температура углеродной плазмы (рис. 4): $T_e = 60 - 70$ эВ [10].

Проведенные исследования показали перспективность применения MC в фокусирующих спектрометрах. Использование в дисперсионных качестве элементов многослойных интерференционных структур с различными межплоскостными расстояниями d =1 – 13 нм обеспечит спектральные измерения в рентгеновском И экстремальном мягком ультрафиолетовом диапазонах. При умеренном спектральном разрешении ($\lambda/\delta\lambda \sim 100$) такие спектрометры, благодаря своим фокусирующим свойствам и применению нового ПЗС детектора, большой обладают эффективностью. Применение новых спектрометров позволяет измерять температуру электронов в диапазоне T_e = 50 – 100 эВ, реализуемую в плазменных источниках для микроскопии и проекционной ЭУФ литографии.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 07-02-00992 и программы Президиума РАН "Фемтосекундная оптика и физика сверхсильных лазерных полей".

[1] Shevelko A.P., Kasyanov Yu.S., Yakushev O.F., and Knight L.V. // Rev. Sci. Instrum. 2002. V. 73. N 10. P. 3458–3463.

[2] Агранат М.Б., Андреев Н.Е., Ашитков С.И. и др. // Письма в ЖЭТФ. 2006. Т. 83. В. 2. С. 80–83.

[3] М. С. Бибишкин, Е. Д. Казаков, В. И. Лучин и др. Материалы X Симпозиума «Нанофотоника и наноэлектроника – 2006», с 356.
[4] Бибишкин М.С., Забродин И.Г., Зуев С.Ю. и

[4] Бибишкин М.С., Забродин И.Г., Зуев С.Ю. и др. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 2005. № 2. С. 23.

[5] Андреев С.С., Бибишкин М.С., Кітига Н. и др. // Известия РАН. Серия физическая. 2005. Т. 69. С. 207–210.

[6] Пресняков Л.П. // УФН. 1976. Т. 119. В. 1. С. 49–73.

[7] Вайнштейн Л.А., Сафронова У.И., Урнов А.М. // Труды ФИАН. 1980. Т. 119. С. 13–43.

[8] Вайнштейн Л.А., Собельман И.И., Юков Е.А. Возбуждение и уширение спектральных линий. М.: Наука, 1979.

[9] Arnaud M., Rothenflug R. // Astron. Astrophys. Suppl. Ser. 1985. V. 60. P. 425–457.

[10] Бороздин Ю.Э., Казаков Е.Д., Лучин В.И. и др. Письма в ЖЭТФ, том 87, вып.1, стр.33-35(2008).

Зондирование многослойных зеркал в расходящемся рентгеновском пучке с использованием двух характеристических линий анода и двух щелей на выходе

А.А. Ахсахалян, А.Д. Ахсахалян, Ю.А. Вайнер, М.В. Зорина, В.А. Муравьев, Н.Н. Салащенко Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия e-mail: akh@ipm.sci-nnov.ru

Для формирования пучков в жестком рентгеновском диапазоне широко применяются многослойные цилиндрические зеркала с направляющими различного типа.

Для обеспечения максимальной светосилы таких зеркал их период и кривизна в каждой точке поверхности должны строго соответствовать расчетным значениям. Измерение кривизны не представляют сложности, поскольку поверхность является зеркальной. Здесь успешно применяются оптические методы. Значительно более сложными являются измерения локального наноструктуры периода многослойной на этой изогнутой поверхности. Для цели используются рентгенодифракционные методы. Образец должен устанавливаться на столике, имеющем не менее пяти степеней свободы, поскольку в каждой измеряемой точке требуется обеспечить юстировку нулевого положения поверхности зеркала. Такие измерения длительны, трудоемки и плохо поддаются автоматизации.

В работах [1,2] была предложена новая методика измерений обоих этих параметров в расходящемся пучке от линейного рентгеновского источника. Идея метода опирается на селективный характер брэгговского отражения: от зеркала отражаются лишь те лучи, для которых выполняется условие Брэгга: $2d \sin\theta$ $\cong 2d \ \theta = n\lambda$, где θ – угол скольжения, d – локальный период градиентной структуры, *n* – порядок отражения. В жесткой области *λ≈*0.1 нм, $d \approx 3 - 5$ нм, следовательно, $\lambda/d \ll 1$ и условие Брэгга приобретает вид: $2d \ \mathcal{P} \approx n\lambda$.

Наиболее перспективной представлялась нам методика расшифровки зеркала, изложенная в работе [2]. Математическая реализация этой методики требует решения дифференциальноалгебраической системы уравнений. Однако на этом пути имеется существенное препятствие, а именно, для решения задачи нужен *репер* – координата зеркала, отвечающая минимальному значению угла источника, при котором фиксируется брэгговский сигнал. Выяснилось, что граница зеркала не всегда удовлетворяет требованиям, предъявляемым к реперной точке.

В настоящей работе излагается еще один способ расшифровки зеркала. При этом используются данные дифрактометрических измерений для двух линий характеристического спектра анода K_{α} и K_{β} . Измерения проводятся дважды при двух положениях выходной щели детектора $P_{1,2}$ (рис. 1).



Рис. 1: Схема установки: O – ось гониометра, mm- зеркало, S – источник, A – точка отражения, $P_{1,2}$ - выходные щели, D – детектор, ϑ – угол скольжения, OS = L, $OP_{1,2} = R_{1,2}$.

Эксперимент проводится так. Зеркало тт (рис.1) помещается на столик гониометра, не имеющий никаких юстировок. Источник S передвигается с постоянным угловым шагом по окружности радиуса OS = L с центром O на оси гониометра. Детектор D с выходными щелями $P_{1,2}$, которые последовательно устанавливаются на расстояниях $R_{1,2}$ от оси O, перемещается по окружности с тем же центром до появления брэгговских пиков от каждой из двух линий. При этом считываются углы отраженных лучей: у1.2 для линии K_{α} и $\delta_{1,2}$ для линии K_{β} в зависимости от углов источника ψ и χ. По завершении эксперимента мы имеем в распоряжении четыре файла, связывающих углы выходной щели и источника $\gamma_{1,2}(\psi)$ и $\delta_{1,2}(\chi)$ для обеих линий при двух расположениях щели. На рис. 1 показан ход

падающего и отраженного луча, соответствующего K_{α} -линии. Линия K_{β} имеет меньшую длину волны, следовательно, при отражении луча в той же точке A угол источника χ также будет меньше, чем ψ (лучи для K_{β} линии на рис. 1 не показаны). Аналитические зависимости $\gamma_{1,2}(\psi)$ и $\delta_{1,2}(\chi)$ могут быть получены при помощи полиномиальной аппроксимации (при расчетах были использованы полиномы четвертой степени).

Координаты источника *S* и выходных щелей *P*_{1,2} определяются по формулам (индексы 1, 2 при *R* и *P*, для краткости, опускаем):

$$u_{S}^{\alpha} = -L \cos \psi, \qquad v_{S}^{\alpha} = L \sin \psi,$$

$$u_{P}^{\alpha} = R \cos \gamma(\psi), \qquad v_{P}^{\alpha} = R \sin \gamma(\psi);$$

$$u_{S}^{\beta} = -L \cos \chi, \qquad v_{S}^{\beta} = L \sin \chi,$$

$$u_{P}^{\beta} = R \cos \delta(\chi), \qquad v_{P}^{\beta} = R \sin \delta(\chi).$$

Для расшифровки зеркала достаточно составить две пары уравнений (для каждой из линий при расположении щели на двух разных расстояниях $R_{1,2}$ от O), выражающих теорему косинусов для треугольников $SAP_{1,2}$. Стороны этих треугольников суть функции координат точки отражения u, v, зависят от локального периода d через посредство угла скольжения u, кроме того, зависят от углов ψ , χ . Опуская индексы щелей и линий, получаем:

$$SP^{2} = AS^{2} + AP^{2} + 2AS \cdot AP \cdot \cos(2\theta)$$
, где
 $SP^{2} = (u_{P} - u_{S})^{2} + (v_{P} - v_{S})^{2}$
 $AS^{2} = (u - u_{S})^{2} + (v - v_{S})^{2}$
 $AP^{2} = (u - u_{P})^{2} + (v - v_{P})^{2}$
 $u_{S} = -L \cos \chi, \quad v_{S} = L \sin \chi$

$$\boldsymbol{\vartheta} = \boldsymbol{\vartheta}_{\alpha,\beta} = \lambda_{\alpha,\beta}/d$$

Таким образом, мы имеем четыре алгебраических уравнения, которые связывают пять величин: u, v, d, χ и ψ . В качестве параметра можно взять любую из них. Чтобы избежать проблем с репером, будем считать параметром угол ψ . Решая численно данную систему уравнений, получаем в параметрическом виде искомые функции: v(u) – профиль зеркала и d(u) период структуры. (Зависимость *у(и)* может служить для контроля за вычислительным процессом). Непосредственные вычисления проводились в пакете Mathematica . С этой целью была составлена специальная программа.

Практический интерес представляют такие задачи:

1. Измерение распределения периода наноструктуры непосредственно после ее нанесения на квазиплоскую кремниевую пластину. Это необходимо для коррекции формы

диафрагм магнетрона при изготовлении градиентных структур.

2. Измерение распределения периода и кривизны поверхности готового зеркала после приклеивания пластины с наноструктурой к шаблону заданной формы для контроля качества готового изделия.

Обе эти задачи решались по изложенной Измерения проводились методике. на дифрактометре фирмы Bruker "D8 Advance". В качестве источника использовалась проекция линейного анода рентгеновской трубки размером 0.05 мм. Образец устанавливался на столике так, чтобы образующая поверхности была параллельна оси вращения. Измерения проводились во втором порядке брэгговского отражения.



Рис. 2: Период (сверху) и относительная разность периодов (снизу) квазиплоской многослойной наноструктуры, промеренной по разным методикам. Тонкая кривая получена нашим методом, жирная – альтернативые измерения.

В случае квазиплоского зеркала расчеты проводились при таких значениях параметров: $\lambda_{\alpha} = 0.154$ нм, $\lambda_{\beta} = 0.139$ нм ($K_{\alpha,\beta}$ -линии меди), L = 254.2, $R_1 = 260.5$, $R_2 = 362$ мм. Координаты границ зеркала были такие: $u_n = -34.3$, $u_f = 39.1$ мм.

Чтобы можно было судить о надежности были предлагаемой методики, проведены альтернативные измерения периода по стандартной методике, а именно, брэгговский угол вдоль направляющей измерялся на дифрактометре фирмы Philips "X'Pert". На рис. 2, сравнительные результаты приведены

измерений. Видно, что относительная разность периодов не превышает 0,3 %.



Рис. 3: Период (сверху) и относительная разность периодов (снизу) зеркала в форме параболического цилиндра, промеренного по разным методикам. Тонкая кривая получена нашим методом, жирная – альтернативые измерения.

приведены На рис. 3 результаты зондирования зеркала в форме параболического цилиндра. Измерения проводились при тех же значениях параметров, что И В случае квазиплоского зеркала. Как видно. распределение периода согласуется c альтернативными измерениями с точностью около полутора процентов.

Отметим, что кривая d(u), приведенная на рис. 3 была также измерена при сдвиге образца по высоте примерно на 2 мм. В результате было получено то же распределение d(u) с точностью до 0,2 %. Это свидетельствует о том, что наблюдается хорошая воспроизводимость и эксперимента и расчета.

Что касается способа расшифровки профиля зеркала v(u), то здесь ситуацию надо признать

неудовлетворительной. Наши расчеты кривизны сильно отличаются от тех, которые были на оптическом стенде (данные получены которого можно считать достоверными). Мы полагаем, отмеченные расхождения что объясняются не вполне адекватным способом полиномиальной аппроксимации экспериментальных данных с дифрактометра. К тому же при таком способе аппроксимации остается открытым вопрос о степени полиномов. Компьютерное моделирование показало только, что при степенях выше четвертой полиномы "звенеть" начинают И это немедленно отражается (в худшую сторону) на результатах расшифровки изогнутых зеркал. В настоящее время нами ведется поиск более подходящей эмпирической формулы для аппроксимации экспериментальных данных.

Несмотря на нерешенный вопрос о профиле зеркал, представленная методика позволяет осуществлять измерения распределения периода квазиплоских и цилиндрических зеркал с достаточной для многих практических применений точностью. Методика реализована в автоматизированном варианте на дифрактометре Bruker "D8 Advance" и уже применяется на практике.

Работа поддержана РФФИ, проект 07-02-00249.

[1] Ахсахалян А.Д., Муравьев В.А., Поверхность, 10, 1 (2007).

[2] Ахсахалян А.А., Ахсахалян А.Д., и др. Матер. Симпозиума "Нанофизика и наноэлектроника", Нижний Новгород, 10-14 марта 2008 г., 194 (2008).

Средства измерений (СИ) для рентгеновской рефлектометрии многослойных структур в ИФМ РАН

<u>С.Ю. Зуев¹, Н.И. Чхало¹</u>

¹Институт Физики Микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия e-mail: zuev@ipm.sci-nnov.ru

Рефлектометрия является основным средством исследования многослойных рентгеновских зеркал (МРЗ). Новые методы электронной микроскопии, дополняют наши представления о их структуре [2].

МРЗ для рентгеновского и EUV диапазона, применяются в оптических схемах рентгеновских телескопов и стендах для рентгеновской литографии [3, 4, 5].

Большие размеры и сложная форма поверхности требуют развития техники контроля заданного профиля свойств по поверхности структуры. Сильное поглощение атмосферой рентгеновских излучений (РИ) диапазона 0,7-200 нм, для которого преимущественно создаются МРЗ, отсутствие прозрачных и прочных оптических окон, приводит к высоким 2,0-4,0)х10⁻⁴Па требованиям к качеству вакуума.

В общем виде измеряемые величины, коэффициент отражения $R(\varphi, \psi, \lambda) = I_R/I_0$ или прохождения $T(\varphi, \chi, \lambda) = I_T / I_{\theta}$, (где I_R -отраженное РИ, І₀-падающее РИ, І_Т-прошедшее РИ) зависят в двухмерной модели от трех углов φ , ψ , χ , падения, отражения и выхода уголы прошедшего РИ и длина волны λ . Об общем виде трехмерных зависимостей **R** и **T** можно судить по набору одномерных экспериментальных характеристик от одного параметра при двух остальных постоянных. В частных случаях зеркальных отражений $\phi = \psi$, когда можно пренебречь угловой расходимостью падающего и измеряемого РИ, измеряемая характеристика становится функцией только двух параметров. Для вогнутых сферических и асферических поверхностей двух параметрические измерения возможны только в тех частных случаях, когда изменение геометрических размеров луча РИ несушественно влияет на результат в условиях конкретного эксперимента, Кроме того для таких объектов на минимально скользкие углы соотношение накладывает ограничение кривизны поверхности и их внешних размеров. Наиболее сложны измерения на выпуклой сферической поверхности, измерения индикатрис рассеяния от шероховатых искусственных поверхностей, когда угловое распределение отраженного РИ становится двухмерным. В этих случаях часто приходиться пользоваться лишь оценками значений искомых величин являющихся двумерными интегралами, если только само входное окно детектора не является интегрирующим хотя бы по одной из координат.

По полученным кривым вычисляют структурные характеристики МРЗ [6].

По измерениям в рабочем диапазоне длин волн вычисляют оптический период MP3, селективность $S(\varphi, \psi)$, интегральный коэффициент отражения $R_{int}(\varphi, \psi)$.

Объектами измерений $T(\varphi, \chi, \lambda) = I_T / I_0$ являются фильтры: простые, многослойные, свободно висящие, на сетках, трековых мембранах [7], [8], [9].

Значительное объему по измерений занимают исследования однородности какого либо из параметров *р* структуры по поверхности объекта $U_n(x,y)$ Специально для таких измерений стенд DMR (двухзеркальный был создан рефлектометр), позволяющий С высокой точностью осушествлять относительные измерения малых изменений коэффициентов отражения/прохождения [10].

Обобщенная схема современного рефлектометра состоит из семи составных частей рис.1, но в самом простом виде сводится к пяти основным: источник, монохроматор, коллиматор, гониометр, детектор отраженного либо прошедшего РИ. Эта схема используется в жестком рентгеновском диапазоне.



Рис.1 Обобщенная структурная схема рефлектометра: 1- рентгеновская трубка (РТ), 2осветитель, 3-монохроматор, 4-выходной коллиматор, 5-монитор РИ, 6-гониометр, 7детектор РИ, 8-исследуемый образец.

Аппаратная база жесткого РИ представлена дифракометрами **ДРОН-3**, *ДРОН-4* И дифрактометром X"PertPro. Сбор и обработка ланных на дифрактометрах **ДРОН** обеспечивается современной электроникой и собственной программным обеспечением разработки. X"PertPro сопровождается

простейшим программным обеспечением.. Источник РИ –отпаянная рентгеновская трубка (РТ). На РТ устанавливается без дополнительной юстировки четырех-зеркальный монохроматор высокого разрешения с угловой расходимостью (0,0028-0,0039)° и выходной интенсивностью $0,45 \cdot 10^5$ при 64% мощности РТ на точечном *Си* аноде. На блок монохроматора установлен блок щелей формирующих выходной пучок РИ падающий на исследуемый образец. Гониометр X"PertPro позволяет манипулировать исследуемым образцом максимального веса 0,5кг и толщиной 24мм посредством электропривода в шести степенях свободы.

Появление **X**"PertPro, не оставило без задач дифрактометры **ДРОН-3** и **ДРОН-4**. Их структурная схема не имеет принципиальных отличий от рассмотренной выше. Однако качество составных частей приводит к тому, что **ДРОН** уступает **X**"PertPro по интенсивности падающего на образец РИ и видит только 3 порядка брэгговского отражения от MP3, там где **X**"PertPro видит 5 порядков.

Однако простота конструкции гониометра **ДРОНа** оснащенного губками, к которым образец поджимается исследуемый без юстировки образца по его толщине И возможность установки слабо изогнутых, но достаточно тонких для исправления деформации образцов, оставляет *ДРОН*ы в числе востребованных аппаратов.

Измерения в жесткой рентгеновской области, а именно на линии СиКа (0.154нм) инструментом являются основным в технологическом процессе изготовления многослойных структур. Весь номенклатурный диапазон периодов создаваемых MP3 (25нм-1нм) отражается по шкале гониометра для жесткого РИ в интервал углов детектора (0,3°- 9,0°) на линии *СиКа*, что несомненно облегчает первоначальную оценку параметров структуры. По ним вычисляются основные структурные параметры. При изготовлении коллимирующих МРЗ для дифрактометров жесткого РИ - эти измерения одновременно являются выходным контролем. Использование МРЗ коллиматоров в схемах дифрактометров позволяет формировать однородные пучки большой светосилы [11, 12].

структур предназначенных для Для использования в диапазоне РИ 0,7-50,0нм собраны специальные стенды выходного контроля.. В их оптических схемах, как составная часть. используется серийно выпущенный в прошлом веке рентгеновский спектрометр-монохроматор *PCM500*. Первоначально, структурная схема этих стендов не отличалась от рефлектометров для жесткой рентгеновской области. Источник мягкого РИэто дифференциально-откачиваемая разборная РТ (с анодом револьверной конструкции), которая могла легко перестраиваться на разные характеристические линии материалов анодов размещенных по окружности основного медного анода. Дифференциальность вакуумной откачки обеспечивалась щелью разделяющей вакуумные объемы РТ и монохроматора и раздельными BB системами откачки. Вследствие конструктивных недостатков герметизации вакуумной системы комплект анодов в РТ загрязнялся быстрее чем хотелось бы. Проблема загрязнений разборных рентгеновских трубок остается актуальной и в современных измерительных стендах.

Монохроматор **РСМ-500** разработанный группой А.П. Лукирского 1954г, оказался весьма светосильной оптической схемой обеспечивающей высокое спектральное и пространственное разрешение.

Дисперсионным элементом в спектрометре сферическая стеклянная является нарезная дифракционная решетка полного внешнего отражения. Качество ee изготовления ограничивает применение спектрометра со стороны коротких длин волн от 0,2 до 1,0 нм. Лучшие экземпляры решеток позволяли наблюдать линию РКа (0.616нм). Недостатком монохроматора является обязательное перемещение одного из плеч монохроматора. Первоначально на подвижном плече спектрометра находилась камера регистрации с пропорциональным газовым счетчиком проточного типа, либо камера для изучения фото эффекта оснащенная держателем фотокатода и ВЭУ динодного типа. Пока размеры МРЗ образцов не превышали 60 мм измерения осуществлялись в гониометрической приставке установленной на подвижное плечо монохроматора. В качестве приемника рентгеновского сигнала использовался малогабаритный **ВЭУ-6** с фотокатодом CsI.

Как результат нестабильности выходного сигнала трубки вследствие загрязнений, в это время в схеме измерений появился монитор состоящий из такого же **ВЭУ-6** и фотокатода в виде сетки устанавливаемого на входящий в измерительную камеру пучок РИ. Монитор отслеживает изменение рентгеновского сигнала на входе в гониометрическую камеру со временем и при сканировании по спектру. Наличие монитора облегчило получение рентгеновских спектров сканирования по длине волны.

Введение в схему монитора уменьшило входной полезный сигнал, а естественные флуктуации сигнала монитора часто оказывают большее влияние на статистический разброс измеряемой величины, чем полезный сигнал детектора. Наилучшим путем решения проблемы все-таки является устранение нестабильности сигнала источника РИ. В этом направлении была проведена большая работа с привлечением сторонних организаций [13].

Рост светосилы и размеров МРЗ привел в 1989г, к очередной модернизации стенда установкой нового гониометра для образцов размером до 120мм, последующая модернизация которого позволяла уже перемещать образец относительно падающего луча без развакуумирования. Увеличение веса камеры привело к тому что, на плечах монохроматора камера гониометра и РТ поменялись местами. Камера гониометра приобрела свой откачной пост, что благоприятно сказалось на условиях регистрации сигналов. Однако условия работы РТ ухудшились из-за практической сложности обеспечить ее дополнительную откачку и только переход на ТМН-откачку позволил частично решить проблему качества вакуума в РТ. высоковольтного Ввеление катода И заземленного анода дополнительно уменьшило приток заряженных загрязнений на анод РТ.

Очередная модернизация стенда в 1995 г (под заказ ИКИ) привела к созданию стенда для контроля образцов диаметром до 250 мм и весом до 7 кг по всей поверхности. В гониометре появились еще четыре степени свободы для манипуляции образцом И вертикальная подстройка детектором, приводимые в движение двигателями дистанционно шаговыми И управляемые программируемой электроникой. Эти возможности обеспечили необходимую юстировку сферических поверхностей МРЗ относительно падающего РИ. Впервые появилась возможность юстировки монохроматора по рентгеновскому лучу. Следующая модификация стенда привела к увеличению максимально тестируемой поверхности до 300мм И возможности углового сканирования детектором в двух плоскостях для исследовании сильно рассеивающих поверхностей. Одновременно велась модернизация с целью улучшить на порядок рабочий вакуум в стенде: шаговые приводы заменили на специальные ШД для вакуума, увеличили производительность ВВ окачки. Появилась новая РТ [13], револьверной конструкции, с острым точечным фокусом и приспособлением для ионной очистки анодов. Хорошая стабильность ее излучения позволила отказаться от использования монитора. Улучшенные условия откачки позволили также экспериментировать с приемником излучения используя сборку МКП [14].

МРЗ и измерения в области EUV (20нм-200нм) всегда пользовались наибольшим спросом в космическом приборостроении. Созданный 1985 году стенд где в качестве источника излучения используются линии ионизации газов в разряде, монохроматор *LHT-30* равноплечный с тороидальной решеткой, обеспечивающий максимальное разрешение 0,1нм, система щелей для формирования выходного РИ и гониометр с функциональными возможностями того времени не претерпел практических изменений, кроме подключения его целиком к стенду с гониометрической камерой позволяющей измерять характеристики образцов со сферической поверхностью и диаметром до 250мм, в качестве дополнительного входного канала излучения развернутого на 90 градусов относительно основного. После проведения необходимых юстировок весь стенд позволяет расширить номенклатуру тестируемых образцов.

Стенд DMR, как результат поставленной задачи исследования загрязнений поверхности MP3, дополняет парк рефлектометров. Стенд состоит из новой РТ, светосильного двухзеркальнщго монохроматора, простейшего гониометра, и МКП детектора РИ [10].

[1] N.N. Salashchenko, Yu.Ya. Platonov, S.Yu. Zuev. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A359 (1995), 162-167.

[2] С.А. Гусев и др.Поверхность. 2000,№1,с. 132-135.

[3] С. С. Андреев и др. Поверхность. 2000,№1,с. 32-41.

[4] В.А. Слемзин и др. Поверхность.2002, №1,84-86.

[5] С.С. Андреев и др. Поверхность. 2003, №1, с. 6-11

[6] Ю.А. Вайнер и др ЖЭТФ. 2006. Т. 130. Н. 3. С. 401-408.

[7] С.Ю. Зуев, А.В. Митрофанов. Поверхность. 2002, №1, с. 81-83

[8] С.С. Андреев и др. Материалы совещания Рентгеновская оптика-2004. ИФМ РАН. Нижний Новгород. 2004. С. 51-52.

[9] С.Ю. Зуев и др. Материалы симпозиума «Нанофизика и наноэлектроника», г. Нижний Новгород, 10-14 марта 2008 г., т.1, с. 210-211.

[10] М.С. Бибишкин и др. Известия академии наук серия физическая,2004, том 68, №4, с.560-564.

[11] Б.А. Володин и др. Поверхность. 2005, №8, c5-8

[12] А.Д. Ахсахалян и др Поверхность. 2005, №2, с. 36-44

[13] М.С. Бибишкин и др Поверхность. 2003, №2,43-47.

[14] М.С, Бибишкин и др. Поверхность. 2003, №7,3-6.

[15] Бибишкин М.С и др. Поверхность. 2005. №2. с. 23-27.

[16] Бибишкин М.С и др. Поверхность. №1. 2003.с.70-77.

Разборные рентгеновские трубки для исследований в диапазоне длин волн 0,6-20 нм

И.Г. Забродин, Е.Б. Клюенков, А.Е. Пестов, Н.Н. Салащенко, Н.И. Чхало Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия e-mail: pector@ipm.sci-nnov.ru

В настоящее время в ИФМ РАН для задач рефлектометрии, спектроскопии, нанолитографии и др. активно используется излучение мягкого рентгеновского (МР) и экстремального ультрафиолетового (ЭУФ) диапазона.

распространенными Наиболее широко лабораторными источниками ЭУФ излучения являются лазерная плазма и газовый разряд, в его модификациях. Однако эти различных источники обладают рядом недостатков, существенных прецизионных для рефлектометрических измерений. Во-первых, до сих пор нерешенной проблемой является загрязнение оптики продуктами эрозии мишени в лазерно-плазменном источнике и элементов конструкции в газоразрядных источниках. Вовторых, сложный спектральный состав излучения. Наличие близко лежащих интенсивных линий приводит к появлению значительных фонов в спектральном приборе, что существенно влияет на измерения абсолютных точность величин коэффициентов отражения. В-третьих, сложность перестройки источника на другой спектральный диапазон. Переход от диапазона 100 эВ к 1000 -2000 эВ, потребует существенного изменения (более чем на порядок) энергетики источника.

Перечисленных недостатков лишены рентгеновские трубки (PT), хорошо зарекомендовавшие себя в диапазоне жесткого рентгеновского излучения. Трубки MP и ЭУФ диапазона имеют ряд особенностей по сравнению с отпаянными трубками жесткого рентгеновского излучения. Как правило, работа проводится на нескольких спектральных линиях, что требует смены материала анода. Другой важной разборных трубок особенностью является отсутствие окна, отделяющего РТ от спектрометра, что приводит к контакту катодного и анодного узлов с атмосферой. При этом из-за особенности конструкции анодного узла, свойств материалов мишеней способов крепления И их к водоохлаждаемому держателю мишеней отсутствует возможность стандартной обработки РТ после контакта с атмосферой отжигом в вакууме в течении 8 часов при температуре 450-680°С. Отсутствие отжига приводит к постоянному газовыделению элементов конструкции РТ в процессе работы и, как следствие, к отравлению термокатода и загрязнению анода. Отравление термокатода приводит к увеличению испарения материала термокатода и дальнейшему загрязнению анода. Учитывая вышесказанное, а также сильное поглощение МР и ЭУФ излучения в веществе (глубина поглощения составляет доли микрометра), можно объяснить экспериментально наблюдаемое уменьшение интенсивности во времени лля разборных трубок. традиционных Для первоначальной интенсивности восстановления приходится вскрывать трубку на атмосферу и механически очищать мишень. Так при времени жизни термокатодов в отпаянных РТ до нескольких тысяч часов, в разборных оно не превышает 100 часов. Кроме того, применяемое механическое крепление толстых мишеней к держателю мишеней существенно снижает предельную мощность трубки из-за плохого теплового контакта. Нагрев мишени может приводить к ее деформации или лаже плавлению.

Для устранения или существенного уменьшения перечисленных недостатков в разработанной в ИФМ РАН разборной РТ [1] были сделаны шаги в двух направлениях: применение торированного вольфрама в качестве материала термокатода, а также ионного источника для очистки мишеней от загрязнения.

Схема РТ приведена на рис.1.





Трубка состоит из электронной пушки, водоохлаждаемого анодного блока с четырьмя припаянными мишенями и ионного источника для очистки мишеней. В процессе работы смена мишени сводится к повороту держателя мишеней на 90° без вскрытия трубки на атмосферу. При этом разработаны технологии припайки ряда материалов, наиболее широко применяемых для мягкого рентгеновского излучения. Надежная припайка и малая толщина мишеней обеспечивают высокую теплопроводность, что существенно повышают предельную мощность трубки.

Термокатод изготовлен из торрированного вольфрама, что позволило снизить рабочую

температуру катода на 250-300°С по сравнению с вольфрамовым термокатодом, что привело к заметному уменьшению испарения материала термокатода, и соответственно к уменьшению загрязнения поверхности анода продуктами испарения.

Для уменьшения отравления термокатода остаточными газами корпус PT охлаждается проточной водой, что существенно снижает температуру стенок и соответственно уменьшает газовыделение при работе термокатода.

Для увеличения времени работы рентгеновской трубки без вскрытия на атмосферу (и соответственно уменьшения загрязнения элементов трубки) в конструкции предусмотрен встроенный ионный источник для очистки мишеней методом ионно-пучкового травления. В Таблице 1 приведены основные характеристики трубки.

Таблица 1. Основные технические характеристики трубки:

Рабочее напряжение, кВ	до 8
Ток эмиссии, мА	
линейный пучок	до 100
круглый пучок	до 15
Количество мишеней, шт.	4и8
Размер электронного пучка, мм ²	
линейный пучок	1*10
круглый пучок	1*1
Размер источника, мм ²	
линейный пучок	0,05*10
круглый пучок	0,05*1
Рабочий вакуум, Па	10 ⁻⁴
Время очистки мишеней, мин.	5-25

К настоящему времени эксплуатируется несколько таких трубок. И наработка каждой уже превысила 3000 часов. При этом не наблюдаются какие-либо изменения в эмиссионных характеристиках термокатодов.

На рис.2 представлена временная зависимость интенсивности кремниевой линии.



Рис.2. Временная стабильность флуоресценции кремниевой мишени.

Как видно из графика за время работы, составившее 3 часа, изменение интенсивности по абсолютной величине составило менее 1% (0,6%). Режим РТ, при этом был следующим: ускоряющие напряжение - 5,0 кВ, ток эмиссии - 0,25 мА.

Интенсивности ряда спектральных линий, полученных с помощью данной РТ на рефлектометре [2] приведены в таблице 2.

Таблица 2. Интенсивность спектральных линий:

Мат. мишени	Линия	Длина волны, нм	Интенсивность фотон/(с*0,01нм*мА) PCM-500 [2]
InP	ΡΚα	0,616	300
Si	Si Ka	0,713	1400
Al	Al Ka	0,834	2150
Fe	Fe La	1,759	1300
Cr	Cr La	2,164	660
Fe	Fe Ka	2,362	300
Ti	Ti L _l	3,136	4900
С	СКа	4,47	3700
B ₄ C	ΒΚα	6,69	8600

В ИФМ РАН в рамках российского проекта по ЭУФ нанолитографии на длине волны 13,5 нм, статус которого изложен в [3], планируется создание тестовой литографической установки на основе объектива Шварцшильда.

В качестве источника излучения планируется использование новой мощной разборной рентгеновской трубки. В отличие от предыдущей PT. параметры которой носят скорее универсальный характер, продиктованный широкой областью ее применения, требования на данную трубку диктуются во многом оптической схемой нанолитографа (размер источника не более 0,5 мм) и наивысшей производительностью (максимально возможная мощность, ограниченная плавлением мишени). Как показали тепловые расчеты [4], максимальная мощность трубки составляет 500 Вт.

Особенностью данной трубки является использование трехэлектродной системы. преимуществами которой является: возможность управления размером пучка в широких пределах; отсутствие ионной бомбардировки термокатода, что позволило использовать материал с меньшей работой выхода – LaB₆. В качестве мишени используется кремниевая пластина толщиной 0,3 мм, припаянная к водоохлаждаемому медному держателю. Угол падения электронного пучка на мишень, отсчитанный от плоскости, составляет 30°, центральный угол отбора излучения - 90°. Схема РТ представлена на рис.3.



Рис.3. Электронно-оптическая схема новой рентгеновской трубки.

Тестирование основных характеристик трубки (накальная характеристика термокатода, вольтамперная характеристика, размер электронного пятна на мишени, угловые, энергетические зависимости интенсивности флуоресценции и др.) производились на стенде [5]. Эксперименты показали, что в отличие от расчета плавление мишени при размере источника порядка 0,5 мм наступает при мощности электронного пучка на мишени в 150 Вт (8 кВ, 18 мА). Такое снижение предельной мощности PT приведет к соответственному увеличению времени экспозиции фоторезиста в будующем нанолитографе, которое увеличится с расчётных 100 до 330 с/см².

целью возможного С повышения коэффициента конверсии было предложено использовать многокомпонентную мишень, в частности многослойную структуру на основе кремния с введением дополнительной прослойки (т.н. stopping layer) из материала с большим атомным числом Z. Идея заключается в том, чтобы за счет обратного рассеяния электронов на слое-стоппере, локализовать быстрые электроны у поверхности мишени, тем самым, уменьшить глубину рождения фотона и длину выхода флуоресцентного излучения из мишени и, соответственно, заметно снизив самопоглощение характеристической линии Si La с длиной волны 13,5 нм. С этой целью была написана программа по моделированию интенсивности излучения рентгеновских трубок в мягком рентгеновском и экстремальном ультрафиолетовом диапазоне [6]. В частности были промоделированы структуры на основе пары Si/Zr для различных углов падения электронов и углов отбора излучения. Выбор циркония в качестве "тяжелого" элемента определяется свойствами этого материала на данной длине волны, а именно поглощением, которое существенно меньше, чем у других элементов с большим Z. На рис.4 представлены интенсивности зависимости излучения многослойной мишени от доли циркония в многослойной периоде мишени $(\beta=0)$ соответствует излучению чистого кремния).



Рис.4. Зависимости интенсивности излучения многослойной мишени на основе пары элементов Si/Zr от доли Zr в периоде для структуры с периодом – 10 нм, Еэ=8 кэВ, угол отбора излучения - 15° (значение рассчитаны для пучка, состоящего из 1000 электронов).

Как можно видеть из графиков при малых параметрах β , малых углах падения электронов на мишень и больших углах отбора излучения наблюдается увеличение интенсивности излучения Si L α линии по сравнению с чистым кремнием более чем в два раза.

Для рефлектометра [7] потребовалась трубка с изменяемым размером источника. Было предложено использовать электромагнитную линзу для изменения фокусного расстояния и тем самым размера электронного пятна на аноде PT. Применение электромагнитной линзы позволило отвести электронную пушку от мишени на расстояние порядка 150 мм, тем самым удалось существенно уменьшить загрязнения анода материалом термокатода. Для минимизации контакта термокатода с атмосферой данная трубка также оснащается ионным источником для очистки Загрязненная мишеней. поверхность четырехгранного анода вводится под ионный пучек путем вращения держателя мишеней вокруг своей оси.

Фотография РТ с изменяемым размером источника представлена на рис.5. Размер пятна управляется током соленоида.



Рис.5. Фотография трубки с изменяемым размером пятна.

Работа поддержана грантами РФФИ: 07-02-00992-а, 08-02-01038-а.

[1] Бибишкин М.С., Забродин И.Г., Клюенков Е.Б. и др., Поверхность, №2, с.41 (2003).

[2] Bibishkin M.S., Chehonadskih D.P., Chkhalo N.I. et al., Proceedings SPIE, v.5401, p.8 (2004).

[3] Гапонов С.В., Клюенков Е.Б., Салащенко Н.Н.и др., Материалы симпозиума "Нанофизика и наноэлектроника", т.1, с.44 (2005).

[4] Панкратов Е.Л., Чхало Н.И., Теплофизика высоких температур, т.44, с.770 (2006).

[5] Бибишкин М.С., Забродин И.Г., Каськов И.А., и др., Известия РАН. Сер. Физ., **68**, №4, с.560 (2004).

[6] Пестов А.Е., Салащенко Н.Н., Чхало Н.И.,

Известия РАН. Сер. Физ., **72**, №2, 218 (2008)

[7] Забродин И.Г., Закалов Б.А, Клюенков Е.Б. и др., Материалы симпозиума "Нанофизика и наноэлектроника", т.1, с.222 (2008).

Многослойные тонкопленочные фильтры экстремального ультрафиолетового и мягкого рентгеновского диапазонов

С. Ю. Зуев, Е. Б. Клюенков, З. Л. Кожевникова, А. Я. Лопатин, В. И. Лучин,

А. Е. Пестов, Н. Н. Салащенко, Н. Н. Цыбин, Н. И. Чхало

Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия

e-mail: luchin@ipm.sci-nnov.ru

Олним ИЗ эффективных источников излучения мягкого рентгеновского И EUVдиапазона является высокотемпературная плазма. Чтобы отсечь фоновую длинноволновую часть спектра таких широкополосных источников, В оптических схемах приборов обычно используют тонкопленочные абсорбционные фильтры. Можно выделить три главных направления, где находят применение тонкопленочные фильтры: анализ спектра новых плазменных источников, EUVлитография и рентгеновская астрономия. Основные требования к тонкопленочным фильтрам - высокая прозрачность в рабочем диапазоне длин волн, эффективное блокирование фонового излучения, высокая механическая прочность и стойкость к термическим и радиационным воздействиям. В зависимости от особенностей конкретной задачи выбираются состав фильтра и его конструкция.

В данной работе сообщается о разработке и изготовлении набора многослойных тонкопленочных фильтров с окнами прозрачности в диапазоне λ < 60 нм (рис. 1). Геометрические параметры структур определялись методом малоугловой рентгеновской дифрактометрии по результатам проведенных на дифрактометре Philips Х'Pert PRO измерений угловой зависимости коэффициента отражения многослойной структуры на длине волны $\lambda = 0.154$ нм. Прозрачность фильтров в рабочем диапазоне измерялась на стенде, в состав которого входят рентгеновская трубка со сменными анодами, спектрометрмонохроматор РСМ-500, вакуумный рефлектометр и детекторы излучения. Относительная точность измерений составляла несколько процентов. Более точные измерения (с точностью лучше 0.2 %) на длине волны 13.5 HM проводились на двухзеркальном рефлектометре. Для оценки блокирующих свойств фильтров на стенде, гелий-неонового состоящем ИЗ лазера И фотодетектора ФД-9, проводились измерения прозрачности фильтра на длине волны $\lambda = 0.633$ мкм.

Процесс изготовления фильтров производился на установке магнетронного типа. Четыре магнетрона с соответствующими плоскими мишенями различных материалов позволяют напылять четырехкомпонентные структуры на подложки диаметром до 150 мм. Распыление мишеней осуществляется в среде аргона при давлении ~ 0.01 Па . Давление остаточных газов в рабочем объеме перед началом процесса было не более $10^4 \, \Pi a$.

На первом этапе на кремниевую подложку наносился подслой и напылялась многослойная структура. Затем, в процессе жидкого химического травления, подслой растворялся, плавающая пленка вылавливалась на держатель с отверстием. В случае, когда пленка должна выдерживать большие механические нагрузки, фильтр прикрепляется на поддерживающую сетку.



Рис. 1. Расчетные спектры пропускания многослойных фильтров.

Разработанная ранее методика изготовления свободновисящих Cr/Sc фазовращателей [1] была при изготовлении фильтра применена лпя фокусирующего спектрометра [2], выполненного по схеме Гамоша. Фильтр пропускает излучение в спектральной области, совпадающей с "водяным окном" ($\lambda = 2.3 - 4.4$ нм), и эффективно защищает детектор от излучения УФ и видимого диапазона. Cr/Sc фильтр (с толщинами в периоде $d_{Cr} = 1.5$ нм, $d_{Sc} = 1.6$ нм и числом периодов N = 63) закреплен на рамке с прямоугольным отверстием 18 × 46 мм. Спектр пропускания фильтра в рабочем диапазоне представлен на рис. 2. Фильтр такой толщины обеспечивает блокировку фонового излучения УФ, видимого и ближнего ИК-диапазона на уровне не хуже 10⁻⁶.

Для диагностики новых источников, длина волны которых заранее не известна, необходимы фильтры, имеющие широкую полосу пропускания.



Рис. 2. Результаты измерения прозрачности Cr/Sc (d=3.1 нм, N=63) фильтра.

Ранее приводились сведения о широкополосном EUV-фильтре, представляющем собой многослойную Мо/С пленку на опорной сетке [3]. Теперь нами разработаны и изготовлены свободновисящие фильтры на основе структур Мо/С ($d_{Mo} = 2.1$ нм, $d_C = 0.6$ нм, N = 60) (рис. 3) и Zr/Al ($d_{Zr} = 5.1$ нм, $d_{Al} = 3.6$ нм, N = 11) (рис. 4) с окнами прозрачности в диапазоне λ < 22 нм. Новые широкополосные фильтры предназначены для экспериментов по регистрации ЭУФ излучения, при отражении генерируемого лазерного импульса от нелинейной плазменной волны (релятивистского зеркала) [4].



Рис. 3. Измеренная (точки) прозрачность Мо/С фильтра (N = 58, $d_{Mo} = 2$ нм, $d_C = 0.6$ нм) в сравнении с расчетом (линия).

Разработанные многослойные фильтры Zr/Al полосой характеризуются наибольшей За пропускания. счет использования Al, прозрачного в области $\lambda > 17$ нм материала, и Zr, одного из самых прозрачных металлов в диапазоне $\lambda = 6 - 18$ нм, удалось получить фильтр с окном прозрачности λ < 22 нм. При суммарной толщине 100 нм Zr/Al фильтр не уступает по прочности Мо/С фильтру большей толщины (см. таблицу). Измеренное пропускание на длине волны $\lambda = 633$ нм составило для Мо/С и Zr/Al фильтров 5×10^{-6} и 1.1×10^{-4} соответственно.

Обычно период многослойной структуры фильтра выбирается с таким расчетом, чтобы пик брэгговского отражения лежал вне области прозрачности фильтра и не влиял на форму кривой пропускания. В случае Zr/Al фильтров, для сглаживания формы кривой пропускания, период структуры выбирался таким образом, чтобы резонансное отражение от структуры уменьшило скачок прозрачности фильтра вблизи L-края поглощения Al ($\lambda = 17$ нм). Результаты измерения прозрачности Zr/Al фильтра в интервале $\lambda = 12.5 - 20.5$ нм приведены на рис. 4. Несоответствие между расчетными и измеренными кривыми связываем мы с перемешиванием слоев на границе и, как следствие, уменьшением резонансного отражения.



Рис. 4. Пропускание Zr/Al фильтра по данным измерений (♦) и расчетная зависимость (сплошная линия). Пунктир – расчет пропускания нерезонансной структуры той же толщины (*d*_{Zr} = 61 нм, *d*_{Al} = 39.6 нм, N = 1).

Для схем промышленной EUV-литографии требуются фильтры с высокой прозрачностью в рабочем диапазоне длин волн и выдерживающие воздействие излучения длительное высокой средней интенсивности. На длины волны 13.5 нм перспективными являются фильтры на основе пары Zr и Si, имеющие высокую прозрачность в данном диапазоне. Нами были разработаны свободновисящие многослойные Zr/Si фильтры с прозрачностью 76 % на длине 13.5 нм [5]. Рекордная прозрачность была достигнута за счет отсутствия поддерживающей сетки и снижения общей толщины фильтра до 50 нм. Высокая механическая прочность многослойной Zr/Si структуры позволяет создавать свободновисящие фильтры большой апертуры. Так для стенда проекционной литографии изготовлены образцы фильтров с размерами 20 ×140 мм² и круглые – с диаметром 30 мм. Было изучено влияние состава

многослойной Zr/Si структуры на механическую прочность и эффективность подавления фона видимого, УФ и ближнего ИК диапазонов спектра. Увеличение доли Si в периоде приводит к увеличению прозрачности в рабочем диапазоне и более эффективному подавлению УФ излучения, но при этом уменьшается прочность структуры, что ограничивает использование Zr/Si фильтров с большим содержанием кремния.

