

Рентгеновская оптика 2016

**Черноголовка
26-29 сентября**

**Доклады конференции
г. Черноголовка, 26-29 сентября 2016**

**Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
Российской академии наук**

2016

Конференция
«Рентгеновская оптика — 2016»
г. Черноголовка, 26-29 сентября 2016 г.

Организатор конференции

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых
материалов Российской академии наук (ИПТМ РАН, г. Черноголовка)

При поддержке

Российского Фонда Фундаментальных Исследований

Комитет по проведению конференции

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

Программный комитет

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

Программа конференции

- 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 использованием синхротронных и лабораторных источников рентгеновского излучения

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук
142432, г. Черноголовка, ул. Академика Осипяна, д. 6, Московская обл., Россия
Тел.: (496)5244058
e-mail: x-ray@iptm.ru
web: <http://purple.iptm.ru/xray>

СОДЕРЖАНИЕ

<u>М.А. Андреева</u> , Р.А. Баулин, М.М. Борисов, Э.Х. Мухамеджанов, Ю.Л. Репченко Возбуждение ортогональной к падающей поляризации в отраженном пучке как способ исследования магнитного упорядочения в многослойных пленках.....	6
<u>И.Н. Андриенко</u> , А.В. Соловьёв Разработка и создание WEB-версии единой составной комплексной библиографической с полным описанием базы данных публикаций (БДП) с переменными форматами, на русском и английском языках авторов ИПТМ РАН в период 1984-2015 гг.	9
<u>В.Е. Асадчиков</u> , А.В. Бузмаков, Ю.М. Дымшиц, Д.А. Золотов, А.С. Ингачева, М.В. Чукалина, Д.Е. Ичалова, М. Caselle, S. Chilingaryan, M. Balzer, T. Baumbach Работы по созданию рентгеновских микротомографов в Институте кристаллографии РАН.....	12
<u>Р.А. Баулин</u> , М.А. Андреева, Ю.А. Бабанов, Б.Ю. Голобородский, Д.И. Девятериков, Д.А. Пономарев, Л.Н. Ромашев, В.В. Устинов, Р. Рюффер, Г.В. Смирнов, А.И. Чумаков Ядерно-резонансная рефлектометрия кластерно-слоистых [Fe/Cr] <i>n</i> наноструктур, демонстрирующих Кондо-подобное поведение	13
<u>А.В. Бузмаков</u> , Д.А. Золотов, Д.Е. Ичалова, М.В. Чукалина, Д.П. Николаев, В.Е. Прун, А.С. Ингачева, А.С. Гладков, И.В. Якимчук, В.Е. Асадчиков Методы подавления артефактов в полихроматичной рентгеновской микротомографии	15
<u>В.А. Бушуев</u> , И.А. Петров Анализ формирования задержанных рентгеновских импульсов при дифракции в многослойных структурах	16
<u>Е.А. Вишняков</u> , Д.Е. Парьев, А.Е. Пестов, В.Н. Полковников, Н.И. Чхало, А.В. Щербаков Измерение чувствительности ПЗС-матриц при помощи лабораторного светосильного МР монохроматора	19
<u>А.А. Дышеков</u> Оражение рентгеновского излучения от среды с одномерной модуляцией поляризуемости вблизи области ПВО	21
<u>Д.А. Золотов</u> , В.Е. Асадчиков, А.В. Бузмаков, Д.А. Елфимов, Ф.Н. Чуховский Пространственное расположение дислокационных полупетель в кремнии по данным рентгеновской топо-томографии	24
<u>М.В. Зорина</u> , Ю.А. Вайнер, М.С. Михайленко, А.Е. Пестов, И.Л. Струля, Н.И. Чхало Модификация поверхности бериллия ионно-пучковым травлением	26
<u>Д.В. Иржак</u> , А.В. Иржак, Л.С. Коханчик, Д.В. Рошупкин, Е.В. Емелин, С.И. Божко, А.М. Ионов Исследование планарных структур в кристалле ниобата лития методами рамановской спектроскопии и рентгеновской дифрактометрии	29
<u>А.В. Карпов</u> , В.И. Пунегов, Д.В. Казаков Рентгеновская дифракция на кристаллическом рельефе.....	31
<u>А.О. Колесников</u> , Е.А. Вишняков, Е.Н. Рагозин, А.Н. Шатохин Спектрографы на основе VLS-решёток	34
<u>В.Г. Кон</u> Численное моделирование рентгеновской шестиволновой дифракции в идеальном кристалле кремния.....	37
<u>С. Кузнецов</u> , М. Любомирский, И. Снигирева, В. Кон, В. Юнкин, Г. Воган, Д. Зверев, А. Снигирев 30-линзовый интерферометр для диапазона жесткого рентгеновского излучения	40

