

Понижение степени межфазного перемешивания в многослойных рентгеновских зеркалах Sc/Si

Ю.П. Першин^{1,*}, А.Ю. Девизенко¹, В.В. Кондратенко¹, D.L. Voronov², E.M. Gullikson²

¹ *Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт», ул. Кирпичева, 2, 61002 Харьков, Украина*

² *Advanced Light Source, Berkeley National Laboratory, 1, Cyclotron Road, MS 15R0217, Berkeley, CA 94720*

(Получено 05.12.2016; в отредактированной форме – 26.04.2017; опубликовано online 28.04.2017)

Методами рентгеновской дифракции как в жесткой ($\lambda = 0,154$ нм), так и в мягкой ($\lambda = 11,7-50,0$ нм) рентгеновской области исследовано влияние изменения давления аргона на степень межфазного перемешивания в многослойных рентгеновских зеркалах (МРЗ) Sc/Si при изготовлении. Выявлено значительное снижение активности образования перемешанных силицидных зон с ростом давления аргона от 1,6 до 2,4 мТорр на обеих межфазных границах, что приводит к уменьшению толщины зон, по меньшей мере, в 3 раза. Установлено, что у всех исследуемых зеркал состав зон не меняется и соответствует моносилициду (ScSi). Уменьшение толщины зон приводит к росту отражательной способности МРЗ Sc/Si на длине волны 46,9 нм, по меньшей мере, на 20 %.

Ключевые слова: Многослойное рентгеновское зеркало, Перемешанные зоны, Уменьшение перемешивания, Давление аргона, Рост отражательной способности.

DOI: [10.21272/jnep.9\(2\).02029](https://doi.org/10.21272/jnep.9(2).02029)

PACS numbers: 61.05.cm, 61.43.Dq, 68.65.Ac, 41.50.+h, 07.85.Fv

1. ВВЕДЕНИЕ

Многослойные рентгеновские зеркала (МРЗ) Sc/Si, благодаря высокой отражающей способности ($R > 30\%$) при нормальном падении в диапазоне длин волн $\lambda = 38-50$ нм, уже находят применение в качестве отражающих элементов в таких областях науки и техники, как рентгеновская интерферометрия, поляриметрия, эллипсометрия, спектроскопия, микроскопия с нанометровым разрешением и др. Дальнейшее совершенствование рентгенооптических инструментов связано с усовершенствованием их оптической схемы, а также с повышением эффективности МРЗ Sc/Si.

Эффективность конкретной многослойной системы определяется максимальной отражательной способностью (R), ожидаемой для данной пары материалов теоретически, с поправкой на несовершенства структуры МРЗ. К основным несовершенствам строения многослойных зеркал относятся межфазные шероховатости, перемешанные слои на межфазных границах, а также окисный слой на поверхности. В случае многослойной системы Sc/Si ожидаемые отражательные способности в мягкой рентгеновской области ($\lambda = 40-50$ нм) при нормальном падении составляют $R > 50\%$. Влияние поверхностного окисного слоя на отражательную способность можно минимизировать путем подбора толщины верхнего защитного слоя кремния (потери не превышают 2-3% [1]). Величины периодов МРЗ Sc/Si обычно составляют $d > 19$ нм, а межфазные шероховатости для МРЗ, изготовленных методами распыления, составляют $\sigma < 0,7$ нм; т.е. снижение отражательной способности МРЗ, рассчитанное по формуле Дебая-Валлера, составляет менее 5%.

Вследствие того, что скандий и кремний могут

образовывать соединения [2], на межфазных границах МРЗ Sc/Si формируются аморфные силицидные прослойки уже на стадии изготовления, независимо от метода осаждения. Ранее было установлено, что состав прослоек близок к моносилициду ScSi, а толщины прослоек могут достигать 5 нм [3]. Это означает, что для МРЗ Sc/Si с периодами $d < 40$ нм основу скандий-содержащего слоя могут составлять слои ScSi. Такая ситуация приводит к значительному снижению оптического контраста на межфазных границах и падению отражательной способности МРЗ Sc/Si. Поэтому снижение степени перемешивания соседних слоев, т.е. уменьшение толщины силицидных прослоек на межфазных границах будет способствовать росту эффективности МРЗ Sc/Si.

Ранее было показано [4], что понижая энергию распыленных атомов Mo и Si путем увеличения давления распыляющего газа, можно уменьшить перемешивание в многослойной системе Mo/Si. При этом активность образования силицидных прослоек заметно снижается при “критическом” давлении, когда длина свободного пробега распыленных атомов становится меньше расстояния от зоны травления мишени магнетрона до подложки. В данной работе мы использовали ту же идею, чтобы уменьшить эффект перемешивания в многослойной системе Sc/Si, содержащей более легкий элемент Sc ($A_{Sc} = 44,96$ а. е. м.) по сравнению с Mo ($A_{Mo} = 95,94$ а. е. м.).