Фильтры в литографических установках подвергаются тепловому воздействию вследствие поглощения излучения источника высокой средней мощности. Чтобы выяснить влияние нагрева на оптические и структурные свойства Zr/Si фильтров, был создан стенд, позволяющий проводить круглосуточные термические долговременные испытания фильтров в вакууме (остаточное давление газов не более 10⁻⁶ Па). Длительные испытания необходимы, чтобы определить период времени, в течение которого фильтр сможет сохранять свои свойства в условиях высоких тепловых нагрузок. Процесс нагрева пленки осуществлялся путем пропускания тока через пленку. Было выяснено, что при долговременном воздействии теплового потока с плотностью мощности, превышающей 1 Вт/см², становятся существенными изменения свойств структуры. По результатам исследования пленок после отжига с помощью методов электронной дифракции и флуоресцентного микроанализа установлено, что ухудшение оптических свойств фильтра связано с образованием силицидов циркония и окислением. Для повышения стойкости фильтра к окислению было предложено использовать тонкие (~ 1 нм) защитные покрытия из пленок Ru. Эффективность такого подхода показывает следующий эксперимент. При отжиге Zr/Si фильтра толщиной 180 нм в течение 360 часов с плотностью мощности 1.3 Вт/см² его прозрачность на длине волны 13.5 нм упала с 50% до 19%, пропускание аналогичного фильтра с Ru покрытием за то же время уменьшилась с 47% до 28%.

Еще одной важной сферой применения многослойных фильтров стали космические исследования Солнца в EUV диапазоне. Для комплекса телескопов ТЕСИС спутника КОРОНАС-ФОТОН, предназначенных лля получения изображения Солнца в спектральных диапазонах 13.0 - 13.6 нм, 17.1 нм и 29 - 32 нм с высоким пространственным разрешением [6], были изготовлены комплекты разработаны И многослойных фильтров Zr/Si ($d_{Zr} = 2.8$ нм, $d_{Si} = 1.5$ нм, N = 50) и Al/Si (d_{Al} = 3.2 нм, d_{Si} = 1.5 нм, N = 65) на жестких опорных сетках. Прозрачность стальных сеток составляет ≈ 80 %. Измеренная в рабочем диапазоне длин волн (λ = 13.2 нм) фильтров на сетке прозрачность для Zr/Si составляет 33%, для Al/Si фильтров на сетке (λ = 17.1 нм, $\lambda = 30.4$ нм) – соответственно 31% и 20%. Прозрачность Zr/Si образцов в видимом свете ($\lambda =$

633 нм) не превышает 2×10^{-6} , Al/Si фильтров – 10^{-8} . Испытания на механическую прочность показали, что Zr/Si фильтр на сетке с ячейками 1.7×1.7 мм² выдерживает перепад давления в 1 атмосферу, Al/Si фильтр повреждается при перепаде давления 0.9 атмосферы вне зависимости от того, с какой стороны приложено давление.

Были проведены сравнительные испытания механической прочности фильтров на разрыв путем создания перепада давления ∆р между сторонами пленки (см. табл. 1).

Таблица 1. Результаты тестирования образцов на механическую прочность ($d_{1,2}$ – толщины слоев, Ø - диаметр образца).

Структура	d ₁ ,	d ₂ ,	N	Ø,	Δр,
Структури	HM	нм		MM	атм.
Zr+Si+Zr	84	45	1	6	0.05
Zr/Si	2.8	1.5	30	6	0.12
Zr/Si	2.8	1.5	50	6	0.55
Zr/Si на	20	1.5	50	16	> 1
сетке	2.8				
Zr/Si	1	0.6	37	2.5	0.23
Zr/Si	1.6	0.6	23	2.5	0.34
Al/Si	3.2	1.5	65	6	0.2
Al/Si на	2.2	15	65	16	0.02
сетке	3.2	1.5	03	10	0.95
Mo/C	2.1	0.6	60	6	0.13
(Zr/Al)+Zr	5.1	3.6	11	6	0.12

Таким образом, развитые методики позволили изготовить набор абсорбционных фильтров с полосами прозрачности, перекрывающими диапазон $\lambda < 60$ нм. Показано, что использование многослойных структур, при должном подборе пар материалов, позволяет повышать механическую прочность фильтров и корректировать форму спектра пропускания.

Работа поддержана РФФИ, грант № 07-02-00992.

[1] Андреев С.С., Бибишкин М.С., Кимура Х. и др., Известия Академии наук. Серия физическая, 68, 565 (2004).

[2] Бороздин Ю.Э., Казаков Е.Д., Лучин В.И. и др., Письма в ЖЭТФ, 87, 33 (2008).

[3] Андреев С.С., Зуев С.Ю., Клюенков Е.Б., Лопатин А.Я. и др., Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед., №2, 8 (2003).

[4] Ragozin E.N., Pirozhkov A.S., Yogo A. et al., Материалы совещания "Нанофизика и наноэлектроника". Нижний Новгород: ИФМ РАН, 2007. Т. 2. С. 359.

[5] Bibishkin M.S., Chkhalo N.I., Gusev S.A. et al., Proceedings of SPIE, 7025, (2008).

[6] Кузин С.В., Житник И.А., Бугаенко О.И. и др., Известия Академии наук. Серия физическая, 69, 191 (2005).

Многослойная оптика для рентгеновской астрофизики в рамках эксперимента ТЕСИС

С. Ю. Зуев¹, С. В. Кузин², А. Я. Лопатин¹, В. И. Лучин¹, В. Н. Полковников¹,

Н. Н. Салащенко¹, Л. А. Суслов¹, Н. Н. Цыбин¹, С. В. Шестов²

¹Институт физики микроструктур РАН, Н. Новгород, Россия

²Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия

e-mail: kiniokop@rambler.ru

Для исследований структуры и динамики солнечной короны в крайнем ультрафиолетовом диапазоне спектра (Extreme UltraViolet – EUV) в настоящее время широко применяется многослойная зеркальная оптика нормального падения. В EUV области спектра содержится большое количество спектральных линий ионов, формируемых при высоких температурах солнечной короны, поэтому наиболее полная информация о физических условиях в атмосфере Солнца может быть получена по излучению EUV диапазона. Преимущества многослойной оптики нормального падения перед оптикой скользящего падения или дифракционной оптикой заключаются в большей светосиле, в сравнительной простоте изготовления и контроля, и как следствие, в высоком качестве формируемых изображений. Введение EUV зеркал нормального паления в экспериментальную аппаратуру позволило повысить её разрешение до десятых долей угловой секунды, более чем на порядок сократить времена экспозиции изображения, уменьшить габариты и вес аппаратуры, что имеет большое значение для космических экспериментов.

Наряду с зеркалами, дифракционными детекторами, необходимыми решетками И EUV-диапазона элементами оптики лпя астрофизических исследований Солнца являются адсорбционные фильтры. Обычно это тонкие металлические пленки, укрепленные поддерживающими мембранами, опорными сетками. Основная их задача – ослабить интенсивное излучение Солнца в области видимого, инфракрасного и ультрафиолетового частей спектра. При этом фильтры должны быть достаточно прозрачными в рабочем диапазоне.

Многослойные зеркала нормального падения и абсорбционные фильтры применялись для телескопических и спектроскопических наблюдений в космических экспериментах на спутниках КОРОНАС-И, КОРОНАС-Ф, станции SOHO, спутниках TRACE, Hinode, на которых были получены выдающиеся результаты по физике Солнца.

Эксперименты ФИАН по наблюдению солнечной короны будут продолжены на спутнике КОРОНАС-ФОТОН [1], где будет установлен комплекс приборов ТЕСИС.[2]

В состав аппаратуры ТЕСИС входят телескопы оптимизированной с кривой спектральной чувствительности, в которую попадают одна-две спектральные линии. Применение таких квазимонохроматических телескопов позволит проводить диагностику корональной плазмы с высоким пространственным разрешением. Кроме того, в состав аппаратуры ТЕСИС входят телескопы с относительно широкой кривой спектральной чувствительности, EUV спектрогелиограф и спектрогелиограф МР диапазона спектра, что позволит проводить расширенную диагностику корональной плазмы.

Целью настоящей работы являлась разработка и изготовление оптических элементов (многослойных зеркал и адсорбционных фильтров) для телескопов ТЕСИСа, работающих вблизи длин волн 13.2, 17.1 и 30.4 нм.

В качестве отражающих элементов в ранних экспериментах использовались структуры на основе пары Mo/Si, как универсальной в смысле относительно высокого коэффициента отражения в диапазоне длин волн 13-35 нм. [3] Однако эти структуры не могут обеспечить приемлемую величину спектральной чувствительности приборов ТЕСИСа. Таким образом возникает проблема поиска альтернативных структур, соответствующих новым требованиям.

Кроме требований к отражательным характеристикам зеркал, существовали требования к форме их поверхности. Для повышения пространственного разрешения часть оптических элементов, предназначенных для эксперимента, должна иметь форму внеосевого параболоида вращения. Для изготовления подложек с формой внеосевого параболоида вращения была применена методика пленочной асферизации [3] подложек с исхолно сферическими супергладкими поверхностями. Но в отличие от [3] для асферизации наносилось многослойное покрытие на основе Cr/Sc с распределением заданным толщины по поверхности. Применение Cr/Sc структуры для асферизации позволило не испортить исходную микрошероховатость супергладких поверхностей и минимизировать суммарные механические напряжения отражающих многослойных структур.

Ниже приведены особенности каждого вида многослойных зеркал.

Узкополосные зеркала на λ =30.4 нм (телескоп FET2)

Основная трудность подбора материалов узкополосных зеркал, предназначенных для работы в телескопах на длине волны 30.4 нм, заключается высоком поглошении в большинства доступных материалов в этом диапазоне. Традиционно применявшиеся для этих целей многослойные зеркала на основе пары материалов Mo/Si своими свойствами (в невысокой частности спектральной $\lambda/\Lambda\lambda$ селективностью. не выше 10) не удовлетворяют предъявляемым требованиям. В работе [4] в качестве альтернативы предложены и изготовлены образцы структур на основе Mg. При этом экспериментально показано, что наиболее высокие пиковые коэффициенты отражения составили 19% и 36% для Cr/Mg и Si/Mg соответственно при величинах спектральной селективности порядка 40 и 30. Уменьшение толщин переходных границ в структурах путём введения буферных слоёв хрома позволило увеличить пиковый коэффициент зеркал на основе Si/Mg до 40%.

Отражательные характеристики Si/Mg структур оказались нестабильны. После нескольких месяцев хранения в комнатных условиях вследствие окисления плёнки пиковый коэффициент наблюдаемых образцов упал до 14%. Предположительно к окислению структуры приводит влага, проникающая вглубь плёнки.

Для защиты многослойной структуры от окисления была применена технология двойных буферных сверхтонких (толщиной 0.3-1.0 нм) слоёв, заключающаяся в нанесении на границы раздела, когда слой магния должен наноситься на предварительно нанесенный слой кремния {Mg на Si}, слоя хрома Cr, и, когда слой кремния должен наноситься на предварительно нанесенный слой магния {Si на Mg}, слоя карбида бора B₄C.

Материалы буферных слоев выбирались из следующих соображений. 1) Карбид бора не образует химических соединений ни с кремнием, ни магнием. 2) Зеркала Cr/Mg с продемонстрировали высокую стабильность отражательных характеристик с течением времени, что позволяло надеяться на проявление тех же свойств хрома в структурах Si/Mg. Оптимальные толщины буферных слоев определялись экспериментально и составили в итоге 0.3 нм для B₄C и около 1 нм для Cr. Верхний слой кремния основной структуры также одновременно служит защитным покрытием.

Выполненные действия привели к следующему результату: пиковый коэффициент отражения 38%, селективность около 30. Причем в первое время наблюдений (около месяца) эти параметры оставались стабильными. Однако измерения, проведённые спустя год, выявили снижение коэффициента отражения до 28% (рис. 2). Нужно отметить, что при той же селективности ($\lambda/\Delta\lambda$ ~30) пиковый коэффициент отражения в 28% позволяет подобным структурам являться альтернативой традиционным Mo/Si покрытиям.

Узкополосные зеркала на λ=17.1 нм (телескопы FET1 и FET2)

Для синтеза многослойных рентгеновских зеркал, работающих на 17.1 нм, традиционно применялась пара материалов Mo/Si, как универсальная для диапазона λ =13-35 нм. В частности изготовленная на её основе оптика для телескопа СРТ-К спутника КОРОНАС-Ф имела пиковый коэффициент отражения 33% и величину спектральной селективности около 11. [3]

Теоретические расчеты показали, что в качестве альтернативы Mo/Si-зеркалам на λ =17.1 нм с успехом могут применяться структуры на основе Al, имеющего здесь L-край поглощения, а значит, и относительно малое поглощение в диапазоне длин волн, больших 17.1 нм. В настоящей работе изучались покрытия на основе Al и Zr. Теоретические расчеты предсказывают отражательные характеристики: следующие пиковый коэффициент отражения около 63%, спектральная $\lambda/\Delta\lambda \approx 25.$ селективность Полученные пиковый образцы имели коэффициент отражения R=56%, величину селективности λ/∆λ≈28 спектральной (при оптимальном содержании материалов в структуре: толщина Zr 3.2 нм, толщина Al 5.5 нм).

Контроль отражательных характеристик зеркал Al/Zr показал их стабильность и неизменность в течение всего срока изучения (порядка полугода).

Узкополосные зеркала на λ=13.2 нм (телескоп FET1)

В диапазоне длин волн вблизи 13 нм оптимальными отражательными характеристиками обладают структуры на основе Mo/Si. Поэтому представляется правильным решать поставленную задачу посредством именно этой пары элементов.

зеркал нормального Для падения суммарный период структуры составляет 6.8 нм. При этом толщина слоя молибдена составляет 2.8 нм (пограничное значение толщины Мо, имеющего здесь наибольшую оптическую плотность, но ещё не кристаллизовавшегося). Таким образом, на долю Si остается 4 нм. Зеркало с таким соотношением толшин материалов и количеством периодов 50 на длине волны 13.2 нм при осаждении на подложку из полированного кремния со среднеквадратичной высотой неровностей поверхности $\sigma ≈ 0.3$ нм имеет следующие отражательные характеристики: пиковый коэффициент отражения R=66-67% (при теоретическом 73%) и величина спектральной пределе селективности λ/∆л≈26. Однако на кварцевой с выведенным параболическим подложке профилем поверхности получить R выше 64% не удалось. Это может быть связано как с шероховатостью самой подложки, так и с шероховатостью Cr/Sc пленки, нанесенной на подложку с целью асферизации её формы.

Широкополосные зеркала на λ =30,4 нм

Для XUV спектрогелиографа было изготовлено широкополосное зеркало с центром отражения по спектру на λ=30.4 нм при нормальном падении. Как уже отмечалось выше, в более ранних экспериментах на спутнике КОРОНАС для этих целей применялись зеркала основе Mo/Si (пиковый коэффициент на R=20-25%, отражения спектральная селективность $\lambda/\Delta\lambda$ до 10) и обладают высокой стабильностью во. [5]

Изготовленные для задач эксперимента ТЕСИС Мо/Si-зеркала имеют следующие отражательные характеристики: пиковый коэффициент отражения R=18,5%, спектральная селективность $\lambda/\Delta\lambda\approx7$.

широкополосных Кроме отражающих покрытий на основе Mo/Si, в ходе экспериментов изучались структуры Mg/B₄C. Теоретические расчеты предсказывают следующие отражательные характеристики таких зеркал: пиковый коэффициент отражения до 50% при величине спектральной селективности около 13. Возникает вопрос об их временной устойчивости.

Соотношение толщин слоев Mg и B₄C в периодах варьировалось в пределах d_{Mg} =13.5-14.3 нм, d_{B4C} =2.8-2 нм соответственно (с сохранением суммарной толщины материалов в периоде структуры). Пиковый коэффициент отражения достиг величины 43.3%, при $\lambda/\Delta\lambda$ =13. Наблюдения в течение трех месяцев после синтеза структур показали неизменность этих характеристик.

Таким образом, для некоторых задач предпочтительными могут оказаться структуры на основе Mg/B₄C, обеспечивающие высокий пиковый коэффициент отражения при относительно низкой спектральной селективности.

Адсорбционные фильтры

В ИФМ РАН, опираясь на богатый опыт в производстве фильтров, были изготовлены комплекты фильтров на жестких опорных сетках. Сетки имели размеры 33:38 мм. Пленки напылялись на подложки с подслоем на установке магнетронного напыления. Далее подслой стравливался, а пленка вылавливалась на рамку с отверстием. Натянутая по периметру отверстия, пленка приклеивалась эпоксидным клеем на опорную сетку. Выбор состава пленок обусловлен высокими коэффициентами соответствующих материалов в пропускания своем рабочем диапазоне длин волн и нашими технологическими возможностями. Толщина определялась из требований заказчика, а именно, коэффициент пропускания на длинах волн около 13.2 нм должен быть не меньше 30 %, на длинах волн 30.4 нм не менее 20%. Измерения прозрачности пленок EUV-диапазоне в проводился на спектрометре-монохроматоре РСМ-500. Прозрачность в видимом диапазоне, на длине волны 633 нм, измерялась на стенде с использованием Не-Ne лазера.

Средняя прозрачность Al/Si фильтра на сетке составляет 20.2% на длине волны 30.4 нм. Для Zr/Si средняя прозрачность на длине 13.6 нм равна 33.3%.

Испытания на механическую прочность фильтров проводились путем создания перепада давления между сторонами пленки. Приведены величины критических перепадов давления, при которых наблюдался разрыв пленок.

Свободновисящие пленки на круглом отверстии Ø = 6 мм:

Al/Si $\Delta p = 0.2$ атм., Zr/Si $\Delta p = 0.6$ атм.

Пленки на опорной сетке, на круглом отверстии Ø = 16 мм:

Al/Si Δp =0.93 атм., Zr/Si Δp > 1 атм.

1. Kotov Y.D., Yurov V.N., Sanko N.V. et al. // Proc. of the 27th International Cosmic Ray Conference, Hamburg, Germany, IUPAP. 2001. P. 3034.

2. Кузин С.В., Житник И.А., Бугаенко О.И. и др. // Труды конференции «Актуальные проблемы физики солнечной и звездной активности». Нижний Новгород, 2003. Т. 1. С.

3. Житник И.А., Кузин С.В., Слемзин В.А. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. №1. 1999. С. 19-27.

4. С. С. Андреев, С. Ю. Зуев, А. Л. Мизинов и др. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. №8. 2005. С. 9-12.233. 5. Салащенко Н. Н. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. №1. 1999 С. 50.

Применение элементов рентгеновской оптики в космическом эксперименте ТЕСИС

С. В. Кузин, С. В. Шестов, А. А. Перцов, А. А. Рева, А. А. Ульянов

Физический институт им. П. Н. Лебедева РАН

e-mail: kuzin@lebedev.ru, sshestov@dgap.mipt.ru

В настоящее время продолжаются исследования Солнца в мягкой рентгеновской и вакуумной ультрафиолетовой областях спектра в космических исследованиях в расках выполнения отечественной программы фундаментальных космических исследований. В конце 2008 г. на орбиту борту спутника КОРОНАС-ФОТОН будет выведена космическая солнечная обсерватория ТЕСИС [1].

Аппаратура ТЕСИС разрабатывается в ФИАН и включает 6 приборов, предназначенных для телескопических и спектроскопических наблюдений солнечной короны в мягком рентгеновском (МР) и вакуумном ультрафиолетовм (ВУФ) диапазонах спектра. Сайт проекта ТЕСИС – http://www.tesis.lebedev.ru.

Основной целью эксперимента ТЕСИС является осуществление непрерывного мониторинга и анализа активности Солнца и поиск ответов на фундаментальные вопросы физики Солнца, такие как нагрев солнечной короны, механизм солнечных вспышек и т.д.

В задачи эксперимента ТЕСИС входят: исследование плазмы солнечной короны - ее структуры, динамики, физических тонкой условий в плазме (температуры, плотности), изучение локальных и глобальных явлений и структур: вспышек, горячих облаков, активных областей, выбросов корональной массы и т.д. Комплекс приборов ТЕСИС позволяет проводить наблюдения солнечной короны различных типов: мелкомасштабную структуру и динамику плазмы отдельных явлений с высоким пространственным разрешением (до 1.7 угл. сек.) и временным (10 сек), крупномасштабные расстояниях структуры на больших от поверхности Солнца (до 3-х радиусов), наблюдения отдельных структур с высоким спектральным разрешением (до 0.01 Å) в широком спектральном диапазоне и наблюдения других типов.

Для решения этих задач в аппаратуре использованы различные оптические схемы основанные на применении современных элементов рентгеновской оптики: многослойные зеркала нормального падения (изготовлены в ИФМ РАН), многослойные тонкопленочные фильтры (ИФМ РАН), фокусирующее кристаллическое зеркало (ФИАН), детекторы изображений на основе ПЗС-матриц (ФИАН), дифракционная решетка (ГИПО).

В состав аппаратуры входят 2 телескопа высокого разрешения на узкие спектральные диапазоны вблизи 132, 171 и 304 Å, телескопкоронограф широкого поля зрения на диапазон вблизи 304 Å, ВУФ-спектрогелиограф на диапазон 285-335 Å, рентгеновский спектрогелиограф на длину волны 8.42 Å и рентгеновский спектрометр на диапазон 1-10 Å.

Лля исследования мелкомасштабной структуры и динамики плазмы с высоким временным разрешением отдельных явлений в солнечной короне предназначены телескопы высокого разрешения на 132/171 и 171/304 Å. Телескопы построены по схеме Гершеля - с внеосевым параболическим зеркалом. однозеркальной Применение схемы (по сравнению с двухзеркальными) с асферическим зеркалом позволяет достигать высокой эффективности регистрации телескопа и дает возможность работать с малыми временами экспозиций и одновременно с высокого пространственного разрешения в ограниченном поле зрения. В телескопах используются зеркала с F=1625 мм, световым диаметром Ø=100 мм, угловой размер 1 пикселя на детекторе – 1.7 угл. сек. Поле зрения телескопов ~ 1°.

Телескоп высокого разрешения на 132/171 Å предназначен для наблюдения быстрой динамики «горячей» (Т~10 МК и выше) плазмы солнечной короны в узком спектральном диапазоне 132 Å $\Delta\lambda$ ~5 Å. Так как горячая плазма в короне сильно локализована, для ее привязки к другим структурам солнечной короны будет изображение использоваться «холодной» короны, получаемое в диапазоне 171 Å($\Delta\lambda \sim 6$ Å). Для формирования такого комбинированного изображения используется зеркало, разделенное на 2 зоны с покрытиями Mo/Si (132 Å) и Al/Zr (171 Å), зоны перекрывают примерно 70% и 30% соотвественно. площади зеркала Для блокировки мощного излучения видимого диапазона в телескопе используется двойная система фильтрации – входной фильтр и фильтр детектора. Входной фильтр представляет собой многослойную тонкопленочную Zr/Si структуру, закрепленную на поддерживающей сетке. Фильтр детектора многослойная Zr/Si структура, напыленная непосредственно на рабочую поверхность ПЗС-матрицы.

Телескоп высокого разрешения на 171/304 Å предназначен наблюдения лля динамики «холодной» короны (T~1 MK, 171 Å) и переходного слоя (T~0.1 MK, 304 Å). Оптическая схема аналогична телескопу на 132/171 Å. В телескопе используется зеркало, разделенное на 2 концентрические зоны, с покрытиями на ochobe Al/Zr (171 Å, Δλ~6 Å) и Mg/Cr/Si/B₄C (304 Å, Δλ~10 Å). Выбор спектрального диапазона осуществляется поворотом специальной диафрагмы. Для блокировки мощного излучения видимого диапазона также используется двойная система фильтрации – входной фильтр – многослойная Al-структура на поддерживающей сетке, и фильтр детектора - многослойная Alструктура, напыленная на рабочую поверхность ПЗС-матрицы.

Для наблюдения крупных структур солнечной короны (гигантских арок. каспов. выбросов коронального вещества и т.д.) на больших расстояниях над поверхностью Солнца предназначен телескоп-коронограф широкого поля зрения. Телескоп построен по схеме Ричи-Кретьена – два зеркала с гиперболической формой поверхности. Использование такой схемы позволяет создать телескоп небольших размеров (~300x100x100 мм) при высоком качестве получаемых изображений в широком поле зрения. Фокусное расстояние телескопа -F=600 мм, поле зрения – 2.5°, угловой размер 1 пиксела на детекторе – 4.6 угл. сек. В используются инструменте сравнительно широкополосные зеркала с многослойным Mo/Si покрытием с центром на 304 Å, $\Delta\lambda$ ~30 Å. Для подавления излучения солнечного диска на детектор напылена «искусственная луна» из Sc. Для блокировки мощного излучения видимого диапазона используется двойная система фильтрации – многослойные входные Alфильтры и Al-фильтры детектора.

Проведение диагностики (определение температурного состава, плотности) плазмы отдельных структур солнечной короны будет проводиться по спектроскопическим данным, полученным ВУФ-спектрогелиографом. ВУФспектрогелиограф диапазона 285-335 Å будет получать монохроматические изображений солнечной короны в отдельных спектральных линиях диапазона. В этот спектральный диапазон попадает около 100 мощных спектральных линий различных ионов, формируемых в широком диапазоне температур - от He II с c T~10 Т~80000 К. до Ca XVIII MK. Спектрогелиограф построен по бесщелевой схеме с дифракционной решеткой скользящего падения ($\psi \sim 1.5^{\circ}$). Важно, что при использовании сохраняется такой схемы высокое вдоль пространственное разрешение оси перпендикулярной оси дисперсии, при большом поле зрения – до 3-х диаметров Солнца. В спектрогелиографе используется голографическая дифракционная решетка 3600 л/мм с Re-W покрытием. В выходном плече спектрогелиографа установлено асферическое зеркало С многослойным покрытием. Многослойное покрытие на основе Mo/Si обеспечивает высокий коэффициент отражения в широком спектральном диапазоне, $\Delta\lambda \sim 30$ Å. В спектрогелиографе используется двойная система фильтрации – многослойные Alструктуры на входе (на поддерживающей сетке) и напыленные на рабочую поверхность ПЗСматрицы.

Наблюдение «горячей» (Т~10 МК) плазмы солнечной проводиться короны будет С использованием рентгеновского спектрогелиографа на длине волны 8.42 Å в резонансной линии иона Mg XII 8.42 Å. Излучение этой спектральной линии происходит только в достаточно «горячей» плазме с T~10 MK. Спектрогелиограф построен с фокусирующей использованием кристаллической оптики нормального падения, позволяет получать что высокое пространственное разрешение и спектральное разрешение. Наблюдения спектрогелиографа будут проводиться совместно с телескопами разрешения изучения высокого для ВУФпространственной структуры, и спектрогелиографа, для проведения более полной диагностики корональной плазмы. Диспергирующим и фокусирующим элементом спектрогелиографа служит изогнутое кристаллическое зеркало из кварца. Рабочая [10.0] плоскость кварца с межатомным расстоянием 2d=8.507 Å обеспечивает брегговскую дифракцию с углом, близким к нормали – Ψ =8.2° для рабочей длины волны. Кристаллическое зеркало имеет сферическую форму с R=2710 мм. Высокая дисперсия, характерная для такой схемы и отсутствие интенсивных спектральных линий в излучении Солнца приводят получению к монохроматических изображений с λ=8.42 Å. В спектрогелиографе используется лвойная система фильтрации. В качестве входного фильтра используется майларовая пленка (3.8 мкм) с напыленными слоями Al (общая толщина 0.2 мкм). Фильтр детектора – многослойная Alструктура, напыленная на рабочую поверхность ПЗС-матрицы.

Kuzin S., Zhitnik I., Bogachev S. et al. // Proc. of the 36th COSPAR Scientific Assembly. Held 16-23 July 2006, in Beijing, China. Meeting abstract from the CDROM, #787.

Измерение спектров отражения многослойных зеркал в мягкой рентгеновской области спектра при помощи широкополосного лазерно-плазменного источника излучения

Е. А. Вишняков, К. Н. Медников, А. А. Перцов, Е. Н. Рагозин, А. А. Рева, А. С. Ульянов, С. В. Шестов Физический институт им.П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия e-mail: juk301@mail.ru, juk301@sci.lebedev.ru

Для выделения определённых линий или их групп в лабораторных и астрофизических спектрах широко используют периодические многослойные зеркала (МЗ). Их принято характеризовать коэффициентом отражения в максимуме, а также формой и шириной резонансного пика отражения. Важное значение имеют однородность M3 по апертуре, а также малые сопровождающие максимумы (т.н. "сателлиты") и высшие интерференционные порядки отражения, которые могут вносить существенный вклад в интегральный по спектру отражённый поток излучения. Применение широкополосного лазерно-плазменного источника МР излучения позволяет выявить эти особенности зеркал и исследовать их роль в формировании отражённого сигнала.

На Рис. 1 представлена оптическая схема, представлявшая собой изображающий (стигматический) спектрометр, в котором роль фокусирующего элемента принадлежала исследуемым МЗ. Спектрометр [1] собирался на оптическом столе 0.6×3.6 м в вакуумной камере ИКАР и включал в себя входную щель, исследуемое M3. широкоапертурную дифракционную решетку на пропускание, и детектор.



Рис. 1. Оптическая схема экспериментов.

Источником МР излучения служила плазма, получаемая при облучении вольфрамовой мишени импульсами лазера на кристаллах Nd:YAlO₃ (0.5 Дж, 6 нс, 1.08 мкм). Лазерный пучок фокусировался на мишени в пятно с эффективной площадью ~ 10^{-5} см² линзой *f*=75 мм из тяжёлого флинта. Пиковая интенсивность излучения в центре фокального пятна составляла ~ 10¹³ Вт/см². Излучение плазмы W представляет собой квазинепрерывный спектр с плавно меняющейся интенсивностью в области от ~20 до 350 Å [2, 3]. Спектры, полученные в работе, представляют собой произведение медленно меняющегося спектра источника, отражательной способности исследуемого зеркала, И чувствительности детектора, учётом с пропускания фильтра.

Чувствительные элементы детекторов представляли собой ПЗС-матрицы фирмы E2V (ССD 47-10 backside-illuminated, размер ячейки 13 мкм) с напылёнными на них слоем Al или многослойной структурой Zr/Si, которые выполняли функцию абсорбционных фильтров.

Геометрия установки давала возможность по форме полученных спектров судить об однородности исследуемых МЗ по апертуре. Некоторые из исследованных МЗ были двухсекционными (апертура была разделена на два участка, на которые наносились различные многослойные покрытия).



Рис. 2. Спектр двухсекционного M3 132/172 Å.

На Рис. 2 показан спектр отражения двухсекционного (Mo/Si и Al/Zr) M3 с максимумами отражения на длинах волн 132 и 172 Å. Как видно из рисунка, спектральные линии фрагмента на 172 Å имеют небольшой наклон, который указывает на увеличение периода многослойной структуры на краях апертуры M3 (пик отражения при этом смещается от 172 Å до 176 Å). Фрагмент на 132 Å даёт спектральные линии без наклона, что говорит об однородности периода многослойной структуры по апертуре фрагмента.



Рис. 3. Спектр M3 с максимумом на 192 Å.

Другим примером слабонеоднородного M3 может служить периодическое Mo/Si зеркало с максимумом отражения на $\lambda = 192$ Å, спектр которого показан на Рис. 3. Как видно из рисунка, края спектральной линии расположены дальше от нулевого дифракционного порядка, чем её середина. Максимум отражения M3 смещается от 190 Å в центре до 194 Å на краях апертуры. Это свидетельствует о том, что на краях зеркала период многослойной структуры примерно на 2 Å больше, чем в центре.



Рис. 4. Спектр МЗ на 132 Å (а,б) и теор. расчёт(в)

В спектре периодического Mo/Si M3 с максимумом отражения на длине волны 132 Å, отчётливо видны сопровождающие "сателлиты" по обе стороны от основного максимума (Рис. 4а, б). В длинноволновой области этих "сателлитов" больше, и они видны лучше. Это находится в полном согласии с теоретическим расчётом [4] (Рис. 4в), причём расстояние между "сателлитами" в спектре характеризует общее количество слоёв в многослойной структуре. Теоретический расчёт выполнен для 80 монослоёв. Если сравнить рисунки между собой, то видно, что на экспериментальном графике "сателлиты" идут чаще. А значит, в многослойной структуре исследуемого МЗ слоёв больше.

В работе были измерены спектры отражения для двух типов M3 с максимумом отражения вблизи 304 Å. Речь идет о M3 на основе "классической" Mo/Si структуры, и новой периодической структуре на основе пары Mg/Si, синтезированной в ИФМ РАН [5].



Рис. 5. Расчётный коэффициент отражения для Mo/Si (пунктир) и Mg/Si (линия) M3 на 304 Å.

На Рис. 5 приведены расчетные коэффициенты отражения для обеих структур. В расчётном спектре для Mo/Si многослойной структуры присутствует ярко выраженный интерференционный максимум второго порядка на длине волны около 160 Å. Кроме того, максимум первого порядка характеризуется большой шириной на полувысоте (~30–35 Å) и широкими "крыльями" в спектре.

На том же Рис. 5 представлен расчёт для новой многослойной структуры Mg/Si. Благодаря использованию Mg в многослойной структуре, во-первых, "работает" в несколько раз большее число слоев, что существенно сужает резонансный максимум отражения, и, во-вторых, второй интерференционный порядок отражения существенно ослабляется, так как он оказывается в области значительного поглощения Mg.



Рис. 6. Спектры Mo/Si (a), Mg/Si (б) M3 на 304 Å.

Ha Рис. 6 изображены графики экспериментальных спектров для Mo/Si и Mg/Si M3 с максимумами вблизи 304 Å, которые соответствуют теоретическим расчётам. B спектре Mo/Si зеркала основной максимум большую отражения имеет ширину на полувысоте (~30 Å), а спектр Mg/Si зеркала обладает достаточно узким (≈12 Å) основным максимумом отражения и не содержит практически ничего вблизи $\lambda = 160$ Å. Кроме того, на обоих спектрах видно падение интенсивности около 170 Å, что объясняется L2.3краем Al фильтра. А наличие сигнала при $\lambda < 170$ Å объясняется его EXAFS-структурой.

Существует потребность в дифракционных спектрометрах МР диапазона, обладающих

одновременно стигматизмом, относительно большим приемным углом (~ $5 \cdot 10^{-2} \times 5 \cdot 10^{-2}$ рад) и широким спектральным диапазоном (порядка октавы и более) при разрешающей способности $\lambda / \delta \lambda \sim 3 \cdot 10^2$ и выше. Такой изображающий спектрометр реализуется при использовании пропускающей дифракционной решетки в сочетании с апериодическим МЗ нормального падения [4, 6 – 8].



Рис. 7. Спектр апериодического МЗ, снятый на ПЗС с Zr/Si фильтром (а,б) и с Al фильтром (в)

испытано Было апериолическое M3. оптимизированное максимальное на равномерное отражение в области 125-250 Å. Сначала был получен спектр МЗ на ПЗС с Zr/Si фильтром (Рис. 7а, б), а затем спектр на ПЗС с Al фильтром (Рис. 7в). Коротковолновая граница обоих спектров определяется L-краями Si и Al, Длинноволновая соответственно. граница определяется падением интенсивности в эмиссионном спектре плазмы, а также падением пропускания Zr в случае детектора с Zr/Si фильтром. На основании графиков этих спектров можно сказать, что вариации коэффициента отражения данного широкополосного апериодического M3 составляют приблизительно ±15% в области длин волн от 125 до 190 Å.

При помощи спектров этого M3 удалось особенно ярко проиллюстрировать проявление EXAFS-структуры $L_{2,3}$ -края поглощения Al. На Рис. 7в отчётливо видно, что за $L_{2,3}$ -краем Al есть области частичного пропускания, зависящего от длины волны. Предполагая, что фильтр содержит только чистый Al и кристаллический Al₂O₃ и используя графики из [9, 10], можно объяснить спектр на Рис. 7в в области $\lambda < 170$ Å и оценить соотношение между толщинами слоёв Al и Al₂O₃. Первый определяет падение пропускания фильтра на 170 Å, а второй определяет масштаб осцилляций в EXAFS-структуре. По оценке

толщина Al слоя в фильтре составляет ≈ 0.1 мкм и на порядок превышает толщину слоя Al₂O₃.



Рис. 8. Расчётный коэффициент отражения апериодических МЗ, оптимизированных на равномерное отражение в диапазоне 251-310 Å.

Были рассчитаны [4] апериодические M3 на основе пар Mg/Si и Mo/Si, оптимизированные на максимальное равномерное отражение в области 251 – 310 Å. На Рис. 8 изображён коэффициент отражения обеих многослойных структур. Из рисунка видно, что Mg/Si зеркало (сплошная линия) имеет более высокий коэффициент отражения в области оптимизации, а также практически не содержит паразитных "крыльев" и побочных максимумов отражения около 150 Å.

Авторы признательны С.В. Кузину за постоянное внимание к работе, А.С. Пирожкову за содействие при проведении расчетов МЗ. Работа выполнена при поддержке РФФИ (Проекты № 07-02-00316 и 08-02-01301).

[1] Житник И.А., Кузин С.В., Митропольский М.М., Рагозин Е.Н., Слемзин В.А., Сухановский В.А., Квантовая электрон., **20** (1), 89 (1993).

[2] Gullikson E.M., Underwood J.H., Batson P.C., J. X-Ray Science and Technol., **3**, 283 (1992).

[3] Колачевский Н.Н., Пирожков А.С., Рагозин Е.Н., Квантовая электрон., **25** (9), 843 (1998).

[4] Колачевский Н.Н., Пирожков А.С., Рагозин Е.Н., Квантовая электрон., **30** (5), 428 (2000).

[5] Зуев С.Ю., Полковников В.Н., Салащенко Н.Н., Нанофизика и наноэлектроника (XII Междунар. симп., 10-14 марта 2008 г.) Т.1, с.210. [6] Ragozin E.N., Kondratenko V.V., Levashov V.E., Pershin Yu.P., Pirozhkov A.S., Proc. SPIE, **4782**, 176 (2002).

[7] Капралов В.Г., Корде Р., Левашов В.Е., Пирожков А.С., Рагозин Е.Н., Квантовая электрон., **32** (2) 149 (2002).

[8] Beigman I.L., Pirozhkov A.S., Ragozin E.N., J. Opt. A: Pure Appl. Opt., **4**, 433 (2002).

[9] Codling K., Madden R.P., Phys. Rev., **167** (3), 587 (1968).

[10] Gähwiller C., Brown F.C., Phys. Rev. B, **2** (6), 1918 (1970).

Влияние водородной среды на характеристики пленочных EUV-фильтров в условиях высоких тепловых нагрузок

С.А. Гусев¹, И.Г. Забродин¹, И.А. Каськов¹, А.Я. Лопатин¹, В.И. Лучин¹, А.Е. Пестов¹, Н.Н. Салащенко¹, Н.Н. Цыбин¹, Н.И. Чхало¹, Л.А. Шмаенок²

¹Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия

²*PhysTeX, Vaals, Netherlands* e-mail: lopatin@ipm.sci-nnov.ru

Тонкие металлические пленки, прозрачные в мягком рентгеновском И экстремальном ультрафиолетовом диапазонах, широко применяются для подавления нежелательного видимого и ультрафиолетового излучения в спектроскопии лазерно-плазменных и разрядных источников, солнечной астрономии и ряде других задач. Использование фильтров необходимо в схемах проекционной EUV-литографии, где к этим элементам предъявляются особые требования по прозрачности на рабочей длине волны и по стойкости к тепловым нагрузкам.

Для проекционных установок диапазона $\lambda =$ 13 нм ранее нами были разработаны и изготовлены образцы свободновисящих многослойных Zr/Si фильтров толщиной 50 нм с площадью до 30 см². Прозрачность образцов на длине волны $\lambda = 13$ нм составляет 76%, а в УФ, видимой и ближней ИК областях не превышает 3%. Было изучено влияние на оптические свойства фильтров тепловых нагрузок в вакууме ~ 10⁻⁸ Торр и определено пороговое значение плотности поглощаемой в образцах мощности W ≈ 1 Вт/см², при котором характеристики Zr/Si пленочных структур остаются стабильными в течение длительного времени [1].

настояшей Целью работы является проведение испытаний Zr/Si фильтров на длительным тепловым устойчивость к воздействиям в водородной атмосфере при давлении водорода 10⁻² – 1 Торр. Интерес к проблеме связан с использованием атомарного водорода для очистки многослойных зеркал проекционной схемы EUV литографии от углеродных и оксидных загрязнений [2], а молекулярного газа - для уменьшения потока на оптические элементы продуктов эрозии мишени [3].

Испытательный стенд состоит из откачиваемой до давления р ~ 10⁻⁸ Торр вакуумной камеры, устройства напуска водорода и автоматической системы регистрации давления в камере, выделяемой в образце мощности и температуры образца, его сопротивления и прозрачности на длине волны 633 нм. Нагрев Zr/Si структуры осуществляется постоянным током с возможностью стабилизации подаваемой мощности, или импульсами тока длительностью 100 нс и частотой 50 кГц. Токовый нагрев моделирует тепловое воздействие на фильтр EUV-излучения источника. Тестируемый образец выполнен в виде свободновисящей многослойной структуры Zr/Si, закрывающей прямоугольное отверстие (8×8 мм²) в кварцевой подложке толщиной 0.5 мм с размерами 28 × 22 мм². К двум противоположным сторонам примыкают пленочные контактные площадки с двумя парами электрических контактов токоподводящими И используемыми лля измерения сопротивления пленки. Параметры исследуемой структуры: период d = 2.1 нм, число периодов N = 25, отношение толщины слоя Zr к величине периода $\beta = 0.71$.

Давление в камере измерялось в широком диапазоне значений датчиком Edwards WRG, совмещающим ионизационный и тепловой вакуумметры, а при давлениях $p > 10^{-2}$ Торр – прецизионным манометром Pfeiffer Vacuum CMR-263 конденсаторного типа.

температуры Для определения участка его ИК излучение нагреваемого выводилось через окно камеры на пирометр (Metis MB35). Предварительно была измерена излучательная способность Zr/Si пленки указанного выше состава, напыленной на полированную поверхность массивного нагревателя, температура которого измерялась термопарой «хромель – копель». Излучательная способность образцов фильтров в диапазоне Т = 200 – 600 °С составляет 28.5 – 31% (табл. 1).

Таблица 1. Излучательная способность η структуры Zr/Si в зависимости от температуры

T,⁰C	19 0	250	350	450	500	55 0	600
η, %	29	28.5	28.5	28.5	29	30	31

В рамках данной работы были сняты зависимости температуры образца Zr/Si от давления водорода в камере при джоулевом нагреве структуры от источника постоянного тока в диапазоне интенсивностей нагрева W = 0.2 – 3.0 Bт/см² и от импульсного источника при $W = 0.5 - 1.8 \text{ Вт/см}^2$ (рис. 1). Из приведенных графиков видно, что при давлении водорода р = 10⁻² – 1 Торр температура Zr/Si фильтра может быть значительно ниже, чем в случае вакуумного



Рис. 1. Температура образца в зависимости от давления водорода при тепловых нагрузках W = 0.2, 0.5, 0.8, 1.2, 1.8, 2.2 и 3.0 Вт/см². DC – нагрев постоянным током, AC – импульсный нагрев.

нагрева. Если задать некоторую допустимую температуру образца, то дополнительное охлаждение в водородной среде позволяет подавать на фильтр в несколько раз большую мощность. С другой стороны, известно, что цирконий при T>300°С способен достаточно интенсивно поглощать водород и образовывать гидриды, и это приводит к охрупчиванию циркониевых конструкций.

Для оценки pecypca Zr/Si тонкопленочных фильтров при нагреве в разреженной водородной атмосфере планируется проведение длительных непрерывных (до нескольких сотен часов) испытаний образцов при выбранных параметрах давления и мощности и сравнение результатов с полученными данными аналогичных ранее испытаний в вакууме. Проведенные непродолжительные испытания не обнаруживают качественных различий между нагревом образцов в вакууме и их нагревом в водороде при $p = 10^{-2} - 1$ Торр (рис. 2).

Ранее, при тепловых испытаниях ZI/Si пленок в вакууме было установлено, что сопротивление образцов падает с ростом температуры [4]. Эта же закономерность видна





Рис. 2. Временные зависимости поглощаемой в образце плотности мощности (пунктир) и его сопротивления, полученные в ходе испытаний: а) в режиме умеренного нагрева, б) в режиме повышенной мощности нагрева.

на рис. 2. Локальные участки на графиках, где сопротивление растет при неизменной поглощаемой мощности, соответствуют увеличению теплоотвода в моменты напуска водорода. При длительном нагреве или более высокой поглощаемой мощности начинают проявляться необратимые изменения сопротивления и оптических свойств структуры. полтора часа испытаний в условиях 3a поглощаемой плотности мощности до 3 Вт/см² сопротивление образца выросло с 81 до 90 Ом, а пропускание на длине волны 633 нм – в 2.5 раза.

образом, установлен интервал Таким давлений водорода, в котором возможно существенное снижение тепловой нагрузки на тонкопленочный Zr/Si фильтр схемы EUV-литографии проекционной за счет теплоотвода через газ. На следующем этапе работы предполагается исследование влияния проникающего пленку в водорода на эксплуатационные характеристики фильтра.

Работа поддержана РФФИ, грант № 07-02-00992.

[1] Bibishkin M.S., Chkhalo N.I., Gusev S.A. et al., SPIE Proc., 7025 (2008).

[2] Nishiyama I., Oizumi H., Nishiyama Y. et al., Proc. of the EUVL Symposium, 29 – 31 October 2007, Sapporo, Japan.

[3] Harilal S.S., O'Shay B., Tao Y., Tillack M.S., Appl. Phys. B 86, 547 (2007).

[4] Бибишкин М.С., Гусев С.А., Забродин И.Г. и др., Материалы симпозиума "Нанофизика и наноэлектроника". Нижний Новгород: ИФМ РАН, 2006. Т.2. С.358.

г. Черноголовка, 6 - 9 октября 2008 г.

Технология изготовления элементов рентгеновской оптики

Перспективы развития рентгеновской оптики в Институте проблем технологии микроэлектроники и особочиситых материалов РАН

Д.В. Рощупкин

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия

e-mail: rochtch@iptm.ru

В институте проблем технологии микроэлектроники и особочитсых материалов РАН (ИПТМ РАН) рентгеновская оптика развивается с 1985 г. Основные направления рентгеновской оптики в ИПТМ РАН связаны с созданием различных типов рентгенооптических элементов для управления пространственной структурой рентгеновского излучения И развитием рентгеновских методов диагностики материалов микро- и наноэлектроники. Развитие методов рентгеновских диагностики органичнично связано с созданием элементов рентгеновской оптики. А создание элементов рентгеновской оптики требует соответственно использования современной технологической базы.

1. Состяние технологической базы ИПТМ РАН для создания рентгенооптических элементов

Создание элементов рентгеновской оптики базируется на использовании современных методов микро- и нанотехнологии: электроннолучевая литография и методы сухого травления. К концу 2009 г. в институте будет создана специализорованная технологическая зона класса 100 общей площадью 90 м², напрвленная на создание элементов рентгеновской оптики. В данной технологической чистой зоне будет сосредоточено уникальное научнооборудование технологическое (рис. 1). установку включающее электронно-лучевой литографии LEO комании Zeiss, позволяющую резисте формировать структуры в рентгенооптическиэлементов с минимальным размером 20 нм (a), установку реактивного плазменного травления для переноса рисунка оптического элемента из резиста в кремний (б), установке магнетронного напыления Alcatel SML для формирования тонкопленочных структур, включая многослойные рентгеновские зеркала на основе элементом Ni, W, Si, C, B₄C, AlN (в). Также в технологической чистой зоне размещение планируется установки фотолитографии. В целом же технологическая чистая зона является полным замкнутым циклом производства широкого для спектра рентгенооптических элементов, включающих рентгеновские линзы и дифракционные решетки.



(a)





Рис. 1. Технологическое оборудование для изготовления элементов рентгеновской оптики: (а) установка электронно-лучевой литографии LEO, (б) установка реактивного плазменного травления AMS100, (в) установка магнетронного напыления Alcatel SML.

2. Рентгенооптические элементы, создаваемые в ИПТМ РАН

Создание рентгенооптических элементов направлено на развитие методов рентгеновской микроскопии и томографии и различных спектральных методик. Среди создаваемых в ИПТМ РАН рентгенооптических элементов необходимо прежде всего отметить фокусирующие рентгенооптические элементы: Брэгг-Френелевские зонные пластинки. Френелвские зонные пластинки нормального и параболические скользящего падения, рефракционные линзы (рис. 2). Использование современных технологических возможностей при изготовлении фокусирующих рентгенооптических элементов позволяет получать размер фокального пятна в нанометровом диапазоне. что позволяет сушественно увеличить пространственное разрешение при проведении исследований с помощью рентгеновского излучения.

Также в ИПТМ РАН уделяется большое внимание созданию дифракционных решеток для спектральных исследований: многослойные дифракционные дифракционные решетки, решетки нормального падения, дифракционные решетки скользящего падения с эффектом изготовления дифракционных блеска. Для используется решеток также современная технологическая база с использованием методов электронно-лучевой литографии и реактивного плазменного травления. На рис. 3 представлены многослойная дифракционная решетка (a) и золотая дифракционная решетка нормального падения (б). Многослойная решетка была изготовлена с периодом D=2 мкм на основе многослойного рентгеновского зеркала. состоящего из 50 слоев W/Si с периодом d=4.75 нм. Многослойное зеркало было сформировано методом магнетронного напыления. Дифракционная решетка нормального падения была сформирована на тонкой мембране SiO₂ методом электронно-лучевой литографии с последующим термическим осаждением Аи и операцией lift-off, в результате которой на поверхности тонкой мембраны остается Аи дифракционная решетка нормального падения.



Рис. 2. Эллиптическая Si Брэгг-Френелевская зонная пластинка для двумерной фокусировки рентгеновского излучения.



Рис. 3. Дифракционные решетки: (a) W/Si многослойная решетка с периодом D=2 мкм, 50 слоев W/Si с периодом d=4.75 нм; (б) Au дифракционная решетка нормального падения с периодом D=1 мкм, изготовленная на тонкой мембране SiO₂.

3. Аппаратурная база для исследования рентгенооптических элементов в ИПТМ РАН

Исследования рентгенооптических свойств фокусирующих пластинок зонных и дифракционных зонных пластинок проводится как непосредственно в ИПТМ РАН, так и на источниках синхротронного излучения ESRF и Непосредственно BESSY. институте в исследования проводятся на установке Rigaku Rotaflex RU200 с вращающимся анодом. Для манипуляции с образцами используется однокружный дифрактометр И большое количество пьезоэлектрических подвижек, позволяющих осуществлять прецезионную юстировку исследуемых рентгенооптических элементов. В 2008 г. ИПТМ РАН приобрел 4-х кружный рентгеновский дифрактометр компании Bruker D8 "DISCOVER", в котором также в качестве источника рентгеновского излучения рентгеновская используется трубка с вращающимся анодом. Данный дифрактометр позволяет проводить весь спектр современных рентгенодифракционных исследования: рефлектометрия, дифрактометрия, исследование напряжений и текстур. порошковая дифрактометрия ит.д. Общий вид дифрактометра D8 "DISCOVER" представлен на рис. 4.



Рис. 4. Рентгеновский дифрактометр D8 "DISCOVER"

Использование соответствующего оборудования позволяет провдить реальные исследования дифракционных свойств рентгенооптических материалов И параллельно проводить исследования кристаллографических И физических свойств материалов. Так, например, на рис. 5 представлена кривые отражения полученные от монослоев Мо толщиной 11 и 15 нм, соответственно. На основании кривые отражения по значению критического угла и периоду толщинныз осцилляций можно легко определить значения плотности и толщины сформироанной пленки. На рис. 6 представлена двумерная карта распределения рентгеновской интенсивности, дифрагированной на многослойной дифракионной решетке, представленной на рис. 3(а). Исследования рентгенооптических свойств многослойной дифракционной решетке были проведены на источнике синхротронного излучения BESSY при энергии рентгеновского излучения Е=8 кэВ.



Рис. 5. Кривые отражения от монослоев Мо.



Рис. 6. Двумерная карта распределения рентегновской интенсивности, дифрагированной на дифракционной решетке рис. 3(а). Энергия рентгеновского излучения E=8 кэВ.



Рис. 7. Трехмерная карта распределения Си в тест объекте.

Следует отметить, что создаваемые в ИПТМ РАН рентгенооптические элементы используются для проведения широкого спектра исследований с использованием рентгеновского и синхротронного излучений. Так на рис. 7 представлен пример использованияфренелевских зонных пластинок скользящего падения для фокусировки рентгеновского излучения. На рисунке представлено трехмерная карта распределения Си в тест-объекте.

В заключении следует отметить, что одним из основных направлений научной деятельности в ИПТМ РАН является создание, исследование и применение рентгенооптических элементов.

Оптимизация линейных зонных пластинок

Е.В.Шулаков

Институт проблем технологии микроэлектроники РАН 142432, Черноголовка, Московская область shulakov@iptm.ru

1. Введение.

В настоящей проводится работе оптимизация фазовых зонных пластинок с прямоугольным рельефом типа Рэлея-Вуда [1,2]. Это приближение полностью оправдано для Брэгг - френелевских зонных пластинок, работающих в сагиттальной геометрии в условиях брэгговского отражения [3]. Осевые зонные пластинки Френеля [4] и Соре [5], использующиеся в жестком рентгеновском излучении также можно считать фазовыми. Например, для кристалла кремния и длины волны излучения 0.1нм отношение мнимой В и лействительной δ частей показателя преломления равно 0.01 и поглощение на рельефе составляет менее 1%. Все это означает, что для указанных пластинок не требуется экранирование центральных зон.

Линейные и кольцевые фазовые зонные пластинки типа Соре: ($r_n = \sigma n^{1/2}$, где r_u - радиус *п*-зоны, $\sigma = (\lambda f)^{1/2}$, λ - длина волны излучения, $f - \phi$ окусное расстояние) широко используются в рентгеновского излучения оптике для фокусировки падающего излучения, а также как элементы формирующие изображение. Иследования показали, что оптические свойства конечных линейных зонных пластинок существенно отличаются от кольцевых [6]:

- 14.5% площади первой зоны работают против увеличения интенсивности в фокусе;
- вклады зон в фокус отличаются как по амплитуде, так и по фазе;
- амплитудно-фазовая диаграмма вкладов зон в фокус для пластинок Соре неудачна;
- линейные фазовые пластинки имеют отличный от нуля фон, создаваемый не дифрагированным излучением (нулевым порядком дифракции);
- на осевом распределении интенсивности максимумы асимметричны и их положение не соответствует теоретическим значениям.

Все это позволяет предположить, что линейные зонные пластинки типа Соре не являются оптимальными.

2. Линейная зонная пластинка.

Геометрия зонной пластинки. На рис.1 представлены диаграммы сложения вкладов зон в фокусе для кольцевой и линейные фазовых зонных пластинок. Можно видеть, что размер первой зоны линейной пластинки Соре явно

избыточен. Максимальный вклад первой зоны в фокус первого порядка соответствует $r_1 = 0.855\sigma$. С этой целью рассмотрим геометрию зон, границы которых определяются выражением:

$$r_n = \sigma(n-B)^{1/2}, \qquad (1)$$

где $0 \le B < 1$ - оптимизирующий параметр, а общее количество зон N - четное.





Проводя аналогию с экранированными пластинками $(r_n^2 = r_o^2 + \sigma^2 n)$, где r_o - радиус получим $r_0^2 = -\sigma^2 B$. Поэтому экрана) рассматриваемую здесь геометрию можно условно назвать экранированной зонной пластинкой с мнимой нулевой зоной. При В > 0 улучшается амплитудно-фазовая диаграмма вкладов 30H И сложения повышается эффективность использования первой зоны. Но есть еще и третий процесс: площадь изъятая из первой зоны перераспределяется в остальные зоны (размер всех зон, кроме первой, увеличивается с ростом В). Это приводит к улучшению фазовой характеристики диаграммы, в целом, за исключением первой пары зон. (см. рис. 1б). При В=0.2684 вклад первой зоны в фокус достигает максимума. С этого момента первые два процесса начинают конкурировать с третьим. Будем оптимизировать геометрию зонной структуры по максимуму вклада в фокус первого порядка. Параметр Bopt, очевидно, зависит от количества зон. При N=2 Bopt = 0.3, при N=6: 0.32, при N=44: 0.34. значение 0.35 не достигается при любом N.

Отметим, что при B = 0.3 уже выбрано 99% от всего эффекта и небольшие вариации B около значения 0.34 практически не приводят к изменению интенсивности.

Зонная пластинка Соре дает заметный вклад в нулевой порядок, который концентрируется в окрестности первых двух зон. Эта пара имеет эффективность ε_0 =17%. Величина ε_0 резко падает для всех последующих парных зон. Так уже вторая пара зон дает вклад в нулевой порядок только 0.7%. Параметр *В* положительно влияет на уменьшение вклада первых двух зон в нулевой порядок.



Рис.2. Диаграмма сложения вкладов зон в фокусе первого порядка при *N*=6 и различных значениях *B*.

Расчетные формулы. Дифракция на линейной зонной пластинке описывается выражением:

$$E(x) = q_2 \Phi_N - q_1 \Phi_1 + \sum_{k=2}^{N-1} (-1)^k (q_2 - q_1) \Phi_k \quad (2)$$

Здесь E(x) - амплитуда рассеянной волны в точке наблюдения x; N - число зон; q_1 и q_2 комплексные коэффициенты отражения (или прохождения) для нечетных и четных зон, соответственно. Функция Φ_k имеет вид:

$$\Phi_k = (1/\sqrt{2})[F(z_2) + F(z_1)], \qquad (3)$$

где F(z) - интеграл Френеля, $z_{1,2} = (\sqrt{2}/\delta)(r_n \pm x), \delta$ = $(\lambda R)^{1/2}$, $R = R_1 R_2 / (R_1 + R_2)$ - эффективное расстояние, а R_1 и R_2 расстояния источник зонная пластинка и зонная пластинка плоскость наблюдения. При расчетах будем считать $R_1 >> R_2$, что соответствует тестированию зонных пластинок на синхротронах ESRF и на 1-км линии Spring-8.

Результаты расчетов. Типичный вид зависимостей $\varepsilon(x, f)$ в фокусе первого порядка от параметра *В* представлен на рис.3.



Рис.3. Распределение дифракционной эффективности в фокусе первого порядка. B = 0.34 -сплошная линия, B = 0 -точки, N = 60.

На рис.4 представлено осевое распределение эффективности $\varepsilon(0, R/f)$ при B = 0

и 0.34. Из рис. 3 и 4 видно, что высота максимумов при B = 0.34 на 11% превышает случае с B=0. Также понятно откуда берутся эти 11%. Распределение на рис.3 при B = 0.34 имеет в фокальной плоскости более низкий фон от боковых максимумов, а на осевом графике на рис.4 максимумы высших порядков, в целом, имеют более низкую амплитуду. Кроме того, осевое распределение эффективности в фокусе первого порядка приобретает симметричный вид, [4].



Рис.4. Осевое распределение эффективности, N=60.

На рис.5 показано смещение максимума осевого распределения при B = 0 из фокальной плоскости.



Рис.5. Осевое распределение эффективности. *B*=0.34 – сплошная линия, *B*=0 – точки.



Рис.6 Зависимость дифракционной эффективности от числа зон *N* при *B*=*B*opt.

Из рисунка видно, что эффективность модифицированной пластинки лежит выше, чем кривая с B=0, а также выше теоретического значения дифракционной эффективности $\varepsilon_1=4/\pi^2$ для бесконечной фазовой пластинки.

Выводы по разделу 2. Параметр *В* оказывает существенное влияние на распределение интенсивности в фокусе первого порядка. Вопервых, при N = 60 эффективность возрастает на 11%, во-вторых, распределение с B=0.34 на несколько процентов шире, чем для пластинки Соре, и интегральная интенсивность в фокальном пятне выше, чем для случая с B=0 на 13%. Для других *N* смотри график на рис.6.

Другим свойством оптимизированной зонной пластинки является снижение фона за счет снижения интенсивности высших порядков и уменьшения интенсивности дифракции сателитных максимумов вокруг первого порядка дифракции. Это обстоятельство связано с тем, что величина Bopt не является оптимальной для других порядков. Кроме того, параметр *B*=*B*opt устраняет смещение максимума осевого распределения из фокуса первого порядка.

3. Составные зонные пластинки

Для улучшения основных параметров зонных пластинок – разрешающей способности и пиковой интенсивности в фокальном пятне – могут быть использованы составные зонные пластинки. Для этих целей зонную пластинку с фокусным расстоянием f в первом порядке дифракции окружают дополнительными зонами, которые имеют то же фокусное расстояние f, но в более высоком порядке дифракции. Стандартные зонные пластинки Френеля и Соре не дают вклада в четные порядки дифракции и обычно используются сочетания: первый + третий или первый + третий + пятый порядки [4]. Изменить эту ситуацию возможно, если включить в рассмотрение понятие о скважности зон.

В этом разделе рассматривается общий случай составных зонных пластинок, включающий использование зонных структур со скважностью отличной от 1/2 и четных порядков дифракции, а также коррекцию размера первой зоны внутренней составляющей. Показано, что такие составные пластинки позволяют повысить долю фокусируемой энергии при существенном снижении уровня фона. Эксперимент по изучению оптических свойств таких пластинок был выполнен на синхротроне Spring-8, Япония [7].

Геометрия составной пластинки. Определим границы зон r_{mk} для внешней составляющей зонной пластинки, работающей в m - порядке дифракции, как:

$$r_{mk}^{2} = \begin{cases} r_{m0}^{2} + \sigma^{2} (mk - j), & k - \text{нечетное} \\ r_{m0}^{2} + \sigma^{2} (mk), & k - \text{четное} \end{cases}$$
(4)

здесь r_{m0} - размер нулевой зоны, k - номер зоны, параметр j связан со скважностью S соотношением: S = (m-j)/2m. Будем обозначать составляющую зонной пластинки с параметрами

т и *j* как *m.j*, а величину r_{m0} считать равной внешним размерам внутренней составляющей (1). Тогда выражение (4) можно переписать:

$$r_{mk} = \begin{cases} \sigma (N + mk - j - B)^{1/2}, & k - \text{нечетное} \\ \sigma (N + mk - B)^{1/2}, & k - \text{четное} \end{cases}$$
(5)

Эту процедуру можно повторять и для последующих внешних составляющих.

Ширины зон описывается выражением:

$$\Delta t_{mk} = \begin{cases} \sigma(m-j)/2(N+mk)^{1/2}, \, k - \text{нечетное} \\ \sigma(m+j)/2(N+mk)^{1/2}, \, k - \text{четное} \end{cases}$$
(6)

Изменяя скважность зон можно варьировать дифракционную эффективность разных порядков. Внешние составляющие со скважностью отличной от 1/2 позволяют использовать в составной зонной пластинке любые порядки дифракции, включая четные, с максимальной эффективностью $\varepsilon = 4/\pi^2 m^2$ (для фазовых зонных пластинок). Правило отбора по параметру *j* в этом случае имеет вид:

$$i| = \begin{cases} 0, 2, 4... < m, m - \text{нечетное} \\ 1, 3, 5... < m, m - \text{четное} \end{cases}$$
(7)

Ниже на рис.7 поясняется работа составляющих с m = 2, j = 0 и j = 1. Эффективность зонных структур с + j и - j одинаковая, но она изменяет ширины нечетных и четных зон на противоположные.



Рис.7. Вклады зон второго порядка в фокус при разной скважности.



Рис.8. Осевое распределение эффективности для зонной пластинки 2.1: *K* = 270, *m* = 2, *jj* = 1.

Видно, что использование скважности S=1/4или S=3/4 позволяет вытащить из небытия второй порядок дифракции. Оптимизация по параметру *В* приводит к тому, что максимум второго порядка становится даже немного выше максимума первого порядка Предположим, что технологический предел изготовления зонной структуры определяется шириной четных внешних зон (например, из-за высокого аспектного отношения) и равен d. Здесь мы делаем исключительно важное заявление: пусть критической является более широкая зона. Действительно, из-за высокого аспектного отношения четных внешних зон их стенки не травятся вертикально [8,9]. При этом возможны два варианта: а) четная зона либо затекает либо б) подтравливает нечетную зону. В случае а) выберем положительное значение j, а в варианте б) - отрицательное.

Тогда максимальное количество зон K_{mjj} и максимальный размер апертуры D_{mj} для m.j составляющей равны:

$$K_{mj} = N[(m+|j|)^2 - 1]/m, \ N = (\sigma/2d)^2 \quad (8)$$

$$D_{mi} = D_{10}(m + |j|), \ D_{10} = \sigma^2 / d$$
 (9)

Из выражений (8) и (9) следует, что в составной зонной пластинке составляющая со вторым порядком дифракции и |j| = 1 может использоваться вместо составляющей третьего порядка с j = 0, а третий порядок с |j| = 2 вместо пятого с j = 0 и т.д.



Рис.9. РЭМ изображение составной зонной пластинки 1.0 + 2.1 с *j* = -1.

-

Таблица 1.							
N⁰	Зонная	D/D ₁₀	I/I10	ε ₀ , %			
	пластинка						
1	1.0	1	1	0			
2	3.0	3	1	0			
3	2.1	3	1	25			
4	1.0+3.0	3	2.78	0			
5	1.0+2.1	3	4	0			
6	5.0	5	1	0			
7	3.2	5	1	44			
8	1.0+3.0+5.0	5	4.27	0			
9	1.0+2.1+3.2	5	7.11	0			

В таблице 1 приводятся данные для 1-3 компонентных линейных фазовых зонных пластинок. Даны отношения размеров D/D₁₀, максимальных интенсивностей I/I₁₀ и фона

нулевого порядка ε_0 в окрестности главного фокуса в сравнении с пластинкой первого порядка, *B*=0. Видно, что вариант 1.0+2.1 превосходит по интенсивности пластинку с первым порядком дифракции в 4 раза и стандартную составную пластинку 1 + 3 на 43%.

На рис.11 приводятся распределения интенсивности в главном фокусе для составных зонных пластинок: 1.0+2.1 и 1.0+3.0. Обе составные пластинки модифицированная и стандартная имеют одинаковую апертуру и одинаковый размер критических зон, как для внутренних, так и для внешних составляющих. Первая пластинка имеет на 52.4% более высокую пиковую интенсивность и меньший уровень фона в окрестности фокуса.



Рис.10. Распределение интенсивности в главном фокусе для составных зонных пластинок: 1.0+2.1 – сплошная линия (*N*=60, *K*=240, *B*=0.34) и 1.0+3.0 – точки (*N*=60, *K*=160, *B*=0).

Выводы по разделу 3. Использование внешних составляющих со скважностью $S \neq \frac{1}{2}$ (4), позволяет использовать в составной пластинке любые порядки дифракции с максимальной эффективностью. Внешние составляющие создают в области главного фокуса меньший фон. поскольку значительная часть интенсивности уходит в нулевой порядок, внутренней который экранируется составляющей, работаю-щей в первом порядке Оптимизация дифракции. внутренней составляющей по параметру В увеличивает пиковую и интегральную интенсивность в фокальном пятне при снижении уровня фона. Работа поддержана грантом РФФИ № 06-02-17406.

Литература.

- 1. Lord Reyleigh. Encyclopaedia Brittanica, vol. 24, pp. 429-451 (1888).
- R.W. Wood. Philos. Mag. Ser.5, vol. 45, pp. 511-522 (1898).
- V.V. Aristov, Yu.A. Basov, S.V. Redkin, A.A. Snigirev, V.A. Yunkin. Nucl.Instrum.Methods, A261, 72 (1987).
- A.G. Michette. Optical systems for soft X-rays. London and New York: Plenum Press, 1986, 352 p.

- г. Черноголовка, 6 9 октября 2008 г.
- J.L. Soret. Ann. Phys. Chem., vol. 156, pp. 99-106 (1875).
- 6. E.V. Shulakov, V.V. Aristov. Surface Investigation, vol 12, pp. 303-309 (1997).
- Kuyumchyan A., Souvorov, T. Ishikawa , Shulakov E., Aristov V. Int. Conf. X-ray Optics and Microanalysis, Kyoto, Japan, p.134 (2007).
- 8. В.Ф. Лукичев, В.А. Юнкин.
- 9. Микроэлектроника. 27(3), 229-239 (1998).
- А.А. Исоян, А.В. Куюмчян, Е.В. Шулаков, В.В. Аристов. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. N2, с.36-40 (2003).
Преломляющая рентгеновская оптика на основе фотополимеров

Л.Г.Шабельников, Т.А.Сагдуллин

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка,

Россия

e-mail: lgs@iptm.ru

Преломляющая рентгеновская оптика получила значительное развитие благодаря развитой ранее концепции планарных линз, в рамках которой стало возможным формировать линз, как линзы с такие новые типы масштабированием радиуса кривизны и линзы с минимизированным поглощением [1]. Планарные линзы формируются методами прецизионной литографии в основном на основе кремния с использованием фоточувствительных полимерных материалов. Вместе с тем широко известны планарные линзы из полимеров, формируемые методами рентгеновской литографии. Расширение круга применяемых фотополимерных материалов предоставляет широкие возможности для создания элементов преломляющей оптики. Следует указать, что несомненным достоинством фотополимерных материалов являются их пластичность и, в особенности, наличие эффекта памяти формы, что позволяет влиять на геометрию линз и, следовательно, на их фокусное расстояние. Таким образом, обеспечивается создание устройств адаптивной рентгеновской оптики.

Актуальной является задача создания указанных выше новых типов линз, обладающих аксиальной симметрией, для чего требуется привлечение и развитие новых технологий. Базой для них можно считать развитые способы формирования преломляющих линз [2-4]. Определенные перспективы в этом отношении имеет метод лазерной стереолитографии [5], с помощью которого были созданы наборы линз с масштабированием радиуса кривизны. Следствием вводимого сокращения радиуса кривизны является увеличение оптической силы набора линз, что позволяет добиться снижения кратности набора и уменьшения фокусного расстояния. Положительный эффект увеличения оптической силы может быть достигнут при учете интегрального пропускания набора, анализ которого был проведен ранее [6].

В настоящей работе представлены первые результаты работ по формированию преломляющих рентгеновских линз из фотополимеров. В качестве фотополимерных материалов использован глицидилметакрилат с добавками дикамфарохинона, переходящий в твердую фазу при УФ-облучении с длиной волны 470 нм, а также фотополимер на метакрилатной «Дихром-Люкс» основе

(коммерческое наименование), экспонируемый УФ-излучением 365 нм. «Дихром Люкс», позволяет получить разрешающую способность, ограниченную только качеством негатива. При использовании полимера "Дихром" субстрат не требуется, что существенно упрощает процесс получения линз. При изготовлении линз были использованы масочные технологии. В первом случае линзы были сформированы с помощью маски, изготовленной путем электроэрозионной резки заготовки из нержавеющей стали толщиной 2 мм. Жидким материалом заполняли пустоты в маске, после чего проводилось экспонирование. После отделения маски линзы имели глубину рельефа, определяемую маской. Во втором случае жидкий слой «Дихром Люкс» с разделительной пленкой экспонировали через фотошаблон. Показана возможность получения рельефа указанной выше глубины. Следует отметить, что полученные показатели рельефа линз превосходят аналогичные, которые были получены методом глубокой рентгеновской литографии на синхротронных источниках излучения.

Использование новых фотополимерных материалов ставит, в первую очередь, вопрос их радиационной стойкости к жесткому излучению. С этой целью нами было проведено облучение «Дихром-Люкс» образцов на генераторе рентгеновского излучения RU-200 с вращающимся медным анодом в режиме 50 кВ, 150 мА. Облучение проводилось на расстоянии 10 см от фокального пятна генератора в течении 24 часов. Видимых изменений в облученном образце (микротрещины, отслаивание фрагментов) отмечено не было. Таким образом, можно считать, что преломляющие профили, сформированные в указанном материале, будут сохранять свои геометрические параметры при воздействии рабочего излучения в период проведения экспериментального исследования.

Далее нами были проведены измерения коэффициента линейного поглощения «Дихромлюкс» по методу введения кратных ослабителей, в котором использовали слои материала толщиной 1.2 мм. Измерения интенсивности проводились в CuK_α излучении, монохроматизированном при отражении от кристалла Si (111). Получена линейная логарифма прошедшей зависимость интенсивности от числа слоев, что позволяет по наклону прямой определить длину ослабления L_a , и соответственно, коэффициент линейного поглощения материала μ . Измеренные величины составили $L_a = 1,02$ мм и $\mu = 980$ мкм⁻¹, что отличается от табличных значений для ПММА на данной длине волны.



Рис. 1. Трехмерная реконструкция изображения на рентгеновском микротомографе образца рентгеновской линзы, созданной методом стереолитографии [5].

Разработка отмеченных типов линз с аксиальной симметрией потребовала привлечения новых методов неразрушающего контроля для определения их геометрических характеристик. Проведены первые измерения образца линз. полученного методом стереолитографии, на лабораторном рентгеновском микротомографе [5]. Поставленная задача контроля геометрии преломляющих линз требует развития новых реконструкции, эффективно методов работающих в условиях относительно невысокой статистики счета на измеряемых проекциях [7].

Работа поддержана грантом РФФИ 07-02-12064.

- [1]. Аристов В.В, Шабельников Л. Г., УФН, 178, 61 (2008)
- [2]. Л.Г.Шабельников «Способ изготовления рентгеновских преломляющих линз с профилем вращения» патент №2297681 приоритет от 10.10.2003, зарегистрирован 20.04.2007
- [3]. В.В.Аристов, Г.А.Павлов, Л.Г.Шабельников, «Способ изготовления рентгеновских преломляющих линз» патент №2298852 приоритет от 14.10.2005, зарегистрирован 10.05.2007
- [4]. В.В.Аристов, Л.Г. Шабельников «Способ изготовления рентгеновской преломляющей линзы с минимизированным поглощением, имеющей профиль вращения» заявка на патент №2008111077 от 25.03.2008

- [5]. L.G.Shabelnikov, T.A.Sagdullin, A.V.Evseev, V.E.Asadchikov, A.V.Buzmakov "X-ray refractive photopolymer lenses" Digest reps. XVII Int. SR Conference SR-2008, BINP, Novosibirsk, Russia, 1-17 (2008)
- [6]. Л.Г. Шабельников, Я.Л. Шабельникова, Нац. конф. по Применению Рентгеновского, Синхротронного Излучений, Нейтронов и Электронов для Исследования Наноматериалов и Наносистем, ИКАН, Москва, 562 (2007)
- [7]. А.В.Бузмаков, М.В.Чукалина, Шабельникова Я.Л., Int. conf. on Artificial Intelligence Systems, Геленджик, Россия, часть III, 26-27 (2007)

Влияние длины волны ультразвука на процесс многоволнового рассеяния рентгеновских лучей от кристалла, промодулированного ПАВ

В.И. Пунегов

Коми Научный Центр УрО РАН, ул. Коммунистическая д.24, Сыктывкар, Россия e-mail: vpunegov@dm.komisc.ru

Известно, что акустическое поле смещений кристалле периодическую создает в сверхрешетку с периодом, равным длине ультразвуковой волны Л [1]. В условиях рентгеновской дифракции на акустической сверхрешетке кроме основного брэгговского пика возникают дополнительные рефлексы (сателлиты), находящиеся друг от друга на расстоянии $\kappa_{\rm s} = 2\pi / \Lambda$ В обратном пространстве. Это явление характерно не только для ультразвукового поля в объеме кристалла, но и для поверхностной акустической волны (ПАВ) [2].

дифракция в кристалле, Динамическая промодулированном ПАВ предполагает взаимодействие между проходящей И дифракционной волной в пределах отдельного дифракционного порядка, а также окольное взаимодействие между волнами разных общем сателлитов. Поэтому в случае рентгеновская дифракция на акустической сверхрешетке представляет собой многоволновое рассеяние [3].

Задача многоволновой рентгеновской дифракции является существенно более сложной, чем двухволновое приближение. Следовательно, возникает вопрос, при каких условиях можно пренебречь эффектами многоволнового рассеяния на кристалле, промодулированном ПАВ? Исследованию этой проблемы посвящена настоящая работа.

Запишем уравнения, описывающие динамическую многоволновую дифракцию рентгеновских лучей от кристалла с ПАВ

$$\begin{cases} \frac{\partial E_{0}^{n}}{\partial z} = A_{0,n} E_{0}^{n} + ia_{-h} f(z) \sum_{m=-\infty}^{\infty} J_{m} (hu_{0}(z)) E_{h}^{n+m} \\ -\frac{\partial E_{h}^{n}}{\partial z} = A_{h,n} E_{h}^{n} + ia_{h} f(z) \sum_{m=-\infty}^{\infty} J_{m} (hu_{0}(z)) E_{0}^{n+m} \end{cases}$$
(1)

где

статический фактор Дебая-Валлера, $J_m(hu_0(z))$

- функции Бесселя *m*-го порядка.

Система уравнений (1) получена для периодической латеральной модуляции в виде гармонической функции

$$u(x,z) = u_0(z)\sin(\kappa_s x)$$

Для сателлита, например, с номером *n*, можно В двухволновом записать уравнения приближении. Известно, что при воздействии ультразвуковой волны рассеивающая способность кристалла в угловой области отдельного сателлита пропорциональна функции соответствующего дифракционного Бесселя порядка: $a_{-h} f(z) J_{\mu}(hu_0(z))$. Система уравнений дифракции в двухволновом приближении примет вид:

$$\frac{\partial E_0^n}{\partial z} = A_{0,n} E_0^n + ia_{-h} f(z) J_n(hu_0(z)) E_h^n$$

$$-\frac{\partial E_h^n}{\partial z} = A_{h,n} E_h^n + ia_h f(z) J_n(hu_0(z)) E_0^n$$
(2)

Система (2) по своей структуре совпадает с хорошо известными уравнениями Такаги-Топена [4]. Отличие состоит лишь в том, что вместо экспоненциальных множителей поля атомных смещений в уравнениях Такаги, в уравнениях (2) присутствуют функции Бесселя соответствующих порядков. Именно эти функции, зависящие от градиента затухания ультразвуковой волны в глубь кристалла, отвечают за формирование профиля кривых дифракционного отражения (КДО) брэгговского пика и сателлитных максимумов.

Система уравнений (2) преобразуется в нелинейное дифференциальное уравнение типа Риккати, по виду совпадающее с уравнением Топена [4]

$$-\frac{\partial Q_{h}^{n}}{\partial z} = ia_{-h} f J_{n} (hu_{0}(z)) [Q_{h}^{n}]^{2}$$
$$+ i[(1+b)a_{0} + \eta - n\kappa_{s} ctg \theta_{2}] Q_{h}^{n} \qquad (3)$$
$$+ ia_{h} f J_{n} (hu_{0}(z))$$

где $Q_h^n = E_h^n / E_0^n$. Это уравнение может быть решено численно, например, методом Рунге-Кутта на отрезке, соответствующем глубине проникновения ПАВ в кристалл.

В кинематическом приближении, с учетом замены $E_h^n = \exp(-A_{h,n}z)\widetilde{E}_h^n$, уравнение для дифракционной волны запишется как

$$-\frac{\partial \widetilde{E}_{h}^{n}}{\partial z} = ia_{h} f(z) J_{n}(hu_{0}(z)) \exp(A_{h,n}z) . \quad (4)$$

На основе выражений (1) и (3) проведем моделирование численное кривых дифракционного отражения (КДО) нулевого, первого и второго сателлитов в зависимости от амплитуды и длины волны ультразвука. Все вычисления выполнены для (104) отражения кристалла LiNbO₃ σ-поляризованного рентгеновского излучения с длиной волны λ = 0.954 Å, что соответствует энергии рентгеновских квантов 13 keV. Изменение атомных смещений в глубь кристалла под воздействием ПАВ задавалось выражением

$$u_0(z) = u_0 \left(\frac{\exp(-[\mu_{ac} z]^n) - \exp(-[\mu_{ac} l_{ac}]^n]}{1 - \exp(-[\mu_{ac} l_{ac}]^n]} \right)$$

где u_0 - величина атомных смещений на поверхности кристалла, μ_{ac} - коэффициент затухания ПАВ и l_{ac} - глубина проникновения ультразвуковой волны в кристалл. На рис. 1 показаны профили атомных смещений (кривые 1-3) для n=1,2 и 4 соответственно.



В процедуре численного моделирования рентгеновской дифракции была использована модель атомных смещений, соответствующая кривой 2 на рис.1.

Рассмотрим влияние длины волны ультразвука Λ на формирование профилей КДО нулевого, первого и второго дифракционных порядков с учетом и без учета многоволнового рассеяния. Расчеты выполнены для кристалла толщиной 50 µm с амплитудой модуляции ПАВ $u_0 = 0.1 nm$. В вычислениях на основе системы (1) учитывалось взаимодействие рентгеновских волн десяти первых сателлитов.

Для длины ультразвуковой волны Λ =4 µm профили КДО первых трех сателлитов, вычисленных по формулам (1) и (3), полностью совпадают. Сателлиты располагаются друг от друга на расстоянии 1.6 µm⁻¹ в обратном пространстве и эффектами многоволнового рассеяния можно пренебречь.

Увеличение длины акустической волны в 2 раза приводит к малозаметному отличию в

форме КДО нулевого порядка (рис.2), контуры остальных сателлитных пиков совпадают.



Рис.2. Расчетные КДО основного максимума с учетом (кривая1) и без учета (кривая 2) многоволнового рассеяния для длины акустической волны Λ =8 µm

Заметное влияние многоволнового рассеяния проявляется при возбуждении ПАВ с Λ=16 µm. В этом случае сателлитные пики располагаются друг от друга на расстоянии 0.4 µm⁻¹. На рис. 3 представлены профили КДО основного максимума, первого и второго сателлитов. Видно, что взаимодействие рентгеновских полей отдельных дифракционных порядков более существенно для нулевого пика. В результате такого взаимодействия пиковые интенсивности основного максимума и первого сателлита уменьшаются, а второго сателлита, наоборот, незначительно увеличиваются. Наблюдается также сужение профиля КДО.

Известно, что увеличение амплитуды ПАВ изменяет форму профиля КДО [5,6]. Для амплитуды $u_0 = 0.2 \ nm$ наблюдается экспериментально обнаруженный [5] эффект расщепления дифракционных пиков. В данном случае он проявляется для нулевого и первого дифракционного порядка (рис.4). Следует отметить, что при больших амплитудах модуляции для длин волн ПАВ, меньших Л=8 µm, профили КДО с учетом и без учета многоволновых эффектов совпадают. На рис. 4 показаны вычисленные КДО основного максимума, первого и второго сателлитов с учетом и без учета многоволнового рассеяния для длины акустической волны Л=16 µm. Как видно из рисунка, многоволновое рассеяние между дифракционными порядками приводит к заметному уменьшению пиковой интенсивности основного максимума, при этом расщепление пика сохраняется. Наблюдается инверсия в асимметрии профиля КДО.

Изменение пиковой интенсивности первого сателлита не так заметно, как для основного максимума. Однако проявляется изменение формы КДО в виде сужения ее верхней части. Такое же сужение имеет место для второго дифракционного сателлита.



Рис.3. Расчетные КДО основного максимума (а), первого (b) и второго (c) сателлитов с учетом (кривая1) и без учета (кривая 2) многоволнового рассеяния для длины акустической волны Λ =16 µm. Амплитуда ПАВ $u_0 = 0.1 nm$.

Таким образом, методом численного моделирования показано, что многоволновое рассеяние имеет существенное влияние на процесс дифракции в кристалле с ПАВ при относительно большой длине ультразвуковой волны (в рассмотренном случае $\Lambda \ge 8 \, \mu m$). Это влияние наиболее сильно сказывается на формирование профиля кривой дифракционного отражения основного пика (максимума нулевого дифракционного порядка). Установлено, что эффект многоволнового рассеяния слабеет с ростом номера дифракционного сателлита.



Рис.4. Расчетные КДО основного максимума (а), первого (b) и второго (c) сателлитов с учетом (кривая1) и без учета (кривая 2) многоволнового рассеяния для длины акустической волны Λ =16 µm. Амплитуда ПАВ $u_0 = 0.2 nm$.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты № 07-02-00090-а, 08-02-00999-а)

[1] Энтин И.Р, ЖЭТФ, 77, 214 (1979)
[2] Иржак Д.В., Рощупкин Д.В., Тукулу Р., Матон О. Поверхность. №1. 10 (2002)
[3] Чжан Ш. Многоволновая дифракция рентгеновских лучей в кристаллах. М: Мир.1987
[4] Authier A., Dynamical Theory of X-Ray Diffraction. New York: Oxford Univ. Press, 2001
[5] Schelokov I.A, Roshchupkin D.V., Irzhak D.V., Tucoulou R. J. Appl. Cryst. 37. 52 (2004)
[6] Пунегов В.И. Письма в ЖТФ. 29. В.19. 52 (2003)

Рекуррентные соотношения в теории рентгеновской дифракции на несовершенных кристаллах, промодулированных поверхностной акустической волной

В.И. Пунегов¹⁾, Я.И. Нестерец^{,2)}

¹Коми Научный Центр УрО РАН, ул. Коммунистическая д.24, Сыктывкар, Россия ² CSIRO Manufacturing and Infrastructure Technology, Victoria 3169, Australia e-mail: vpunegov@dm.komisc.ru

Впервые формулировка динамической теории дифракции на основе рекуррентных соотношений была дана Дарвином [1]. Метод рекуррентных соотношений использован в [2] для описания рассеяния нейтронов на идеальных многоатомных кристаллах с произвольной ячейкой. Развитие элементарной метода характеристической матрицы применительно к двухволновой дифракции рентгеновских лучей в многослойных кристаллах позволило получить рекуррентные соотношения нового типа [3], связывающие амплитудные коэффициенты прохождения отражения и многослойной структуры с соответствующими коэффициентами отражения отдельных слоев.

кристалла Модуляция поверхностной акустической волной (ПАВ) приводит к возникновению деформации решетки в приповерхностной области [4]. С одной стороны, эта деформация является периодической в латеральном направлении, период деформации равен длине ультразвуковой волны. С другой стороны, деформация изменяется в глубь кристалла, что существенно влияет на дифракцию рентгеновских лучей.

Когерентное рассеяние рентгеновских лучей на кристалле с ПАВ для *n*-го дифракционного порядка описывается системой дифференциальных уравнений

$$\begin{cases} \frac{\partial E_{0,n}}{\partial z} = A_0 E_{0,n} + \sum_{m=-\infty}^{+\infty} C_m^{-h} E_{h,n+m} \\ -\frac{\partial E_{h,n}}{\partial z} = A_h E_{h,n} + \sum_{m=-\infty}^{+\infty} C_m^{-h} E_{0,n+m} \end{cases}, \quad (1)$$

где

$$\begin{split} &A_0 = i [a_0 - n\kappa_s \, ctg\theta_1] \quad , \ A_h = i [ba_0 + \eta - n\kappa_s ctg\theta_2] \; , \\ &a_0 = \pi \chi_0 \, / \big(\lambda \gamma_0 \big), \qquad \qquad a_{h,\bar{h}} = C \pi \chi_{h,\bar{h}} \, / \big(\lambda \gamma_{h,0} \big), \end{split}$$

 $\eta = (2\pi / \lambda \gamma_h) \sin 2\theta_B \omega$,-угловой параметр, используемый в двухкристальной дифрактометрии в режиме $\mathcal{G} - 2\mathcal{G}$ сканирования, λ - длина волны рентгеновского излучения в вакууме, $\omega = \theta - \theta_B$ - отклонение рентгеновского пучка от угла Брэгга θ_B , $\gamma_{0,h} = \sin(\theta_{1,2}), \quad \theta_{1,2} = \theta_B \mp \varphi$ - углы, определяющие направления падающего и дифракционного пучков относительно входной поверхности кристалла, φ - угол скоса отражающих плоскостей к поверхности образца, - фактор асимметрии, С – $b = \gamma_0 / \gamma_h$ поляризационный фактор, $\chi_{0,h}$ - Фурьекомпоненты рентгеновской поляризуемости. Коэффициенты $C_m^{-h} = ia_{-h}fB_m(z)$ $C_m^h = ia_h f \overline{B}_m(z)$ зависят от амплитуды ультразвуковой волны, где f - статический фактор Дебая-Валлера,

$$B_m(z) = (2\pi)^{-1} \int_0^{2\pi} \exp[i(hu(\varphi/\kappa_s, z) + m\varphi)] d\varphi.$$
(2)

В соотношении (2) h – длина вектора обратной решетки, $u(\varphi/\kappa_s, z)$ - поле атомных смещений, создаваемое акустической волной, $\kappa_s = 2\pi/\Lambda$, Λ - длина волны ультразвука.

Система (1) может быть проинтегрирована при заданных граничных условиях на входной (z=0) и выходной (z=L) поверхности кристалла. Однако более экономичным с вычислительной точки зрения оказывается решения задачи на основе рекуррентных соотношений.

Поскольку деформация кристаллической решетки под воздействием ПАВ изменяется в глубь образца, кристалл можно представить в виде слоистой среды, каждый элементарный слой которой является однородным. Это означает, что в каждом слое статический фактор Дебая-Валлера и деформация решетки имеют свое характерное значение.

Общее решение системы линейных дифференциальных уравнений (1) с постоянными коэффициентами для фиксированного слоя будем искать в следующем виде

$$\begin{cases} E_{0,n}(z) = \sum_{m=1}^{2M} V_{n,m}^{(o)} e^{\lambda_m z} D_m \\ E_{h,n}(z) = \sum_{m=1}^{2M} V_{n,m}^{(h)} e^{\lambda_m z} D_m \end{cases}$$
(2)

где λ_m - собственные числа матрицы коэффициентов системы (1),

 $V_{n,m}^{(0,h)}$ - матрица соответствующих собственных векторов, *М*- число учитываемых рентгеновских волн (число сателлитов), D_m - константы интегрирования, значения которых находятся из условия непрерывности амплитуд рентгеновских волн на границах слоев:

$$E_{0,n}\Big|_{z=z_p} = T_n^{(p)}$$

$$E_{h,n}\Big|_{z=z_{p-1}} = \sum_{m=-M}^{+M} R_{n,m}^{(p-1)} E_{0,m}\Big|_{z=z_{p-1}}$$
(3)

Здесь $T_n^{(p)}$ - амплитудный коэффициент прохождения верхних *P-p* слоев в направлении *n*-го сателлита,

$$R_{n,m}^{(p-1)} = \frac{E_{h,n}}{E_{0,m}^0} \bigg|_{z=z_{n-1}}$$

- амплитудный коэффициент отражения нижележащих *p-1* слоев в направлении *n*-го сателлита при падении на них волны в направлении *m*-го сателлита.