2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Многослойные зеркала Sc/Si были изготовлены методом прямого магнетронного распыления. В течение каждого эксперимента токи на обоих магнетронах и давление аргона поддерживались постоянными, чтобы сохранять скорости осаждения постоянными.

* persh@kpi.kharkov.ua

ными в рамках одного эксперимента. Скорости осаждения компонентов были вблизи $0,25 (\pm 0,03)$ нм/с. для скандия и $0,4 (\pm 0,04)$ нм/с. для кремния при изменении давления от 1,6 до 2,4 мТорр ($1 \text{ мТорр} \approx 0,1333 \text{ Па}$) и специально измерялись при каждом конкретном давлении. Периоды зеркал, изготовленные при этих давлениях, составляли 26,5-29,5 нм. В качестве мишеней использовались пластины скандия и кремния диаметром ~ 100 мм и чистотой 99,5 и 99,99 %, соответственно. Мишень кремния представляла собой монокристаллическую шайбу (111)Si толщиной 3 мм.

Перед нанесением слоев вакуумная камера прогревалась, и после остывания до комнатной температуры давление остаточных газов в ней не превышало 3×10^{-6} Торр. Расстояние от поверхности магнетронов до подложки составляло ~ 30 мм.

Многослойные покрытия осаждали на подложки из листового стекла со среднеквадратичной шероховатостью поверхности 0,3-0,5 нм.

Многослойные образцы аттестовались на малоугловом рентгеновском дифрактометре ДРОН-3М, собранном по схеме двойного кристалла-спектрометра с монокристаллом (110)Si в качестве монохроматора. В сочетании со щелью шириной 0,1 мм это позволяло выделять только $\text{CuK}\alpha_1$ линию ($\lambda = 0,154$ нм) из спектра, создаваемого рентгеновской трубкой с медным анодом.

Измерения в мягкой рентгеновской области проводились на лучевой линии 6.3.2 синхротронного кольца ALS Берклевской национальной лаборатории (США) [5]. Конструкция линии обеспечивает спектральную ширину падающего излучения $\lambda/\Delta\lambda < 700$ и высокую точностью измерения отражательной способности ($\Delta R/R \sim 0,2$ %).

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Для выявления влияния параметров осаждения на активность образования силицидных прослоек в слоистой системе Sc/Si мы изготовили различные МРЗ в исследуемом интервале давлений (см. раздел 2), который включает в себя давление ($p_{\text{Ar}} \sim 1,8$ мТорр), при котором длина свободного пробега распыленных атомов в среде аргона становится соизмерима с расстоянием от зоны травления мишени до подложки.

Об активности силицидообразования мы будем судить по усадке периода многослойного покрытия, поскольку образование любого из трех силицидов в системе Sc-Si приводит к уменьшению объема покрытия по сравнению с объемом исходных компонентов. Конкретно для МРЗ Sc/Si величину усадки (Δd) мы будем определять по разнице между ожидаемым периодом ($d_{\text{ож}}$) и экспериментальным ($d_{\text{э}}$). Мы полагаем также, что вся усадка связана только с формированием силицидных прослоек состава ScSi, как это было установлено ранее.

В экспериментальной серии было изготовлено 8 различных многослойных образцов при отличающихся давлениях Ar. Каждый из образцов состоял из двух многослойных стопок для определения скорости осаждения одного из компонентов. В каждом эксперименте при одном давлении изготовлялось 2 образ-

ца. Стопки в этих образцах отличались только временем нанесения одного из компонентов так, что по одному образцу определялась скорость осаждения кремния (образцы типа А), а по другому – скорость осаждения скандия (образцы типа В).

3.1 Анализ малоугловых кривых рентгеновской дифракции ($\lambda = 0,154$ нм)

Каждый из образцов был снят на рентгеновском дифрактометре в геометрии θ - 2θ на длине волны $\lambda = 0,154$ нм в диапазоне углов $0 < 2\theta < 7^\circ$.

Малоугловая кривая рентгеновской дифракции для одного из образцов типа А, нанесенного при давлении 2,4 мТорра, представлена на рис. 1. Как видно из рисунка на дифрактограмме наблюдается более 25 узких дифракционных максимумов; причем последний находится на углах $2\theta > 6^\circ$. С одной стороны, это указывает на достаточно низкую межфазную шероховатость, а с другой - на хорошую периодичность многослойных стопок. Для разделения максимумов по стопкам и определения периода мы воспользовались фактом, что для углов $\theta < 10^\circ \sin\theta \approx \theta$, если θ выражается в радианах. Поэтому мы переписали уравнение Брэгга ($2d\sin\theta_n = n\lambda$) в виде:

$$\theta_n \approx n\lambda/2d,$$

где θ_n – угловое положение n -го Брэгговского максимума; n – порядковый номер максимума; λ – длина волны рентгеновского излучения; d – период МРЗ. Из этой формулы видно, что угловые максимумы, принадлежащие к различным стопкам, должны следовать примерно с одинаковым угловым интервалом, который для данной стопки является постоянной величиной. Отражения от первых двух максимумов верхней стопки (стопка № 2) накладываются на отражения от нижней стопки (стопка № 1), поэтому их невозможно отделить друг от друга. Разделение отражений от различных стопок, как видно из рис. 1, начинается с третьего дифракционного максимума

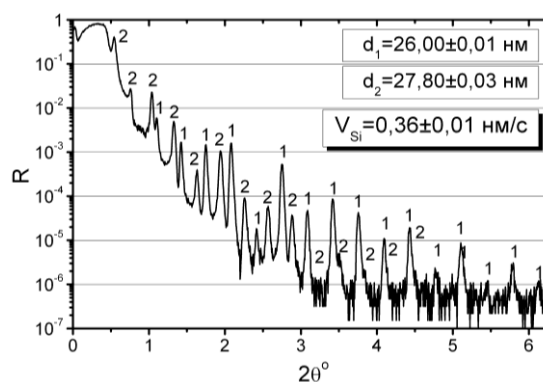


Рис. 1 – Экспериментальная малоугловая рентгенограмма ($\lambda = 0,154$ нм) для многослойного рентгеновского зеркала Sc/Si, состоящего из двух периодических стопок, которая иллюстрирует возможность измерения скорости осаждения кремния. Зеркало изготавливалось при давлении распыляющего газа $p_{\text{Ar}} = 2,4$ мТорр.

($2\theta \sim 1^\circ$). При углах $2\theta > 1^\circ$, где влияние преломления становится небольшим, все дифракционные максимумы легко разнести по стопкам. Число дифрак-

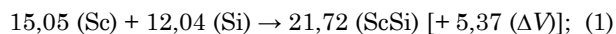
ционных максимумов для обеих стопок заметно различается (18 и 14), поскольку верхняя стопка (стопка № 2) примерно в два раза тоньше нижней.

Используя полное уравнение Брэгга с учетом преломления [6], а также метод наименьших квадратов, мы рассчитали периоды всех стопок для каждого образца и скорости осаждения компонентов. Величина периода МРЗ, определенная таким образом, а также скорость осаждения слоев кремния для давления $p_{Ar} = 2,4$ мТорр также приведены на рис. 1.

3.2 Определение величины усадки и размера силицидных областей

Зная скорости осаждения каждого из компонентов при заданном давлении и время осаждения каждого слоя, мы определили ожидаемый период и сравнили с соответствующим экспериментальным. На рис. 2 графически изображена зависимость усадки периода, $\Delta d = d_{ож} - d_{э}$ (ось слева), от давления аргона, p_{Ar} , для образцов обоих типов (А и В). Из рисунка видно, что уже при небольшом повышении давления аргона (с 1,6 до 1,8 мТорр) усадка начинает уменьшаться. Резкое падение Δd происходит на участке 1,8÷2,2 мТорр, где усадка уменьшается, по меньшей мере, в 3 раза.

Оценим толщину силицидных прослоек в МРЗ Sc/Si при различных давлениях аргона, полагая, что они имеют одинаковый состав, соответствующий моносилциду ScSi. Для образующегося силицида можно записать следующее уравнение химической реакции: $Sc + Si = ScSi$. По табличным значениям плотностей и атомарных масс рассчитаем молярные объемы (в кубических сантиметрах) компонентов для Sc, Si и ScSi:



(мы использовали следующие табличные значения плотностей: 2,988 г/см³ для Sc, 2,332 г/см³ для Si и 3,363 г/см³ для ScSi). Сопоставляя правую и левую части формулы (1), можно сделать вывод, что это – неравенство, т.е. объем чистых компонентов больше объема образующегося силицида. Разница (ΔV) в объемах (представлена в квадратных скобках) превышает 5 см³. Теперь мы можем определить объем силицида в относительных единицах, разделив его на величину усадки (ΔV): $21,72/5,37 = 4,04$. Поскольку площади слоев МРЗ, участвующих в реакции, одинаковы, то изменение их толщины эквивалентно изменению их объемов. Другими словами независимо от толщины (объема) исходных компонентов и образовавшегося силицида, толщина (объем) силицида, t_{ScSi} , должен быть в ~ 4 раза больше усадки периода, Δd (объемной усадки ΔV). Таким образом, формула (1) дает физическое обоснование для определения толщины силицида.