С учетом (2), соотношения (3) представляют систему линейных алгебраических уравнений относительно коэффициентов D_m :

$$\begin{cases} \sum_{m=1}^{2M} V_{n,m}^{(o)} e^{\lambda_m z} D_m \bigg|_{z=z_p} = T_n^{(p)} \\ \sum_{m=1}^{2M} V_{n,m}^{(h)} e^{\lambda_m z} D_m \bigg|_{z=z_{p-1}} = \sum_{m=1}^{2M} \sum_{n=1}^{M} R_{n,m}^{(p-1)} V_{n,m}^{(o)} e^{\lambda_m z} D_m \bigg|_{z=z_{p-1}} \end{cases}$$

Эта система может быть записана в матричном виде

$$\begin{bmatrix} V_0^{(p)} \Lambda_1^{(p)} \\ \left(V_h^{(p)} - R^{(p-1)} V_0^{(p)} \right) \Lambda_2^{(p)} \end{bmatrix} D^{(p)} = \begin{pmatrix} T^{(p)} \\ O \end{pmatrix},$$
(4)

где

$$V_{0,h}^{(p)} = \left(V_{n,1}^{(0,h)} \dots V_{n,m}^{(0,h)} \dots V_{n,2M}^{(0,h)} \right)$$

$$\Lambda_{1}^{(p)} = \begin{pmatrix} e^{\lambda_{l}z_{p}} & 0 \dots & 0 \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ 0 & e^{\lambda_{m}z_{p}} & 0 \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ 0 & 0 \dots & e^{\lambda_{2M}z_{p}} \end{pmatrix}, \quad T^{(p)} = \begin{pmatrix} T_{1} \\ \dots \\ T_{m} \\ \dots \\ T_{M} \end{pmatrix},$$

$$\Lambda_{2}^{(p)} = \begin{pmatrix} e^{\lambda_{l}z_{p-1}} & 0 \dots & 0 \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ 0 & e^{\lambda_{m}z_{p-1}} & 0 \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ 0 & 0 \dots & e^{\lambda_{2M}z_{p-1}} \end{pmatrix}, \quad \mathbf{O} = \begin{pmatrix} 0 \\ \dots \\ 0 \\ \dots \\ 0 \end{pmatrix},$$

$$R^{(p-1)} = \begin{pmatrix} R_{1,1}^{(p-1)} \dots R_{1,M}^{(p-1)} \\ \dots \\ R_{n,1}^{(p-1)} \dots R_{n,M}^{(p-1)} \\ \dots \\ R_{M,1}^{(p-1)} \dots R_{M,M}^{(p-1)} \end{pmatrix}, D^{(p)} = \begin{pmatrix} D_1 \\ \dots \\ D_m \\ \dots \\ D_{2M} \\ \end{pmatrix}.$$

Рекуррентные соотношения (4) позволяют вычислить амплитудный коэффициент отражения многослойной структуры, стартуя с самого нижнего слоя системы (p=1), для которого $R^{(0)} = 0$.

На основе рекуррентных соотношений (4) проведем численное моделирование рентгеновской дифракции на кристалле с ПАВ. Длина волны ультразвука Λ=4 µm. Расчеты выполнены для (104) отражения σ-поляризованного СиК_α-излучения от кристалла LiNbO₃ толщиной 100 µm

Закон изменения атомных смещений в глубь кристалла под воздействием ПАВ показан на рисунке 1.



Рис.1. Модель профиля атомных смещений, используемая в расчетах

Кривые дифракционного отражения (КДО) рассчитывались для нулевого, первого и второго дифракционных порядков с учетом динамического взаимодействия рентгеновских волн двенадцати сателлитов. Вычисления на основе рекуррентных соотношений сравнивались с результатами численного решения системы линейных дифференциальных уравнений (1) [5]. Расчеты на основе рекуррентных соотношений проводились с использованием 400, 100 и 20 итераций.

Для 400 итераций результаты совпадали с численным решением системы уравнений. Поскольку отличия для 100 итераций по линейной шкале визуально не различимы, профили КДО на рис. 2 и 3 показаны в логарифмическом масштабе.

На рис. 2 представлены КДО от кристалла с амплитудой ПАВ $u_0 = 0.1 nm$. Увеличение амплитуды модуляции в два раза приводит к расщеплению основного пика и первого сателлита (рис.3 a,b).



Рис.2. Расчетные КДО основного максимума (а), первого (b) и второго (c) сателлитов с использованием численного решения системы дифференциальных уравнений (кривая 1), а также рекуррентной процедуры со 100 (кривая 2) и 20 (кривая 3) итерациями. Амплитуда ПАВ $u_0 = 0.1 nm$

Форма второго сателлита расщеплению не подвержена.

Наблюдается хорошее совпадение результатов численного решения системы дифференциальных уравнений и рекуррентных вычислений с использованием 100 итераций. Особенно это заметно для дальних сателлитов.

При разбиении кристалла на элементарные слои толщиной в 5 µm (20 итераций по методу рекуррентных соотношений) форма КДО отличается от формы кривой, рассчитанного численным методом на разностной сетке. В данном случае закон изменения атомных смешений (рис.1) фактически заменяется прямоугольным профилем. Наличие резких границ приповерхностного слоя приводит к появлению осцилляций на КДО.



Рис.3. Расчетные КДО основного максимума (а), первого (b) и второго (c) сателлитов с использованием численного решения системы дифференциальных уравнений (кривая 1), а также рекуррентной процедуры со 100 (кривая 2) и 20 (кривая 3) итерациями.

Амплитуда ПАВ $u_0 = 0.2 nm$

Таким образом, при расчетах рентгеновской дифракции на кристалле с ПАВ приповерхностную область можно представить моделью слоистой среды с толщиной элементарного слоя порядка 1 µm. При этом выигрыш во времени компьютерного счета превышает сотни раз.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты № 07-02-00090-а, 08-02-00999-а)

[1] Darwin C.G., Phil. Mag. 27, 315, 675 (1914)

[2] Игнатович В.К., ЖЭТФ, 97, 1616 (1990)

[3] Колпаков А.В., Беляев Ю.Н. Вестн. Моск. ун-

та. Сер. 3. Физ., Астрон., 26, № 3, 91 (1985)

[4] Иржак Д.В., Рощупкин Д.В., Тукулу Р., Матон О. Поверхность. №1. 10 (2002)

[5] Колосов	С.И.,	С.И., Пунегов	
Кристаллография,	50 ,	401	(2005)

Строгий метод анализа рассеяния на случайных и квазипериодических шероховатостях

Л. И. Горай,^{1,2}

¹Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург, Россия ²I.I.G., Inc., Staten Island, New York, U.S.A. e-mail: lig@skylink.spb.ru

Многоволновая и резанансная дифракции, деформация волн, рефракция и поглощение в значительной степени определяют рассеяние на наношероховатостях тонких пленок в рентгеновском и коротком ультрафиолетовом диапазонах. Учет этих чисто динамических эффектов. требующий применения строгой электромагнитной теории, позволяет вычислить интенсивность зеркальной компоненты и описать распределение интенсивности диффузной компоненты с возможными резонансными пиками. Несмотря на значительный прогресс, достигнутый за последнее время в разработке точных численных методов исследования дифракции волн на случайных неровностях границ [1], автору известны только асимптотические и приближенные подходы для анализа рентгеновского и нейтронного рассеяния, такие как Борновское приближение (БП) и Борновское приближение деформированной волны (БПДВ) [2]. Настоящая работа посвящена моделированию высокоразрешающей скользящей рефлектометрии рентгеновской (BCPP) на сплошных зеркалах со случайной шероховатостью и многослойных квазипериодических структурах. Однако, значительная разница между данными, получаемыми приближенными и строгим методами наблюдается и в случаях нормального падения, идеальной проводимости нижней границы и многослойных зеркал.

модифицированный Строгий метод граничных интегральных уравнений [3], широко используемый для анализа эфффективности многослойных дифракционных решеток, в т.ч. с реальным профилем штрихов [4], недавно расширен лля непериодических и квазипериодических структур, имеющих шероховатости границ любого типа [5]. Метод является весьма точным и достаточно быстро сходящимся в области больших отношений периода d и глубины границы h к длине волны λ [6], которые являются трудными для любого численного подхода [7], особенно для структур с границами, имеющими случайную шероховатость (рандомизированных). Разработанная на основе строгой теории (т.е. с использованием уравнений Максвелла, строгих граничных условий И условий излучения) программа PCGrate-SX® V. 6.3 позволяет примененять оптический метод для анализа зеркального и незеркального рассеяния на многослойных шероховатых зеркалах в реальном пространстве. Для строгого учета влияния

шероховатости в PCGrate-SX 6.3 используется модель, в которой рандомизированная поверхность представляется решеткой с большим d. включающим достаточное число случайных неровностей. Таким программа образом, анализирует сложные структуры, являющиеся решеткой с математической точки зрения, но представляют собой шероховатую которые поверхность, если *d* становится много больше корреляционной длины (ширины) ζ неровностей. Более того, когда ζ сравнима по порядку величины с λ, а число порядков велико, то непрерывное угловое распределение энергии, отраженной от случайношероховатых границ, описывается дискретным угловым распределением эффективности решетки.



Рис. 1. Расчетные коэффициенты отражения золотого зеркала с $\sigma = 1.5$ нм и $\zeta = 5$ нм для $\lambda = 0.154$ нм в зависимости от угла падения.

Для исследования интенсивности рассеяния с использованием прямого электромагнитного кода, прежде всего необходимо сгенерировать статистические реализации профилей границ исследуемой структуры, затем выполнить расчет интенсивности рассеяния для каждой реализации профилей границ и, в заключении, выполнить усреднение интенсивности по всем реализациям. генерации плоских Для поверхностей С Гауссовым распределением высот и Гауссовой автокорреляционной функцией в программе спектральный используется метод. Для рандомизации границ решеток известный метод расширен на случай неплоских интерфейсов, задаваемых произвольными полигонами [8]. Неплоские границы также имеют

саморганизующиеся низкоразмерные квантовые структуры, такие как квантовые точки (КТ), нановискеры и др.





представлены результаты Ha рис. 1 расчетов зеркального отражения от сплошного Аи зеркала со случайными шероховатостями при падении ТЕ-поляризованного излучения с λ = 0.1541 нм в окресности угла полного внешнего отражения. Коэффициенты отражения, вычисленные строгим методом в области малых интенсивностей для среднеквадратического отклонения шероховатости (СКО) $\sigma = 1.5$ нм и ζ = 5 нм, более чем на порядок превышают полученные с применением поправки Дебая-Валлера (ДВ). Вблизи критического угла это превышение составляет ~10% относительно результатов, полученных из асимптотики Нево-Кроса (НК). Столь значительные отличия приводят к завышенной оценке о при ее определении путем сравнения экспериментальных и расчетных данных [9]. Для σ = 0.15 нм и ζ = 5 нм (рис. 2) разница между результатами всех моделей составляет всего несколько % в рассматриваемом диапазоне углов. Отметим, что 10-15 случайных неровностей на d и примерно столько же статистических реализаций оказалось достаточным для получения сошедшихся усредненных значений коэффициента отражения в рассмотренных на рис. 1 и 2 примерах. Число точек коллокации, взятых на границе, составило 2000 для достижения сходимости и необходимой точности (~1.Е-5) результатов. Время одного вычисления на рабочей станции с двумя процессорами Quad-Core Intel® Xeon® с тактовой частотой 2.66 ГГц, тактовой частотой шины 1333 МГц и 16 Гбайт ОЗУ составляет ~25 минут при работе под управлением Windows Vista® Ultimate 64-bit и использовании восьмикратного распараллеливания.





На рис. 3 и 4 представлены результаты, аналогичные предыдущим, но для $\lambda = 1.5$ нм, $\sigma =$ 1.5 нм и различных корреляционных длин. Для минимальной ζ = 1.5 нм точные результаты в больше полученных несколько раз ИЗ асимптотики ДВ при больших углах скольжения и на ~10% больше полученных из асимптотики НК вблизи критического угла. Для $\zeta = 15$ нм отличия меньше и при дальнейшем росте корреляционной длины результаты строгих расчетов во всем диапазоне углов приближаются к данным асимптотики ДВ в соответствии с [10]. В примерах с $\lambda = 1.5$ нм требуется учитывать ~100 неровностей на d, усреднять по 9-25 случайным границам и использовать 400-2400 точек коллокации.



Рис. 4. Расчетные коэффициенты отражения золотого зеркала с $\sigma = 1.5$ нм для $\lambda = 1.5$ нм в зависимости от угла скольжения.

С использованием развитой теории методом ВСРР были исследованы образцы с

мультиплицированными ансамблями KT. выращенных методом жидкофазной эпитаксии в In(Ga)As/GaAs [11]. Для системе учета случайной шероховатости границ многослойной наноструктуры с КТ, рандомизировались границы, в т.ч. содержащие КТ (рис. 5). Для учета квазипериодичности КТ использовалась модель, в которой КТ в среднем упорядочены, а усредненное расстояние между ними определяется плотностью КТ. Вертикальная корреляция КТ задавалась путем случайного смещения одной латерального границы относительно другой. В случае сильно коррелированных по вертикали ансамблей КТ СКО такого смещения мало по сравнению с шириной КТ, и происходит мультипликация КТ (рис. 6).



Рис. 5. Модель шероховатой границы с КТ.



Рис. 6. Модель квазипериодических мультиплицированных ансамблей КТ.

В [11] впервые экспериментально обнаружены пики интенсивности диффузного рассеяния для структур как с коррелированными по вертикали, так и некоррелированными КТ, и показано, что положение пика полностью определяется углом наклона α пирамидальных граней КТ (т.н. условие блеска дифракционных ранее было решеток), что предсказано теоретически [12]. Сравнение с результатами моделирования рассеяния, выполненного с помощью PCGrate-SX для длины волны Cu Kai (рис. 7), показывает, что простое геометрическое условие позволяет точно определять α по положению пика интенсивности, форма которого определяется многими параметрами. Как следует из теории и эксперимента, ширина и высота полученных пиков, для образца С коррелированными по вертикали КТ (F681) больше, чем в противоположенном случае (F680). Из сравнения теории и эксперимента по

положению и амплитуде брэгговских пиков определены σ интерфейсов и высота КТ. Таким образом, традиционное использование ВСРР для определения параметров сверхрешетки и несовершенства границ расширено в этом методе до определения геометрии КТ.



Рис. 7. Коэффициент отражения многослойных образцов с КТ для $\lambda = 0.154$ нм в зависимости от угла рассеяния. Максимум вблизи -128 порядка соответствует углу скольжения 52.75° и $\alpha \approx 26.1^{\circ}$.

Предложенный строгий метод анализа зеркального и диффузного рентгеновского рассеяния на шероховатых поверхностях не только во многом уточняет БП и БПДВ, но и позволяет исследовать структуры с любыми параметрами и не Гауссовой статистикой неровностей. Цена точного универсального подхода – затраты на компьютерный код и вычислительные ресурсы.

[1] Warnick K. F., W. C. Chew, Waves Random Media, 11(1), R1 (2001).

[2] Elfouhaily T. M., Guerin C.-A., Waves Random Media, 14(1), R1 (2004).

[3] Goray L.I., Seely J.F., Sadov S.Yu., J. Appl. Phys., 100(9), 094901 (2006).

[4] Goray L.I., Kuznetsov I.G., Sadov S.Yu., Content D.A., J. Opt. Soc. Am. A, 23(1), 155 (2006).

[5] Goray L.I., Proc. SPIE, 6617, 661719 (2007).

[6] Goray L.I., Nuclear Inst. and Methods in Physics Research A, 536(1-2), 211 (2005).

[7] Goray L.I., Sadov S.Y., DOMO, 75, 365 (2002).

[8] http://www.pcgrate.com.

[9] Spiller E., Soft X-ray Optics, SPIE Press, Bellingham, Washington, 1994.

[10] De Boer D.K.G., PRB, 49(9), 5817 (1994).

[11] Горай Л.И., Чхало Н.И., Цырлин Г.Э., ЖТФ 78(12), NN (2008).

[12] Goray L.I., Cirlin G.E., Alves E., et al., Proc."Nanostructures: Physics and Technology",Novosibirsk,118(2007).

Рентгеновские дифракционные решетки на кремниевой основе

Л.Г.Шабельников, В.В.Старков, Т.А.Сагдуллин., С.В. Пяткин.

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН. (ул. Институтская д.б. г. Черноголовка, 142432 Россия e-mail: starka@iptm.ru

Большой интерес исследователей в последнее время связан с изучением спектров мягкого рентгеновского излучения (МРИ), возникающего при облучении различных материалов лазерным излучением с интенсивностью до 10¹⁵ Вт/см. [1-5].

Одним из наиболее перспективных методов исследования МРИ является исследование спектров дифракции на щелевых, пропускающих, дифракционных решетках (ПДР). Различные конструкции ПДР позволяют получать непрерывные развертки спектров МРИ, а постоянная тенденция уменьшения периодов решетки (до 10000 лин/мм [4]) позволяет получать все более высокое пространственное разрешение.



Рис.1. РЭМ изображение фрагмента ПДР с периодом золотой решетки 1мкм. Высота зубцов (светлая область на снимке) 0,15 мкм, размер решетки 0,15 · 2 мм².

В настоящей работе представлены результаты конструктивно- технологической разработки ПДР на основе использования электроннолучевой литографии, селективного щелочного травления кремния и вакуумного напыления. Возможности предлагаемой технологии демонстрируются на примере ПДР с периодом решетки не хуже 10000 лин/мм (рис.1).

Приведено компьютерное моделирование оптических характеристик изготовленных

дифракционных решеток. Диапазон анализируемых энергий включает интенсивные линии при лазерном возбуждении мишеней из широкого набора материалов

Дифракционная эффективность для 1-го порядка дифракции рассчитана по скалярной теории дифракции с помощью пакета программ [6].

Показано, что эффективность решетки из золота имеет максимум до 24% при энергии излучения 1,5 кэВ, находящейся в окне прозрачности кремния, являющегося материалом подложки (рис.2).



Рис. 2. Спектральная Зависимость дифракционной эффективности ПДР из золота 0,3 мкм.

Указанные значения дифракционной эффективности свидетельствуют о том, что в диапазоне энергий 1 – 2,5 кэВ ПДР имеет смешанный амплитудно-фазовый характер модуляции проходящего излучения.

Применяемый метод расчета [5] позволяет моделировать характеристики ПДР в диапазоне энергий излучения от 30 эВ до 30 кэВ. При снижении энергии излучения и переходе к более мягкому излучению происходит понижение эффективности дифракции в 1-й порядок до уровня 0,1 с минимумом при энергии 170 эВ. Здесь имеет место амплитудная модуляция интенсивности проходящей волны. Уменьшение толщины слоя золота в штрихах ПДР не оказывает влияния на отмеченные параметры. Соотношение интенсивности дифракции в 1-й порядок к интенсивности более высоких порядков для моделируемых ПДР находится в соответствии с выводами общей теории [6]. Отметим, что благодаря широкой области полного внешнего отражения золота в указанном диапазоне энергий ПДР могут применяться в геометрии на отражение аналогично дифракционным решеткам на основе многослойных интерференционных зеркал, исследованных в [7].

Выполнены расчеты спектров, формируемых решеткой, для источников различного спектрального состава в реальной геометрии эксперимента.

Разработана технология и изготовлены образцы ПДР с периодом решетки 10000 лин/мм.

Работа поддержана грантами РФФИ №07-02-12064, №08-08-00291-а.

[1] L.F. Cao, et all. Single order x-ray diffraction with binary sinusoidal transmission grating. Appl. Phys. Lett. 90, 053501 (2007).

[2] C. David, et all. Fabrication of diffraction grating for hard X-ray phase contrast imaging. Microelectronic Engineering 84 (2007) 1172-1177.

[3] С.А. Бельков и др. Спектрограф мягкого рентгеновского излучения на пропускающей дифракционной решетке. Квантовая электроника, 21 № 3Б, (1994), 271-272.

[4] T.Wiheit et all. A slit grating spectrograph for quantitative soft x-ray spectroscopy. Rev. Sci. Instrum., Vol.70, No. 3, 1999, 1694-1699.

[5]. A.G. Michette et all. Calibrated diffraction gratings for the analysis of laser-plasma x-ray spectra. Annual Report of the Central Laser Facility 2000-2001. 123-124. (2000).

[6] http://henke.lbl.gov/optical_constants/

[7] Дифракционная компьютерная оптика под ред. В.А.Сойфера, М.: Физматлит, 2007, стр.28-35

[8] Аристов В.В., Рощупкин Д.В., "Рентгеновская оптика в Институте проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН (2004/2005 гг.)", Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, N2, (2006) с.73.

ВУФ спектрометр с пропускающей решеткой для абсолютных измерений интенсивностей в экстремально широком диапазоне спектра (λ=2-250 нм)

<u>О Якушев¹</u>, А. Шевелько¹, С. Бергесон², Н. Грэй², М. Харрисон², Л. Найт²

¹Физический Институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия ²Университет Бригхама Янга, Юта, США e-mail: olegyakushev@rambler.ru

концепции ВУФ (EUV) Разработаны новые спектрометров с пропускающей решеткой (TGS=Transmission Grating Spectrometer) лпя абсолютных измерений интенсивностей в эксремально широком спектральном диапазоне (λ с использованием: 1) специальных = 2-250 нм) пропускающих решеток (четыре решетки с различными периодами), и камеры на основе ПЗС матрицы [1], 2) пропускающей решетки и специально приготовленного линейного ПЗС детектора. Второй тип TGS был изготовлен и протестирован с использованием лазерной плазмы в качестве ВУФ источника (Nd: YAG лазер: 400 мДж / 3 нс/ 10¹² Вт.см⁻²). В этой конструкции ПЗС линейка с 3600 пикселями (Toshiba 1304 AP), используемая в качестве ВУФ детектора, была оснащена волоконно-оптическим диском с нанесенным на него слоем люминофора толщиной 10 мкм. Ранее этот тип детектора успешно использовался в спектрометре Гамоша для регистрации спектров в "водяном" окне ($\lambda = 2,3$ – 4,0 нм) [2]. Детектор был абсолютно калиброван в спектральном диапазоне от $\lambda = 5-20$ нм с использованием ВУФ рефлектрометра на основе плазмы капиллярного разряда [3]. Прибор имеет очень компактные размеры (60 х 200 мм). При помощи спектрометра были зарегистрированы и проанализированы спектры различных элементов (твердотельные мишени из Li, Al, Fe, Cu, Sn, Mo, W).



Рис.1 Спектр лазерной плазмы Sn.



Рис.2 Спектр лазерной плазмы Мо.



Рис.3. Спектр лазерной плазмы W.

Продемонстрированно спектральное разрешение $\delta \lambda$ = 0.1-0.2 нм в пределах спектрального диапазона λ = 2-40 нм для решетки 5000 л/мм. Этот спектрометр является очень перспективным для абсолютных спектральных измерений в основной полосе ($\lambda \sim$ 13,5 нм), а также широком спектральнном диапазоне ВУФ источников, предназначенных для проекционной ВУФ литографии.

[1] A. P. Shevelko, L. V. Knight. US Patent Pending.

[2] Ю. Э. Бороздин, Е. Д. Казаков, В. И. Лучин, Н. Н. Салащенко, И. Ю. Толстихина, В. В. Чернов, Н. И. Чхало, А. П. Шевелько, О. Ф. Якушев. *Письма в ЖЭТФ* **87** (1), 33-35 (2008). "Рентгеновская и вакуумно-ультрафиолетовая спектроскопии плазмы с использованием новых фокусирующих многослойных структур."

[3] И. И. Собельман, А. П. Шевелько, О. Ф. Якушев, Л. В. Найт, Р. С. Турли, "Интенсивный источник ВУФ излучения на основе плазмы капиллярного разряда," Квантовая электроника **33** (1), 3-6 (2003).

Дифракция рентгеновского излучения на структуре из кремния с периодически изменяющейся пористостью

Д.В. Иржак, Д.В. Рощупкин, В.В. Старков

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия e-mail: irzhak@iptm.ru

В настоящее время большое значение отводится развитию методов микроструктурирования с применением селективного вытравливания части матрицы. При этом можно организовать процесс так, что в результате локального травления из объема будут удаляться, или наоборот - оставляться, лишь отдельные атомы или группы атомов. Таким образом можно формировать области с отличающимися существенно от матрицы свойствами. Данная работа посвящена исследованию периодически структур с изменяющейся пористостью (многослойные пористые структуры) [1]. Толщина пористых слоев в них может составлять величину от десятков нанометров до нескольких микрометров, а общая толщина такой структуры достигать нескольких сотен микрометров. Такого рода структуры в оптике ИК диапазона могут быть использованы в качестве брэггаовских рефлекторов в случае формирования строго периодической структуры, либо, при создании структуры с соответствующим профилем изменения пористости, как резонаторы Фабри-Перро.

В данной работе для формирования многослойной пористой структуры были использованы пластины монокристаллического кремния марки 76 КДБ 0.05, ориентация поверхности (100).



Рис.1. Зависимость плотности анодного тока от времени при формировании многослойной пористой структуры. 1 – образец №1; 2 – образец №2.

Процесс травления осуществлялся в растворе HF: C2H5OH=1:1 при переменной плотности анодного тока (рис. 1). В результате были сформированы две структуры с различным количеством периодов и толщиной пористых слоев. Образец №1: количество периодов – 12, период структуры ~620 нм (рис.2).



Рис.2. Изображение скола образца №1, полученное в растровом электронном микроскопе.

Образец №2: количество периодов – 19, период структуры ~580 нм (рис.3).



Рис.3. Изображение скола образца №2, полученное в растровом электронном микроскопе.

Исследования дифракции рентгеновского излучения на многослойной пористой структуре лабораторном проводились на источнике рентгеновского излучения с вращающимся медным анодом в двухкристальной схеме. Излучение монохроматизировалось кристаллом Si (400), расположенным на расстоянии 3.5 метра от источника излучения. Перед кристаллом монохроматором была размещена вертикальная щель размером 100 мкм. В горизонтальном направлении излучение

коллимировалось двумя щелями с размерами 500 мкм. В данной схеме исследовались кривые качания (отражение (400)) от полученных образцов (рис. 4).



Рис.4. Кривые качания образцов с многослойной пористой структурой. 1 – образец №1, 2 – образец №2, 3 – кривая качания от необработанного участка кремниевой пластины.

На кривых качания наблюдается пик подложки, соответствующий отражению Si (400). Полуширина пиков во всех случаях составляла 11 угл. сек. Таким образом, в данном случае изгиб кремниевой пластины не зависит от толшины пористого слоя. Значение коэффициента отражения пиков подложки в присутствует многослойная области. где пористая структура меньше по сравнению с кривой качания от необработанного участка кремниевой пластины (кривая 3). Более того, чем толще пористый слой, тем меньше коэффициент отражения пика подложки на кривой качания. Обратная ситуация наблюдается в случае пиков от пористых слоев.

На кривых качания отчетливо наблюдается раздвоение пиков от пористых слоев, что говорит о различии межплоскостного расстояния в слоях с различной пористостью. В обоих случаях различие в угловых положениях составляет величину ~ 10 угл. сек.

Проведенные дифрактометрические исследования продемонстрировали, что величина плотности анодного тока, соответствующая формированию слоя с большей пористостью многослойной пористой структуры, также влияет и на пористость второго, менее пористого слоя. Причем, несмотря на одинаковые по времени воздействия, при анодном травлении формируются значительно различающиеся как по толщине слоев, так и по изменению межплоскостного расстояния в пористых слоях многослойные структуры.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проекты № 08-08-00291-а, № 08-02-00999-а).

[1] Vincent G., App. Phys. Lett., 64, 2367 (1994)

Характеристики полимерных волноводов в мягкой рентгеновской области спектра

А.В.Митрофанов¹, А.В.Попов² ¹ ФИАН, Москва, ² ИЗМИРАН, Троицк, Россия e-mail: mitrofa@sci.lebedev.ru

Особенности отражения рентгеновских лучей от гладкой поверхности полимеров лежат в основе принципа действия фильтров, отсекающих жесткую компоненту потока излучения от рентгеновского источника[1]. Представляет интерес исследование спектральных характеристик полых полимерных волноводов в мягком рентгеновском диапазоне (4.47 – 30.4 нм), в котором стенки волновода условно можно считать фазовым материалом (рис.1). К объектам такого рода относят полые полимерные капилляры и полимерные трековые мембраны, на основе которых изготавливают дифракционные рентгеновские фильтры детекторов солнечных телескопов и радиометров [2].

В данной работе в скалярном приближении, проведены расчеты коэффициентов пропускания $T(\lambda, D, L)$ в мягкой рентгеновской области спектра полых цилиндрических волноводов из лавсана (С10H8O4, $\rho = 1.39$ г/см³) (Mylar, полиэтилентерефталат, ПЭТФ) в широком диапазоне длин волн λ и параметров волноводов (диаметра D и длины канала L). Расчеты в параксиальном приближении выполнены методом численного решения параболического уравнения (PWE) [3]. Результаты вычислений сравниваются с оценками коэффициентов Т, полученными с помощью квазиоптической модели прохождения излучения в волноводе, учитывающей дифракцию на входном отверстии и многократные отражения в рентгеновском Рассматривается возбуждение волноводе. волноводов с торца (front coupling).





В качестве примера на рис. 2 и 3 показаны

результаты PWE расчетов пропускания $T(\lambda, D, L)$ волноводов с идеально гладкими стенками из ПЭТФ на разных длинах волн от 4.18 до 30.4 нм.



Рис. 2. Расчеты прпускания волноводов T(D) для двух длин волн вблизи линии углерода С К_а.



Рис. 3. Пропускание волноводов длиной 22.5 мкм как функция обратного числа Френеля.

Обсуждаются вопросы спектральной селективности пропускания волноводов и влияния микрорельефа стенок на вид кривых $T(\lambda, D, L)$.

[1] Зимкина Т.М., Фомичев В.А. Ультрамягкая рентгеновская спектроскопия. Л.: Изд-во ЛГУ. 1971. C. 24.

[2] Mitrofanov A.V., Apel P.Yu., Nucl Instr. and Meth., B 245, 332 (2006).

[3] Vinogradov A.V., Popov A.V., Kopylov Yu.V.,

Kurokhtin A.N. Numerical Simulation of X-ray Diffractive Optics. М.: Изд-во А и Б. 1999. С. 29.

Применение рентгеновской оптики для исследования микро- и наноструктур

Hard X-ray microoptics development at the ESRF: Hard ways to nanometer resolution

A. Snigirev

European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), Grenoble, France e-mail: snigirev@esrf.fr

Развитие кремниевых планарных преломляющих линз для нанофокусировки жесткого рентгеновского излучения

<u>Юнкин В.А</u>.¹, Григорьев М.В.¹, Кузнецов С.М.¹, Снигирев А.А.², Снигирева И.И.², Кон В.Г.³

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН (ИПТМ РАН), Черноголовка, Россия

² European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), Grenoble, France ³ Российский научный центр «Курчатовский институт», г. Москва, Россия e-mail: <u>vunkin@ipmt-hpm.ac.ru</u>

Кремниевые планарные преломляющие линзы являются одним из наиболее успешных и перспективных направлений развития рентгеновской преломляющей оптики [1]. На основе предложенной в ИПТМ РАН концепции планарных преломляющих линз в комплексе с кремниевой технологией микроэлектроники и микросистем впервые в мировой практике были разработаны и созданы кремниевые планарные параболическим преломляющим линзы с профилем, а также кремниевые планарные преломляющие линзы с минимизированным поглощением. Эти линзы продемонстрировали синхротронное способность фокусировать излучение в диапазоне энергий 10-100 кэВ в фокальное пятно размером менее 0.6 мкм [2]. В дальнейшем были предложены, разработаны и изготовлены сборки одинаковых линз [3], а также интегральные линзовые системы (ИЛС) [4] в качестве элементов адаптивной оптики, способных фокусировать рентгеновское излучение в пятно размером менее 0.3 мкм в широком диапазоне энергий.

Планарные линзы на основе кремния имеют некоторые неоспоримые преимущества для фокусирования жесткого рентгеновского излучения. Кремний имеет высокие показатели радиационной и температурной стабильности. Высокое качество структуры монокристаллов кремния препятствует появлению диффузного рассеяния в толще материала. Технологии микроструктурирования кремния достаточно развиты И залача изготовления хорошо параболических линз с очень малыми радиусами является вполне решаемой в ближайшем будущем.

В настоящее время становится очевидным, что кремниевые планарные параболические позволят существенно расширить линзы диапазон применения преломляющей оптики как по энергетическому спектру (до 100 кэВ и выше), так и по пространственному разрешению (до 100 нм И ниже). Недавно были планарные продемонстрированы кремниевые параболические линзы, с помощью которых была достигнута фокусировка синхротронного излучения в фокальное пятно размером порядка 150 нм в диапазоне энергий от 15 до 80 кэВ [5]. Подобные нанофокусирующие рентгеновские преломляющие линзы, оптимизированные для работы в энергетическом диапазоне 10-100 кэВ, являются весьма перспективными для развития методов локальной диагностики наноматериалов, наноструктур И наносистем на станциях современных источников синхротронного излучения, частности в КИСИ (РНЦ в "Курчатовский институт", Москва) и ESRF (Grenoble).

работе В данной рассмотрены конструктивные особенности кремниевых преломляющих линз, предназначенных лля нанофокусировки рентгеновского излучения в диапазоне энергий до 100 кэВ и более. Сформулированы и обоснованы требования, предъявляемые к точности изготовления преломляющих профилей. Представлены метод и тестовые структуры для экспериментального определения параметров нанофокусирующих линз. Описана технологическая схема изготовления линз, а также рассмотрены пути оптимизации процессов для минимизации погрешностей формирования преломляющих профилей. Приведены результаты фокусировки рентгеновского излучения помощью с разрабатываемых линз.

Для нанофокусировки жесткого рентгеновского излучения в диапазоне до 100 кэВ были предложены, разработаны, изготовлены и протестированы кремниевые чипы с наборами планарных параболических преломляющих линз в виде ИЛС. Идея ИЛС, сформированных на кремниевых пластинах в виде чипов, была предложена для удобства и простоты использования составных линз в экспериментах разными энергиями. с Конструктивной особенностью ИЛС является размещение преломляющих линз в плоскости чипа параллельно их оптическим осям. Тем самым удается получать наборы линз с одинаковым фокусным расстоянием для разных энергий излучения или, наоборот, наборы линз с разными фокусными расстояниями для одной энергии. Для выбора желаемой энергии или фокусного расстояния достаточно сменить одну линзу другую путем на параллельного перемещения чипа.

В изготовленных наборах планарных составных параболических преломляющих линз каждая ИЛС состояла из десяти линз, рассчитанных на фокусное расстояние 10 см для фиксированных значений энергии из диапазона от 10 кэВ до 55 кэВ с шагом 5 кэВ (Рис. 1). Единичными оптическими элементами являлись параболические линзы длиной 50 мкм и 100 мкм с входной апертурой 50 мкм, из которых формировались составные линзы. Таким образом, общая длина составных линз варьировалась от 620 мкм до 20 мм (Таблица 1).

Было применено две схемы расположения составных линз в ИЛС (Рис. 1). В первой схеме все линзы выровнены по выходной плоскости и сдвинуты к одному из краев чипа, что получило название "лесенка". Во второй схеме линзы расположены в виде "пирамиды" так, что их фокальные плоскости находятся на равном расстоянии от края чипа. Первая схема более удобна для изучения короткофокусных фокусирующих линз на произвольной энергии излучения, тогда как вторая более практична в экспериментах в условиях изменения энергии при фиксированной плоскости изображения.

Для оценки оптических свойств линз и диагностики рентгеновских источников в топологию чипа были добавлены специальные тестовые структуры в виде нескольких пар одинаковых линз (аналог билинзы Бийе).



Рис. 1. Схематичное изображение чипа с набором линз (а) и РЭМ-снимок фрагмента набора линз (б).

№ линзы	Энергия	Фокусное	Глубина	Число	Общая длина	Эффективная
	излучения, кэВ	расстояние, мм	фокуса, мм	единичных линз	линзы, мкм	апертура, мкм
1	10	106,6	5,15	12	620	23,38
2	15	103,5	2,33	28	1436	27,58
3	20	99,3	1,3	52	2660	30,63
4	25	101,0	0,89	80	4088	33,71
5	30	100,5	0,65	116	5924	35,69
6	35	99,2	0,52	160	8168	36,78
7	40	99,7	0,43	208	10616	37,73
8	45	99,5	0,38	264	13472	38,06
9	50	100,1	0,34	324	16532	38,15
10	55	100,1	0,32	392	20000	37,84

Таблица 1. Расчетные параметры разработанных линз.

Кремниевые чипы с ИЛС были изготовлены использованием современных технологий с микроэлектроники и микросистем, включающих два основных этапа: формирование рисунка в защитной маске на поверхности пластины кремния и его перенос вглубь пластины. Формирование топологии чипа выполнялось в слое фоторезиста с помощью проекционной фотолитографии фотошаблон, через нарисованный электронным лучом, после чего осуществлялся перенос рисунка из резиста в нижележащий слой SiO₂ на поверхности кремния плазменным методом. пластины Направленное травление кремния через маску SiO₂ на глубину 50-70 мкм выполнялось на установке с ICP-плазменным источником с использованием так называемого Boschпроцесса. Характерной особенностью этого процесса является чередование изотропного травления кремния в плазме SF₆ и осаждения полимера в плазме C₄F₈ для пассивации боковых

Изотропное стенок травимых структур. травление приводит к сдвигу границ рисунка линз за счет подтрава под маску, а чередование процессов травления появлению к шероховатости на преломляющих профилях в (Рис. 2), виде горизонтальных волн что негативно сказывается на фокусирующих свойствах всей составной линзы. Лпя компенсации сдвига была введена специальная исходной топологии коррекция линз. заключающаяся в смещении по нормали каждой точки параболического профиля на величину предполагаемого подтрава. Амплитуду и период горизонтальных волн было предложено минимизировать за счет оптимизации длительности процесса травления в цикле, а также за счет дополнительных операций термического окисления чипов и последующего удаления окисла кремния в жилкостном травителе. Для изучения эффективности применения таких подходов была изготовлена серия чипов с ИЛС.

Тестирование изготовленных лин3 проводилось на экспериментальных станциях **BM05** И ID15 Европейского центра синхротронного излучения ESRF. Измерение оптических характеристик в схеме рентгеновского микрозонда проводилось в диапазоне энергии излучения от 10 до 80 кэВ. Юстировка и регистрация теневых изображений и фокусных пятен линз осуществлялась с помощью высокоразрешающей ПЗС камеры (размер пикселя 0.645 мкм). Точное определение размера (полной ширины на половине высоты пика интенсивности) фокусировки проводилось методом ножевого сканирования, где в качестве ножа использовались золотая проволока диаметром 200 мкм (при энергиях от 10 до 30 кэВ. ВМ05) и край золотой пластины толшиной 35 мкм (при энергиях от 40 до 80 кэВ, ID15). Прошедшее излучение регистрировалось PINдиодом. На станции BM05 (размер источника 80 мкм, расстояние от источника до ИЛС 55 метров) наилучшее значение размера фокусировки было получено при энергии 17,5 кэВ и фокусном расстоянии составной линзы 5 см (Рис. 3). Измеренная полная ширина на полувысоте пика интенсивности фокусировки составила 140 нм. В области высоких энергий (станция ID15, размер источника 40 мкм, расстояние от источника до ИЛС 63 метра) наилучшая фокусировка (150 нм) была получена при энергии 50 кэВ и фокусном расстоянии составной линзы 10,6 см (Рис. 4).



Рис. 2. РЭМ-фото фрагмента поперечного сечения преломляющего профиля линзы.

Проведенные сравнительные исследования линз, изготовленных с использованием разных топологических и технологических решений, показали эффективность применения коррекции расчетного преломляющего профиля линз для компенсации подтрава под маску, а также дополнительных операций, направленных на снижение шероховатости поверхности профилей. Линзы с коррекцией и с минимальной шероховатостью показали лучшее разрешение. Отклонения измеренных значений фокусного расстояния от расчетных у таких линз также оказались минимальными и не превысили 2%.



Рис. 3. Данные ножевого скана и профиль интенсивности фокусного пятна (*E*=17.5 кэВ).



Рис. 4. Данные ножевого скана и профиль интенсивности фокусного пятна (*E*=50 кэВ).

Продемонстрированные в данной работе результаты по развитию кремниевых планарных преломляющих линз для нанофокусировки жесткого рентгеновского излучения позволяют говорить 0 перспективности данного направления с целью создания высокоразрешающей рентгеновской оптики для совершенствования методов локальной диагностики наноматериалов, наноструктур и наносистем на станциях современных источников синхротронного излучения в энергетическом диапазоне 10 - 100 кэВ.

Работа выполнена при поддержке РФФИ № 07-02-00741.

[1] A. Snigirev, V. Kohn, I. Snigireva et al., Nature **384**, 49 (1996)

[2] V. Aristov, M. Grigoriev, S. Kuznetsov, et al., Appl. Phys. Lett., 77, 4058 (2000)

[3] V. Yunkin, M. Grigoriev, S. Kuznetsov, et al., Proc. of SPIE, **5539**, 251 (2004)

[4] I. Snigireva, A. Snigirev, V. Yunkin et al., Proc. of AIP, **705**, 708 (2004)

[5] Григорьев М.В., Снигирев А., Снигирева И. и др., Труды Симпозиума «Нанофизика и наноэлектроника», 339 (2007)

Двумерная фокусировка синхротронного излучения нанофокусирующими планарными преломляющими линзами

А.Снигирев¹⁾, И.Снигирева¹⁾, В.Юнкин²⁾, <u>М.Григорьев²⁾</u>, С.Кузнецов²⁾

¹⁾ Европейский центр синхротронного излучения (ESRF), Гренобль, Франция ²⁾ Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка, М.О., Россия

e-mail: grimax@iptm.ru

Использование синхротронного излучения (СИ) позволяет получить ответы на многие вопросы современной науки. Качество, точность и длительность эксперимента не в последнюю очередь зависит от инструментальной базы СИ. К таким инструментам источников относится и рентгеновская оптика, позволяющая формировать пучки синхротронного излечения заданных параметров. Кремниевые планарные преломляющие линзы зарекомендовали себя как одними из эффективных оптических элементов лля фокусировки жесткого синхротронного излучения. На данный момент нами разработана технология изготовления линзовых чипов из кремния с планарными параболическими линзами. Один такой чип (25×22мм²) содержит 160 линз, сгруппированных В 16 интегрированных линзовых систем (ИЛС) (Рис. 1).



Рис. 1. Схема чипа с ИЛС.

ИЛС представляет собой 10 параллельно расположенных составных преломляющих линз с фиксированным фокусным расстоянием (10 см) при различных энергиях (от 10 до 55 кэВ) синхротронного излучения (Рис. 2, Таблица 1). Таким образом, использование ИСЛ во время эксперимента позволяет свести к минимуму время, затрачиваемое на юстировку линз при смене энергии либо необходимого фокусного расстояния. Тестирование созданных линз проведенное на источнике СИ ESRF показало возможность получения фокусировки рентгеновского излучения с размером менее 150 нм [1].



Рис. 2. Схематическое изображение ИЛС.

	Энергия	Число	05	
N⁰	излучения,	единичных	Оощая длина	
	кэВ	лин3	липзы, мкм	
1	10	12	620	
2	15	28	1436	
3	20	52	2660	
4	25	80	4088	
5	30	116	5924	
6	35	160	8168	
7	40	208	10616	
8	45	264	13472	
9	50	324	16532	
10	55	392	20000	

Таблица 1. Параметры линз.

Следствием планарной технологии изготовления является линейный фокус получаемый при помощи этих линз. Для получения точечного фокуса необходимо расположить и настроить вдоль оптической оси пару таких линз в крест. Линзы должны располагаться в скрещенной геометрии таким образом, что одна из них осуществляет фокусировку в горизонтальной плоскости, а вторая – в вертикальной. Фокусное расстояние этих линз, а также расстояние между ними выбирается таким образом, чтобы положения фокусов линз находились в одной точке на оптической оси (Рис. 3).



Рис. 3. Схема эксперимента по двумерной фокусировке синхротронного излучения.

Диапазон рабочего фокусного расстояния (2-50 см) изготовленных ИЛС поставил задачу управления компактной системы создания такими линзами. Необходимо было разработать устройство, где на общей базе можно было бы закрепить позиционные подвижки в скрещенной геометрии, с возможностью настраивать необходимое расстояние между ними. Вместе с необходимой точностью они лолжны обеспечивать достаточный диапазон линейного и обеспечения углового перемещения для возможности выбора нужных линз И их юстировки. После исследования различных вариантов подвижек, в качестве основы для создания двумерной системы фокусировки были выбраны компоненты АТТОСИВЕ и АХМО, как отвечающие всем необходимым требованиям.



Рис. 4. Общий вид системы двумерной фокусировки.

Проектирование, сборка и наладка всей системы (Рис. 4) проводилась на базе ESRF. Линейная моторизованная подвижка AXMO MNT9, обеспечивающая выбор расстояния между горизонтальной и вертикальной линзами (диапазон движения 100 мм), стала основанием всей двухлинзовой системы. На этой базе были установлены два модуля настройки линз, каждый из которых состоит из пары угловой (ANR100) и линейной (ANP100) наноподвижек АТТОСИВЕ. Угловые подвижки позволяют проводить настройку углового положения линз относительно оптической оси, а линейные подвижки позволяет осуществлять выбор необходимых линз из набора. Вся конструкция в сборе рассчитана на установку на стандартные гониометры HUBER. Вертикальные размеры всей двухлинзовой системы выбраны таким образом, чтобы линза вертикальной фокусировки оказалась на уровне центра вращения гониометра, а линза горизонтальной фокусировки — на .вертикальной оси гониометра.



Рис. 5. Фотография экспериментальной установки для двумерной фокусировки синхротронного излучения.