Толщины силицида, которые можно ожидать в многослойных образцах, также представлены на рис. 2 (правая ось), поскольку, как указывалось выше Δd и t_{ScSi} пропорциональны друг другу. Обычно на электронно-микроскопических снимках поперечных срезов МРЗ Sc/Si в пределах одного периода наблюдается прослойка одинаковой толщины для обоих типов

(Sc-на-Si и Si-на-Sc) межфазных границ конкретного зеркала [3], поэтому на рис. 2 мы приводим данные для толщины прослойки только на одной межфазной границе. Таким образом, из рис. 2 видно, что толщины силицидных прослоек на каждой из межфазных границ могут меняться в пределах от 5 до 1 нм.

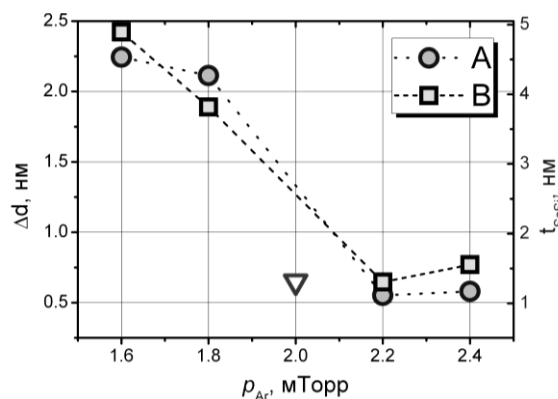


Рис. 2 – Экспериментальная зависимость усадки периода Δd (ось ординат слева), а также соответствующая ей толщина силицидной прослойки t_{ScSi} (ось ординат справа) на одной межфазной границе в многослойной системе Sc/Si от давления рабочего газа аргона.

3.3 Отражательная способность МРЗ в мягкой рентгеновской области

В связи с наличием в МРЗ Sc/Si перемешанных зон (толщина более 1 нм), их рентгенооптические характеристики необходимо описывать в рамках четырехслойной модели: ScSi/Sc/ScSi/Si. На основе формул Френеля и полученных экспериментальных данных (рис. 2) мы рассчитали ожидаемые отражательные способности зеркал в мягкой рентгеновской области на длине волны $\lambda = 46,9$ нм при нормальном падении как функция толщины перемешанных зон. Эта длина волны для испытания оптических характеристик МРЗ была выбрана по следующим причинам. Во-первых, данная многослойная система специально была разработана для работы с разрядным капиллярным лазером, работающим на длине волны 46,9 нм [7]. Во-вторых, она находится на достаточно большом удалении от края поглощения M-Sc ($\lambda \sim 40$ нм) [8], где небольшие изменения в толщине перемешанных зон уже заметно будут влиять на отражательную способность. Мы брали шероховатости межфазных границ $\sigma \sim 0,7$ нм, что соответствует максимально возможной шероховатости в этой системе в соответствии с их дифрактограммами. Поскольку для получения максимального коэффициента отражения при нормальном падении необходимо подстраивать период МРЗ, а также оптимизировать долю Sc-содержащего слоя в периоде, мы также проделали всю эту рутинную работу и представили уже окончательный результат наших расчетов. Число периодов для всех зеркал – 15, что превосходит количество периодов, необходимое для получения максимального коэффициента отражения во всех рассматриваемых случаях. Полученные результаты расчетов представлены на рис. 3.

Из рис. 3 видно, что с ростом толщины перемешанных зон ScSi ожидаемая отражательная способ-

ность (пунктирная линия) МРЗ Sc/Si должна падать: относительно медленно для t_{ScSi} до ~ 2 нм и быстро для больших значений t_{ScSi} . Абсолютное падение R для $t_{\text{ScSi}} = 7$ нм составляет $\sim 22,3\%$, что примерно соответствует двукратному уменьшению R по сравнению с отсутствием перемешивания. Здесь же символами (квадратики и кружочки) показаны расчетные данные для 8 экспериментальных образцов. Отражательные способности для них должны находиться в диапазоне 32,5-44,0%. Ранее мы изготавливали МРЗ Sc/Si с отражательными способностями 30-36% в этой области рентгеновского спектра [9]. По данным, приведенным на рис. 3, можно ожидать, что перемешанные зоны в тех зеркалах имели толщину более 4,8 нм на каждой межфазной границе. Таким образом, повышение давления аргона должно приводить к понижению степени перемешивания в МРЗ Sc/Si и росту отражательной способности МРЗ Sc/Si в $1,15 \div 1,35$ раза.

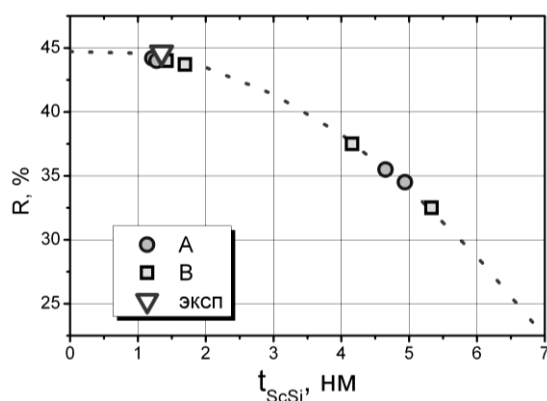


Рис. 3 – График зависимости ожидаемой отражательной способности при почти нормальном падении (скользящий угол падения $\theta = 85^\circ$) для МРЗ ScSi/Sc/ScSi/Si на длине волны 46,9 нм как функция толщины перемешанных зон

Для экспериментального подтверждения приведенных выше расчетов мы изготовили многослойное зеркало Sc/Si при давлении ~ 2 мТорр и измерили его отражательную способность в мягкой рентгеновской области. Хотя в приводимой выше серии данных об образцах, сделанных при давлении 2 мТорр, отсутствуют, при изготовлении многослойного образца мы стремились подобраться как можно ближе к границе спада активного силицидообразования со стороны больших давлений, чтобы предупредить развитие других нежелательных эффектов, отрицательно влияющих на коэффициент отражения. Мы руководствовались следующими соображениями при выборе именно этого давления. Во-первых, рост давления сопровождается увеличением межфазной шероховатости, и как следствие, увеличением толщины перемешанных зон [10]. Во-вторых, поскольку осаждаемые атомы теряют часть своей энергии на пути к подложке при столкновении с атомами аргона, растущие слои могут иметь пониженную плотность, что также может приводить к росту перемешанных зон. Такая тенденция заметна для образцов, изготовленных при давлении 2,4 мТорр (см. рис. 2). В-третьих, понижение плотности слоев может приводить к росту толщины поверхностного окисленного слоя, что

отрицательно сказывается на отражательной способности в мягкой рентгеновской области. Кроме того, при 2 мТоррах эффект влияния давления должен быть уже полностью проявлен, как это наблюдается в многослойной системе Mo/Si [4], которая изготавливалась в похожих условиях. Таким образом, рассмотрев вышеприведенные аргументы, мы сдвинулись в область меньших давлений, чтобы получить гарантированный эффект снижения степени перемешивания в чистом виде.

На рис. 4 приведена дифрактограмма изготовленного образца (кружочки), снятая в излучении $\text{CuK}\alpha_1$ ($\lambda = 0,154$ нм). Подгоночная кривая, которая получена на основе экспериментальных данных, достаточно близка к экспериментальной, особенно в области углов $2\theta > 3^\circ$. Параметры подгонки приведены на рисунке. При подгонке учитывалось, что усадка составляет $\sim 0,66$ нм (экспериментальная точка в виде треугольника на рис. 2), откуда получается, что перемешанные зоны моносилцицидного состава должны иметь толщину $\sim 1,33$ нм. Такая толщина силицидных прослоек находится в приемлемом диапазоне толщин в соответствии с данными, полученными в исследуемой серии образцов (см. рис. 3). Заметные отклонения подгоночной кривой на рис. 4 от эксперимента при углах $2\theta < 1^\circ$ вызваны небольшим изгибом тонкой ($t \sim 380$ мкм) кремниевой подложки, который связан с механическими напряжениями, возникающими в системе (подложка)/(слоистое покрытие) при изготовлении. Это приводит к искажению экспериментальных данных при малых углах, когда в отражении участвует большая часть площади образца. При углах $2\theta > 3^\circ$ площадь облучения рентгеновским пучком уменьшается примерно на порядок, и изгиб образца уже не так сильно искажает дифракционную кривую.

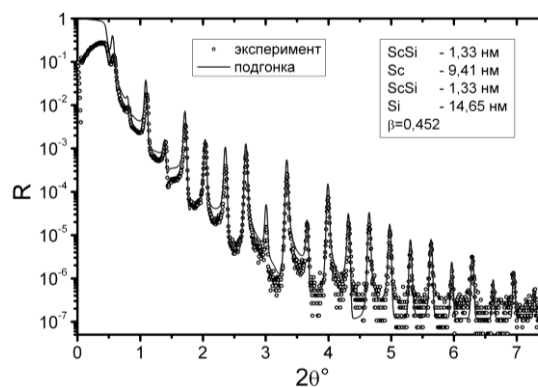


Рис. 4 – Экспериментальная дифрактограмма (кружочки) для МРЗ Sc/Si, изготовленная при давлении аргона 2 мТорр, и подгоночная кривая (сплошная линия) с параметрами, приведенными на рисунке.