Экспериментальное тестирование системы двумерной фокусировки было проведено на Тестовом стенде микрооптики (Micro-optics test bench, МОТВ) [2] расположенном во второй экспериментальной комнате на станции ВМ05 источника синхротронного излучения ESRF (Рис. 5). Мы использовали линзы №3 и №2 для горизонтальной и вертикальной фокусировки соответственно. При энергии 15 кэВ эти линзы имеют фокусные расстояния 55 и 108 мм. При расстоянии между линзами в 53 мм они фокусируют синхротронное излучение в одной точке оптической оси. Для настройки линз была использована CCD-камеру с размером пикселя 0.645 мкм (общее разрешение — 1.3 мкм). Разработанная система двумерной фокусировки позволяет настроить каждую линзу в отдельности и расположить выбранные линзы на оптической оси. Таким образом, излучение прошедшее через вертикально расположенные линзы падает на горизонтальные и тем самым осуществляется двухступенчатая фокусировка рентгеновского пучка. Зарегистрированное на СС**D**-камере изображение фокусировки приведено на Рис. 6. Измеренная по нему полуширина фокусного пятна составила 1.3×1.3мкм², что говорит о том, что мы достигли предела разрешения матрицы ССД-камеры. Для более точного измерения размера фокуса мы использовали метод ножевого сканирования. В результате (Рис. 7) были получены следующие фокусного пятна: вертикальный размеры 0.55 мкм и горизонтальный – 1 мкм. При горизонтальном ножевом сканировании минимально возможный шаг был равен 0.5 мкм, что накладывает ограничения на разрешение в 1 мкм, чем и обусловлен измеренный горизонтальный размер. Полученные результаты позволяют с определенной долей уверенности говорить о том, что размеры полученного фокусного пятна не превышают 600 нм в обоих измерениях.



Рис. 6. Избражение двумерной фокусировки кремниевыми планарными линзами: общий вид и (на врезке) увеличенное изображение фокусного пятна (размер одного пикселя – 0,645 микрон)



Рис. 7. Данные вертикального (вверху) и горизонтального (внизу) ножевого сканирования и распределения интенсивности в фокусном пятне.

Компактность, простота интеграции в существующие оптические схемы, возможность удаленного контроля, высокая точность настройки делают разработанную систему управления планарными преломляющими линзами незаменимым устройством для оснащения экспериментальных станций источников синхротронного излучения. Оснащенная созданными кремниевыми ИЛС, эта система позволяет осуществлять точечную фокусировку жесткого синхротронного излучения в пятно размером порядка 500 нм.

Работа выполнена при подержке РФФИ №07-02-00741.

[1] Кузнецов С., Григорьев М., Юнкин В., Снигирев А., Снигирева И., "Кремниевые преломляющие линзы планарные лля нанофокусировки рентгеновского излучения высоких энергий", Нац. конф. по Применению Рентгеновского, Синхротронного Излучений, Нейтронов и Электронов для Исследования Наноматериалов и Наносистем, 2007г., стр:520. [2] A. A. Snigirev, R. Hustache, J. Massonnat, L. Claustre, I. I. Snigireva, M. V. Grigoriev, P. Duboc, "Micro-optics test bench at the ESRF", Optics + Photonics (SPIE Conf.), 2007г., стр:37

г. Черноголовка, 6 - 9 октября 2008 г.

Рентгеновская литография

Проекционная XEUV Нанолитография

Е.Б. Клюенков, Н.И. Чхало, Н.Н. Салащенко

Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия e-mail: chkhalo@ipm.sci-nnov.ru

Базовой технологией производства элементов является микроэлектроники фотолитография, проекционная с помошью которой осушествляется "запись" топологического рисунка микросхемы на фоточувствительном слое с последующим проявлением рисунка. Количество этого элементов топологии микросхемы определяет уровень её интеграции, который в современных микропроцессоров и интегральных схемах памяти уже превышает 10⁹ элементов/чип. В очередь, минимальный свою размер топологического элемента, который может быть воспроизведён на пластине, определяется рядом факторов, главным из которых является пространственное разрешение проекционного объектива. Базовые соотношения, определяющие пространственное разрешение объектива δx и глубину фокуса (область, в которой изображение сохраняет резкость) **DOF** записываются в виде:

$$\delta x = \frac{k_1 \lambda}{NA} \qquad DOF = \frac{k_2}{k_1^2} \cdot \frac{\delta x^2}{\lambda}$$

где коэффициенты k_1 и k_2 порядка единицы, зависят от конкретного литографического процесса, от характера излучения, способа освещения маски, структуры маски, фоторезиста и других условий, λ – длина волны света, $NA=n \sin \alpha$ – числовая апертура объектива; n – показатель преломления среды, в которой распространяется свет и α – апертурный угол объектива.

Как следует из приведенных соотношений, уменьшение k_1 одновременно приводит к улучшению разрешающей способности объектива и к увеличению глубины фокуса. Для уменьшения k_1 применяются так называемые методы улучшения изображения (RETs) [1]. Современные методы RETs позволили получить $k_l = 0.275$ при теоретически коэффициент возможном значении 0.25 [2]. Таким образом, можно считать, что возможности этой техники практически исчерпаны. Числовая апертура оптики также практически достигла своего предела NA=1.35 (sina=0.9, иммерсионная жидкость - вода с показателем преломления *n*=1.44) [2]. Дальнейшему увеличению апертуры объектива препятствуют отсутствие жидкости с большим показателем преломления удовлетворяющей всем требованиям по оптическим характеристикам и уменьшение глубины фокуса до значений, неприемлемых с технологической точки зрения.

В настоящее время лучшее разрешение 40-

45 нм получено компаниями ASML (Нидерланды) Nikon (Япония) И при использовании эксимерного ArF лазера с λ=193 нм [2, 3]. Из соотношений не трудно видеть, что при NA=1.35 топологические нормы. обеспечиваемые современными DUV (Deep Ultraviolet) сканнерами, составляют около 40 нм, при **DOF**≈100 нм, что уже приближается к предельным возможностям метода. Поэтому единственным практически резервом проекционной фотолитографии для следования закону Moore является уменьшение длины волны излучения. Поскольку надежды, связанные с эксимерными F₂-лазерами с λ=157 нм не оправдались, то дальнейший прогресс связывается с диапазонами экстремального ультрафиролетового и мягкого рентгеновского излучения (XEUV), λ<100 нм.

При выборе рабочей длины волны сканнера руководствовались следующими соображениями. Во-первых, длина волны должна обеспечивать в перспективе пространственное разрешение на уровне 10-15 нм, а зеркала должны иметь максимально возможные коэффициенты отражения. Во-вторых, должны существовать высокоэффективные, надежные и относительно не дорогие источники излучения.

Теоретические расчеты зависимости минимальной ширины полосы, которую можно получить в фоторезисте, в зависимости от энергии фотонов показывают, что из-за ограничений, связанных с рождением фотоэлектронов в фоторезистах, оптимальным для фотолитографии является диапазоном длин волн 3-15 нм. На рис. 1 приведены расчетные (линии) и экспериментально полученные в [4, 5] спектральные (звездочки) зависимости коэффициентов отражения ряда наиболее перспективных пар материалов в этом диапазоне. Из рисунка видно, что интересны три области, теоретически можно получить где коэффициенты отражения на уровне 80%. Однако на практике, наивысшие коэффициенты отражения, до 70%, при нормальных углах падения получены на структурах Мо/Si при длине волны λ=13.5 нм. Так же в этом диапазоне лежат эмиссионные линии ряда многозарядных ионов Li, Xe, Sn и In [6], что, потенциально, позволяет создать лабораторные источники излучения. Эти обстоятельства определили тот факт, что практически все современные исследования в области EUV литографии ведутся на этой длине волны.



Возможности ЭУФ-литографии на длине волны 13.5 нм были продемонстрированы в 2002 г., когда с четырехзеркальным объективом с NA=0.1 был достигнут дифракционный предел разрешения 70 нм [7]. Реальные прототипы промышленной установки проекционной EUVлитографии были изготовлены в 2006 г. в компании ASML. Эти два сканнера (EUV Alpha Demo Tools) с шестизеркальным объективом с NA=0.15-0.25 обеспечивают минимальную ширину линий 30-32 нм [8]. В [9] сообщается о достижении разрешения 26-28 нм на сканнере с двухзеркальным асферическим объективом Шварцшильда.

Несмотря на впечатляющие успехи на пути конкурентоспособному коммерческому к для литографии в спектральном сканеру диапазоне 13.5 нм предстоит решить ещё ряд серьёзных научных и технических проблем. Одной из таких проблем является разработка высокоразрешающих фоторезистов для EUV с чувствительностью менее 10 мДж/см². Так же дальнейшего совершенствования требует оптика проекционного объектива, как с точки зрения улучшения точности изготовления отдельных оптических элементов, так и общего увеличения числовой апертуры. До сих пор до конца не решена и проблема эффективного подавления длинноволнового (от ультрафиолетового до дальнего инфракрасного) излучения источника, зеркала. связанная с тем, что помимо селективного отражения излучения с длиной волны 13.5 HM, хорошо отражают длинноволновое излучение. В настоящее время два метода фильтрации известны этого излучения, с помощью дифракционных решеток [10] и тонкопленочных фильтров [11]. Главным недостатком дифракционных решеток является низкая, на уровне 30%, эффективность. Большей эффективностью (75 - 78%)обладают свободновисящие многослойные Zr/Si-фильтры толщиной около 50 нм, производимые в ИФМ РАН, однако их механическая и радиационная стойкость **VДОВЛЕТВОРЯЮТ** все еще не

требованиям, предъявляемым к фильтрам литографа, предназначенного для массового производства (HVM).

Наиболее серьезной на данный момент проблемой является мощность и долговечность применяемых лазерно-плазменных (LPP) И газоразрядных (GDP) источников EUV излучения. Оценки показывают, что достижения производительности традиционных DUV сканнеров (130 пластин диаметром 300 мм в час) мощность источника на длине волны 13.5 нм должна составлять 0.5-1 кВт в полупространство и в 2%-ную спектральную полосу. Это означает что мощность, подводимая к источнику должна быть около 200 кВт, в случае GDP, и до 500 кВт лля LPP. Значительные тепловые потоки, быстрые ионы, пары и «капли» рабочего вещества приводят к быстрой деградации, как самого источника, так и оптики. Поэтому, проблема защиты оптических элементов от загрязнений является такой же важной, как и повышение мощности долговечности и источников излучения.

В последние все больше годы, исследователей склоняются к LPP источникам, которые обладают существенными преимуществами перед GDP с точки зрения «загрязней» оптики и возможности увеличения коэффициента конверсии энергии, подводимой к рабочему веществу, в энергию EUV излучения. Тем не менее, и в случае LPP достигнутая к настоящему времени средняя мощность, в промежуточном фокусе, 25 Вт, более чем на порядок уступают требованиям, предъявляемым к HVM сканнеру. Так же еще далека от решения проблема защиты оптики от загрязнений и, прежде всего, от бомбардировки быстрыми ионами и нейтралами [12].

В России наиболее заметное участие в работах по XEUV литографии принимают ИФМ РАН (Нижний Новгород), ИС РАН и ГНЦ РФ ТРИНИТИ (Троицк). В основном эти работы сконцентрированы на развитии элементной базы стенда нанолитографа. В ИФМ РАН развиты технологии нанесения высокоотражающих многослойных зеркал для спектрального диапазона 13.5 нм. В частности, освоена технология изготовления и аттестации подложек с супергладкими поверхностями, разработана технология нанесения высокоотражающих (до 69%) многослойных интерференционных покрытий с заданным распределением периода по апертуре подложки, имеющей сложную поверхности, решена проблема форму компенсации внутренних напряжений в Разработана многослойных структурах. технология изготовления фильтров лля спектральной очистки излучения плазменных источников [11].

В ИФМ РАН имеется хороший научный задел в области создания и аттестации высокочувствительных фоторезистов для EUV диапазона. На основе полиметилметакрилата получены фоторезисты с рекордной чувствительностью (2-3 мВт/см²) [13]. Для решения задач, связанных с совершенствованием фоторезистов, в ИФМ РАН завершается сооружение стенда нанолитографа на основе двузеркального асферического объектива Шварцшильда (NA≈0.3) с пространственным разрешением до 30 нм.

Ключевой проблемой, до недавнего времени сдерживавшей развитие проекционной нанолитографии в стране, являлось отсутствие технологий изготовления И аттестации асферических подложек с субнанометровой точностью формы поверхности для изображающей многослойной оптики. В ИΦМ PAH настояшее время в создан интерферометр, обеспечивающий измерение формы поверхностей с требуемой точностью. Для доведения формы оптических поверхностей до субнанометровых точностей в институте развиваются методы коррекции, включающие в себя вакуумное нанесение тонких пленок через маски и ионно-лучевое травление [14]. Развитые методы коррекции уже в настоящее время изготавливать поверхности позволяют co среднеквадратической деформацией rms=0.6 нм.

Хороший задел имеется В области разработки газоразрядных источников излучения на длине волны 13.5 нм. В ИС РАН и ТРИНИТИ разработаны газоразрядные источники. работающие на ксеноне и на парах олова. В [15] сообщается об GDP источнике на основе Sn, обеспечившим интенсивность излучения в полупространство в 2% полосе 280 Вт, что сравнимо наилучшими мировыми с достижениями.

При построении литографической установки высокие требования предъявляются к точности механических систем сканирования маски и пластины с фоторезистом, их совмещения, к системе стабилизации и контроля положения элементов оптической схемы и др. Консультации, проведенные со специалистами концерна «Планар» (Белоруссия), показали, что все эти проблемы могут быть успешно решены.

Подводя итог, можно отметить, что на пути к конкурентоспособному коммерческому EUV сканнеру с рабочей длиной волны 13,5 нм все еще есть ряд серьезных проблем. Источник EUV является излучения среди них наиболее критической проблемой. В России имеются научный ключевые необходимый задел. технологии И научные коллективы лля разработки нанолитографа с рабочей длиной волны 13.5 нм для обеспечения возможности изготавливать интегральные микросхемы по

технологии 20–30 нм, что обеспечит качественный скачок в развитии отечественной микроэлектронной промышленности.

Работа поддержана грантами РФФИ 08-02-00873 и 07-02-00190.

[1] Wong A. Resolution Enhancement Techniques. SPIE Press, Bellingham, WA (2001).

[2] ASML: Products –Lithography – TWINSCANTMXT:1900Gi

http://www.asml.com/asml/show.do?ctx=6720&rid= 24837

[3] IC Steppers and Scanners – NSR Series // http://www.ave.nikon.co.jp/pec_e/products/nsr.htm
[4] Andreev S.S., Akhsakhalyan A.D., Bibishkin

M.S., et. al., CEJP, 1, 191 (2003).

[5] Gullikson E.M., et al.,

//http://www.esrf.eu/events/conferences/pastconferences-and-workshops/pxrms06/Detailedprogramm/12_gullikson.pdf

[6] Meiling H., Banine V., Kurz P, et al., SPIE. 2003. V. 5037. P. 24-35.

[7] Naulleau P., Golberg K.A., Anderson E.H. et. al., Jorn.Vac. Sci. Technol. B, 20, 2829 (2002).

[8] Dijsseldonk A. Concept of ASML EUV Tool. Lithography Aspects, NanoCMOS (PullNano)/more Moore event "Beyond 45 nm technologies". 9–10 May 2006. IMEC, Leuven, Belgium.

[9] Naulleau P., Anderson Ch., Dean K., et al., Advances at the SEMATECH MET at Berkeley, International EUVL Symposium, 28 – 31 October 2007, Sapporo, Japan.

[10] Kirrey H., Heidemann K., Kleemann B. et. al., SPIE, 5193, 70 (2004).

[11] Андреев С.С., Зуев С.Ю., Клюенков Е.Б. и др., Поверхность, 2, 6 (2003).

[12] Ruzic D.N., Srivastava S.N., Neumann M., et al., Are standard debris mitigation techniques good enough?, International EUVL Symposium, 28 – 31 October 2007, Sapporo, Japan.

[13] Bulgakova S.A., Lopatin A.Ya., Luchin V.I., et. al., Nucl. Instr. Meth. A., 448, 487 (2000).

[14] Klyuenkov E.B., Polkovnikov V.N., Salashchenko N.N., and Chkhalo N.I., Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics, 72 (2), 188 (2008).

[15] Borisov V., Development of EUV sources with tin fuel and rotating disk electrodes, International EUVL Symposium, 17 October 2006, Barcelona, Spain.

Влияние антидиффузионных слоев на свойства многослойных рентгеновских зеркал на основе Mo/Si

М.М. Барышева¹, С. Ю. Зуев¹, А. Е. Пестов¹, В. Н. Полковников¹, Н. Н. Салащенко¹, А.М. Сатанин²

¹Институт физики микроструктур РАН, Н. Новгород, Россия ²Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, Н. Новгород, Россия e-mail: kiniokop@rambler.ru

Для развития работ в области создания установок проекционной EUV-литографии $(\lambda = 13.5)$ нм) представляется важным изготовление высокоотражающих многослойных рентгеновских зеркал нормального падения на основе Mo/Si. Современные технологии позволяют обеспечить величину пикового коэффициента отражения для Мо/Si-структур порядка R=68-69% [1] (при теоретическом пределе около 75%).

Дальнейшему увеличению R препятствует образование на межслоевых границах соединений MoSi_x, приводящих к увеличению толщины переходного слоя и снижающих градиент диэлектрической проницаемости на границе раздела (а значит, способствующих снижению R). При этом замечено, что толщины переходных слоев различны для случаев границ Mo на Si и Si на Mo. В первом случае это 1-1.2 нм, во втором – порядка 0.5-0.6 нм [2].

Исходя ИЗ этих наблюдений, была предложена технология нанесения антидиффузионных (барьерных) слоев между материалами основной структуры. Причем толщина барьера должна быть меньше толщины переходных слоев. Кроме того, материал барьера не должен образовывать химических соединений с элементами рентгеновского зеркала. Эта позволяет толшину методика снизить переходного слоя границах раздела на структуры. В качестве такого материала хорошо подходит карбид бора В₄С или углерод С (и, возможно, хром Cr). Нанесение антидиффузионных слоев из вышеуказанных материалов позволяет поднять пиковый коэффициент отражения Мо/Si-зеркал до 70 %.

В данной работе представлены результаты подобных исследований, проводившихся в ИФМ РАН.

Структуры наносились методом магнетронного распыления на полированные кремниевые пластины с шероховатостью не хуже 0,3 нм.

С целью определения периода многослойных структур, соотношения толщины слоев материалов в периоде и оценки высоты межплоскостных неровностей границ раздела слоев проводились измерения малоугловой рентгеновской дифракции от изготовленных структур на рентгеновских дифрактометрах ДРОН-3М и PRO. Измерения в мягком рентгеновском диапазоне проводились с использованием стенда, созданного на основе спектрометра-монохроматора PCM-500, а также на разработанном и изготовленном в ИФМ РАН светосильном рефлектометре [3], на линии Si La (13.5 нм).

В качестве материалов антидиффузионных слоев применялись карбид бора В₄С и хром Сг. В ходе экспериментов изучалось влияние барьеров на отражательные характеристики зеркал как при нанесении только на границы раздела Мо на Si (или Si на Mo), так и на обе границы одновременно. Толщины антидиффузионных слоев варьировались от 0.2 нм до 0.75 нм.

В приведенной ниже таблице представлены результаты для случая осаждения барьерных слоев В₄С на границу раздела Мо на Si, т. е.



Таблица. Зависимость R от толщины барьера В₄С.

d _{в4C} , нм	0	0.3	0.45	0.6	0.75
R, %	67	68.5	66	65.5	64

В данном случае оптимальной толщиной барьерного слоя является 0,3 нм. Большее содержание карбида бора в структуре приводит к снижению коэффициента отражения.

Наличие максимума может быть объяснено с использованием следующей простой модели. Профиль диэлектрической проницаемости ε (z) в переходной области аппроксимируем линейной функцией, причем учтем только большую из них (Мо на Si). В отсутствии буферного слоя её ширина составит D=D₀=1.2 нм

Добавление буферного слоя карбида бора толщиной h производим при сохранении неизменными величин периода и толщины слоя молибдена. Введение антидиффузионного слоя уменьшает величину D. Результаты расчета коэффициента отражения демонстрируют наличие максимума от толщины антидиффузионной прослойки.

Более подробная информация о расчетах будет представлена на соответствующем стенде.

В свете проблемы компенсации упругих деформаций [4] также представляет интерес величина внутренних напряжений изучаемых структур.

Внутренние напряжения в структурах Mo/Si имеют сжимающий характер (то есть подложка после нанесения пленки принимает выпуклый вид). Величина же их зависит от ряда факторов, как технологического характера (давление остаточных газов в камере, мощности на магнетронах в течение процесса и др.), так и от параметров многослойных структур (величина и соотношение индивидуальных толщин слоев Мо и Si). Следует ожидать, что нанесение антидиффузионных слоев B₄C существенно повлияет на внутренние напряжения структуры в целом.

В настоящей работе за основную была принята структура Mo/Si с параметрами: d_{Mo} =2.9 нм, d_{Si} =4 нм (толщина слоя Mo и Si в периоде), ощее число периодов N=60. Внутренние напряжения такой пленки составили величину $\sigma \approx$ -326 МПа.

Для сохранения периода структуры нанесение B₄C осуществлялось за счет Si. То есть в экспериментах с антидиффузионными слоями толщина Si уменьшалась на величину барьерного слоя. Толщина Мо при этом сохранялась неизменной. Это обуславливалось:

 а) выбором оптимальных параметров МРЗ с целью обеспечения максимума пикового коэффициента отражения;

б) тем фактом, что в Mo/Si пленках основной вклад в сжимающие напряжения вносит именно кремниевая составляющая периода; то есть для уменьшения о необходимо уменьшать долю Si.

Антидиффузионные слои осаждались лишь на одну границу раздела. Либо на Si (структура Mo/Si/B₄C), либо на Mo (структура Mo/B₄C/Si). Результаты:

1. Структура Mo/Si/B₄C, толщины 2.9/3.8/0.2. N=60. $\sigma\approx$ -390 МПа.

2. Структура Mo/Si/B₄C, толщины 2.9/3.6/0.4. N=60. $\sigma\approx$ -522 MПа.

3. Структура Mo/B₄C/Si, толщины 2.9/0.2/3.8. N=60. $\sigma \approx$ -726 MПа.

То есть нанесение антидиффузионных слоев В₄С увеличивает общую величину внутренних напряжений в структурах Mo/Si. С ростом толщины буферного слоя напряжения увеличиваются. При этом нанесение B₄C на Мо приводит к более значительному эффекту, нежели в случае осаждения на Si.

[1] Braun St., Dietsch R., Haidl M., Microelectronic Engineering, 57-58, 9, (2001).

[2] Braun St., Foltyn Th., Mai H., Vakuum in Forschung und Praxis, 15, 76 (2003).

- [3] Бибишкин М. С., Забродин И. Г., Каськов И.
- А. и др., Известия РАН. Сер. физ., 68, 560 (2004).
- [4] Андреев С. С., Клюенков Е. Б., Мизинов А.
- Л., Поверхность, № 2 (2005), 45-48.

г. Черноголовка, 6 - 9 октября 2008 г.
Рентгеновская микроскопия и томография

Рентгеновский микропроб и его применения

А. И. Ерко, А. А. Фирсов

Берлинский Источник Синхротронного Излучения BESSY GmbH, Ул. Альберта Эйнштейна 15, 12489 Берлин, Германия e-mail: erko@bessy.de, firsov@bessy.de

I. Введение.

В докладе обсуждаются возможности методов рентгеновской спектроскопии и микроанализа, разработанных на BESSY для диапазона жёсткого рентгеновского излучения 5 кэВ – 30 кэВ. Особые преимущества исследователи на BESSY получают использовании комбинации при нескольких методов применяемых при исследовании одного и того же образца. К таким методам относятся: рентгеновский флуоресцентный анализ (XRFA), рентгеновская спектроскопия поглошения (XAS), в её модификациях как спектроскопия структуры вблизи края поглощения (XANES) широкополосная спектроскопия тонкой структуры края поглощения (EXAFS). В последнее время этот предлагаемых пользователям набор методов, BESSY дополнен методом измерений рентгеновского наведённого тока (XBIC) - прямым аналогом метода, применяемого в электронной микроскопии для исследования полупроводников (EBIC). Все вышеперечисленные методы могут быть реализованы с пространственным разрешением (1 – 5) микрон с использованием рентгеновского микропроба.

II. Рентгеновские микропробы.

На BESSY созданы две линии излучения, позволяющие проводить рентгеноспектральные измерения с микронным разрешением в диапазоне энергий 5 кэВ – 30 кэВ – рентгеновские микропробы. Оптические системы микропробов состоят в обоих случаях из пре-фокусирующего полного внешнего зеркала отражения, двухкристального монохроматора и стеклянного монокапилляра. Взаимное расположение элементов оптической системы различно в линиях излучения но функции выполняемые ими полностью Тороидальное аналогичны. зеркало полного внешнего отражения фокусирует излучение синхротронного источника в пятно диаметром Двухкристальный порядка 300 микрон. монохроматор позволяет получить монохроматический рентгеновский пучок со спектральной шириной Е / $\Delta E \sim 5000$. В одной из линий излучения, KMC-2, тороидальное фокусирующее зеркало расположено за KMC-2 монохроматором. В монохроматоре градиентные кристаллы использованы SiGe. требуемую позволяющие получить степень монохроматизации без коллимирующего зеркала в расходящемся пучке за счёт вариации параметра Технология градиентных решётки [1].

монохроматоров была разработана в совместном проекте BESSY, ИПТМ, ИФТТ, IKZ в 1998 году [2].

Во второй, Микрофокусной, линии зеркало расположено вблизи источника рентгеновского излучения: "сверхпроводящей змейки". Такое положение зеркала обеспечивает больший поток фотонов на образец за счёт увеличения угла сбора горизонтальном пучка в И вертикальном направлениях. Элементом тонкой фокусировки рентгеновского пучка в обоих линиях являются эллиптические монокапилляры с различными параметрами, геометрическими отвечающими условиям эксперимента.

В монохроматоре микрофокусной линии установлены две пары кристаллов-монохроматоров: Si(111) и Si(311) а также пара многослойных рентгеновских зеркал на основе Mo/ BC₄ с периодом 2 нанометра [3]. Многослойные зеркала обеспечивают в 50 раз больший поток фотонов на образец за счёт соответствующего снижения энергетического разрешения монохроматора ($E / \Delta E \sim 30$).

Табли	ца 1			
Название.	Параметры эллипсов (мм)	Фокусное расст. (мм)	Коэф. усил.	Размер фокуса.
08HELB02B	2a = 135 2b = 0.225	0.2	275	3.6 мкм
02HELA5B	2a = 90 2b = 0.06	0.3	50	1,2 мкм

В таблице 1 приведены основные характеристики капилляров, изготовленных фирмой IfG GmbH (Рис. 1).



Рисунок 1. Монокапиляры эллиптической формы для тонкой фокусировки рентгеновского излучения (фирма IfG GmbH).

Эллиптичность внутренней поверхности капилляров обеспечивает концентрацию рентгеновского излучения в пятно до 1 микрона в диаметре на расстоянии (300 – 700) микрон от выходного среза капиллярной линзы. За счёт

предварительной фокусировки зеркалом скользящего отражения, концентрирующего излучение источника на входном срезе капиллярной линзы, суммарный выигрыш в интенсивности излучения в фокусе капилляра достигает 20000 -30000 по сравнению с интенсивностью прямого пучка на таком же расстоянии. Следут отметить простоту настройки всей оптической системы с капиллярной линзой, которая может быть введена в предварительно сфокусированный пучок, превращая обычную линию синхротонного излучения в микропроб. На рисунке 2 показана тонкой фокусировки рентгеновского схема микропроба.



Рисунок 2. Оптическая схема рентгеновского микрозонда с капилярными линзами.

Микропробы Микрофокусной линии и КМС-2 отличаются только деталями механического крепления и юстировки капиляров. Важно отметить, что несмотря на то что пространственное рентгеновского микропроба разрешение значительно уступает пространственному разрешению электронного микропроба, с помощью первого можно реализовать методы анализа недоступные в электронной микроскопии. Это прежде всего EXAFS и XANES, а также флюорисцентный анализ порогом с чувствительности меньше пикограмма.

III. Применение рентгеновского микропроба.

Благодаря своей простоте, универсальности и полихроматичекой фокусировке микропробы с капилярными линзами за шеть лет своего использования нашли широкое применение в исследовании образцов материаловедения, фотовольтаики, биологии, археометрии(исследование археологических и культурных ценностей), защиты окружающей среды. Приведём некоторые примеры использования микропроба.



Рисунок 3. Фрагмент образца зеркала 16^{-го} века на основе ртутно-оловянной амальгамы.

Одними из первых образцов, исследованных в 2001 году с помощью микропроба, были фрагменты старинных зеркал из государственных музеев Дрездена [4].

Измерения с пространственным разрешением 5 микрон позволили не только исследовать на микроуровне распределение материала амальгаммы в области дефектов старения, но и установить химический состав микродефектов по анализу спектров рентгеновского поглощения. Выяснение причин образования дефектов позволило дальнейшему выработать рекомендации по хранению раритетов в музее. На рисунке 3 слева показан фрагмент зеркала с маркированными точками, в которых были проведены измерения спектра поглощения. Соответствующие спектры показаны на рисунке 3 справа. Хорошо видно изменение химического состояния ртути при приближении к границе дефекта.



Рисунок 4. Образец остеклованных отходов промышленности с вкраплениями кристаллического железа.

Большой успех с применением микропроба имели исследования связанные с охраной окружающей среды, а именно исследования процесса остекловывания и хранения отходов промышленности содержащих опасные для здоровья тяжёлые металлы Fe, Zn, Cu, Ni, Pb.



Рисунок 5. Структура различных участков образцов, обработанных при разных температурах стеклования.

Исследования реальных образцов из складов отходов производства выявили последствия

нарушений технологии остекловывания, а именно температуры их обработки. В результате превышения на 30% технологической температуры обработки с 600°С до 800°С в остеклованных отходах начинают образовываться микрочастицы металлов (Рисунок 4) [5].

На примере микрокристаллов железа и никеля были исследованы особенности их структуры и химических связей. Рисунок 5 иллюстрирует результаты EXAFS измерений и изменения структуры вещества в разных областях образцов. Работа, проведённая учёными из Университета Тесалоники (Греция) была отмечена Призом имени основателя BESSY (*Ernst-Eckhard-Koch-Prize*) за 2006 год.

Новейшие исследования показали, что рентгеновский микропроб может быть успешно использован для изучения качества и структуры дефектов фотоэлектрических элементов на основе кремния.

Сочетание методов измерения наведённого тока (XBIC) [6] и флюорисцентной спектроскопии (XRFA) позволяет исследовать природу, структуру и химические связи в областях дефектов. Хорошие результаты получены также при изучении глубины залегания дефектов в полупроводниковом материале. Основная причина возникновения дефектов, снижающих эффективность солнечных батарей – загрязнения вносимые в технологическом процессе их производства.



Рисунок 6. Распределение наведённого тока по поверхности образца, полученные в электронном пучке (а), с помощью рентгеновского микропроба (b), флуоресцентный сигнал загрязнения никелем приведён на рисунке (с).

Поэтому исследования, проводимые на рентгеновском микропробе, имеют большое прикладное значение и финансируются фирмамипроизводителями элементов солнечных батарей. На пример рисунке 6 показан изображений полученных методом электронного наведённого тока в сканирующей электронной микроскопии (EBIC) и наведённого тока возбуждаемого рентгеновским микропробом с энергией 9 кэВ Обладая тем же пространственным (XBIC). разрешением как и EBIC, XBIC может быть комбинирован непосредственно с микро флуоресцентным анализом обеспечивающим рекордную чувствительность. В приведённых на рисунке 6 измерениях количество никеля в

дефектной области оценивается величиной равной 80 пикограмм.

IV. Выводы.

Приведённые в докладе примеры применения рентгеновских микропробов на BESSY демонстрируют широкие возможности методов со сфокусированным рентгеновским пучком. Результаты, полученные в ходе этих исследований, важны не только с точки зрения получения фундаментальных знаний, но имеют важное прикладное значение: в защите окружающей среды, области создания новых элементов в фотовольтаики, в биологии и т. д.

Литература

- Erko, M. Veldkamp, W. Gudat, N.V. Abrosimov, S.N. Rossolenko, V.Shekhtman, S. Khasanov, V. Alex, S. Groth, W. Schröder, B. Vidal, A. Yakshin, "Graded X-Ray Optics for Synchrotron Radiation Applications" Journal of Synchrotron Radiation, (1998), 5, 239-245
- 2. E.V. Shulakov, V. Sh. Shekhtman, S. Khasanov, I.A. Smirnova, A.I. Erko, M. Veldkamp, V. Alex, N.V. Abrosimov, S.N. Rossolenko, "Gradient crystals of SiGe for monochromatization of synchrotron radiation", Surface: X-ray, synchrotron and neutron investigations, (1999), **1**, 92-97 (in Russian)
- 3. A. Erko, F. Schäfers, A. Firsov, W.B. Peatman, W. Eberhardt, R. Signorado, "The BESSY X-Ray Microfocus Beamline project", Spectrochimica Acta, 2004, **B 59**, 1543-1548
- 4. J. Bartoll, S. Röhrs, A. Erko, A. Firsov, A. Bjeoumikhov, N. Langhoff, "Micro-X-Ray absorption near edge structure spectroscopy investigations of baroque tin-amalgam mirrors at BESSY using a capillary focusing system", Spectrochimica Acta A, (2004), **B 59**, 1587-1592
- 5. F. Pinakidou, M. Katsikini, E. C. Paloura, P. Kavouras, Ph. Komninou, Th. Karakostas, A. Erko, "Application of μ -XAFS for the determination of the crystallization ratio in a series of vitro-ceramic materials containing industrial waste", Nuclear Instruments and Methods in Physics Research **B 246** (2006) 238–243
- 6. O.F. Vyvenko et al., "X-ray induced current a synchrotron radiation based technique for the insity analysis of recombination properties and chemical nature of metal cluster in silicon" Journal of Applied Physics, (2002), **91**, 3614-3617

Формирование изображений в сканирующем рентгенофлуоресцентном микроскопе: анализ и способы решения возникающих задач.

М.В. Чукалина,¹ Д. П. Николаев², С. Зайцев¹, А. Самогуи³, Л. Менард⁴.

¹Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка,

Россия

e-mail: marina@ipmt-hpm.ac.ru

²Институт проблем передачи информации им. А.А. Харкевича РАН, Москва, Россия ³Источник синхротронного излучения Soleil, Париж, Франция ⁴IMNC - UMR 81656, Universite' Paris Diderot - Париж 7, Франция

сканирующей Метод рентгенофлуоресцентной микроскопии позволяет получать количественную информацию о пространственном распределении химических элементов В [1-4]. образце исследуемом Каково же пространственное разрешение метода и можно ли получить дополнительную информацию об образце, опираясь на полученный в ходе эксперимента набор карт интенсивностей – ответы на эти вопросы детально обсуждаются в докладе.

дополнительную Если не использовать математическую обработку регистрируемых сигналов в ретгено-флуоресцентном методе, использующем пространственное сканирование образца сфокусированным рентгеновским зондом [5, 6], то разрешение определяется размером зоны формирования сигнала. Для тонких образцов это соответствует геометрической форме зонда. Т.е. каждый пиксел (размер пиксела равен размерам шага сканирования по горизонтали и вертикали, соответственно) содержит информацию, собранную с площади образца, "накрытой" микрозондом. Т.е. зарегистрированное значение в каждом пикселе есть сумма взвешенных интенсивностей по всем пикселам, "накрытым" микрозондом. Весовой коэффициент рассчитывается в соответствии с профилем зонда. Однако, можно повысить разрешение до размера шага сканирования, если применить дополнительную математическую обработку (так называемое, обращение свертки) к зарегистрированному сигналу. Чтобы выполнить обращение свертки необходимо ответить на два вопроса: что такое зарегистрированный сигнал и как определить форму микрозонда.

Следую физической модели формирования рентгено-флуоресцентного спектра от тонкого образца, запишем выражение:

$$S(x_{0}, y_{0}, E^{i}) = n_{f}^{i} \times \iint dx dy I^{0} (x - x_{0}, y - y_{0}) \mu^{i} (x, y) C^{i} (x, y), \quad (1)$$

где $S(x_0, y_0, E^i)$ - интенсивность флуоресцентного излучения энергии E^i , регистрируемого для положения центра микрозонда (x_0, y_0) , n_f^i флуоресцентный выход для элемента *i* с учетом отношения интенсивности линий элемента [7,8], $I^{0}(x, y)$ - интенсивность падающего на образец монохроматического сфокусированного рентгеновского излучения E⁰ в окрестности точки $\mu^i(x,y)$ линейный коэффициент (x, y),ослабления излучения E^0 элементом *i* [9], содержащимся в элементарном объеме образца в окрестности точки (x, y), $C^{i}(x, y)$ - объемная фракция элемента і в данном объеме [10, 11]. На первый взгляд данное выражение однозначно описывает величину регистрируемого сигнала, однако, попытаемся определить что вложено в определение "флуоресцентное излучение энергии E^i ". О количестве элемента, содержащегося в элементарном объеме, может говорить интенсивность любой его характеристической линии., что и вложено в понятие "флуоресцентное излучение энергии Eⁱ". Однако, на рис.1 приведено сравнение спектров, полученных с применением 2-х разных детекторов [12] Si-детектора и позиционночувствительного дифракционного спектрометра (PSDS). Из рисунка видно, что ширина регистрируемой линии сильно зависит от типа детектора, а в случае Si-детектора линии перекрываются.





В последнем случае для выделения характеристической линии из спектра требуется дополнительная математическая обработка. Хорошим математическим инструментом для анализа сложных рентгеновских спектров служит, например, программное обеспечение AXIL [13].

Для решения обратной задачи повышения пространственного разрешения осталось определить форму рентгеновского микрозонда, используемого для сканирования. Параллельно с развитием методов фокусировки рентгеновского излучения жесткого и мягкого диапазонов развивались и методы определения формы зондов. Наиболее часто применяемым остается, так называемый, метод сечения ножом. В публикуемых сегодня работах данный метод используется и для тестирования зондов нанометровых размеров [14]. Однако, применение тестовых структур (структур известного которые сканируются состава И формы), форму которого требуется, не микрозондом, утратило своей актуальности [15]. Сравнение преимуществ и недостатков каждого из методов выходит за пределы данной работы.

Этап обращения свертки (1) является завершающим этапом процедуры повышения разрешения. В условиях высокого ровня шума (что всегда имеет место при анализе малых концентраций элементов) задача не имеет оптимального решения и поиск новых методов ее решения ведется и сегодня. Вот лишь несколько применяемых сегодня алгоритмов: алгоритм максимума энтропии [16], Richardson-Lucy алгоритм [17], алгоритм, основанный на алгебраическом методе [18], предложенном для решения задачи томографии [19, 20]. Итак, выше описан процесс формирования карты распределения элемента при сканировании образца рентгеновским микрозондом.

Еще несколько слов о фокусировке. Недавно [21] было предложено вводить излучение с помощью нитеобразных волноводов в объем образца. Пример использования капиллярной оптики хорошо описан в работе [12].

Однако, повышения локальности метода можно добиться и другим аппаратным способом [22-24]. Для этого эксперимент организуют следующим образом: поверхность облучается широким рентгеновским пучком (в этом случае легче добиться однородной интенсивности на большой, по сравнению с размером зоны сбора сигнала, площади); перед окном детектора укрепляется коллиматор, фокальное пятно которого и определяет зону сбора сигнала. Сканирование органиоано, как изменение положения фокального пятна коллиматора на образце. Платой за это удобство является увеличение времени сбора из-за поглощения вне каналов коллиматора. Однако, неоспоримым преимуществом дополнительным является

дополнительная возможность сканирования по глубине.

На рис. 2 представлена фотография одного из таких конфокальных коллиматоров.



Рис.2. Фотография фокусирующей части коллиматора (ИПЛИТ РАН).

По окончанию проведения измерений методом рентгено-флуоресцентной сканирующей микроскопии и применения методов обработки, описанных выше и подобных по сути описанным, исследователь получает набор изображений, соответствующих распределениям элементов, входящих в состав образца. Визуальный анализ набора часто затруднен. В работе [25] предложен алгоритм мультиспектральной визуализации данных.



Рис. 3. Карты распределения элементов алой концентрации в сталагмите [26]. Размер рентгеновского зонда 3.5×1. микрон. а) Результат работы алгоритма визуализации мультиспектрального изображения [25]. Карты распределения Br (б), Sr(в), Zn(г).

Результатом работы алгоритма (Рис. 3а) является одно финальное изображение, на котором сохранены границы всех областей, присутствующих на изображениях, используемых для расчета финального. Это позволяет на одном финальном изображении отыскивать области интересов, детальный анализ которых помогает В приятии решения относительно состава, а зачастую и свойств образца в целом.

Заключение.

В работе сделана попытка проанализировать задачи, возникающие при интерпретации результатов измерений, проводимых методом сканирующей рентгено-флуоресцентной микроскопии и дать краткое описание состояния дел в данной области.

Работа Чукалиной М.В. и Николаева Д.П. выполнялась при частичной финансовой поддержке РФФИ 06-02-16117, 06-01-22001, PICS 3470.

[1] Klems J. H. Phys. Rev. A 43, 2041 (1991).

[2] Chukalina M.V., N.G. Ushakov, S.I. Zaitsev. Proc. of the 5th Int. Conf. XRM'96. Wuerzburg, Germany, I141 (1996).

[3] A. Simionovoci, M. Chukalina, M. Drakopoulos,I. Snigireva, A, Snigirev, Ch. Schroer, B. Lengeler,F. Adams. SPIE, Vol.3772, 304 (1999)310.

[4] Moronne M. M. Ultramicroscopy. vol. 77, no1-2, 23 (1999).

[5] Snigirev A, Bjeoumikhov A, Erko A, Snigireva I, Grigoriev M, Yunkin V, Erko M, Bjeoumikhova S. J Synchrotron Radiat. Jul;14(Pt 4) 326(2007).

[6] Chao W., B. D. Harteneck, J. A. Liddle, E. H. Anderson and D. T. Attwood. Nature 435, 1210 (30 June 2005).

[7] http://xdb.lbl.gov/Section1/Sec 1-3.html

[8] Krause M.O., J. Phys. Chem. Ref. Data 8, 307 (1979).

[9] http://www.csrri.iit.edu/periodic-table.html

[10] http://en.wikipedia.org/wiki/Volume_fraction

[11] Janssens K.H.A., Adams F.C.V. and Rindby A. Microscopic X-Ray Fluorescence Analysis. John Wiley. May 12 (2000).

[12] Yan Y. And W.M. Gibson. JCPDS-Int.

Centre for Diffr. Data 2002, Advances in

X-ray Anal., vol. 45, 298 (2002).

[13] Van Espen P., K Janssens, J Nobels. Source Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems archive. Elsevier Science Publishers B. V. Amsterdam, The Netherlands. Vol. 1, Issue 1 109 (1986).

[14] Hidekazu Takano, Yoshio Suzuki and Akihisa Takeuchi. Jpn. J. Appl. Phys. 42, L132 (2003).

[15] Jefimovs K., J. Vila-Comamala, T. Pilvi, J. Raabe, M. Ritala and C. David. Phys. Rev. Lett. 99, 264801 (2007).

[16] H. Graafsma and R. Y. de Vries. J. Appl. Cryst. 32, 683 (1999).

[17] P. Pankajakshan and B. Zhang and L. Blanc-Féraud and Z. Kam and J.C. Olivo-Marin and J. Zerubia. In Proc. IEEE International Symposium on Biomedical Imaging (ISBI), 2008 ftp://ftpsop.inria.fr/ariana/Articles/2008_ppankajakshan08a. pdf

[18] Gordon R., R. Bender, G.T. Herman. J. Theor. Biol. V.29 №3 471 (1970).

[19] Чукалина М.В., И.А. Щелоков, Д.П. Николаев. Мат. Х Симп. "Нанофизика и наноэлектроника". 13-17 марта, Нижний Новгородб 412 (2006).

[20] Чукалина М.В., Д. Николаев, А. Самогуи. Матер. Межд. Симп. по нанофизике наноэлектронике. 10-14 марта 2008 г. Том 1. Нижний Новгород. 251 (2008).

[21] Kouichi Tsujia, Akinori Matsuda, Kazuhiko Nakanoa, and Andriy Okhrimovskyya. Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy, Vol. 61, Issue 4, 460 (2006).

[22] Зайцев С.И., М.В.Чукалина. Р. Мастрипполито. Мат. Совещ. по ренгеновской оптике. Нижний Новгород 18-23 марта 293 (2002).

[23] Vincze L., B. Vekemans, F.E. Brenker, G. Falkenberg, K. Rickers, A. Somogyi, M. Kersten, F. Adams. Anal. Chem. 76, 6786 (2004).

[24] Chukalina M., A. Simionovici, S. Zaitsev, and C.J. Vanegas. Spectrochim. Acta Part B: Atomic Spectroscopy. Vol. 62, Issues 6-7, 544 (2007).

[25] Nikolaev D. and S. Karpenko. Proc. of the 20th European Conference on Modelling and Simulation. (Bonn, Germany) 427 (2006).

[26] Borsato F., S. Frisia, I.J. Fairchield, A. Somogyi, J. Susini. Geom. And Cosmchem. Acta, 71, 1494 (2007).

Сравнительный анализ фокусирующих устройств и безлинзовых схем при формировании рентгеновских изображений

Л.Г.Шабельников

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов, Черноголовка, Россия e-mail: lgs@iptm.ru

Устройства, фокусирующие рентгеновское излучение, в своей основе наследуют принципы диапазона оптики видимого с учетом масштабирования по ллине волны И особенностей указанного взаимодействия излучения с веществом [1]. В качестве основных групп таких устройств могут быть выделены элементы, основанные на явлениях полного внешнего отражения и преломления, а также эффектах дифракции на системе зон Френеля, реализованных в виде двумерных или трехмерных неоднородностей в материале устройства. Значительный прогресс в получении сфокусированных пучков излучения может быть проиллюстрирован работой [2], где достигнуты размеры фокального пятна, составляющие 250 нанометров. Приведенное значение близко к дифракционному пределу для использованных пластин. Ожидается, что зонных такие перспективные фокусирующие элементы позволят получать рентгеновские изображения с разрешением нанометрового масштаба на синхротронных источниках излучения. Однако в лабораторных условиях им могут составить существенную конкуренцию безлинзовые системы с сопоставимым диаметром электронного пучка, где интенсивность рентгеновского источника, согласно проведенным оценкам, оказывается достаточной для получения проекционных изображений фазовоконтрастных [3] или теневых [4] - с субмикронным разрешением.

Следует заметить, что отмеченные размеры фокального пятна в нанометровом диапазоне на 5-6 порядков меньше характерных ллин взаимодействия жесткого излучения с веществом (длины поглощения или длины сдвига фазы), а типичные значения глубины резкости для таких элементов могут составлять до нескольких миллиметров. Таким образом, становится очевидной несоразмерность физических параметров, определяющих формирование рентгеновских изображений. Единственным подходом, позволяющим формировать неискаженные изображения, является принципов компьютерной использование Возможности рентгеновской томографии. томографии для реконструкции изображений с субмикронным изображением в безлинзовых схемах продемонстрированы не только на синхротронных источниках излучения, но и на лабораторных системах [4, 5].

Включение в оптическую схему микротомографа фокусирующих элементов позволяет значительно улучшить разрешение и трехмерные изображения получить с разрешением в нанометровом диапазоне [5]. разрешения в Улучшение схеме сбора параллельных проекций связано с уменьшением ширины самих проекций. В веерной схеме при использовании точечного источника и двумерного детектора улучшение разрешения может достигаться за счет оптического увеличения набора проекций фокусирующим элементом, расположенным перед детектором. Другой возможностью, которая была указана ранее [6], связана с формированием мнимого увеличенного изображения за счет применения дефокусирующего элемента. Как показывает анализ снимков, приводимых в [5], аберрации используемых элементов, заметные при передаче изображений в рамках подходов, аналогичных разработанным в видимом диапазоне, незначительно сказываются на качестве реконструируемого изображения.

В качестве нового безлинзового метода получения изображений нанометровых объектов следует указать работу [7], основанную на измерениях с высоким угловым разрешением дифракционной картины в области Фраунгофера дальнейшим использованием развитого И формализма восстановления фазы регистрируемой волны. Здесь пространственное только разрешение. задаваемое точностью угловых измерений. не лимитируется характеристиками элементов, передающих изображение. Демонстрируемое разрешение менее 10 нм весьма близко к значениям, обеспечиваемыми современными приборами сканирующего типа – атомно-силовой или электронной микроскопии. Описываемый метод имеет преимущества рентгеновской интроскопии перед указанными выше. Особенностью указанных изображений является их среднестатистический характер по ансамблю измеряемых объектов, что можно считать их достоинством, повышающим достоверность по сравнению с данными локальных измерений.

В работе обсуждаются возможности элементов преломляющей оптики для

формирования высококоллимированных пучков излучения с расходимостью менее 1 микрорадиан на лабораторных источниках и постановке на их основе новых методик, в том числе рентгеновской голографии.

Работа поддержана грантом РФФИ 07-02-01015.

- [8]. Аристов В.В, Шабельников Л. Г., УФН, **178**, 61 (2008)
- [9]. A. Snigirev, A. Bjeoumikhov, A. Erko, I. Snigireva, M. Grigoriev, V. Yunkin, M. Erko and S. Bjeoumikhova, J. Synchrotron Radiation, 14, 227, (2007)
- [10]. L. Brownlow, S. Mayo, P. Miller, J. Sheffield-Parker, Microscopy and analysis, 20, 5 (2006)
- [11]. http://www.skyscan.be/products/SEM_micr oCT.htm
- [12]. http://xradia.com/Products/nanoxct.html
- [13]. V.V.Aristov, L.G.Shabelnikov, Nucl.Instr.&Meths, A282, 497 (1989)
- R.A.Dilanian, A.Yu.Nikulin, Appl.Phys.Letts, 87, 161904 (2005)

Свойства плоского рентгеновского волновода-резонатора и важнейшие направления их модификации

Е.В. Егоров, В.К. Егоров

Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН e-mail: egorov@iptm.ru

Создание нового устройства рентгеновской оптики – плоского рентгеновского волноводарезонатора (IIPBP) явилось результатом изучения зависимости интенсивности потока квазимонохроматического рентгеновского излучения (РИ), формируемого на выходе плоского притяженного щелевого зазора, от его ширины [1]. Квазимонохроматичность транспортируемого потока оказалось принципиальным фактором для интерпретации полученных результатов. Излучение любого источника характеристической радиации характеризуется средним значением длины волны λ₀, и степенью его монохроматизации Δλ (рис. 1). Параметр, представляющий собой отношение квадрата длины волны и фактора степени монохроматичности излучения $l_{z} = \lambda^{2} / \Delta \lambda$ принято называть длиной его когерентности [2]. Физически этот параметр отражает продольный размер единичного фотона.



Рис. 1. Принципиальная схема атомных энергетических уровней λ_o определяется энергетической радиацией E_{Li} - E_k , а степень монохроматизации $\Delta\lambda$ степенью размывания уровней $\delta E = \delta E_{Li} + \delta E_k$.

Явление полного внешнего отражения потока (ПВО) РИ на плоском полированном материальном интерфейсе, открытое Комптоном в 1921 году [3], характеризуется образованием области интерференции. Ее наличие такой области над материальным интерфейсом было зафиксировано экспериментально [4]. В силу принципов непрерывности и соответствия можно предполагать появление затухающей интерференционной картины в объеме материального рефлектора¹ (рис. 2). При этом затухающее интерференционное поле возбуждается во всем его объеме. В то же время продольные и поперечные размеры интерференционного поля L_e и L_t оказываются ограниченными, во-первых, геометрической шириной отражаемого потока и, во-вторых, длиной когерентности падающего излучения. При этом в рамках классического подхода продольный размер области интерференции не может превышать длины когерентности излучения, поскольку такой подход предполагает возникновение интерференции лишь при взаимодействии единичного фотона с самим собой [2].



Рис. 2. Принципиальная схема ПВО потока РИ и распределение интенсивности в стоячей рентгеновской волне вблизи интерфейса.

В то же время хорошо известно явление пространственной когерентности, связанное с возникновением интерференционного взаимодействия разных фотонов одинаковой длины волны, испущенных протяженным источником. Для реализации этого явления необходимо, чтобы произведение угла расходимости потока на ширину фокального пятна этого источника оказалось меньше средней длины волны излучения [5]. Анализ, проведенный в работе [6], показал, что пространственная когерентность при ПВО потока характеристического РИ не нарушается до тех пор, пока поперечный размер интерференционной области не превысит длины когерентности этого излучения. Таким образом, оказалось возможным соотнести различные размерные области ширины плоского протяженного щелевого зазора с различающимися механизмами транспортировки этим зазором потока РИ – механизмами многократного ПВО волноводно-резонансного потока его И распространения.

При параллельном расположении двух плоских протяженных рефлекторов на некотором расстоянии друг от друга возникают условия для

¹Такую картину можно наблюдать экспериментально для явления полного внутреннего отражения потока электромагнитной радиации светового диапазона.

реализации последовательного многократного ПВО потока рентгеновского излучения (рис. 3). этих условиях образуется множество В локальных интерференционных зон стоячей рентгеновской волны. Кроме того, в объеме каждого рефлектора возникают серии затухающих возбуждений, фазированность которых будет существенно зависеть от величины угла между осью зазора и вектором первоначального распространения потока. Размер локальных интерференционных 30H определяется длиной когерентности излучения, а расстояние между ними - углом падения потока и шириной зазора. При заданной ширине зазора варьированием угла падения потока можно добиться условий сфазированности его последовательных отражений. В условиях многократного ПВО факт сфазированности отражений оказывается крайне важным. поскольку при этом каждое следующее отражение не вызывает перевозбуждения объемов рефлекторов, приводя к существенному снижению потерь интенсивности транспортируемого потока. Таким образом, механизм многократного ПВО характеризуется наличием ряда «магических» углов, характеризующихся относительно низким ослаблением проходящего потока или так называемой дискретной модовой структурой [2].



Рис. 3. Схема образования локальных зон интерференции стоячей рентгеновской волны в широкой плоской протяженной щели.

Если ширина протяженного зазора становится меньше длины когерентности излучения, механизм транспортировки потока кардинально меняется. В этом случае области локальных интерференционных зон стоячей рентгеновской волны претерпевают взаимное перекрытие, инициирующее явление самоорганизации в радиационной форме состояние материи. Само это явление самоорганизации, спровоцировавшее изменение механизма транспортировки потока РИ, названного механизмом волноводно-резонансного распространения, должно было бы быть ожидаемым, поскольку значения длин когерентности характеристического РИ относятся к наноразмерному диапазону величин, для которого характерна самоорганизация в материальных структурах [7]. Однако путь к осознанию сути этого явления оказался длинным и тернистым.

Самоорганизация поля интерференции в узком плоском протяженном зазоре ведет к

образованию однородной интерференционной структуры стоячей рентгеновской волны во всем пространстве щелевого зазора. Однородное затухающее интерференционное поле возникает и в объемах материала рефлекторов (рис. 4). Поскольку перекрытие локальных зон интерференции реализуется независимо от величины угла падения исходного радиационного потока на входной срез узкого протяженного щелевого зазора, механизм волноводно-резонансного распространения рентгеновского излучения характеризуется непрерывной модовой структурой.

Из модели волноводно-резонансного механизма следует, что при не осевом падении потока квазимонохроматического РИ на его выходе должно возникнуть двухкомпонентное пространственное распределение потока, с углом раствора, равным удвоенному значению угла падения первичного потока (рис. 4). Это модельное следствие было блестяще подтверждено экспериментально.



Рис. 4. Схема образования однородного интерференционного поля стоячей рентгеновской волны в узкой плоской протяженной щели.

На рисунке 5 показана схема измерений и угловое распределение интенсивности излучения СиК_{ав} на выходе плоского рентгеновского волновода-резонатора (ПРВР), представлявшего собой узкую протяженную щель, образованную кварцевыми рефлекторами. Компоненты, наблюдаемые в экспериментально полученном распределении, имеют приблизительно равную интенсивность, и их расположение действительно соответствует угловой дисперсии, равной удвоенному значению угла падения исходного потока. Варьирование угла падения вплоть до критического значения ПВО приводило к соответствующему изменению угла дисперсии между указанными компонентами распределения.

Изучение характеристик ПРВР показало, что он характеризуется набором параметров:

1. ПРВР – устройство, транспортирующее только квазимонохроматическое излучение.

2. Ширина пучка нитевидной формы, формируемого ПРВР, не превышает длины когерентности РИ и обычно менее 200 нм, физический предел 7 нанометров.

3. Угол захвата радиации равен углу расходимости сформированного потока, но оба они не могут превышать удвоенный критический

угол ПВО для материала, нанесенного на поверхность рефлекторов.

4. Прямой поток РИ не проходит через ПРВР, поскольку не создает интерференционное поле, но может частично транспортироваться за счет дифракции на входном срезе.

5. Пространственное распределение интенсивности в сформированном потоке имеет гауссово очертание независимо от типа распределения интенсивности РИ в источнике.

6. Сформированный поток не сопровождается дифракционными сателлитами.

7. Не осевое падение параллельного потока на входной срез приводит к появлению 2^x гауссовых компонент равной интенсивности, разделенных угловой дистанцией, равной удвоенному значению угла падения.

8. Интегральная интенсивность РИ на выходе ПРВР не зависит от ширины его щелевого зазора.

9. ПРВР характеризуется существенным увеличением радиационной плотности потока внутри щелевого зазора (на 2÷4 порядка) вследствие существенной разницы в ширине этого зазора и проекции фокуса источника излучения.

10. Волноводно-резонансный механизм характеризуется низким коэффициентом ослабления транспортируемого потока, что позволило дать ему еще одно наименование – механизм радиационной сверхтекучести.

11. Модовая структура потока в зазоре ПРВР непрерывна.

12. На базе ПРВР в отличие от устройств, работающих в рамках механизма многократного ПВО, изготовить так называемый рентгеновский β-фильтр не представляется возможным.

13. ПРВР может служить основой для создания ячеек для модуляции и управления рентгеновскими потоками.

Перечисленный набор свойств показывает, что ПРВР является перспективным рентгеновским устройством. Однако для него характерно наличие двух серьезных недостатков. Это относительно низкая интегральная интенсивность формируемых им потоков и их относительно высокая расходимость, которая нивелирует основное достоинство ПРВР – наноразмерность ширины потока на выходе волноводарезонатора. Важнейшие направления модификации ПРВР связаны с решением именно этих вопросов.

В качестве радикального способа снижения расходимости предложено использовать волновод-резонатор [8]. составной Для увеличения интегральной светосилы ПРВР был применен скошенный входной концентратор [9]. методы Предложенные позволяют приблизительно на 2 порядка понизить расходимость формируемого потока без падения его интегральной интенсивности, доведя его до величины около 0.001⁰, а также повысить его интегральную интенсивность приблизительно на порядок. Дальнейшее совершенствование ПРВР, по-видимому, будет связано с разработкой ячеек, способных управлять параметрами формируемого потока.





[1] V.K. Egorov, E.V. Egorov, X-ray Spectrometry, **v.33**, pp. 360 (2004).

[2] М. Борн, Е. Вольф, Основы оптики, М.: Наука, 1973, стр. 719.

[3] A.H. Compton, Philos Mag, v.45, pp. 1121 (1923).

[4] M.Bedzyk, G.Bommarito, J. Schildkraut, Phys. Rew. Lett., v.69, pp. 1376 (1989).

[5] E. Wolf, L. Mandel, Rev. Mod. Phys., v.37 (2), pp. 231 (1965).

[6] V.K. Egorov, E.V. Egorov, X-ray Spectrometry, **v.36**, pp. 381 (2007).

[7] Second International Conference on Nanostructures Self-Assembly Nano SEA-2008 (www.Nanosea2008.roma2.infn.it)

[8] V.K. Egorov, E.V. Egorov, MRS Proc., v. 716, pp. 189 (2002).

[9] V.K. Egorov, E.V. Egorov, Report on ICXOM-2007, September 16-21, 2007, Kyoto, Abstract book, p. 121.

РФА ПВО спектроскопия в условиях применения различных типов устройств формирования потока возбуждения

В.К. Егоров¹, Е.В. Егоров¹, Н.С. Афанасьев²

¹Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН ²МИРЭА, Москва

e-mail: egorov@iptm-hpm.ac/ru

Метод РФА ПВО является относительно молодым [1], но крайне эффективным способом диагностики элементного состава поверхности твердого тела, а также сухих остатков растворов, предварительно осажденных на поверхности кварцевых рефлекторов [2]. Он анализирует состав приповерхностного слоя толщиной 2÷5 нанометров. Возбуждение столь тонкого слоя материала определяет основные достоинства метода – низкий уровень фоновой составляющей и отсутствие необходимости учета взаимного влияния атомов элементов, составляющих исследуемую мишень.







Рис. 2. Схема РФА ПВО спектрометра оригинального дизайна с ПВРВ в качестве формирователя потока возбуждения.

В настоящее время известны две основные рентгенооптические схемы РФА ПВО спектрометров. На рисунке 1 приведена схема спектрометра стандартной конструкции, а на рисунке 2 – схема оригинального дизайна. К общим элементам обоих схем относятся источник рентгеновского излучения и система регистрации вторичной рентгенофлуоресценции. В схеме стандартного РФА ПВО спектрометра узел юстировки исследуемого образца и система формирования потока возбуждения разнесены в пространстве. В спектрометре оригинального дизайна формирователь потока и держатель исследуемого образца объединены в единое устройство. Сама рентгенооптическая схема оригинального дизайна была разработана в связи с предложением использовать «бесщелевой» рентгеновский коллиматор для выполнения элементной диагностики методом РФА ПВО [3]. Измерения показали, что эффективность этой схемы крайне высока [4]. Замена «бесщелевого» формирователя на плоский рентгеновский волновод-резонатор (ПРВР) еще более повысила ее эффективность и позволила устранить ряд принципиальных аналитических трудностей, связанных с применением бесщелевой структуры [5]. Однако применение оригинальной рентгеновской схемы не позволяет провести прямое сопоставление возможностей различных типов формирователей потока возбуждения. Поэтому такое сопоставление было сделано в рамках стандартной схемы РФА ПВО спектрометра, реализованной на базе прецизионного гониометра HZG-4. В качестве формирователей потока были задействованы кварцевый ПРВР простейшей конструкции, ПРВР, собранный из разноразмерных кварцевых рефлекторов и система двух вертикальных обрезающих щелей, расположенных на дистанции, равной длине ПРВР (рис. 3). Источником излучения являлась рентгеновская трубка БСВ-24 (Mo), использовавшаяся в режиме U=25 кэВ, I=10 мА. Регистрация рентгенофлуоресцентного выхода осуществлялась с помощью германиевого детектора GPL-06/165/05 фирмы «Ortec» и многоканального анализатора импульсов АССИЅРЕС-А фирмы «Canberra». В качестве объекта для сравнительной элементной диагностики использовалась эпитаксиальная пленочная структура Ва₁₄Y₁₀Cu₂₄O₇/SrTiO₃. Выход флуоресценции фиксировался в интервале углов скользящего падения возбуждающего потока $0 \le \phi \le 1^0$.

На рисунке 4 в качестве примера показан РФА ПВО спектр тестового образца, полученный в условиях формирования потока возбуждения с помощью ПРВР простейшей конструкции и пространственное распределение интенсивности в потоке, возбуждения. Аналогичные измерения выполнялись и с использованием других упомянутых выше формирователей. Наиболее интенсивной линией в приведенном на рисунке 4 спектре (как и в аналогичных спектрах, полученных с применением других формирователей) является линия ЧКа. Поэтому основное внимание в исследованиях зависимости интенсивности выхода рентгенофлуоресценции от угла падения потока возбуждения было уделено именно этой компоненте спектра. На рисунке 5 приведены зависимости экспериментально полученные интенсивности выхода этой линии от угла падения потока возбуждения в интервале углов $0 \le \phi \le 1^0$ в условиях применения всех трех типов формирователей этого потока. Все данные получены в цифровой форме с угловым шагом $\Delta \phi = 0.01^{\circ}$. Время набора спектров в каждой точке τ=300 сек.



Рис. 3. Схема формирователей потока возбуждения на базе обрезающих щелей (а), ПРВР простейшей конструкции (б) и волноводарезонатора с разноразмерными рефлекторами (в). Ширина обрезающих щелей равнялась 15 микрометрам, зазор обоих ПРВР – 0.08 микрометра.

Функции выхода флуоресценции в угловом интервале 0< (θ_c – критический угол ПВО МоК_а для материала ВТСП) демонстрируют заметный рост, обеспечиваемый в первую очередь увеличением сечения перекрытия поверхностью тестовой мишени потока возбуждения. В интервале углов $\theta_c < \phi < \theta_t$ (θ_t – угол полного перекрытия потока поверхностью мишени) наблюдается аномальное уменьшение выхода флуоресценции ΥК_α. В данном угловом интервале подобной аномалии для выхода флуоресценции СиКа и ВаКа не зафиксировано. В области углов $\phi > \theta_t$ наблюдается рост выхода флуоресценции, связанный с увеличением толщины слоя пленки ВТСП, определяющей значение этого выхода.

Максимальная абсолютная величина выхода флуоресценции характерна для измерений, выполненных с применением ПРВР, составленного из рефлекторов разной длины. Однако параметр абсолютной величины выхода не в полной мере отражает аналитическую эффективность выполняемой элементной диагностики. В большей степени эта эффективность определяется параметром отношения сигнала/фон, измеренном в одном и том же энергетическом интервале рентгенофлуоресцентного спектра [6]. С ростом угла падения потока возбуждения фоновая составляющая в спектрах выхода флуоресценции, полученных с применением всех трех типов формирователей, монотонно возрастает. При этом наибольший рост наблюдался в условиях использования ПРВР с разноразмерными рефлекторами. Поэтому для фиксации аналитической эффективности были построены функции зависимости параметра сигнал/фон для выхода флуоресценции ΥК_α от угла падения возбуждающего потока, соответствующие применению каждого типа формирователей (рис. 6). Наименьшую эффективность демонстрируют данные, полученные с применением ПРВР простейшей конструкции. Эффективность РФА ПВО спектроскопии при использовании микрощелевого формирователя и ПРВР с разновеликими рефлекторами в выбранных условиях оказалась приблизительно одинаковой. Наилучшее соотношение сигнал/фон достигается при использовании всех трех типов формирователей потока вблизи угла полного внешнего отражения θ_{c} . Обращает на себя внимание наличие больших флуктуации в значении этого параметра вблизи θ_с. Их появление связано с существенным отличием механизма возбуждения рентгенофлуоресценции в условиях ПВО возбуждающего от механизма ee возбуждения потока отсутствии этого явления.



Рис. 4. Геометрия формирования потока возбуждения простейшим ПРВР, пространственное распределение интенсивности Мо($K_{\alpha\beta}$) в нем и РФА ПВО спектр пленочной структуры Ba_{1.4}Y_{1.0}Cu_{2.4}O₇/SrTiO₃, угол падения потока возбуждения ϕ =0.01⁰.



Рис. 5. Геометрия регистрации РФА ПВО спектров и функции зависимости выхода флуоресценции YK_α в условиях формирования потока возбуждения щелевой системой (а), простейшим ПРВР (б) и волноводом-

резонатором с разноразмерными рефлекторами.



Рис. 6. Зависимости отношения сигнал/фон для параметра выхода рентгенофлуоресценции атомов Y тестовой мишени, от угла падения потока возбуждения при его формировании микрощелевой системой (а), простейшим ПРВР (б) и волноводом-резонатором с разновеликими рефлекторами.

Сопоставление уровня эффективности РФА ПВО спектроскопии, выполненной в одинаковой геометрии измерений, позволило сделать предположение, что он в первую очередь определяется величиной параметра радиационной плотности этого потока в позиции расположения тестируемого объекта. В выбранной геометрии измерений с расстоянием между позицией тестируемого образца и задним срезом использованных формирователей L=50 мм радиационная возбуждения потока плотность оказалась минимальной для ПРВР простейшей конструкции (рис. 7). Построенные по трем точкам зависимости радиационной плотности потока от расстояния до заднего среза формирователей показывают, что наиболее пологая кривая соответствует использованию микрощелевого формирователя, а наиболее крутая - ПРВР с разновеликими рефлекторами. Подобные формы зависимостей вполне закономерны, поскольку расходимость потока оказывается минимальной для щелевой системы, а максимальная радиационная плотность на выходе формирователя характерна для модифицированной волноводнорезонансной конструкции.



плотности для МоК_{αβ} в потоках, сформированных микрощелевой системой (a), простейшим ПРВР (б) и волноводом-

резонатором с разновеликими рефлекторами (в) от расстояния до заднего среза формирователей.

Из сравнения полученных кривых видно, что при расстоянии между задним срезом формирователя и тестируемым образцом порядка 50 мм, потоки, формируемые всеми тремя типами использованных устройств, характеризуются приблизительно равной величиной радиационной плотности. При расстояниях, существенно превышающих этот порог, радиационная плотность оказывается выше для микрощелевого формирователя. В то же время при малых расстояниях существенное превосходство по этому параметру наблюдается для потоков, сформированных ПРВР. Таким образом, проведенные исследования дают основания утверждать, что применение волноводов-резонаторов в качестве формирователей потока возбуждения РФА ПВО спектрометров оправдано при малых дистанциях между задним срезом этих устройств и положением анализируемого объекта. Именно такая ситуация реализуется в РФА ПВО спектрометре оригинального дизайна.

[1] Y. Yoneda, T. Horiuchi, Rev. Sci. Inst, v.42, pp. 1069-1070 (1971).

[2] Handbook of X-ray Spectrometry / Ed. by R.E. Van Gricken, A.A.Markowicz, part 9 (2002).

[3] В.К. Егоров, А.П. Зуев, Б.А. Малюков, Известия ВУЗов, Цветная металлургия, №5, стр. 54-63 (1997).

[4] В.К. Егоров, А.П. Зуев, Е.В. Егоров, Заводская лаборатория, **т. 67**, стр. 3-11 (2001).

[5] В.К. Егоров, Е.В. Егоров, Поверхность (рент. синх. и нейт. исследования), №7, стр. 5-12 (2005).

[6] E.P. Bertin, Principles and Practice of X-Ray Spectrometric Analysis, Plenum Press: New York, 1975, 1075 p. Новые методы исследования микро- и наноструктур с использованием синхротронных и лабораторных источников рентгеновского излучения

Трехмерная дифракция рентгеновских лучей: новые приложения для диагностики наноструктур

А. Ю. Никулин

Монаш Университет, Мельбурн, Австралия e-mail: Andrei.Nikulin@sci.monash.edu.au

Современные наука и технология научились создавать и использовать структуры с характерными размерами, которые намного меньше длины видимого света, и, соответственно, традиционная микроскопия не может быть использована для изучения и диагностики этих структур. Электронная микроскопия обладает достаточным пространственным разрешением для этого, но она позволяет «смотреть» только на тонкие слои (фольги), приготовленные на основе таких структур, а значит не позволяет изучать динамику таких структур или их об'емные свойства. Таким образом, разработка методов для изучение трехмерных, об'емных структур с высоким, порядка нанометров, разрешением, становится «жизненно необходимой».

Не смотря на то, что свет взаимолействует со всем об'емом материал, через который он проходит, обычно это взаимодействие сводится к одно- или двумерному теоретическому анализу и экспериментальным наблюдениям. В кристаллографии, трехмерность кристаллической решетки очевидна и учитывается многоволновой дифракцией. В методах, когда результатом измерений является изображение, прямое или дифракционное, как правило, возможность наблюдения трехмерности об'екта пропадает из-за интегрирования вдоль вектора падающей волны. В этом случае, необходимо томографическое восстановление. Однако, как будет показано ниже, трехмерная природа дифракции может быть использована для исчерпывающего анализа очень маленьких об'ектов при соблюдении некоторых условий эксперимента.

Важным моментом при рассмотрении трехмерной дифракции на об'ектах является когерентность падающего излучения. Для наблюдения полной трехмерной дифракционной картины от об'екта особенно важной становится «временная когерентность» или «монохроматичность». Для «жесткого» рентгеновского излучения, типичная длина временной когерентности составляет несколько микрон. Поэтому об'екты с толщиной больше этого не могут быть восстановлны из одного-двух изображений, а требуют полного томографического подхода. Однако, если размеры исследуемого об'екта меньше длины когерентности во всех направлениях, правильно измеренная дифракционная картина несет в себе достаточную информацию для полного восстановления об'екта без томографического анализа.

Примером для иллюстрации такого подхода может служить возможность наблюдения цветов белого спектра видимого света при прохождении через стенку мыльного пузыря, которая очень тонкая, и невозможности этого при прохождении света через оконное стекло, которое очень толстое по сравнению с длиной когерентности видимого спектра от обычных источников, например, солнца.

С другой стороны, когерентная дифракционная картина несет в себе также информацию о фазе волны, и значит, для получения полной информации об изучаемом об'екте нужны способы восстановления этой фазы.

Мы разработали метод восстановления фазы рентгеновской волны из измерянной дифрагированной иненсивности. Этот метод основан на аналитических свойствах рассеянного излучения, которые были сформулированы и доказаны в квантовой механике полвека назад [1]. Позднее, подобный подход к восстановлению фазы был рекомендован для отражения от кристаллов [2-3], и недавно был развит для приложений, в которых мы можем наблюдать дифракцию Фраунгофера с высоким угловым разрешением [4].

Вкрадце, идея метода и его экспериментальных воплощений сводится к следующему. По определению, в рамках первого борновского приближения (которое всегда соблюдается при фраунгоферовской дифракции рентгеновских лучей) взаимодействие света с веществом описывается так называемой функцией прохождения: $f(\mathbf{r}) = \exp\{i\frac{2\pi}{\lambda}n(\mathbf{r})t(\mathbf{r})\}$, где $n(\mathbf{r})$ это комплексный показатель преломления в об'екте, \mathbf{r} это радиус-вектор, λ это длина волны и $t(\mathbf{r})$ описывает форму этого об'екта. Результатом взаимодействия является комплексная функция, дифракционная амплитуда, R(Q), которая имеет следующий вид:

 $R(Q) = |R(Q)| \exp(i\varphi(Q)) = \int t(x) \exp(2\pi i Q x) dx.$

Было доказано [1], что в результате принципа причинности все рассеянные волны (их комплексные амплитуды), являются аналитическими функциями. С математической точки зрения это означает, что мнимая и действительная части, а в нашем случае их модуль и фаза, этих функций не независимы, а связаны между собой через так называемое преобразование Гильберта:

$$\phi(Q) = -\frac{1}{\pi} \wp \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\ln |R(Q')|}{Q'-Q} dQ' + 2\sum_{k} \arg(Q-Q_k)$$

= $\phi_{\min}(Q) + \sum_{k} \phi_k(Q)$,

где комплексный вектор дифракции определен как $R(Q) = u(q_n, q_i) + iv(q_n, q_i)$, и где действи-

тельная и мнимая части этого комплексного вектора зависит от угла и энергии падающего излучения, соответсвенно.

Восстановление фазы продифрагировавшей волны таким образом сводится к вычислению «минимальной фазы» (первый член суммы) и локализации и подстановке нулей комплексного полинома (второй член суммы) в полное решение уравнения.



Рис. 1. Графическая иллюстрация наблюдения дифракционных картин от наноструктур [5].

Таким образом, необходимо измерить, с максимальной точностью, дифрагированную интенсивность от об'екта, восстановить фазу этой волны, и, с помощью обратного преобразования Фурье, восстановить этот об'ект (Рис. 1). Интенсивность можно измерять с помощью позиционно-чувствительного детектора. В этом случае, однако, данные измеряются в ограниченном динамическом диапазоне и на ограниченном поле (количестве пикселов детектора) (Рис. 2а). По другому, ту же интенсивность можно измерить с очень высоким угловым разрешением и на практически неограниченном количестве точек с высоким (на 3-4 порядка выше) динамическим диапазоном (Рис. 2b). При этом надо использовать высоко-разрешающий кристалл-анализатор и одноканальный детектор (сцинциллятор или фотодиод).



Рис. 2. Схематическая иллюстрация экспериментального воплощения метода для наблюдения дифракционных картин от наноструктур: (a) с

помощью позиционно-чувствительного детектора, (b) с помощью кристалла-нализатора.

Оба подхода имеют преимущества и недостатки. Прямое наблюдение дифракционной картины требует высоко когерентного источника, стабильности аппаратуры, но при этом этот метод относительно быстр в записи данных. Использование анализатора позволяет избежать требований по поперечной когерентности и стабильности источника, но значительно удлинняет измерения. Основным преимуществом второго подхода является большая гибкость в применимости методов для восстановления фазы рентгеновской волны. Мы использовали и метод, основанный на аналитичности рассеянной волны [1-4], и итерационный метод, развитый Финапом [6], который хотя и не имеет физического обоснования, но был показан работающим во многих случаях при анализе дифракционных картин от наноструктур [7].



Рис. 3. Экспериментальные интенсивности полученные от наночастиц в алюминиевом сплаве: (а) и (b) записаны при повороте образца на 45⁰.



Рис. 4. Восстановленные формы наночастиц: (а) в алюминиевом сплаве; (b) окисел титана в полимере; (c) углеродная нанотрубка [5].

Еще одним преимуществом изпользования анализатора является возможность наблюдения разных проекций пересечения Фурье-образа об'екта со сферой Эвальда при простом азимутальном вращении образца [5], из которых можно восстановить трехмерное изображение наносруктуры без томографического анализа [5] (Рис. 3-4).

Наночастицы, показанные на Рис. 4, были восстановлены по форме, но их элементный состав невозможно определить при использовании алгоритма Финапа. В тех случаях, когда можно использовать метод восстановления фазы по аналитическим свойствам амплитуды, можно полностью определить профиль показателя преломления структуры в пределах анализируемой апертуры (например, [8]) (Рис. 5).



Рис. 5. Экспериментальные интенсивности (а) и восстановленные профили покзателя преломления (b) металлических интерфейсов [8].

В [8] мы показали, что двух проекций образца по отношению к падающей волне достаточно для полного восстановления профилей комплексного показателя преломления даже в интерфейсах между разными материалами без томографического анализа.



Рис. 6. Экспериментальные интенсивности полученные от кремниевых нанотрубок.

Недавно, мы записали экспериментальные интенсивности от кремниевых нанотрубок, сделанных в ИПТМ АН РАН. Из рисунка 6 очевидно, что с увеличением продолжительности времени отжига, характерный размер трубок увеличивается (угол между центральным максимумом и первым порядком дифракции уменьшается). Эти исследования будут продолжены в скором времени и должны привести к разработке нового метода для неразрушающей диагностики таких структур.

Неразрушающая природа описываемого метода особенно важна для неблюдения роста наночастиц [9]. Недавно мы осущестивли экспериментальное наблюдение роста преципитатов в алюминий-медь сплавах, используемых в авиастроении. Не смотря на то, что существует много теоретических моделей роста таких частиц, до разработки описываемой методики не существовало неразрушающих методов изучения динамики наночастиц в подобных сплавах. Причем этот метод позволяет проводить трехмерный анализ роста и динамики наночастиц.



Рис. 7. Экспериментальные интенсивности полученные от алюминий-медь наночастиц в алюминиевой матрице измерянные после различного времени отжига образца при 220С.

Недавно в ИПТМ РАН были выращены монокристаллы алюминия для детального продолжения этих исследований. Первые результаты экспериментов с монокристаллическим матрицами, содержащими такие наночастицы, были проведены на SPring-8 синхротроне в Японии в 2007-2008. Эти исследования будут продолжены с использованием синхротронных и лабораторного источников рентгеновского излучения.

- ¹ van Kampen N. G., Phys. Rev. **89**, 1072 (1953).
- ² Petrashen' P. V., Chukhovski, F. N., Dok. Akad. Nauk SSSR **309**, 105 (1989).
- ³ Nikulin A. Y., Phys. Rev. B **57**, 11178 (1998).
- ⁴ Nikulin A. Y., Darahanau A. V., Horney R. B., Ishikawa T., Physica B 349, 281 (2004).
 ⁵ Nikulin A. Y., Dibarian B. A. Zataraja N. A.
- ⁵ Nikulin A. Y., Dilanian R. A., Zatsepin N. A., et. al., Nano Letters **7**, 1246 (2007).
- ⁶ Fienup J. R., Applied Optics **21**, 2758 (1982).
- van der Veen F., Pfeiffer F., J. Phys.: Condens. Matter 16, 5003 (2004).
- ⁸ Darahanau A. V., Nikulin A. Y., Dilanian R. A., et. al., Phys. Rev. B **75**, 075416 (2007).
- ⁹ Zatsepin N. A., Dilanian R. A., Nikulin A. Y., et. al., Appl. Phys. Lett., **92**, 134101 (2008).

Исследование свойств протяженных дефектов методом EBIC и XBIC

Е.Б. Якимов ИПТМ РАН, Черноголовка e-mail: yakimov@iptm.ru

При исследовании свойств протяженных дефектов в полупроводниковых кристаллах часто возникают задачи, связанные с оценкой электрической активности одновременным И определением элементного состава таких дефектов. В частности, такие задачи необходимо решать при исследовании мультикристаллического кремния для солнечной энергетики. Этот материал должен быть достаточно дешевым, вследствие чего он, как правило, содержит переходные металлы в высоких концентрациях, достаточных для заметного понижения эффективности солнечных элементов. Однако, в большинстве случаев эти металлы присутствуют в виде преципитатов, электрическая активность которых существенно ниже, чем растворенных атомов, что может заметно понижать влияние таких примесей. Кроме того, атомы примесей могут декорировать обычно присутствующие мультикристаллическом в кремнии протяженные дефекты (дислокации и границы зерен), повышая их влияние на время жизни неравновесных носителей заряда, а значит и на эффективность солнечных элементов. Таким образом, примеси могут косвенно влиять на параметры солнечных элементов. Поэтому один из путей повышения эффективности солнечных элементов на основе мультикристаллического кремния связан с понижением влияния примесных атомов путем контролируемого перевода их в менее активное состояние. А развитие этого подхода основано на исследованиях электрических свойств отдельных преципитатов и структурных дефектов, декорированных атомами металлов. В принципе, такие исследования могут проводиться в растровом электронном микроскопе с использованием метода наведенного тока (EBIC) для выявления и исследования электрических свойств преципитатов и рентгеновского микроанализа для изучения их элементного состава. Однако качество современного мультикристаллического кремния чувствительность достаточно высоко И рентгеновского микроанализа недостаточна для проведения таких исследований. Чувствительность рентгеновского флуоресцентного анализа (XRFA) на несколько порядков выше, в связи с чем и возникла необходимость развития метода для исследования локальных электрических свойств в рентгеновском микроскопе – аналога метода наведенного тока. Такой метод (XBIC) был реализован на источнике предложен И синхротронного излучения в [1,2], где было показано, что этот метод позволяет выявлять

электрически активные протяженные дефекты в кристаллах кремния и проводить исследования их состава методом рентгеновского флуоресцентного анализа.

Качественное сравнение методов EBIC и ХВІС показывает, что чувствительность второго метода может быть заметно ниже, особенно при исследовании преципитатов. Однако анализа этого вопроса пока не проводилось. Для метода ЕВІС в настоящее время достаточно хорошо развиты модели, позволяющие количественно описывать контраст протяженных дефектов и, соответственно, характеризовать их электрическую активность. Для метода XBIC, такие модели, позволяющих оценить рекомбинационные характеристики дефектов из ланных. полученных методом тока. индуцированного сфокусированным рентгеновским пучком, вычислить зависимость контраста от глубины расположения дефекта, его радиуса, диффузионной длины в матрице, до сих разработаны, не что существенно пор ограничивает его применение.

В настоящей работе для выявления электрически активных протяженных дефектов и исследования их свойств были проведены исследования ряда образцов мультикристаллического кремния методом наведенного тока (EBIC). проведения Для полированную измерений химически на поверхность образцов через маску с круглыми отверстиями напылялся алюминия для формирования барьеров Шоттки. Измерения проводились в растровом электронном микроскопе JSM-840 в интервале температур 80 - 300 K. Характерные изображения барьеров Шоттки в режиме наведенного тока приведены на рисунке 1. Видно, что при комнатной температуре дефекты практически не выявляются (Рис. 1а), хотя на изображении, полученном при 80 К видны как границы зерен, так и дислокации и преципитаты. Обычно такое поведение протяженных дефектов связано с низкой степенью их декорирования [3,4]. Таким образом можно утверждать, что исследованные кристаллы достаточно чистые, либо растворенные в них примеси не декорировали протяженные дефекты. Эти исследования позволили оценить электрическую активность протяженных дефектов в реальных кристаллах «солнечного» кремния, что необходимо для оценки возможностей их характеризации методом XBIC.

Проведен сравнительный анализ процессов формирования контраста в методах ЕВІС и ХВІС.

Обсуждаются возможности получения количественной информации о рекомбинационных свойствах этих дефектов и методы, позволяющие оценить их влияние на параметры солнечных элементов.





Рис. 1. Изображение диода Шоттки, созданного на мультикристалличеком кремнии, в режиме EBIC при 300 (а) и 80 К (б).

Обсуждаются возможности использования моделей, развитых для описания контраста от протяженных дефектов в методе EBIC, для XBIC метода. По-видимому, ряд моделей может быть использован и для описания контраста в методе XBIC, с той лишь разницей, что распределение генерации неравновесных электронно-дырочных пар сфокусированным электронным пучком необходимо заменить на распределение пар, генерированных ретгеновским пучком.

Приведены оценки сравнительной чувствительности методов ЕВІС и ХВІС. Показано, что, если для двумерных дефектов, таких как границы зерен, их чувствительность может быть сравнима, для преципитатов чувствительность метода ЕВІС существенно выше. Этот вопрос представляется достаточно важным, поскольку даже чувствительности метода наведенного тока часто не хватает для выявления и исследования свойств протяженных дефектов в кремнии [5]. Показано, что моделирование сигнала необходимо как для количественных оценок электрической активности дефектов, так и для оптимизации режимов измерения.

- [1] Vyvenko O.F., Buonassisi T., Istratov A. A., Hieslmair H., Thompson A. C., Schindler R., Weber E. R., J. Appl. Phys. **91**, 3614 (2002).
- [2] Buonassisi T., Heuera M., Vyvenko O.F., Istratov A. A., Weber E. R., Cai Z., Lai B., Ciszek T.F., Schindler R., Physica B **340–342**, 1137 (2003).
- [3] Kittler M., Ulhaq-Bouillet C., Higgs V., Mater. Sci. Engineer. B **24**, 52 (1994).
- [4] Yakimov E.B., J. Phys. III 7, 2293 (1997).
- [5] Yakimov E.B., Solid State Phenomena **131-133**, 529 (2008).

Нанофокусный рентгеновский источник на разборной трубке

В. Д. Гелевер, Д. С. Репин

ООО "Диагностика-М", г. Москва, Россия e-mail: info@x-ray.ru

В настоящее время ряд фирм выпускают нанофокусные рентгеновские источники (РИ), используемые в различных дефектоскопических установках, которые имеют фокусное пятно 0,5 – 1 мкм на вольфрамовом термокатоде при 20 кВ. Такие фокусные пятна позволяют разрешать детали в несколько сотен нанометров с низким контрастом и с увеличением размеров.

Для получения фокусных пятен в диапазоне 10 – 100 нм нало снижать ускоряющее напряжение до 3-5 кВ, чтобы уменьшить эффективную длину пробега электронов в мишени, из-за которой размер фокусного пятна (источника рентгена) больше размера электронного пучка. При этом существенно уменьшится мощность и плотность мощности рентгеновского источника. Это уменьшение при изображений формировании объектов С наноразмерами частично компенсируется повышением поглощения мягкого рентгеновского излучения в наноразмерных деталях.

Для решения этой задачи разрабатывается рентгеновский источник нанофокусный на разборной трубке для ускоряющих напряжений 3-40 кВ. Для фокусировки электронного пучка применяется оптимизированная для низких ускоряющих напряжений система из трех магнитных линз и электронной пушки на вольфрамовом термокатоде. Она позволяет получать минимальный размер электронного пучка 10 нм. Система линз размещена в одном каркасе $(170 \times 350 \times 300 \text{ мм})$ вес ~30 кг) с магниторазрядным насосом ручными И затворами (рис. 1).



Рис. 1 Разборная рентгеновская трубка

Конструкция последней линзы перед мишенью позволяет работать со всеми типами мишеней при примерно равных параметрах и устанавливать вакуумную камеру с координатными столиками и детектором вторичных электронов для работы в режиме растрового микроскопа высокого разрешения (рис. 2). В принципе, возможны комбинации РИ с ACM и рентгено-флюоресцентным анализатором.



Рис 2. Вариант конструкции рентгеновского источника с камерой от микроскопа МРЭМ-200.

Для питания фокусирующе-отклоняющей системы магнитных линз и отклоняющих систем используется растровое питающее устройство, которое состоит из низковольтных источников питания катушек, генератора разверток и усилительного тракта. Оно позволяет в сцинтилляционным детектором сочетании со получать В прошедшем рентгеновском излучении растровое изображение поверхности мишени. По этим изображениям можно оперативно фокусировать электронный пучок на мишени, оценивать размер фокусного пятна, и при необходимости юстировать фокусное пятно относительно рентгенооптических элементов. В качестве тестовой мишени используется мишень, состоящая из кристаллов со средним размером 20 мкм, толщиной 1-3 мкм (рис. 3, 4, 5). При этом, как показали растровые электронные изображения мишени, зазоры между кристаллами 0,05 – 2 мкм. Пленка мишени на бериллии (рис. 3) растрескалась большей частью не полностью, и только в некоторых микронных зазорах наблюдаются тонкие зазоры полного раскола между частями кристаллов. На рис. 6, 7 органической приведены снимки пленки толщиной 150 мкм с частицами Zn менее 20мкм.



Рис. 3. Растровое изображение поверхности мишени в прошедшем рентгеновском излучении при 10 кВ.



Рис. 4. Растровое изображение поверхности мишени в прошедшем рентгеновском излучении. Обратный контраст, 25 кВ (белая круглая область испарения материала мишени имеет размер 2 мкм).



Рис. 5 Рентгеновское изображение мишени в качестве объекта (25 кВ, рентгеновская пленка).



Рис. 6. Рентгеновское изображение частиц цинка в пленке (15 кВ, рентгеновский детектор).



Рис. 7. Изображение пленки с наночастицами (верхний снимок – с рентгеновского детектора, нижний – с рентгеновской пленки).

Перед пленкой (рис. 6) установлена для масштаба сетка с шагом 50 мкм и перемычкой

10 мкм. На снимке видно, что при этом ускоряющем напряжении микрочастицы имеют низкий контраст. Мелкие частицы видны под перемычкой толщиной примерно 10 мкм, после прохождения которой интенсивность излучения уменьшается примерно в два раза. Для повышения контраста частиц необходимо снижать ускоряющее напряжение, но имеющий детектор эффективно регистрирует рентгеновское излучение до 10 кэВ. Пока проблема будет решаться применением рентгеновской пленки как на воздухе (рис. 7), так и, возможно, в вакууме.

Сейчас ведется настройка нанофокусного источника. При испытаниях первого варианта экспериментального образца просвечивающего рентгеновского микроскопа (рис. 8) на разборной трубке по растровому изображению тестовой мишени в прошедшем рентгеновском излучении получено на 10 кВ разрешение 0,1 – 0,2 мкм [1]. В проекционном режиме на рентгеновском детекторе при 25 кВ достигнуто разрешение 0,3 мкм. Сейчас трудно точно сказать, какое будет достигнуто предельное разрешение, и на каких нанообъектах. Оно будет зависеть как от параметров электронного пучка, так и от параметров мишени, контраста деталей объектов, параметров детектирующей системы. Но, как показывают предварительные результаты расчеты, проведенная оптимизация И конструкции рентгеновского источника позволит получить фокусное пятно порядка 30 нм с достаточной мощностью для получения изображений временах при приемлемых регистрации. При этом практика рентгеновской микроскопии показывает, что возможное достигаемое разрешение может быть в 3-5 раз меньше фокусного пятна.