Экспериментальная зависимость $R(\lambda)$ в диапазоне длин волн 17-50 нм при скользящем угле падения $\theta = 85^\circ$ для изготовленного зеркала приведена на рис. 5. Максимум отражательной способности $R = 44,6\%$ приходится на длину волны $\lambda = 46,5$ нм примерно в соответствии с нашими ожиданиями (на рис. 3 эта экспериментальная точка обозначена треугольником). На кривой отражения (рис. 5) присутствует 2 дополнительных максимума: в области дли-

ны волны 24,5 нм ($R \sim 4\%$) и вблизи 17,5 нм ($R \sim 1\%$), что по нашим представлениям соответствует 2-му и 3-му порядкам отражения от МРЗ, соответственно. Хотя доля Sc-содержащего слоя в периоде близка к 0,5 ($\beta \sim 0,452$) и второй максимум должен подавляться, однако падение поглощения в кремнии с уменьшением длины волны сглаживает этот эффект, и второй порядок отражения падает всего в ~ 10 раз по отношению к первому.

Съемка кривой отражения в таком широком диапазоне длин волн позволяет проводить подгонку таких параметров МРЗ, как период, толщины слоев, долю Sc-содержащего слоя и другие, с большей точностью. На этом рисунке приведена расчетная кривая (сплошная линия), которая получена с использованием данных обработки дифрактограммы в жесткой рентгеновской области ($\lambda = 0,154$ нм). Для данной кривой $R(\lambda)$ мы оставили толщины моносилцидных прослоек теми же и получили лучшую подгонку для $\beta_{\text{ScSi}} \sim 0,433$, что немного меньше данных жесткого рентгена ($\beta \sim 0,452$). Возможно, причиной этого является плотность слоев, которая меньше влияет на форму дифракционной кривой в жесткой рентгеновской области по сравнению с мягкой. В нашем случае мы брали табличные плотности массивных материалов (ρ_M), хотя известно, что плотности тонких слоев (ρ_F) могут заметно отличаться от массива [1]. Использование меньших плотностей слоев, особенно для слоев кремния ($\rho_F \sim 0,93 \rho_M$), несколько улучшает ситуацию, однако подгонка с $\beta \sim 0,433$ все равно дает наилучший результат в мягкой рентгеновской области. Подгонка малоугловой кривой отражения ($\lambda = 0,154$ нм) с $\beta \sim 0,433$ не дает улучшения по сравнению с $\beta \sim 0,452$, хотя, как видно из рис. 4, подгоночная кривая для $\beta \sim 0,452$ также не идеальна.

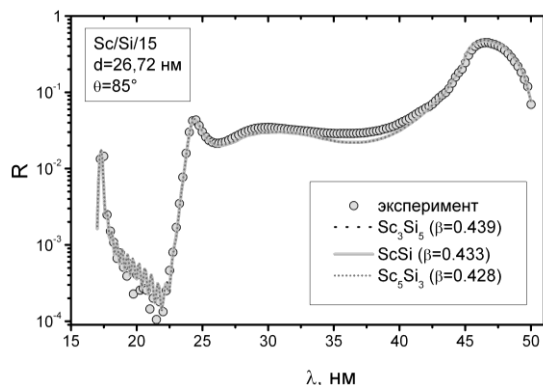


Рис. 5 — Экспериментальная отражательная способность МРЗ Sc/Si (кружки) при почти нормальном падении (скользящий угол падения $\theta = 85^\circ$) в мягкой рентгеновской области, а также теоретические кривые для разных силицидов на межфазной границе и различных долей (β) Sc-содержащего слоя в периоде (d) МРЗ

Мы также сделали расчеты отражательной способности на длине волны 46,9 нм не только для моносилцида, но и для двух других силицидов. Толщины силицидных прослоек в двух других вариантах заметно отличаются: они больше для Sc_5Si_3 (1,78 нм) и меньше для Sc_3Si_5 (1,12 нм). Несмотря на отличие толщин силицидных прослоек для различных силицидов, доли (β) Sc-содержащих слоев в периоде полу-

чаются очень близкими: 0,428 (Sc_5Si_3); 0,433 (ScSi) и 0,439 (Sc_3Si_5). Как видно из рис. 5, расчетные кривые для всех трех случаев практически совпадают. Из данных расчетов также следует, что для повышения отражательной способности более важным является снижение степени перемешивания, а не смена типа силицида. Чтобы убедиться в однозначности рассмотренного выше сценария в отношении моносилцида, необходимо также рассмотреть варианты, при которых с изменением давления может меняться не только толщина, но и тип силицида, например $\text{ScSi} \rightarrow \text{Sc}_5\text{Si}_3$.