При настройке нанофокусного источника основными проблемами являются отсутствие тест-объектов для диапазона 10 – 100 нм, а также рентгеновского детектора на диапазон менее 15 кВ. Для решения проблемы с тест-объектами сейчас устанавливаются контакты с различными исследователями, которые имеют реальные наноразмерные объекты и исследуют их на ПЭМ, РЭМ, АСМ, а также другими приборами. Проблема детектора для мягкого рентгена в некоторой степени решается применением рентгеновской пленки.



Рис. 8. Просвечивающий рентгеновский микроскоп (ПРМ) с разборной трубкой на левой стенке защитной камеры и столиком объектов на задней стенке.

[1] В.Д. Гелевер, НАНОИНДУСТРИЯ, 2008, № 3, с 20.

Спектрометрия УХН с интерферометрами Фабри-Перо

А. И. Франк

Лаборатория нейтронной физики им. И.М.Франка Объединенного института ядерных исследований,

Дубна, Россия

e-mail: frank@nf.jinr.ru

Настоящий доклад представляет собой краткий обзор работ по спектроскопии ультрахолодных нейтронов (УХН), суммирующий опыт применения нейтронных интерферометров Фабри- Перо в фундаментальных нейтроннооптических исследованиях. Работы выполнены объединенной группой Лаборатории ИМ. И.М.Франка ОИЯИ, РНЦ «Курчатовский институт» Института Лауэ-Ланжевена (Гренобль. и Франкция).

Нейтронный интерферометр Фабри Перо (ИФП) или Нейтронный интерференционный фильтр (НИФ) представляет собой планарную тонкопленочную нано структуру, приготовленную из пленок двух сортов с сильно различающимися величинами pb, где p объемная плотность атомных ядер, а b – длина когерентного рассеяния. В простейшем случае таких пленок три. Материал пленок и параметры структуры подбираются таким образом, что эффективный потенциал фильтра представляет собой два барьера с потенциальной ямой между ними. Типичная высота потенциального барьера составляет несколько единиц на 10⁻⁷эВ. Ширина ямы (толщина пленки с малым оb) выбирается образом, что В ней возможно таким сушествование единственного квазисвязанного состояния. В отсутствии такого состояния вероятность туннелирования сквозь два барьера мала и система проницаема в основном для нейтронов с энергией выше барьера. В рассматриваемом же случае зависимость проницаемости от энергии характеризуется узким резонансом в подбарьерной области, причем положение резонанса совпадает с положением уровня квазисвязанного состояния. Ширина резонанса, составляющая обычно величину в несколько нэВ, определяется проницаемостью барьеров. Резонансный позволяет характер пропускания ΗИΦ использовать прецизионной их для спектрометрии УХН.

Нами были изготовлены интерферометры (фильтры) следующих типов [1,2].

- Трехслойные фильтры Ni(N)-Si-Ni(N) и Ni(N)-Ti/Zr-Ni(N) двух модификаций, имеющие единственный резонанс с энергией 107 нэВ или 127 нэВ соответственно. Характерные толщины слоев 20-30 нМ
- 2. Для уменьшения вероятности туннелирования вне резонансной линии и подавления крыльев резонансной кривой

были изготовлены пятислойные фильтры. В этом случае потенциальная структура имеет две ямы и резонансные линии вообще говоря расщепляются. Однако, параметры фильтра выбирались таким образом, чтобы величина расщепления уровней была порядка их собственных ширин.

- Для специальных целей был изготовлен девятислойный фильтр из чередующихся слоев Ni(N) и Ti/Zr. Линия пропускания имела в этом случае форму трапеции.
- 4. Для экспериментов с УХН была разработана специальная структура, состоящая из 120 чередующихся слоев Ni(N) и Ti/Zr и предназначенная для подавления фона "надбарьерных" нейтронов. Она хорошо пропускала УХН с энергией 50-200 нэВ и эффективно отражала нейтроны больших энергий.

Впоследствии были изготовлены структуры, в которых вместо Ni(N) использовался сплав NiV, а также пятислойный структуры с заметным расщеплением двух уровней.

Первоначальный контроль качества фильтров и проверка соответствия толщин слоев их расчетным значениям проводились методом рентгеновской рефлектометрии. Часть фильтров была дополнительно исследована с помощью нейтронного рефлектометра (см. рис.1).



Рис. 1. Коэффициент отражения нейтронов от трехслойной структуры Ni(N)-Si-Ni(N) в зависимости от "нормальной" длины волны.

В качестве основной экспериментальной установки использовался гравитационный спектрометр УХН [3]. В этом приборе два интерферометра с различающимися





Рис.2. Гравитационный спектрометр УХН 1- камера очистки; 2- вакуумный кожух; 3кольцевой коридор;4 - ИФП-монохроматор; 5-ИФП - анализатор; 6 - каретка; 7- стеклянный нейтроновод; 8- высокооборотный мотор; 9 детектор; 10 - шаговый двигатель

Нейтроны, прошедшие через первый ИФП – монохроматор, ускоряются на пути ко второму ИФП в гравитационном поле Земли. При бесконечно узкой ширине резонансов такая система пропускала бы нейтроны только при выполнении условия

$$\mathbf{E}_1 + \mathbf{mgL} = \mathbf{E}_2, \qquad (1)$$

где E₁ и E₂ – положение резонансов двух интерферометров, m – масса нейтрона, g – vскорение свободного падения и L – расстояние между фильтрами. В реальном случае условие максимума определяет положение (1)пропускания. Меняя расстояние межли фильтрами L можно измерить зависимость пропускания от энергии - так называемую кривую сканирования. Эта кривая определяется просто величиной свертки спектральных кривых двух интерферометров. Ее ширина составляла 6-7 нэВ.

Первой работой, выполненной с этим прибором, был эксперимент [3] по проверке справедливости для УХН общепринятого закона дисперсии нейтронных волн в веществе. $k^2 = k_0^2 - 4\pi\rho b$

(2). Здесь k – волновое число в среде, k₀ – волновое число в вакууме.

Идея опыта [4] основана на том обстоятельстве, что в случае справедливости соотношения (2) и только в этом случае, нормальная компонента волнового числа в среде зависит он латеральной компоненты не волнового числа падающей волны. В этом эксперименте ИФП- монохроматор (4 на рис. 2) было вращать в горизонтальной можно плоскости, так что его линейная скорость в области, где проходят нейтроны, достигала величины порядка 35м/с, в то время как скорость нейтронов была около 5м/с. При вращении ИФП и увеличении относительной скорости нейтронов и образца, в случае отклонений от закона дисперсии (2) положение резонансной линии должно смещаться, что должно повлечь и смещение кривой сканирования.





Такой эффект был действительно обнаружен (см. рис. 3), однако выяснилось, что имеет иное, чем предполагалось, ОН происхождение. С большой степенью уверенности можно утверждать, что этот эффект обусловлен рассеянием нейтронов на межслойных шероховатостях, резко усиленным условиях резонансного туннелирования. в Теоретический анализ [5] свидетельствует, что такое рассеяние искажает и смещает форму линии пропускания ИФП, причем в согласии с опытом эффект обратно пропорционален величине полного волнового числа нейтрона.

Перечислим некоторые результаты, полученные нами с гравитационным спектрометром УХН.

 Впервые наблюдался эффект квантования энергии при дифракции УХН на движущейся решетке [6]. Этот эффект был предсказан в работе [7] и более детально изучен в [8] (рис.4). Его физическая сущность состоит в том, что движение периодической структуры поперек направления распространения нейтронной волны модулирует прошедшую волну с частотой f=V/d, где V-скорость решетки a d ее период, что приводит к появлению сателлитов в частотном (и энергетическом) спектре состояния.



Рис.4. Эффект квантования энергии движущейся решеткой. В случае быстрого движения фазовой π/2 решетки спектр расщепляется. Видны пики ±1 порядка с энергией, отличающейся от исходной.

- 2. Были проверены основные теоретические предсказания нейтронной оптики сильно поглощающих сред [9,10]. Измерялась зависимость энергетическая величины пропускания естественного гадолиния для УХН, когда сечение поглощения достигало гигантской величины 23Мбарн, а длина поглощения была втрое короче длины волны. Попутно были определены параметры эффективного оптического потенциала для гадолиния.
- 3. Впервые наблюдался новый оптический эффект, называемый нами эффектом ускоряющегося вещества. Он состоит в том, что при прохождении волны любой природы через преломляющий образец, двигающийся с ускорением, частота прошедшей волны оказывается отличной от начальной. В случае нерелятивистских массивных частиц изменение частоты означает изменение скорости энергии и частицы. Теория предсказывает, что этот эффект должен существовать как в обычной [11], так и в нейтронной оптике [12,13]. До настоящего времени он, по-видимому, наблюдался только в наших экспериментах [14,15]. Переданная нейтрону энергия составляла величину (2-6)×10⁻¹⁰ эВ и была измерена с точностью, лучшей чем 10% (см. рис.5).
- 4. С целью проверки справедливости принципа эквивалентности для нейтрона было измерено ускорение свободного падения нейтрона. В эксперименте сравнивалась величина энергии нейтрона mgH при его падении на высоту H с

квантом энергии $\hbar\Omega$, где $\Omega = 2\pi V/d$, при дифракции на движущейся решетке. Для фактора эквивалентности γ получена величина $1 - \gamma = (1.8 \pm 2.1) \times 10^{-3}$



Рис.5. Фаза осцилляции скорости счета нейтронов, прошедших через образец, помещенный между двумя ИФП и совершающий колебательное движение (эксперимент и расчет).

Прямая линия – расчет в предположении об отсутствии эффекта ускоренного вещества.

Работы выполнены при поддержке РФФИ (проекты 96-02-16469, 00-02-17172, 06-02-16970).

- И.В.Бондаренко, В.И.Боднарчук, С.Н.Балашов, и др. ЯФ, 62, 775 (1999).
- [2] A.I.Frank, S.V.Balashov, V.I. Bodnarchuk, I.V.Bondarenko., et. al. Proc. SPIE 3767, 360(1999).
- [3] И.В.Бондаренко, С.Н.Балашов, П.Гелтенборт и др. Письма в ЖЭТФ, 67, 741 (1998).
- [4] А.И.Франк, В.Г.Носов. ЯФ, 58, 453 (1995).
- [5] A.I.Frank, S.N.Balashov, I.V.Bondarenko, P.Geltenbort et al. JINR Communication E3-2004-216.

[6] A.I.Frank, S.N.Balashov, I.V.Bondarenko, et al.,

Phys. Lett. A 311 6 (2003).

[7] V.G.Nosov, A.I.Frank, Phys.Lett. A188, 120, (1994)

[8] А.И.Франк, П.Гелтенборт, Г.В.Кулин, и др.

Письма в ЖЭТФ, 81, 541 (2005).

[9] А.И.Франк, В.И.Боднарчук, П.Гелтенборт, и др. ЯФ, 66, 1879 (2003).

[10] А.И.Франк, П.Гелтенборт, Г.В.Кулин, и др. Письма в ЖЭТФ, 84, 131 (2006).

[11] K. Tanaka. Phys. Rev. A 25, 385 (1982).

- [12] F. V. Kowalski. Phys. Lett. A 182, 335 (1993).
- [13] В.Г.Носов, А.И.Франк, ЯФ, 61, 686 (1998)

[14] И.Франк, П.Гелтенборт, Г.В.Кулин и др.,

Письма в ЖЭТФ, 84, 485 (2006).

[15]. А.И.Франк, П.Гелтенборт, М.Жентшель, и др. ЯФ, 71, (2008)

[16] А.И.Франк, П.Гелтенборт, М.Жентшель, и др., Письма в ЖЭТФ, 86, 255 (2007).

Изменение функции пространственной когерентности при дифракционном отражении рентгеновского излучения

В. А. Бушуев

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 119991 ГСП-1 Москва, Россия e-mail: vabushuev@yandex.ru

С появлением синхротронных источников рентгеновского излучения (РИ) третьего поколения резко повысился интерес к проведению исследований, использующих высокую степень пространственной когерентности этого излучения. К настоящему времени получены впечатляющие результаты в области получения рентгеновских когерентных фазоконтрастных, дифракционных и безлинзовых изображений с субмикронным разрешением (см. ссылкм в [1, 2]).

Когерентные свойства РИ оказывают самое непосредственное влияние на характер распространения РИ в свободном пространстве, на дифракционное отражение частично когерентного излучения от кристаллов или многослойных зеркал, на формирование фазоконтрастного и дифракционного изображения различных объектов. В связи с этим значительный интерес представляет исследование эволюции функции пространственной когерентности (ФПК) поля РИ на пути "источник-объект-детектор".

В качестве "источника" могут рассматриваться рентгеновские трубки, источники синхротронного излучения (СИ), рентгеновский лазер на свободных электронах; выходная щель после источника; излучение, отраженное кристаллами или зеркалами, на которые падает излучение, сформированное предыдущими элементами рентгеновской оптики. В качестве объектов могут рассматриваться коллимационные щели, кристаллы в схеме брэгговской дифракции, гладкие поверхности и многослойные структуры, а также слабопоглощающие объекты в схеме рентгеновского фазового контраста.

В связи с достаточно большими расстояниями (50-100 м) в экспериментах с использованием СИ необходим строгий учет изменения фазы волны и дифракционного расплывания пучка по мере его распространения в свободном пространстве от источника до объекта, а затем и до детектора. Большинство исследований ограничиваются обычно рассмотрением частных или предельных случаев: 1) приближение плоской или сферической волны, 2) приближение расходящегося когерентного или полностью некогерентного излучения. В реальной же ситуации излучение представляет собой, как правило, частично когерентный и ограниченный пучок.

Согласно принципу Гюйгенса-Френеля, поле $E(\mathbf{r})$ в точке наблюдения \mathbf{r} и поле $E_S(\mathbf{r}')$ на поверхности источника определяется

следующим интегральным соотношением:

$$E(\mathbf{r}) = \int G(\mathbf{r}, \mathbf{r}') E_{\mathcal{S}}(\mathbf{r}') d\mathbf{r}',$$

где $G(\mathbf{r}, \mathbf{r}')$ – пропагатор. Отсюда следует, что интенсивность $I(\mathbf{r}) = |E(\mathbf{r})|^2$ будет определяться корреляцией полей E_S в различных точках источника. Функция когерентности случайного стационарного во времени поля $E(\mathbf{r}, t)$ характеризует корреляцию между полями в различных точках пространства в различные моменты времени [3]:

$$\Gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2; \tau) = \langle E(\mathbf{r}_1, t) E^*(\mathbf{r}_2, t+\tau) \rangle, \qquad (1)$$

где угловые скобки означают усреднение за достаточно большой промежуток времени по сравнению с характерным временем флуктуаций поля. Нормированную на единицу функцию когерентности (1) называют корреляционной функцией (КФ):

$$\mu(\mathbf{r}_1, \, \mathbf{r}_2; \, \tau) = |\Gamma(\mathbf{r}_1, \, \mathbf{r}_2; \, \tau)| / [I(\mathbf{r}_1)I(\mathbf{r}_2)]^{1/2}, \qquad (2)$$

где $I(\mathbf{r}) = \langle |E(\mathbf{r}, t)|^2 \rangle = \Gamma(\mathbf{r}, \mathbf{r}; 0) - интенсивность.$

Рассмотрим вначале простейший случай, когда на кристалл падает случайная волна $E_0(x, z, t) = A_0(x)\exp(ik_0z - i\omega_0t)$, где комплексная амплитуда $A_0(x)$ зависит случайным образом только от координаты x, $k_0 = \omega_0/c = 2\pi/\lambda$, λ длина волны. Введем поперечную функцию пространственной когерентности (ФПК)

$$\Gamma_0(x, x + \rho) = \langle A_0(x) A_0^*(x + \rho) \rangle.$$
(3)

Представим амплитуду волны $A_0(x)$ в виде

$$A_0(x) = \int A_0(q) \exp(iqx) dq.$$
(4)

Для однородных случайных полей ФПК (3) не должна зависеть от x, что выполняется лишь в том случае, если случайные амплитуды $A_0(q)$ в (4) являются δ -коррелированными:

$$= G_0(q)\delta(q-q'),$$
 (5)

где $G_0(q)$ - спектральная плотность (угловой спектр мощности), определяемая соотношением

$$=\int G_0(q)dq.$$
 (6)

ФПК $\Gamma_0(\rho)$ и спектр $G_0(q)$ связаны между собой прямым и обратным преобразованиями Фурье (аналог теоремы Винера-Хинчина [3]):

 $\Gamma_0(\rho) = \int G_0(q) \exp(-iq\rho) dq, \qquad (7)$

$$G_0(q) = (2\pi)^{-1} \int \Gamma_0(\rho) \exp(iq\rho) d\rho.$$
(8)

Если ФПК (7) падающей на кристалл плоской случайной волны имеет вид функции Гаусса $\Gamma_0(\rho) = I_0 \exp[-(\rho/\rho_0)^2]$, где ρ_0 - поперечная длина пространственной когерентности (ДПК), то угловой спектр $G_0(q) = \langle |A_0(q)|^2 \rangle$ (8) также является гауссовской функцией:

$$G_0(q) = (I_0 / \Delta q_0 \pi^{1/2}) \exp[-(q / \Delta q_0)^2].$$
(9)

Здесь $\Delta q_0 = 2/\rho_0$ – ширина углового спектра $G_0(q)$ в *q*-пространстве, что эквивалентно угловой ширине спектра $\Delta \theta_0 = \Delta q_0/k_0 = \lambda/\pi \rho_0$.

Получим выражение для поперечной ФПК

$$\Gamma_g(\rho, s) = \langle A_g(x, s) A_g^*(x + \rho, s) \rangle$$
 (10)

дифракционно отраженной (g = h) и прошедшей (g = 0) волн $E_g(\mathbf{r}) = A_g(\mathbf{r}, s) \exp(i\mathbf{k}_g \mathbf{r})$ при падении на кристалл случайной плоской волны. Здесь $\mathbf{k}_h = \mathbf{k}_0 + \mathbf{h}$, \mathbf{h} - вектор обратной решетки, $s = -k_0 \gamma_0 \Delta \theta$, $\gamma_0 = \cos(\mathbf{k}_0 \mathbf{n})$, \mathbf{n} - нормаль к поверхности, $\Delta \theta$ - отстройка от угла Брэгга θ_B .

По аналогии с (4) разложим случайную амплитуду $A_h(x, s)$ в интеграл Фурье, подставим $A_g(x, s)$ в (10) и учтем, что каждая спектральная компонента $A_g(q, s) = B_g(q + s)A_0(q)$, где $B_0 = R(q)$ и $B_h = T(q)$ – амплитудные коэффициенты отражения и прохождения. В итоге получим, что

$$\Gamma_g(\rho, s) = \int |B_g(q+s)|^2 G_0(q) \exp(-iq\rho) dq. \quad (11)$$

Таким образом, ФПК отраженной (прошедшей) волн определяются Фурье-преобразованиями от произведения кривой дифракционного отражения (прохождения) когерентной плоской волны и спектральной плотности падающей случайной волны. Интегральная ДПК определяется как $\rho_{gi} = 0.5 \int \mu_g(\rho) d\rho$, где g = 0, h. Кривая дифракционного отражения $P_R(s) = \Gamma_h(0, s)/bI_0$, где $b = \gamma_0/|\gamma_h|$ - коэффициент асимметрии отражения.

Длину пространственной когерентности р_h отраженной случайной волны можно оценить как

$$\rho_h \approx (1/b)(\rho_0^2 + L_h^2)^{1/2},$$
 (12)

где $L_h = L_{ex} \sin 2\theta_B / |\gamma_h|$, $L_{ex} = \lambda (\gamma_0 |\gamma_h|)^{1/2} / \pi C |\chi_h|$ - глубина экстинкции. Из (12) следует, что в случае почти некогерентного падающего излучения с малой длиной когерентности $\rho_0 << L_h$ ДПК отраженной волны $\rho_h \approx L_h / b$ всегда увеличивается по сравнению с ρ_0 . При увеличении ρ_0 ДПК отраженной волны приближается к $\rho_h \approx \rho_0 / b$. Наиболее оптимальным для повышения степени пространственной когерентности отраженного излучения является резко асимметричный случай с b << 1, для которого $\rho_h >> \rho_0$. На рис. 1 и 2 представлены корреляционные функции (2) отраженной волны $\mu_h(\rho)$ при различных значениях ДПК ρ_0 падающего излучения в случаях симметричного (рис. 1) и резко асимметричного (рис. 2) брэгговского отражения. Видно, что при $\rho_0 \ge L_h$ функции $\mu_0(\rho)$ и $\mu_h(\rho)$ практически совпадают (кривые 2 и 2' на рис. 1).



Рис. 1. КФ падающего (кривые 1, 2) и отраженного (1', 2') излучения при значениях ДПК падающей волны $\rho_0 = 1$ мкм (1, 1') и $\rho_0 = 4$ мкм (2, 2').

Излучение Си K_{α} , отражение Si(111), b = 1, ($L_h = 2.9$ мкм), $\Delta \theta = 0$. Интегральная ДПК отраженной волны $\rho_{hi} = 2.8$ мкм и 3.8 мкм для кривых l' и 2', соответственно.



Рис. 2. КФ падающего (1, 2) и отраженного (1', 2') излучения при ДПК падающей волны $\rho_0 = 0.1$ мкм (1, 1') и $\rho_0 = 1$ мкм (2, 2'); b = 0.1, ($L_h = 0.91$ мкм), $\Delta \theta = 0$; ДПК $\rho_{hi} = 7.7$ мкм и 10.5 мкм для кривых 1' и 2', соответственно.

Однако в случае слабокоррелированного падающего излучения помимо почти трехкратного увеличения ДПК происходит формы КΦ существенное измение $\mu_h(\rho)$: исходная гауссовская функция $\mu_0(\rho)$ - 1 трансформируется в отраженном излучении в кривую µ_h(р) l' с затухающими осцилляциями типа $(\sin x/x)^2$ (рис. 1). С переходом к асимметричному отражению с *b* << 1 ДПК р_{hi} может в десятки раз превышать длину ρ_0 (рис. 2).

В геометрии Лауэ в случае тонкого кристалла ФПК сильно отличаются для проходящего и отраженного излучений (рис. 3) и практически совпадают в условиях эффекта Бормана (рис. 4).

Более реальной моделью по сравнению с плоской случайной волной является ограниченный в пространстве рентгеновский пучок. Пусть в плоскости z = 0 в области Σ_0 задано поле $E_0(x, 0) = A_0(x) \exp(ik_0 z)$ с произвольной амплитудой $A_0(x) = |A_0(x)| \exp[i\varphi_0(x) + i\psi_0(x)]$, где $\varphi_0(x)$ – регулярная фаза, $\psi_0(x)$ – случайная фаза, описывающая когерентные свойства поля. Требуется определить регулярную амплитуду A(x, z) и ФПК в произвольной точке (x, z) области Σ . Амплитуды полей в области наблюдения Σ вблизи оси zи в области Σ_0 ("источник") связаны интегральным соотношением Френеля-Кирхгофа [3]:

$$A(x, z) = \int G(x - \xi, z) A_0(\xi) d\xi, \qquad (13)$$

rge
$$G(x - \xi, z) = (i\lambda z)^{-1/2} \exp[i\pi(x - \xi)^2/\lambda z]$$

- пропагатор свободного пространства.



Рис. 3. Корреляционные функции падающего (1), отраженного (2) и прошедшего (3) излучений в случае Лауэ. ДПК $\rho_0 = 1$ мкм, $\rho_{hi} = 6.1$ мкм и $\rho_{0i} = 2.1$ мкм; толщина кристалла l = 38.5 мкм ($\mu l/\gamma_0 = 0.6$); Cu K_{α} , Si(220), b = 1, $\Delta \theta = 0$.



Рис. 4. КФ падающего (1), отраженного (2) и прошедшего (3) излучений в случае Лауэ. ДПК $\rho_0 = = 1$ мкм, $\rho_{hi} = 6.1$ мкм и $\rho_{0i} = 2.1$ мкм; l = 330 мкм ($\mu l/\gamma_0 = 5.2$); Си K_{α} , Si(220), b = 1.

Функция пространственной когерентности в плоскости *z* имеет вид

$$\Gamma(x, \rho, z) = \langle A(x, z)A^{*}(x+\rho, z) \rangle = (14)$$

$$= \iint G(x-\xi,z)G^{*}(x+\rho-\xi') < A_{0}(\xi)A_{0}^{*}(\xi') > d\xi d\xi'.$$

Усреднение в (14) приводит к появлению в двойном интеграле ФПК источника $\Gamma_0(\xi, \xi')$ с некоторой длиной когерентности ρ_0 .

В практически важном частном случае источника с гауссовым распределением поля $|A_0(x)| = \exp[-x^2/2r_0^2]$, с квадратичным законом изменения фазы $\varphi_0(x) = \alpha_0 x^2/2r_0^2$ и фактором корреляции $\mu_0(\rho) = \exp[-(\rho/\rho_0)^2]$ из (14) можно получить следующие простые аналитические выражения для интенсивности поля I(x, z), корреляционной функции $\mu_1(\rho, z)$ и регулярной фазы $\varphi_1(x, z) = \alpha_1 x^2/2r_1^2$ в любой плоскости z:

$$I(x, z) = (1/S^{1/2})\exp[-(x/r_1)^2],$$

$$\mu_1(\rho, z) = \exp[-(\rho/\rho_1)^2].$$
(15)

Здесь $r_1(z) = r_0 S^{1/2}$ - ширина пучка, $\rho_1(z) = \rho_0 S^{1/2}$ - поперечная ДПК, где

 $S(z) = (1 + \alpha_0 D)^2 + D^2 + 2DW, \qquad (16)$

$$D = \lambda z / 2\pi r_0^2, \qquad W = \lambda z / \pi \rho_0^2,$$
 (17)

$$\alpha_1(z) = \alpha_0 + (1 + \alpha_0^2)D + 2W.$$
(18)

Поперечный размер пучка r_1 и ДПК ρ_1 пропорциональны параметру $S^{1/2}$, который возрастает с увеличением расстояния *z* и параметра фазы α_0 , а также с уменьшением размера источника r_0 и ДПК ρ_0 в плоскости источника z = 0. Ширина углового спектра пучка в любой плоскости *z*

$$\Delta \theta_0 = (\lambda/2\pi r_0) [1 + \alpha_0^2 + 4(r_0/\rho_0)^2]^{1/2}$$
(19)

не зависит от расстояния *z* до источника. Она определяется размером источника r_0 (дифракционная расходимость $\lambda/2\pi r_0$), параметром фазы α_0 , описывающим искривление волнового фронта, и отношением r_0/ρ_0 , определяющим степень корреляции РИ различных точек источника.

В случае практически некогерентного источника ($\rho_0 \ll r_0$) с $\alpha_0 = 0$ из (16) следует, что на достаточно большом расстоянии $z >> Z_1 = \pi r_0 \rho_0 / \lambda$ от источника ДПК $\rho_1 \approx \lambda z / \pi r_0$. Если, например, $\lambda \approx 0.1$ нм, $r_0 = 10$ мкм и $Z_1 \approx 3$ см $\rho_0 = 0.1$ мкм, то И $\Delta \theta_0 \approx \lambda / \pi \rho_0 \approx 1$ угл.мин. Длина когерентности ρ_1 станет сравнима с размером источника r₀ на расстоянии $z \approx \pi r_0^2 / \lambda$. Так, в случае $r_0 = 10$ мкм расстояние $z \approx 3$ м, что позволяет проводить исследования по фазовому контрасту малых объектов даже с использованием полихроматического излучения лабораторных микрофокусных рентгеновских трубок [4].

Амплитуда поля отраженного пучка на

поверхности кристалла $A_h(x_c, s)$, где $x_c = x/\gamma_0$, определяется сверткой амплитуды падающего пучка $A_1(x_c)$ с функцией Грина G_B задачи динамической брэгговской дифракции:

$$A_{h}(x_{c}, s) = \int G_{B}(\xi) A_{1}(x_{c} - \xi) \exp(-is\xi) d\xi, \quad (20)$$

где

$$G_B(\xi) = (2\pi)^{-1} R(q) \exp(iq\xi) dq.$$

Подставим (20) в (10) и после усреднения получим следующее общее выражение для ФПК поля в отраженном пучке:

$$\Gamma_h(x_c, x_c + \rho, s) = \iint G_B(\xi) G_B^*(\xi') \Gamma_1(\sigma, \sigma') \times \exp[is(\xi' - \xi)] d\xi d\xi', \qquad (21)$$

где $\sigma = x_c - \xi$, $\sigma' = x_c + \rho - \xi'$,

$$\Gamma_{1}(\sigma, \sigma') = |A_{1}(\sigma)A_{1}(\sigma')|\exp[i\varphi_{1}(\sigma) - i\varphi_{1}(\sigma')] \times \\ \times \mu_{1}(\sigma, \sigma').$$

Обычно при анализе когерентных свойств частично когерентных пучков предполагается, что корреляционная функция $\mu(x_1, x_2)$ зависит только от расстояния $\rho = x_1 - x_2$ между точками x_1 и x_2 , т.е. $\mu(x_1, x_2) = \mu(\rho)$. Однако, как следует из (21) (см. также рис. 5), поперечная КФ поля $\mu_h(x, \rho)$ после дифракционного отражения имеет разный вид в различных точках $x = x_c |\gamma_h|$ в поперечном сечении пучка, причем форма функции $\mu_h(x, \rho)$ отличается от исходной функции Гаусса $\mu_1(\rho) = \exp[-(\rho/\rho_1)^2]$ для падающего пучка. Например, при малой ДПК $\rho_1 \ll L_h$ в падающем



Рис. 5. КФ $\mu_h(x, \rho)$ в различных точках *x* поперечного сечения отраженного пучка: x = 0 (2), $x = r_h$ (3) и $x = -r_h$ (4). Кривая 1 -КФ падающего пучка. Параметры источника: $r_0 = 30$ мкм, $\rho_0 = 0.5$ мкм, $\alpha_0 = 0$; расстояние z = 0.5 м ($r_1 = 57.5$ мкм, $\rho_1 = 0.96$ мкм, $\alpha_1 = 196$). Интегральная ДПК отраженного пучка $\rho_{hi} = 2.8$ мкм, 4.6 мкм и 2.0 мкм для кривых 2, 3 и 4, соответственно (Cu K_{α} , Si(111), b = 1, $\Delta \theta = 0$).

пучке КФ отраженного пучка $\mu_h(x = 0, \rho)$ близка к функции вида $(\sin(\beta)/\beta)^2$, где $\beta \approx \rho/\rho_h$, ρ_h - ДПК в пучке после дифракционного отражения (см.

кривую 2 на рис. 5). При приближении к краям отраженного пучка $x \approx \pm r_h$, где $r_h = r_1/b$, у функции $\mu_h(x, \rho)$ появляются достаточно протяженные несимметричные "крылья", особенно в области $x \approx r_h$ (рис. 5). Такое необычное поведение КФ $\mu_h(x, \rho)$ вызвано несимметричным видом функции Грина в (21), так как $G_B(\xi) = 0$ при $\xi < 0$. Интегральная ДПК отраженного пучка $\rho_{hi}(x)$ также зависит от поперечной координаты. В практически важных случаях изменение этой длины может составлять 30-100%.

С увеличением угловой расходимости падающего пучка степень искажения корреляционной функции увеличивается. Как и в случае случайной плоской волны, ДПК после отражения от кристалла может увеличиваться в десятки раз по сравнению с ДПК падающего излучения и достигать непосредственно после кристалла 10-30 мкм.

Для сопоставления расчетов с экспериментом обычно используется процедура свертки с называемой аппаратной так функцией, характеризуемой некоторой шириной угловой расходимости $\Delta \theta_0$. Строго говоря, такая процедура не совсем корректна, поскольку, согласно (19), одно и то же значение $\Delta \theta_0$ может быть реализовано при различных значениях ДПК ρ₁ и параметра фазы α₁ в месте расположения образца. Из рис. 6 видно, как сильно меняется профиль отраженного пучка $I_h(x)$ в зависимости от ДПК ρ₁. Из (21) следует, что в случае δкоррелированного пучка $(\rho_1 \ll L_h)$ $I_h(x) \approx c_h(\rho_1/L_h)I_1(x)$, где $c_h = 4/(3\pi^{1/2}) \approx 0.75$, тогда как в случае почти когерентного пучка $(\rho_1 \sim r_1,$ $\rho_1 >> L_h$ профиль пучка $I_h(x) \approx |R(\beta x)|^2 I_1(x)$ близок по форме к кривой дифракционного отражения $|R|^2$, где $\beta = \alpha_1 \gamma_0 b/r_1^2$.



Рис. 6. Влияние ДПК ρ_1 падающего пучка на профиль отраженного пучка $I_h(x)$; ρ_1 (мкм): 1 - 0.5, 2 - 1, 3 - 2, 4 - 20. Параметры падающего пучка $I_1(x)$ (кривая 5): ширина $r_1 = 50$ мкм, ширина углового спектра $\Delta \theta_0 = 20''$ (Си K_{α} , Si(111), b = 1).

Полученные результаты имеют важное значение для корректного определения ФПК рентгеновского излучения, отраженного от кристалла, на основе анализа данных, например, по наблюдению интерференционных картин рентгеновского изображения щелей или нитей.

Автор признателен И.В. Кожевникову за полезные обсуждения темы. Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты № 06-02-17249, № 07-02-00324) и ISTC (Project No. 3124).

[1] Kohn V., Snigireva I., Snigirev A. Optics Commun. **198**, 293 (2001).

[2] Vartanyants I.A., Robinson I.K., McNulty I. et al. J. Synchrotron Rad. 14, 453 (2007).

[3] Ахманов С.А., Дьяков Ю.Е., Чиркин А.С. Введение в статистическую радиофизику и оптику. М.: Наука, 1981, С. 99-109.

[4] Wilkins S.W., Gureyev T.E., Gao D. et al. Nature **384**, 335 (1996).

Одновременное решение обратной задачи методов рентгеновской дифрактометрии и рефлектометрии при исследовании многослойных структур

А.Г. Сутырин, Р.М. Имамов Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия e-mail: asutyrin@mail.ru

Полупроводниковые гетероструктуры, содержащие наноразмерные слои и обладающие новыми свойствами и рекордными электрофизическими характеристиками, широко используются для изготовления различных электронных устройств, применяемых во многих областях науки и техники [1].

Для диагностики таких материалов наряду с другими методами эффективно используется комплекс рентгеновских методов [2, 3]: двухкристальная рентгеновская дифрактометрия (ДРД) [4, 5-8], высокоразрешающая рентгеновская рефлектометрия (ВРР) [9, 10, 11]. В большинстве исследований многослойных структур (MC) метод ДРД позволяет получать детальную информацию о параметрах (толщины, деформации, степень аморфизации) и качестве выращенных тонких слоев в нанометровом диапазоне толщин гетероструктуры, однако окончательно не решает задачу однозначного определения параметров главным образом из-за потери информации о фазе дифрагированной волны. Поэтому для более надежной структурной характеризации полупроводниковых гетероструктур следует привлекать дополнительные независимые метолы В качестве такого метода можно использовать метод ВРР, дающий значения толшин. плотностей, шероховатостей границ, периодов сверхструктуры и т. д. [10, 11, 12].

В настоящей работе создано программное обеспечение для совместного решения обратной задачи по данным методов рентгеновской дифрактометрии и рефлектометрии. Кроме того, отдельно учитываются угловые зависимости фоновой интенсивности и апертурные факторы, связанные с геометрией экспериментов [13].

Структура программы по совместной подгонке кривых рентгеновского рассеяния различного типа

В процессе совместной обработки набора экспериментальных данных, полученных различными методами, для их описания необходимо в некоторой модели выделить набор параметров различного типа (толщины, плотности, деформация и аморфизация слоев, а также интенсивности фонового рассеяния), от которых в той или иной комбинации зависят кривые рентгеновского рассеяния. Для количественного описания кривой дифракционного отражения (КДО) и извлечения конкретной информации о параметрах отдельных слоев и гетерограниц проводятся расчеты с использованием формул динамической теории дифракции.

В программе предусмотрен учет различных апертурных факторов, обусловленных в т.ч. дисперсионным характером геометрии эксперимента с использованием рентгеновской трубки как наиболее распространенного источника излучения. Ввиду малости углов падения излучения в методе рентгеновской рефлектометрии в выражении лля интенсивности $I(\theta)$ отражения от N слоев [9] для восстановления реальной структуры исследуемых образцов необходим учет геометрического фактора g, зависящего от условий проведения эксперимента (угловая расходимость излучения, ширины щелей, размер образца и др. [13]): $I(\theta) = \left| |R(\theta')|^2 g(\theta - \theta') d\theta', \quad (1) \right|$

где $R(\theta)$ – коэффициент отражения от MC.

Теоретические кривые фонового диффузного рентгеновского рассеяния задаются с помощью кусочно-линейной аппроксимации:

$$I^{b}(\theta, p) = (p_{k+1} - p_{k}) \frac{\theta - \theta_{k}}{\theta_{k+1} - \theta_{k}} + p_{k}, \qquad (2)$$

где k – номер ближайшей вершины ломанной левее угла θ . Кривые интенсивности фона моделируются в приближении некогерентного диффузного рассеяния, что предполагает отсутствие существенных осцилляций, поэтому угловые интервалы между соседними точками этих кривых выбираются намного большими, по сравнению с интервалами на кривых ВРР.

Совместная подгонка ряда различных кривых позволяет увеличить точность и однозначность решения обратной задачи путем увеличения объема экспериментальной информации на один искомый параметр. В качестве целевой функции используется функционал следующего вида:

$$\chi^{2} = \frac{1}{N-M} \sum_{k=1}^{N_{c}} w_{k} \sum_{i=1}^{N_{k}} \frac{\left(I_{ik}^{ex} - I\left(\theta_{ik}, p_{1}, ..., p_{N_{i}}\right) - I^{b}\left(\theta_{ik}, p_{j}\right)\right)^{2}}{\sigma_{ik}^{2}},$$
(3)

где N - суммарное число экспериментальных точек, M - суммарное число параметров в векторах p_j , w_k – вес, с которым учитывается k – я кривая, I^{ex} , I и I^b – экспериментальные, теоретические и фоновые интенсивности, σ статистическая ошибка измерений.

Для нахождения параметров модели p_k используется следующее выражение для итерационной процедуры [14]:

$$p_k^{j+1} = p_k^j - G(\mathbf{p}^j)_{kl}^{-1} X_l(\mathbf{p}^j), \qquad (4)$$

где *j* – номер итерации,

$$G_{kl} = \frac{\partial^2 \chi^2}{\partial p_k \partial p_l}, \quad X_k = \frac{\partial \chi^2}{\partial p_k}, \quad k, \ l = 1, \ \dots, \ N.$$
(5)

Схема эксперимента по рассеянию рентгеновских лучей

Измерения дифракционного кривых отражения И кривых рентгеновской рефлектометрии проводились на трехкристальном рентгеновском спектрометре. При этом, представленная схема измерений применяется как для дифрактометрических, так и для рефлектометрических измерений без изменений конструктивных узлов спектрометра.

Дифракционные измерения проводились по двухкристальной схеме в брэгговской геометрии в окрестности узла обратной решетки (001) с использованием в качестве монохроматора кристалла Si в отражающем положении (400).

Экспериментальные угловые зависимости ВРР проводились по двухкристальной схеме в

i-InGaAs, d=7.3 нм				
i- InAlAs, d=15.0 нм				
δ-Si				
i- InAlAs, d=4.5 нм				
InGaAs, d=23.2 нм				
i-AlGaAs, d=6.2 нм				
δ-Si				
i- InAlAs, d=390 нм				
InP, подложка (100)				

Рис. 1. Схема исследуемого образца по данным технологии выращивания гетероструктуры. области полного внешнего отражения с использованием в качестве монохроматора кристалла Si(111).

Описание образца

Возможности прелагаемого подхода, связанного надежным определением с параметров многослойных систем по совокупным данным рентгеновской дифрактометрии И рефлектометрии, продемонстрированы на результатах исследования In_xGa_{1-x}As/In_vAl_{1-v}As, гетероструктуры выращенной на подложке InP, которая продолжает оставаться объектом всесторонних исслелований. Схема эпитаксиальных структур показана на рис. 1.

Использование процедуры совместной подгонки для обработки эксперимента

Результат обработки экспериментальной кривой дифракционного отражения от исследуемого образца, проведенной по процедуре описанной в [6, 7, 8], представлен на рис. 2 (сплошные кривые). Наличие дополнительного брэгговского пика однозначно связано с отражением от слоев InAlAs. В качестве параметров модели выбраны толщины слоев *l*, компонента относительного изменения параметра кристаллической решетки



Рис. 2. Экспериментальные значения интенсивностей ДРД (точки), сплошные кривые значения интенсивностей ДРД и фона в результате подгонки.

вдоль нормали к поверхности $\Delta a/a$, а также факторы Дебая–Валлера $f(0 \le f \le 1)$, характеризующие степень разупорядочения и структурного совершенства выращенного слоя. Согласие экспериментальных и расчетных КДО вполне удовлетворительное. Рассчитанные толщины слоев и концентрации In в слоях отличаются от заложенных в технологии в пределах 5 %.

На рис. З показан результат обработки эксперимента по рентгеновской рефлектометрии с подгонкой значений толщин d, плотностей ρ и шероховатостей верхних границ слоев σ и фоновых интенсивностей (а). Внизу (рис. 3б) приведено сравнение профилей плотности,
факторы Дебая-Валлера и деформации слоев, показывающее хорошее совпадение толщин слоев по данным методов рентгеновской дифрактометрии и рефлектометрии. Видно, что совместное восстановление этих значений с помощью дополняющих друг друга методов ДРД



Рис. 3. Экспериментальные значения интенсивностей ВРР (точки), сплошные кривые значения интенсивностей ВРР и фона в результате подгонки (а). Профиль плотности (кривая *I*), фактор Дебая-Валлера (кривая *2*) и деформации (кривая *3*) по глубине (б). После значения

1000 А масштаб оси z уменьшен в 10 раз.

и ВРР позволило существенно уточнить структуру исследуемого образца. В частности, методом ВРР определены параметры слоев δ-Si, к влиянию которых оказался нечувствителен метод ДРД вследствие их малой толщины.

Выводы

Таким образом, полученные результаты показывают, что совместная процедура подгонки рентгеновской дифрактометрии и кривых рефлектометрии позволяет надежно определить параметры модели многослойных структур. Применение одновременного решения обратной задачи особенно важно в случае ее низкой обусловленности по одному из методов в отдельности. Важным моментом предлагаемого подхода является учет дополнительных параметров, связанных с конкретной геометрией эксперимента, угловыми зависимостями фоновой и диффузной составляющих рентгеновского рассеяния. В то же время, значительное увеличение объема обрабатываемой информации и усложнение процесса взаимодействия данных существенно усложняет задачу их обработки. Поэтому в перспективе предусматривается продолжение исследований, связанных как с

влиянием дисперсии рентгеновских лучей на конечные результаты обработки, так и с развитием комплекса программных инструментов, необходимых для решения задачи совместной подгонки кривых рентгеновской дифрактометрии и рефлектометрии, а также методов структурного программирования в области вычислительных задач.

Авторы выражают благодарность Субботину И.А. и Чуеву М.А. за предоставленные экспериментальные данные и полезные обсуждения.

Работа выполнена при Государственной поддержке ведущих научных школ (НШ-1955.2008.2.) и Программы Президиума РАН «Квантовые наноструктуры».

- Ж.И.Алферов, В.М.Андреев, Д.З.Гарбузов, Ю.В.Жиляев, Е.П.Морозов, Е.Л.Портной, В.Г.Трофим. // ФТП, т.4, С. 1826 (1970).
- 2. Пинскер 3. Г. Рентгеновская кристаллооптика. М.: Наука, 1982, 390 с.
- Андреев А.В. // УФН. 1985. Т. 145. № 1. С. 113–136.
- *Iida A., Kohra K. //* Phys. Stat. Sol. A. 1979. V. 51. N 2. P. 533-539.
- Афанасьев А.М., Чуев М.А., Имамов Р.М. и др. // Кристаллография. 1998. Т. 43. № 5. С. 926.
- Афанасьев А. М., Чуев М. А., Имамов Р. М., Ломов А. А., Мокеров В. Г., Федоров Ю. В., Гук А. В. // Кристаллография. 1997. Т. 42. № 3. С. 514-521.
- Афанасьев А.М., Чуев М.А., Имамов Р.М. и др. // Кристаллография. 2002. Т. 47. № 6. С.1130.
- 8. *Афанасьев А.М., Имамов Р.М.* // Кристаллография. 2003. Т. 48. № 5. С. 786-801.
- 9. *Parratt L. G.* // Phys. Rev. 1954. V. 95. № 2. P. 359–369.
- Sanyal M. K., Hazra S., Basu J. K., Datta A. // Phys. Rev. B. 1998. V. 58. N 8. P. 4258–4261.
- Бушуев В. А., Ломов А. А., Сутырин А. Г. // Кристаллография. 2002. Т. 47. № 4. С. 741– 749.
- 12. P. Colombi, D. K. Agnihotri, V. E. Asadchikov, etc. // J. Appl. Cryst. (2008). V. 41. P. 143–152.
- Чуев М.А., Субботин И.А., Пашаев Э.М., Квардаков В.В., Аронзон Б.А. // Письма в ЖЭТФ. 2007. т. 85. Вып. 1. с. 21-26.
- 14. Гилл Ф., Мюррей У., Райт М. Практическая оптимизация. М.: Мир, 1985. 509 с.