Для просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) поперечных срезов эти три варианта с силицидами трудноразличимы, поскольку доли Sc-содержащих слоев в них очень близки, а различие в толщинах силицидов небольшое. Микроскопия из-за наклона образца в колонне микроскопа всегда завышает толщину сильнопоглощающего слоя. Поэтому ПЭМ в большинстве случаев дает полукоричневую информацию о строении многослойного образца. Кроме того, для многослойной системы Sc-Si, в которой взаимная диффузия наблюдается уже при 100°C , всегда существует опасность внести искажения в исходное строение образца, поскольку на этапе приготовления поперечного среза (механическое утонение, склейка и ионное травление) возможен его нагрев до $150\text{--}200^\circ\text{C}$.

Ввиду последнего замечания в отношении ПЭМ, мы не стали использовать этот метод, а провели дополнительные исследования в жесткой рентгеновской области ($\lambda = 0,154$ нм), где возможна количественная оценка измеряемого параметра. Для этого мы отсняли образец на больших углах в геометрии как $\theta\text{-}2\theta$, так и 2θ сканирования (при фиксированном угле падения $\theta = 1,4^\circ$) и по формуле Шеррера $\{t_{\text{Sc}} = 0,9\lambda / (\Delta 2\theta \cos \theta) [11]\}$ оценили размер кристаллов скандия. Отсутствие некоторых линий, в том числе 100% линии (101) ГПУ решетки скандия на дифрактограмме $\theta\text{-}2\theta$ сканирования, а также наличие отражений от плоскостей (002)Sc и (004)Sc свидетельствует о наличии текстуры у зерен скандия, у которых плоскости (002)Sc лежат в плоскости покрытия. Похожая ситуация наблюдалась ранее для толстых слоев скандия ($t_{\text{Sc}} > 50$ нм), у которых зерна также были текстурированы с аналогичной ориентацией. Наличие текстуры способствует получению достоверной информации о толщине скандиевых слоев, поскольку обычно зерно текстурированной пленки по нормали занимает весь объем металлического слоя МРЗ. Для более точной оценки размера зерен, мы отсняли только линию (002)Sc на рентгеновском дифрактометре, падающий пучок которого коллимировался кристаллом-монокроматором (110)Si. Съемки дают ширину этой линии $\Delta 2\theta \sim 0,91^\circ$ (на угле $2\theta \approx 33,9^\circ$), что соответствует средней толщине зерна скандиевого слоя $t_{\text{Sc}} \sim 9,1$ нм. Толщины слоев скандия различаются при образовании разных силицидов и составляют следующие величины для $\beta \sim 0,433$ ($\beta \sim 0,452$): $\sim 7,9$ ($\sim 8,4$) нм для Sc_5Si_3 , $\sim 8,9$ ($\sim 9,4$) нм для ScSi и $\sim 9,5$ ($\sim 10,0$) нм для Sc_3Si_5 . Таким образом, мы видим, что наиболее близкая толщина слоев скандия к эксперименту наблюдается в случае обра-

зования на межфазных границах моносилцида. Другими словами тип образующего силцида с ростом давления распыляющего газа аргона не меняется.

4. ВЫВОДЫ

Экспериментально продемонстрировано снижение усадки периода МРЗ Sc/Si с ростом давления аргона от 1,6 до 2,4 мТорр по меньшей мере, на 1,66 нм, что соответствует уменьшению перемешанных зон на межфазных границах многослойных рентгеновских зеркал Sc/Si примерно в 4 раза. Заметное

понижение степени перемешивания наступает при давлении $p \sim 2$ мТорр, когда длина свободного пробега атомов аргона соизмерима с расстоянием от зоны распыления магнетронов до подложки. Тип силцида в перемешанных зонах при изменении условий осаждения не меняется и соответствует моносилциду ScSi. Снижение степени перемешивания сопровождается ростом отражательной способности в мягкой рентгеновской области, по меньшей мере, на 20 % и достигает $\sim 44,6$ % на длине волны 46,9 нм при нормальном падении.