Определение магнитных вкладов в восприимчивость вблизи L_{2,3} краев поглощения иттрия рефлектометрическим методом

М.А. Андреева¹, Е.Е. Одинцова¹, А.Г. Смехова^{1,2}, А. Rogalev², F. Wilhelm²

¹Физический факультет МГУ им. Ломоносова, Ленинские горы, Москва, Россия ²Европейский Центр Синхротронного Излучения, Гренобль, Франция e-mail: k odintsova@hotmail.com

В последние годы в связи с развитием синхротронных рентгеновских исследований резко возрос интерес к исследованиям вблизи краев поглощения различных элементов. Энергетические спектры поглощения, рассеяния или отражения вблизи краев поглощения, измеряемые на синхротронах с хорошим разрешением по энергии и по углу, открывают новые возможности в исследованиях электронной и магнитной структуры конденсированных сред. В частности оказалось, что вблизи краев поглощения рентгеновское излучение становится магнитно-чувствительным, поскольку наблюдаемые резонансные переходы для таких энергий задействуют незаполненные внешние оболочки атомов, которые и являются носителями магнитных свойств. Наибольшие магнитные эффекты: круговой и линейный дихроизм (XMCD и XMLD), эффекты Керра, Фарадея, Фойгта и т.д., наблюдаются для L23 и M45 краев поглощения.

В отличие от XMCD, измеряемого в поглощении, метод рентгеновской резонансной магнитной рефлектометрии (XRMS) применяется для определения не только усредненного магнитного момента резонансных атомов, но и для восстановления магнитной структуры образца, а восстановления именно, для профиля распределения по глубине магнитного момента резонансных атомов [1-4]. Для проведения таких структурных исследований важно иметь спектральные зависимости компонент тензора восприимчивости χ(ω) резонансных атомов вблизи краев поглощения, и, в частности, «магнитную добавку» к тензору восприимчивости, которая не представлена в стандартных таблицах для амплитуд рассеяния или показателя преломления [5-7]. Отметим, что даже «немагнитная» восприимчивость χ(ω) для резонансных областей вблизи краев поглощения дана в этих таблицах с большой погрешностью. Измерение оптических констант в этих областях энергий фотонов представляет важную фундаментальную проблему.

Магнитная восприимчивость среды является комплексной функцией, в поглощении возможно измерять только мнимую ее часть. Реальную часть магнитной восприимчивости получают обычно с помощью преобразования Крамерса-Кронинга, однако, проблемы нормировки экспериментальных ланных приводят к значительным погрешностям в определении значений абсолютных $\chi(\omega)$. Экспериментально $\operatorname{Re}\Delta\chi = 2\operatorname{Re}(\chi_{+}-\chi_{-})$ можно определить по фарадеевскому вращению рентгеновских лучей, проходящих через тонкую ферромагнитную плёнку [8], либо по смещению брэгговского пика при изменении энергии падающего излучения вблизи края поглощения [9]. Эти методы успешно применяются в случае мягкого рентгеновского излучения.

Мы предложили для случая жесткого излучения использовать рефлектометрические кривые. Известно, что осцилляции Кизиха [10] на рефлектометрической кривой обусловлены интерференцией переотраженных от поверхностей пленки волн, причем вблизи критического угла положение максимумов существенно зависит от преломления в пленке.



Рис. 1. Рефлектометрические кривые $R_{\pm}(\theta)$ для двух круговых поляризаций падающего излучения с энергией вблизи L_3 края поглощения Y ($\lambda = 0.596$ nm, $E_{ph} = 2.079$ keV), рассчитанные для двух толщин (d=10 нм и 30 нм) резонансной пленки YFe₂.

Если резонансный слой помещен между однаковыми слоями, так что фаза френелевского коэффициента отражения имеет противоположный знак на двух границах, то положение интерференционного максимума на рефлектометрической кривой вычисляется из условия

$$\operatorname{Re}(2\varphi) = \frac{4\pi d}{\lambda} \operatorname{Re} \sqrt{\sin^2 \theta + \chi_{\pm}} \cong, \quad (1)$$
$$\cong \frac{4\pi d}{\lambda} (\sin \theta - \frac{\delta \pm \Delta \delta}{\sin \theta}) = m\pi$$

где 2ф - набег фазы волны при двукратном

прохождении пленки, θ - угол скольжения, χ_{\pm} – восприимчивость резонансной пленки для правой и левой круговых поляризаций $\chi_{\pm} = -2(\delta \pm \Delta \delta) + 2i(\beta \pm \Delta \beta), d$ - толщина резонансной плёнки, *m* - нечётное. В модельном расчете (рис.1) брали $\chi_{\pm} = (-4.95 \pm 0.4 + i \cdot 0.8) \cdot 10^{-4}$.

Таким образом, по сдвигу интерференционного максимума (рис.1) в принципе можно определить реальную часть магнитной добавки $\Delta\delta$ к восприимчивости. Метод можно считать аналогом фарадеевского вращения, но для геометрии отражения, поскольку здесь происходит сравнение разности набега фаз излучения с левой и правой круговой поляризацией при прохождении резонансной плёнки в прямом и обратном направлении.

Образец для исследования Nb(4 nm)/<110> $YFe_2(40 nm)/Fe(15nm)/Nb(50 nm)/Al_2O_3$ был изготовлен Кариной Дюменсил и Катериной Дюфо (Dumesnil Karine, Dufour Catherin) в Университете г. Нэнси (Франция). Магнитные свойства YFe_2 очень интересны. Например, в сверхрешетке $[DyFe_2/YFe_2]_n$ возникает спиральное закручивание («exchange spring») магнитного момента в YFe_2 при приложении внешнего магнитного поля - рис. 2 [11].



Рис. 2. Намагниченность и относительное магнетосопротивление в зависимости от величины приложенного магнитного поля к сверхрешетке [DyFe₂(6 нм)/YFe₂ (4 нм)]₄₀. На вставках - соответствующее распределение спинов Dy и Fe в сверхрешетке [12].

Хотя иттрий - немагнитный элемент, в соединении с железом YFe₂ на атомах Y наводится магнитный момент, который в значительной мере обуславливает нетривиальные магнитные свойства этого

соединения. Только методом рентгеновского резонансного магнитного поглощения или рассеяния излучения круговой поляризации возможно селективно исследовать наведенный магнитный момент Y.



Рис.3. Нормированный на величину скачка спектр поглощения нашего образца (XANES) вблизи L₃ края поглощения Y, также разность поглощения для двух круговых поляризаций падающего излучения (XMCD).

Мы провели исследование нашего образца методом XMCD и XRMS на станции ID12 ESRF. Станция обладает необходимым оборудованием для создания круговой поляризации пучка СИ и изменения ее знака, а также изменения знака намагниченности образца. Измерения проводились в геометрии L-MOKE, когда образец намагничен практически вдоль падающего и отраженного пучка СИ (скользящая геометрия эксперимента).

Измерение XMCD для нашего образца (по выходу флуоресценции) вблизи L_{2,3} краев поглощения Y подтвердило наличие магнитного момента на атомах Y – эффект составил более 10 % от скачка поглощения (см. рис. 3).

На кривых рефлектометрии для резонансного излучения удалось наблюдать ожидаемый сдвиг осцилляций Кизиха при изменении знака круговой поляризации – рис.4.



Рис.4. Экспериментальные кривые для двух круговых поляризации падающего излучения с энергией, близкой к L₃ краю поглощения Y.

Наиболее ярко различия отражения для двух круговых поляризаций прослеживаются на кривых асимметрии отражения (R₊ - R₋)/(R₊ + R₋) (рис. 5). Существенно, что форма этих кривых драматически изменяется при очень малом изменении энергии падающего излучения вблизи резонанса.



Рис. 5. Асимметрия по знаку круговой поляризации коэффициента отражения для нескольких энергий фотонов вблизи L₃ края поглощения Y. На каждом графике представлена асимметрия для двух противоположных знаков намагниченности образца, что подтверждает наличие реального эффекта и его изменения с энергией, а для знака + проведено два измерения с разной статистикой.

В эксперименте измерялись также энергетические спектры отражения и выхода флуоресценции для разных углов скольжения (рис.6).



Рис. 6. Асимметрия по знаку круговой поляризации коэффициента отражения (сверху) и выхода флуоресценции (снизу) для двух углов скольжения падающего излучения вблизи критического угла.

Таким образом, восстановление оптических констант иттрия вблизи L2 и L3 края поглощения может быть проведено по большому набору экспериментальных данных, что позволяет включать взаимопроверку результатов на любом этапе. Для обработки полученных данных разработан комплекс "ASYM", который позволяет одновременно обрабатывать как спектры, так и кривые отражения И их асимметрию. Анализ показал. что лля используемых длин волн В скользящей меридиональной геометрии излучения правой и круговой поляризации левой можно рассматривать как собственные поляризации, при этом общий тензорный формализм для расчета коэффициента отражения от анизотропных слоев [13] может быть упрощен до скалярного решения, с использованием разных восприимчивостей χ_{\pm} для каждой собственной поляризации.

Расчеты показали, что абсолютные значения как немагнитной, так и магнитной составляющих восприимчивости Y определенные по нашим экспериментальным данным, существенно отличаются от предварительных оценочных значений.

Работа поддержана РФФИ (грант №07-02-00324) Авторы признательны Dumesnil Karine и Dufour Catherin за изготовление образцов.

- Seve L., Jaouen N., Tonnerre J. M., et.al., Phys. Rev. B 60, 9662 (1999).
- [2] Jaouen N., van der Laan G., Johal T. K., et.al., Phys. Rev. B 70, 094417 (2004).
- [3] Marrows C. H., Steadman P., Hampson A. C., et.al., Phys. Rev. B 72, 024421 (2005).
- [4] Staub U., Scagnoli V., Mulders A. M., et.al., Phys. Rev. B 71, 214421 (2005).
- [5] http://physics.nist.gov/PhysRefData/ /contents.html.
- [6] http://phenix-online.org/cctbx_sources/cctbx/ /reference/.
- [7] http://www.esrf.eu/computing/scientific/ /xop2.0/.
- [8] Kortright J. B., Rice M., Carr R., Phys. Rev. B 51, 10240 (1995).
- [9] Sacchi M., Hague C.F., Gullikson E.M, et.al., Phys. Rev. B 57, 108 (1998).
- [10] Kiessig H. Ann.der Physik 10, 715 (1931).
- [11] Dumesnil K., Dutheil M., Dufour C., et.al., Phys. Rev. B 62, 1136 (2000).
- [12] Gordeev S.N., Beaujour J.-M.L, Bowden G.J., et. al., Phys. Rev. Lett. 87, 186808 (2001).
- [13] Andreeva M.A., Smekhova A.G., Lindgren B., et. al., JMMM 300, e371 (2006).

Исследование распределения сверхтонких взаимодействий по глубине слоя ⁵⁷Fe с помощью стоячих рентгеновских волн

M.A. Андреева¹, А.Д. Грибова¹, А. Gupta² ¹Физический факультет МГУ им. Ломоносова, Москва, Россия ²UGC-DAE Consortium for Scientific Research, Indore, India e-mail: gribanya@mail.ru

Ультратонкие многослойные пленки свойств являются носителями уникальных (таких, как гигантское магнитосопротивление, перпендикулярная анизотропия, спиновозависящая проводимость т.д.), обеспечивающих быстрый прогресс в нанотехнологиях. Методы исследования таких наноструктур интенсивно развиваются, а целями исследования становятся не только свойства материалов и структуры в целом, но и характеристики отдельных атомных монослоев. Метод ядерно-резонансной рефлектометрии интересен тем, что он позволяет исследовать сверхтонкие взаимодействия (СТВ) и магнитную структуру резонансных пленок глубине селективно по или периоду структуры [1]. Резонансные многослойной спектры и угловые кривые ядерно-резонансного большого отражения зависят от числа параметров, так что расшифровка структуры является интересной задачей.

ИЗ способов Одним осуществления селективности по глубине является метод которые формируются стоячих волн, периодическими мультислоями. В данной работе рассмотрена концепция стоячих волн в применении к описанию ядерно-резонансного вклада в интенсивность зеркального отражения.

ядерно-резонансная Как известно, рефлектометрия наиболее успешно реализуется синхротронах, при этом измерения на проводятся не на энергетической, как в традиционной мессбауэровской спектроскопии, а на временной шкале (по времени распада возбужденного состояния ядра после практически мгновенного импульса СИ) [1]. Переход от энергетического к временному представлению ядерно-резонансных процессов осуществляется помощью Фурьес преобразования амплитуды рассеяния. Если известна энергетическая зависимость амплитуды зеркально-отраженной волны R(ω), временная зависимость ядерной амплитуды отражения от слоистой среды R(t) при условии, что возбуждение резонансной системы происходит мгновенно, задается выражением:

$$\mathbf{R}(t) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \mathbf{R}(\omega) e^{-i\omega t} d\omega, \qquad (1)$$

Отметим, что СТВ проявляются на временных спектрах в виде квантовых биений, что обеспечивает возможность их исследования на временной шкале (рис.1).



Рис. 1. Временной спектр ядернорезонансного отражения, интеграл от которого дает одну точку на рефлектометрической кривой.

В рефлектометрии при ядерно-резонансном рассеянии возникают интересные эффекты, неизвестные в рентгеновской рефлектометрии. Кривые ядерно-резонансного отражения измеряются как интегральный задержанный сигнал после мгновенного импульса синхротронного излучения (СИ) в функции угла скольжения (рис. 1):

$$\mathbf{R}^{\text{int}}(\boldsymbol{\theta}) = \int_{\boldsymbol{\theta}+\boldsymbol{\delta}}^{\boldsymbol{\Delta}} \left| \mathbf{R}(\mathbf{t},\boldsymbol{\theta}) \right|^2 d\mathbf{t} \,, \qquad (2)$$

где δ «мертвое время» детектора, перегруженного гигантским мгновенным откликом системы, Δ - интервал между импульсами СИ. Область интегрирования (обрезание начальной И «хвоста» части ядерного распада) временной зависимости существенно влияет на формирование задержанной кривой отражения. При этом оказывается, что резонансные параметры также ядерно-резонансную кривую на влияют отражения.

Существенная особенность кривой ядернорезонансного отражения по сравнению с обычной кривой отражения - это появление пика вблизи критического угла полного внешнего отражения («интерференционный пик») [2,3] (см. далее рис. 3а). Это было первое свидетельство влияния стоячих волн, формируемых электронной подсистемой, на ядернорезонансное отражение. Стоячая волна, возникающая в начальный момент времени в поверхностном слое и характеризующаяся наличием максимума вблизи критического угла, обуславливает усиление возбуждения резонансных ядер для этих углов.

Используя рекуррентный алгоритм Парратта для амплитудного коэффициента отражения в многослойной структуре, можно описать влияние стоячих волн на отражение от ультратонкого слоя. Пусть амплитуда отражения от слоя с толщиной в d вакууме r(t), $R = R^{substr}e^{iQH}$ амплитудный коэффициент отражения от подложки на высоте положения этого слоя H, где $Q = (4\pi/\lambda)\sin\theta$ - вектор рассеяния (рис. 2) [4]. Тогда для расчета коэффициента отражения от тонкого слоя по формуле Парратта получаем:

$$R^{\text{tot}} = \frac{r_{01} + R}{1 + r_{01}\tilde{R}} + \frac{R(1 - r_{01}^{2})}{(1 + r_{01}\tilde{R})^{2}} 2i\phi \quad (3)$$
$$\tilde{R} = \frac{r_{10} + R}{1 + r_{10}R}, \quad (4)$$

где r_{01} и r_{10} - амплитудные коэффициенты отражения Френеля от обеих сторон поверхностного тонкого слоя. Подставляя (4) в (3), после несложных преобразований получаем:

$$R^{tot} = R(1+iQd)+(1+R)^2r$$
, (5)

Предположим, что рассматриваемый тонкий слой является резонансным ($\mathbf{r} = \mathbf{r}(\omega)$). Тогда коэффициент задержанного ядернорезонансного отражения представляет собой Фурье-преобразование от (5) и имеет вид:





Рис. 2. Отражение от тонкого слоя, распложенного на расстоянии Н от подложки.

Таким образом, концепция стоячих волн применима к описанию не только вторичных излучений, но и зеркального отражения от резонансных слоев, если этот сигнал может быть выделен в суммарном коэффициенте отражения. Наблюдаемое влияние стоячих волн на ядерно-резонансный вклад в полное отражение в этом случае оказывается существенно усиленным. Главный смысл концепции стоячих волн - это то, что мы можем селективно по глубине возбуждать резонансный слой, варьируя угол скольжения. Узлы и пучности стоячей рентгеновской волны, возникающей в условиях брэгговского отражения от периодической структуры, сдвигаются при изменении угла и «высвечивают» различные части резонансного слоя.

На рис.3 представлены мгновенная и задержанная кривые ядерно-резонансного отражения и зависимость квадрата модуля поля излучения в функции глубины в структуре [W(2.1нм)/Si(3.1нм)]₁₀/Si(1.9нм)/Ag(1.9нм)/⁵⁷Fe(4 нм)/Ag(2.2нм)/Si(9.8нм) для различных углов скольжения. Максимумы на ядерно-резонансной (задержанной) кривой отражения соответствуют углам, при которых пучности стоячих волн в возбуждения момент резонансных ядер располагаются на резонансном слое ⁵⁷Fe.



Рис. 3. (а) Мгновенная (точки) и задержанная (сплошная линия) по времени кривые отражения (кривые нормированы) и позиции узлов и пучностей стоячих волн для углов скольжения вблизи $\theta_{\rm B}$ и для 5.85 мрад (б).

Отметим, что дополнительное усиление поля в слое ⁵⁷Fe обеспечивают тонкие прослойки серебра, обрамляющие этот слой. В условиях брэгговского отражения период стоячей волны сопоставим с толщиной слоя ⁵⁷Fe, поэтому небольшие изменения угла скольжения вблизи угла Брэгга ($\theta_{\rm B}$) обеспечивают «сканирование» по глубине резонансного слоя. В результате спектры ядерно-резонансного отражения вблизи $\theta_{\rm B}$ дают селективную по глубине информацию о СТВ на резонансных ядрах [5, 6].

Образец [W(2.1нм)/Si(3.1нм)]₁₀/Si(1.9нм)/ Аg(1.9нм)/⁵⁷Fe(4нм)/Ag(2.2нм)/Si(9.8нм), в котором периодическая структура [W/Si]10 играла роль генератора стоячих волн (SWG standing wave generator) (рис. 4), был изготовлен в лаборатории проф. Гупта в Индийском центре научных исследований (г. Индоре). Образец тестировался методом рентгеновской рефлектометрии и мессбауэровской спектроскопии на конверсионных электронах (КЭМС). Ядерно-резонансные измерения проведены на ESRF (Европейском центре синхротронного излучения) индейскими коллегами. Измерения были сделаны на образцах, характеризующихся нескольких разными толщинами буферных слоев Si. Мы обработку полученных провели экспериментальных данных для одного из таких образцов с толщиной буфферного слоя Si d_{buff}≈1.9 нм с целью восстановления профиля распределения по глубине слоя ⁵⁷Fe резонансных ядер, характеризующихся различными типами СТВ. Для обработки временных спектров использовался комплекс программ REFTIM [7].



Рис. 4. Схематическое изображение исследуемой структуры [W/Si]₁₀/Si/Ag/⁵⁷Fe/Ag/Si, для которой проводилась обработка данных.

Для подгонки спектров резонансный слой ⁵⁷Fe был разбит на несколько под-слоев, характеризующихся различными наборами СТВ, параметры которых предварительно определялись из спектра КЭМС (рис.5г).

На рис. 5 представлены результаты подгонки экспериментальных спектров. Совместная обработка временных спектров, измеренных при нескольких углах скольжения вблизи брэгговского максимума (рис.5а), и угловых кривых ядерно-резонансного отражения (рис.5б) позволила восстановить профили распределения по глубине резонансных ядер, характеризующихся различными типами СТВ (рис.5в).

Полученное распределение свидетельствует о том, что, как и ожидалось, в интефейсных областях слоя ⁵⁷Fe сверхтонкое магнитное поле меньше (точки и сплошная линия), чем в средней части этого слоя (пунктирная линия). Однако, слой, по-видимому, неоднороден, так как дублет, характеризующий парамагнитное состояние ядер ⁵⁷Fe, присутствует не только к интерфейсных областях, причем больше в верхней части слоя, но и в середине резонансного слоя.



Рис. 5. (а) Временные спектры ядернорезонансного отражения для нескольких углов скольжения (точки - эксперимент, сплошные линии - теория),(б) рентгеновские и задержанные ядерно-резонансные кривые отражения, (в) распределение разных мультиплетов на ядах ⁵⁷Fe по глубине слоя и (г) разложение КЭМС на соответствующие мультиплеты.

Работа поддержана РФФИ (грант 07-02-00324).

[1] Андреева М.А., Бушуев В.И., и др., Численные эксперименты в задачах рентгеновской оптики, Физический факультет МГУ.2005.с.114-133. [2] A.Q.R. Baron, J. Arthur, S.L. Ruby, A.I. Chumakov, G.V. Smirnov, G.S. Brown, Phys. Rev. B 50 (1994) 10354. [3] Toellner T.L., Sturhahn W., Röhlsberger R., Alp E.E., Sowers C.H., Fullerton E.E., Phys. Rev. Lett., 74, 3475(1995). [4] Andreeva M.A., Lindgren B., JETP Lett. 76, 704 (2002).[5] Andreeva M. A., Lindgren B., Phys. Rev. B 72, 125422 (2005). [6] Gupta A., Kumar D., Meneghini C., Phys. Rev. B 75, 064424 (2007). [7]http://www.esrf.fr/computing/scientific/REFTIM MAIN.htm

О роли рассеяния при волноводной коллимации рентгеновского излучения

Л. И. Огнев

Институт ядерного синтеза, РНЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия e-mail: ognev@nfi.kiae.ru

В ранних кодах по расчёту каналирования рентгеновского излучения в диэлектрических каналах использовалось приближение геометрической оптики [1], что было оправдано в случаях, когда число возбуждаемых волноводных мод было велико. Число волноводных мод в плоском канале шириной *d* можно оценить из

соотношения $\frac{d}{\pi\lambda}\sqrt{\operatorname{Re}(1-\varepsilon)}$, где λ - длина

волны излучения, а Е - диэлектрическая проницаемость стенок канала. Убывание интенсивности излучения при отражениях от стенок за счёт поглощения оценивалось по формулам Френеля, а в результате рассеяния - по затуханию когерентной части пучка. Для узких каналов, а также при невысоких энергиях излучения, особенно в каналах из лёгких материалов, требуется волновое описание распростанения излучения в канале. Как показано в работе [2], затухание пучка за счёт взаимодействия со стенками канала будет иметь место даже при входе излучения вдоль оси канала. Захваченное излучение в канале можно представить в виде набора волноводных мод $\varphi_{I}(x)$ с распределением напряжённости электрического поля по поперечной координате х, зависящим как от номера моды l, так и оптических свойств стенок канала. Минимальное затухание будет иметь основная (нулевая) мода. В данной работе исследуется соотношение вкладов некогерентного рассеяния и поглощения в веществе стенок канала в

затухание излучения в модовом представлении. Используя приближенную запись для волноводных мод, коэффициент некогерентного затухания при рассеянии на шероховатостях с амплитудой σ можно приближенно записать[3] как

$$(\beta_{incoh})_{l} \approx \frac{1}{2} \frac{\pi^{2}}{d^{3}} (l+1)^{2} \sigma \sqrt{\pi} (\operatorname{Re}(1-\varepsilon)) \cdot I,$$

где $I(l_{\text{согг}})$ — корреляционный функционал, зависящий от корреляционных свойств поверхности канала. Для экспоненциальной автокорреляционной функции шероховатостей корреляционный функционал принимает значения, приведенные в Таблице 1.

	Таблица 1	
$l_{corr}[\mu m]$	<i>I</i> /2 [μm]	
0.1	0.7086 10 ⁻²	
0.5	0.3463 10-1	
1.0	$0.6918 \ 10^{-1}$	
5.0	0.3399	
10	0.6053	

Поглощение на стенках приводит к ослаблению излучения для *l* моды с коэффициентом

$$(\beta_{absorp})_{l} \approx \frac{\pi^{2}}{d^{3}} (l+1)^{2} \frac{\operatorname{Im}(\varepsilon)}{\left[\operatorname{Re}(1-\varepsilon)\right]^{\frac{3}{2}}} \cdot \frac{\lambda^{2}}{(2\pi)^{2}}$$

Приближенные формулы хорошо согласуются с результатами численных расчетов [2].

Оптические константы для никеля, кварца и майлара взяты из [4], а также из данных, приведённых в http://henke.lbl.gov.

Можно также отметить, что выражение для коэффициента поглощения β_{absorp} имеет ту же зависимость от параметров среды, что и линейная аппроксимация коэффициента отражения в приближении геометрической оптики [5].

Отсюда можно определить отношение вкладов некогерентного рассеяния и поглощения в ослабление пучка в рентгеновском волноводном канале

$$\frac{(\beta_{incoh})_i}{(\beta_{absorp})_i} \approx \frac{\sigma I}{2} \sqrt{\pi} \cdot \frac{(\operatorname{Re}(1-\varepsilon))^{5/2}}{\operatorname{Im}(\varepsilon)} \cdot \left(\frac{2\pi}{\lambda}\right)^2.$$

Результаты расчётов относительного вклада в ослабление пучка в диапазоне энергий излучения 0.3 – 10 keV представлены на Рис. 1.

Из представленных результатов следует, что несмотря на определённые различия для разных материалов стенки рентгеновского канала, общей тенденцией является возрастание роли некогерентного рассеяния при увеличении энергии излучения. Это связано, по-видимому, с более быстрым убыванием поглощения в веществе по сравнению с его преломляющей способностью при возрастании энергии излучения.



Рис. 1.

Зависимость отношения вкладов некогерентного рассеяния и поглощения в ослабление рентгеновского пучка от энергии излучения для каналов из никеля (1), кварца (2) и майлара (3). Амплитуда шероховатостей равна 50 Å, корреляционная длина 1µm

Поскольку соотношение между этими двумя механизмами затухания пучка линейно зависит от среднеквадратичной амплитуда шероховатостей поверхности, результаты могут быть легко обобщены и на поверхности с другими свойствами.

Несмотря на то, что в случае малых энергий излучения вклад рассеяния в ослабление пучка уменьшается, рассеяние на шероховатостях остаётся важным фактором, влияющим на распространение рентгеновского излучения через узкие каналы.

[1] Vincze, K.Janssens, F.Adams, A.Rindby,

Detailed ray-tracing code for capillary optics, X-ray Spectrometry, vol. 24, p.27-37 (1995).

[2] T.A. Bobrova, L.I. Ognev, On the "supercollimation" of x-ray beams in rough interfacial channels, JETP Letters, v.69, p. 734-738 (1999).

[3] Л.И.Огнев, Оптимизация компактного коллиматора Соллера, Препринт ИАЭ -6501/14, М. 2007.

[4] I. Diel, J. Friedrich, C. Kunz, S. Di Fonzo, B. R. Müller, W. Jark, Optical constants of float glass, nickel, and carbon from soft-x-ray reflectivity measurements, Applied Optics, Vol. 36, p. 6376 – 6382 (1997).

[5] А.В. Виноградов, В.Ф. Ковалев, И.В.Кожевников, В.В. Пустовалов, ЖТФ, т. 55, с. 244 (1985). Работа частично поддержана грантом НШ-2457.2008.2 Президента РФ для государственной поддержки ведущих научных школ РФ. г. Черноголовка, 6 - 9 октября 2008 г.

Участники рабочего совещания

Аристов Виталий Васильевич

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН 142432, г. Черноголовка, Московской обл., ул. Институтская д.6 aristov@iptm.ru

Ахсахалян Арам Давидович

Институт физики микроструктур РАН 603950, г. Н.Новгород, ул. Ульянова, 46. (8312) 438 53 13 akh@ipm.sci-nnov.ru

Бакиева Ольга Ринатовна

Физико-технический институт УрО РАН (3412) 43 01 63, (3412) 25 06 14 ftiran@mail.ru

Барышева Мария Михайловна

Институт физики микроструктур РАН 603950, Нижний Новгород, ГСП-105 (831) 438 53 13 <u>maria@ipm.sci-nnov.ru</u>

Бушуев Владимир Алексеевич

Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, физический факультет 119991 ГСП-1 Москва, Воробьевы горы (495) 939 12 26 vabushuev@yandex.ru

Виноградов Александр Владимирович

Физический Институт им. П.Н.Лебедева РАН Ленинский пр., 53, 119991 Москва (499) 783 37 09 vinograd@sci.lebedev.ru

Вишняков Евгений Александрович

Физический Институт им. П.Н.Лебедева РАН Ленинский пр., 53, 119991 Москва (499) 132 63 29 juk301@sci.lebedev.ru, juk301@mail.ru

Гай Дмитрий Евгеньевич

Физико-технический институт УрО РАН (3412) 43 01 63, (3412) 25 06 14 <u>ftiran@mail.ru</u>

Гелевер В.Д. ООО «Диагностика-М» г. Москва, Россия info@x-ray.ru

Гольденберг Борис Григорьевич

Институт ядерной физики им. Г.И.Будкера, СО РАН Новосибирск (383) 329 43 47 goldenberg@inp.nsk.su

Горай Леонид Иванович

Институт аналитического приборостроения РАН 26 Рижский пр., Санкт-Петербург 190103, Россия (812) 251 86 00 lig@skylink.spb.ru

Грибова Анастасия Дмитриевна

Кафедра физики твёрдого тела физического факультета Московского Государственного Университета им. М.В. Ломоносова 119991, Москва, ГСП-1, Ленинские горы (910) 913 13 94 gribanya@mail.ru

Григорьев Максим Валентинович

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН 142432, г. Черноголовка, Московской обл., ул. Институтская д.6 (49652) 44081 grimax@iptm.ru

Егоров Владимир Константинович

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН 142432, г. Черноголовка, Московской обл., ул. Институтская д.6 (49652) 41217 egorov@ipmt-hpm.ac.ru

Егоров Евгений Владимирович

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН 142432, г. Черноголовка, Московской обл., ул. Институтская д.6 (49652) 41217 egorov@ipmt-hpm.ac.ru

Ерко Алексей Иванович

Берлинский Источник Синхротронного Излучения BESSY GmbH Ул. Альберта Эйнштейна 15, 12489 Берлин, Германия +49 (30) 6392 2945 <u>erko@bessy.de</u>

Зорина Мария Владимировна

Институт физики микроструктур РАН 603950, г. Н.Новгород, ул. Ульянова, 46. (8312) 438 53 13 <u>mzor@ipm.sci-nnov.ru</u>

Зуев Сергей Юрьевич

Институт физики микроструктур РАН 603950, Нижний Новгород, ГСП-105 (831) 438 53 13 доб.132 <u>zuev@ipm.sci-nnov.ru</u>

Имамов Рафик Мамед оглы

Институт кристаллографии имени А.В.Шубникова 119333, Ленинский пр-т 59, Москва (495) 330 68 56 imamov@ns.crys.ras.ru

Иржак Дмитрий Вадимович

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН 142432, г. Черноголовка, Московской обл., ул. Институтская д.6 (49652) 44217 irzhak@iptm.ru

Казаков Евгений Давидович

Физический Институт им. П.Н.Лебедева РАН Ленинский пр., 53, 119991 Москва (926) 329 16 87 evgenische@gmail.com

Кузин Сергей Вадимович

Физический Институт им. П.Н.Лебедева РАН Ленинский пр., 53, 119991 Москва (499) 132 65 96 <u>kuzin@lebedev.ru</u>

Лопатин Алексей Яковлевич

Институт физики микроструктур РАН 603950, Нижний Новгород, ГСП-105 (831) 438 53 13 lopatin@ipm.sci-nnov.ru

Митрофанов Александр Викторович

Физический Институт им. П.Н.Лебедева РАН, Отделение Оптики, Отдел спектроскопии Ленинский пр., 53, 119991 Москва (499) 135 79 21 mitrofa@sci.lebedev.ru

Никулин Андрей Юрьевич

School of Physics, Monash University Monash University, Victoria, 3800, Australia +61 (03) 9905 1353 Andrei.Nikulin@sci.monash.edu.au

Огнев Леонид Иванович

Российский Научный центр «Курчатовский институт», Институт ядерного синтеза 123182, Москва, площадь академика Курчатова, д.1 (499) 196 70 41 <u>ognev@nfi.kiae.ru</u>

Одинцова Екатерина Евгеньевна

Кафедра физики твёрдого тела физического факультета Московского Государственного Университета им. М.В. Ломоносова 119991, Москва, ГСП-1, Ленинские горы (495) 939 12 26 k odintsova@hotmail.com

Перцов Андрей Александрович

Физический Институт им. П.Н.Лебедева РАН Ленинский пр., 53, 119991 Москва (499) 132 65 11 perzov@lebedev.ru

Пестов Алексей Евгеньевич

Институт физики микроструктур РАН 603950, Нижний Новгород, ГСП-105 (831) 438 51 20 pector@ipm.sci-nnov.ru

Погорелый Дмитрий Константинович

Российский Научный центр «Курчатовский институт» 123182, Москва, площадь академика Курчатова, д.1 (499) 196 73 51 pogodi@kcsr.kiae.ru

Подурец Константин Михайлович

Российский Научный центр «Курчатовский институт» 123182, Москва, площадь академика Курчатова, д.1 (499) 196 74 75 podurets@kcsr.kiae.ru

Полковников Владимир Николаевич

Институт физики микроструктур РАН 603950, Нижний Новгород, ГСП-105 (831) 438 53 13 <u>kiniokop@rambler.ru</u>

Пунегов Василий Ильич

Коми научный центр Уральского отделения Российской академии наук 167982, г. Сыктывкар, ул. Коммунистическая д.24 (8212) 22 27 16, (8212) 21 57 40 vpunegov@dm.komisc.ru

Рагозин Евгений Николаевич

Физический Институт им. П.Н.Лебедева РАН Ленинский пр., 53, 119991 Москва (499) 132 63 29, (916) 394 72 57 <u>enragozin@sci.lebedev.ru</u>

Рева Антон Александрович

Физический Институт им. П.Н.Лебедева РАН Ленинский пр., 53, 119991 Москва (926) 360 37 24 <u>reva_anton@mail.ru</u>

Рощупкин Дмитрий Валентинович

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН 142432, г. Черноголовка, Московской обл., ул. Институтская д.6 (49652) 44058 rochtch@iptm.ru

Сагдулин Тимур Анатольевич

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН 142432, г. Черноголовка, Московской обл., ул. Институтская д.6 (49652) 44058 tsagdullin@iptm.ru

Салащенко Николай Николаевич

Учреждение Российской академии наук Институт физики микроструктур РАН 603950, г. Н. Новгород, ГСП-105 salashch@iptm.sci-nnov.ru

Сергиенко Андрей Петрович

Общество с ограниченной ответственностью «Термо Техно» 101000, Россия, г. Москва, Колпачный пер., 9а, оф. 404 (495) 625 39 05 andrey.sergienko@thermotechno.ru

Смирнова Ирина Алексеевна

Институт физики твердого тела РАН Черноголовка, Мос.обл., Институтская ул., д.2, 142432, Россия (49652) 2 74 11 <u>irina@issp.ac.ru</u>

Снигирев Анатолий Александрович

European Synchrotron Radiation Facility 6 rue Jules Horowitz, BP220, 38043 GRENOBLE CEDEX, FRANCE snigirev@esrf.fr

Старков Виталий Васильевич

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН 142432, г. Черноголовка, Московской обл., ул. Институтская д.6 (49652) 44038 <u>starka@iptm.ru</u>

Суворов Эрнест Витальевич

Институт физики твердого тела РАН Черноголовка, Мос.обл., Институтская ул., д.2, 142432, Россия (496) 522 29 60 <u>suvorov@issp.ac.ru</u>

Сутырин Арсений Георгиевич

Институт кристаллографии имени А.В.Шубникова 119333, Ленинский пр-т 59, Москва (495) 330 07 83 asutyrin@mail.ru

Торопов Михаил Николаевич

Институт физики микроструктур РАН 603950, Нижний Новгород, ГСП-105 (831) 438 56 03 write75@rambler.ru

Франк Александр Ильич

Лаборатория нейтронных иследований им. И.М.Франка ОИЯИ. 141980, Дубна Московской обл. frank@dubna.ru

Харитонов Александр Иванович

Институт физики микроструктур РАН 603950, г. Н.Новгород, ул. Ульянова, 46. (8312) 438 53 13

Цыбин Николай Николаевич

Институт физики микроструктур РАН 603950, Нижний Новгород, ГСП-105 (831) 438 53 13

Чукалина Марина Валерьевна

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН 142432, г. Черноголовка, Московской обл., ул. Институтская д.6 (49652) 44256 marina@iptm.ru

Чхало Николай Иванович

Институт физики микроструктур РАН 603950, Нижний Новгород, ГСП-105 (831) 438 56 03 chkhalo@ipm.sci-nnov.ru

Шабельников Леонид Григорьевич

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН 142432, г. Черноголовка, Московской обл., ул. Институтская д.6 (49652) 44081 lgs@iptm.ru

Шестов Сергей Викторович

Физический Институт им. П.Н.Лебедева РАН Ленинский пр., 53, 119991 Москва (499) 132 65 97 <u>sshestov@dgap.mipt.ru</u>

Шулаков Евгений Владимирович

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН 142432, г. Черноголовка, Московской обл., ул. Институтская д.6 (49652) 22885 shulakov@iptm.ru

Юнкин Вячеслав Анатольевич

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН 142432, г. Черноголовка, Московской обл., ул. Институтская д.6 (49652) 44257 yunkin@iptm.ru

Якимов Евгений Борисович

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН 142432, г. Черноголовка, Московской обл., ул. Институтская д.6 (49652) 44161 yakimov@iptm.ru

Якушев Олег Феликсович

Физический Институт им. П.Н.Лебедева РАН Ленинский пр., 53, 119991 Москва (499) 132 66 67 yakush@sci.lebedev.ru

Авторский указатель

Α		Зорина М.В.	38
Андреев С.С.	32	Зуев С.Ю.	32, 41, 47, 50,
Андреева М.А.	144, 147		104
Афанасьев Н.С.	110	И	
Ахсахалян А.А.	38	Имамов Р М	141
Ахсахалян А.Д.	23, 26, 38	Иржак Д.В.	17, 86
Б		К	
Барышева М.М.	32, 104	Казаков Е Л	35
Бергесон С.	84	Каськов И А	58
Бушуев В.А.	136	Клюенков Е.Б.	26, 44, 47, 101
D		Кожевникова З.Л.	47
В		Кузин С.В.	50, 53
Вайнер Ю.А.	26, 32, 38	Кузнецов М.И.	26
Вильхельм Ф.	144	Кузнецов С.М.	92, 95
Вишняков Е.А.	55	Кон В.Г.	92
Волгунов Д.Г.	26		
Г		Л	
- Гелевер В Л	130	Лопатин А.Я.	47, 50, 58
Горай Л.И.	79	Лучин В.И.	35, 47, 50, 58
Грибова А.Д.	147	М	
Григорьев М.В.	92, 95		55
Грэй Н.	84	Менери П	55 102
Гупта А.	147	Митрофенор А. Р.	00
Гусев С.А.	32, 58	Митрофанов А.Б.	00 29
		муравься D.A.	56
Д		Н	
Дроздов М.Н.	26	Найт Л.	84
F		Нестерец Я.И.	76
E DK	107 110	Никулин А.Ю.	125
Егоров В.К.	107, 110	Николаев Д.П.	102
Егоров Е.В.	107, 110		
Ерко А.И.	99	0	
3		Огнев Л.И.	150
Забродин И.Г.	44, 58	Одинцова Е.Е.	144
Зайцев С.И.	102		

Π

X

Перцов А.А.	53, 55	Харитонов А.И.	26
Пестов А.Е.	29, 32, 44, 47,	Харрисон М.	84
	58, 104	11	
Полковников В.Н.	32, 50, 104	Ц	
Попов А.В.	88	Цыбин Н.Н.	47, 50, 58
Пунегов В.И.	73, 76		
Пяткин С.В.	82	Ч	
		Чернов В.В.	35
Р		Чукалина М.В.	102
Рагозин Е.Н.	55	Чхало Н.И.	26, 29, 32, 35,
Рева А.А.	53, 55		41, 44, 47, 58, 101
Репин Д.С.	130		101
Рогалев А.	144	ш	
Рощупкин Д.В.	17, 63, 86	Шабельников Л.Г.	71, 82, 105
C		Шевелько А.П.	35, 84
	51.00	Шестов С.В.	50, 53, 55
Сагдулллин Т.А.	71,82	Шмаенок Л.А.	58
Салащенко Н.Н.	26, 29, 32, 35, 38, 44, 47, 50, 58, 101, 104	Шулаков Е.В.	66
Самогуи А.	102	Ю	
Сатанин А.Н	104	Юнкин В.А.	92, 95
Саганин А.П.	- • •		
Смехова А.Г.	144		
Смехова А.Г. Смирнова И.А.	144 11, 14	Я	
Смехова А.Г. Смирнова И.А. Снигирев А.А.	144 11, 14 91, 92, 95	Я Якимов Е.Б.	128
Смехова А.Г. Смирнова И.А. Снигирев А.А. Снигирева И.И.	144 11, 14 91, 92, 95 92, 95	Я Якимов Е.Б. Якушев О.Ф.	128 35, 84
Смехова А.Г. Смирнова И.А. Снигирев А.А. Снигирева И.И. Старков В.В.	144 11, 14 91, 92, 95 92, 95 82, 86	Я Якимов Е.Б. Якушев О.Ф.	128 35, 84
Сиганин А.П. Смехова А.Г. Смирнова И.А. Снигирев А.А. Снигирева И.И. Старков В.В. Суворов Э.В.	144 11, 14 91, 92, 95 92, 95 82, 86 11	Я Якимов Е.Б. Якушев О.Ф.	128 35, 84
Сиганин А.П. Смехова А.Г. Смирнова И.А. Снигирева А.А. Снигирева И.И. Старков В.В. Суворов Э.В. Суслов Л.А.	144 11, 14 91, 92, 95 92, 95 82, 86 11 29, 50	Я Якимов Е.Б. Якушев О.Ф.	128 35, 84
Смехова А.Г. Смирнова И.А. Снигирев А.А. Снигирева И.И. Старков В.В. Суворов Э.В. Суслов Л.А. Сутырин А.Г.	144 11, 14 91, 92, 95 92, 95 82, 86 11 29, 50 141	Я Якимов Е.Б. Якушев О.Ф.	128 35, 84
Сиганин А.П. Смехова А.Г. Смирнова И.А. Снигирев А.А. Снигирева И.И. Старков В.В. Суворов Э.В. Суслов Л.А. Сутырин А.Г. Т	144 11, 14 91, 92, 95 92, 95 82, 86 11 29, 50 141	Я Якимов Е.Б. Якушев О.Ф.	128 35, 84
Сиганин А.П. Смехова А.Г. Смирнова И.А. Снигирев А.А. Снигирева И.И. Старков В.В. Суворов Э.В. Суслов Л.А. Сутырин А.Г. Т Торопов М.Н.	144 11, 14 91, 92, 95 92, 95 82, 86 11 29, 50 141	Я Якимов Е.Б. Якушев О.Ф.	128 35, 84
Сиганин А.П. Смехова А.Г. Смирнова И.А. Снигирев А.А. Снигирева И.И. Старков В.В. Суворов Э.В. Суслов Л.А. Сутырин А.Г. Т Торопов М.Н. У	144 11, 14 91, 92, 95 92, 95 82, 86 11 29, 50 141	Я Якимов Е.Б. Якушев О.Ф.	128 35, 84
Сиганин А.П. Смехова А.Г. Смирнова И.А. Снигирев А.А. Снигирева И.И. Старков В.В. Суворов Э.В. Суслов Л.А. Суслов Л.А. Сутырин А.Г. Т Торопов М.Н. У Ульянов А.А.	144 11, 14 91, 92, 95 92, 95 82, 86 11 29, 50 141 29 53, 55	Я Якимов Е.Б. Якушев О.Ф.	128 35, 84
Сиганин А.П. Смехова А.Г. Смирнова И.А. Снигирева И.И. Старков В.В. Суворов Э.В. Суслов Л.А. Суслов Л.А. Сутырин А.Г. Т Торопов М.Н. У Ульянов А.А.	144 11, 14 91, 92, 95 92, 95 82, 86 11 29, 50 141 29 53, 55	Я Якимов Е.Б. Якушев О.Ф.	128 35, 84
Сигания А.П. Смехова А.Г. Смирнова И.А. Снигирев А.А. Снигирева И.И. Старков В.В. Суворов Э.В. Суслов Л.А. Суслов Л.А. Сутырин А.Г. Т Торопов М.Н. У Ульянов А.А.	144 11, 14 91, 92, 95 92, 95 82, 86 11 29, 50 141 29 53, 55	Я Якимов Е.Б. Якушев О.Ф.	128 35, 84
Сагания А.П. Смехова А.Г. Смирнова И.А. Снигирев А.А. Снигирева И.И. Старков В.В. Суворов Э.В. Суслов Л.А. Суслов Л.А. Сутырин А.Г. Т Торопов М.Н. У Ульянов А.А. Франк А.И.	144 11, 14 91, 92, 95 92, 95 82, 86 11 29, 50 53, 55 99 133	Я Якимов Е.Б. Якушев О.Ф.	128 35, 84

г. Черноголовка, 6 - 9 октября 2008 г.