Reduction of Interface Mixing in Sc/Si Multilayer X-ray Mirrors

Yu.P. Pershyn¹, A.Yu. Devizenko¹, V.V. Kondratenko¹, D.L. Voronov², E.M. Gullikson²

¹ National Technical University "Kharkiv Polytechnic Institute", 2, Kyrpychov Str., 61002 Kharkiv, Ukraine

² Advanced Light Source, Berkeley National Laboratory, 1, Cyclotron Road, MS 15R0217, Berkeley, CA 94720

By methods of X-ray diffraction in both hard ($\lambda = 0.154$ nm) and soft ($\lambda = 11.7-50.0$ nm) regions an influence of Ar pressure (1.6-2.4 mTorr) on interface mixing in Sc/Si multilayer X-ray mirrors (MXMs) during deposition is studied. Significant reduction in activity of interface zone formation with Ar pressure for both interfaces is revealed. That is manifested in zone thickness contraction at least by factor of 3. The zones in all studied MXMs are established to have the same composition corresponding to monosilicide (ScSi). The zone reduction is followed by reflectivity growth of Sc/Si MXMs at least by 20 % at wavelength of 46.9 nm.

Keywords: Multilayer X-ray mirror, Interface zone mixing, Zone contraction, Argon pressure, Reflectivity growth.

Зниження міжфазного перемішування в багат шарових рентгенівських дзеркалах Sc/Si

Ю.П. Першин¹, О.Ю. Девізенко¹, В.В. Кондратенко¹, D.L. Voronov², E.M. Gullikson²

¹ Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут», вул. Курпичова, 2, 61002 Харків, Україна

² Advanced Light Source, Berkeley National Laboratory, 1, Cyclotron Road, MS 15R0217, Berkeley, CA 94720

Методами рентгенівської дифракції як в жорсткої ($\lambda = 0,154$ нм), так й в м'якої ($\lambda = 11,7-50,0$ нм) рентгенівських областях досліджено вплив зміни тиску аргону на міжфазне перемішування в багат шарових рентгенівських дзеркалах (БРД) Sc/Si при виготовленні. Виявлено значне зниження активності утворення перемішаних силцидних зон з ростом тиску аргону від 1,6 до 2,4 мТорр на обох міжфазних межах, що призводить до зменшення товщини зон принаймні в 3 рази. Встановлено, що у всіх досліджених дзеркалах склад зон не змінюється та відповідає моносилциду (ScSi). Зменшення товщини зон призводить до росту відбивної здатності БРД Sc/Si на довжині хвилі 46,9 нм щонайменше на 20 %.

Ключові слова: Багат шарове рентгенівське дзеркало, Перемішанні зони, Зменшення перемішування, Тиск аргону, Збільшення відбивної здатності.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

- J. Gautier, F. Delmotte, F. Bridou, M.F. Ravet, F. Varniere, M. Roullay, A. Jerome, I. Vickridge, *Appl. Phys. A* **88**, 719 (2007).
- A.B. Gokhale, G.J. Abbaschian, *Bull. Alloy. Phase Diagrams* **7** No 4, 333 (1986).
- Y.P. Pershyn, E.N. Zubarev, D.L. Voronov, V.A. Sevryukova, V.V. Kondratenko, G. Vaschenko, M. Grisham, C.S. Menoni, J.J. Rocca, I.A. Artiukov, Y.A. Uspenskii, A.V. Vinogradov, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **42**, 125407 (2009).
- Y.P. Pershyn, E.M. Gullikson, V.V. Kondratenko, V.V. Mamon, S.A. Reutskaya, D.L. Voronov, E.N. Zubarev, I.A. Artyukov, A.V. Vinogradov, *Opt. Eng.* **52**, 095104 (2013).
- E. Gullikson, <http://cxro.lbl.gov/als632/> (2010).
- E. Spiller, *Revue Phys. Appl.* **23**, 1687 (1988).
- A.V. Vinogradov, *Quantum Electron.* **32**, 1113 (2002).
- M. Fernández-Perea, J.I. Larruquert, J.A. Aznárez, J.A. Méndez, L. Poletto, A.M. Malvezzi, A. Giglia, S. Nannarone, *J. Opt. Soc. Am. A* **23**, 2880 (2006).
- Yu.A. Uspenskii, V.E. Levashov, A.V. Vinogradov, A.I. Fedorenko, V.V. Kondratenko, Yu.P. Pershin, E.N. Zubarev, S. Mrowka, F. Schafers, *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **448**, 147 (2000).
- D.L. Windt, R. Hull, W.K. Waskiewicz, *J. Appl. Phys.* **71**, 2675 (1992).
- K. Kaptá, L. Daróczy, Z. Papp, D.L. Beke, G.A. Langer, A. Csik, M. Kis-Varga, A.L. Greer, Z.H. Barber, *Vacuum* **72**, 85 (2003).