<u>И. Лятун</u> , В. Юнкин, С. Кузнецов, А. Баранников, М. Поликарпов, П. Ершов, И. Снигирева, А. Снигирев	
Создание и модификация рентгеновских оптических элементов с помощью сфокусированного ионного пучка	43
<u>И.В. Малышев</u> , М.Н. Торопов, Н.И. Чхало	
Анализ деформаций высокоточных зеркал в оправках	46
<u>А.Е. Мингалева</u> , О.В. Петрова, С. В. Некипелов, Н.Н. Шомысов, В.Н. Сивков	
Радиационное разложение неорганических материалов под действием синхротронного излучения.....	49
<u>Т.Р. Мурадян</u> , В.Р. Кочарян	
Модуляция рентгеновского излучения	50
<u>А. Мьяконьких</u> , А. Рогожин, К. Руденко, В. Лукичев, В. Юнкин С. Кузнецов, И. Снигирева, А. Снигирев	
Криогенное травление кремния для изготовления элементов рентгеновской оптики	53
<u>С.В. Некипелов</u> , О.В. Петрова, Н.Н. Шомысов, Е.Н.Шустова, В.Н. Сивков	
Синхротронные исследования металлоорганических соединений.....	56
<u>А.Н. Нечай</u> , И.Г. Забродин, С.Ю. Зуев, И.А. Каськов, Н.Н. Салащенко, Н.И. Чхало, А.В. Щербачев	
Рефлектометр на основе лазерно-плазменного источника излучения и спектрометра Черни-Тернера. Первые эксперименты	58
<u>Д.Е. Парьев</u> , Ю.А. Вайнер, С.Ю. Зуев, А.Н. Нечай, В.Н. Полковников, Н.Н. Салащенко, М.В. Свечников, Н.И. Чхало	
Многослойные зеркала Mo/Be и Mo/Be/Si для спектрального диапазона 11-17 нм.....	61
<u>А.Е. Пестов</u> , Ю.А. Вайнер, М.В. Зорина, С.Ю. Зуев, М.С. Михайленко, В.П. Полковников, И.Л. Струля, Н.И. Чхало, С.А. Чурин	
Бериллиевые подложки для многослойных зеркал МР и ЭУФ диапазонов длин волн	64
<u>О.В. Петрова</u> , Д.В. Сивков, С.В. Некипелов, В.В. Баженов, В.Н. Сивков, Н. Ehrlich	
Синхротронные исследования биоматериалов.....	67
<u>К.М. Подурец</u> , А.А. Калоян, Е.С. Коваленко	
Применение количественной синхротронной топографии для исследования кристаллов Si с канавками и ZnGeP ₂	69
<u>В.Н. Полковников</u> , Ю.А. Вайнер, С.Ю. Зуев, М.В. Свечников, Р.А. Шапошников	
Трехкомпонентные многослойные зеркала на основе Al для ЭУФ диапазона	71
<u>И.А. Прохоров</u> , Д.А. Романов, А.Э. Волошин, В.Г. Ральченко, А.П. Большаков, А.А. Хомич, Б.В. Петухов, С.С. Стрельченко	
Сравнительные рентгенодифракционные исследования эпитаксиальных CVD пленок германия и алмаза	74
<u>В.И. Пунегов</u>	
Влияние упругих деформаций на дифракцию рентгеновских лучей от полупроводникового кристалла с металлической поверхностной решеткой.....	77
<u>Д.В. Рошупкин</u> , Д.В. Иржак, О.В. Кононенко	
Рентгеновская оптика в ИПТМ РАН	80
<u>В.Н. Сивков</u> , С.В. Некипелов, О.В. Петрова, А.Е. Мингалева, Н.Н. Шомысов	
Методы неразрушающей диагностики углеродных наноструктурных материалов	84
<u>Д.В. Сивков</u>	

Подходы к расчету диффузного рассеяния рентгеновских лучей в кристаллах с квантовыми точками	85
И.А.Смирнова	
Построения изображения краевой дислокации методом траекторий в Лауэ дифракции	88
А.А. Снигирев	
Рентгеновская преломляющая оптика «20 лет спустя»: статус и новые возможности для источников 3-го и 4-го поколения	91
<u>В.А. Ткаль, В.А. Бушуев, И.А. Жуковская, Н.Н. Водолазова</u>	
Роль фазы и амплитуды при фурье-обработке топографических и оптических изображений дефектов структуры монокристаллов.....	93
<u>М.Н. Торопов, М.В. Зорина, С.Ю. Зуев, И.В. Малышев, В.Н. Полковников, А.Е. Пестов, Н.Н. Салащенко, Д.С. Сидоров, Н.И. Чхало</u>	
Проекционный объектив для стенда ЭУФ нанолитографа на 13,5 нм	96
<u>М.В. Чукалина, А.В. Бузмаков, Д.П. Николаев, А.С. Ингачева, Д.А. Золотов, Б.С. Рошин, А. Гладков, В.Е. Прун, В.Е. Асадчиков</u>	
К задаче рентгеновской флуоресцентной томографии: оценка восстанавливаемой функции	99
<u>А.И. Шишаков, И.Н. Мищенко, М.А. Чуев</u>	
Аппаратная функция в рентгеновской дифракции наночастиц	100
<u>И.М. Шмытько, В.В. Кедров</u>	
Аномальная зависимость интенсивности рентгеновских рефлексов от формы нанокристаллитов Cs_2SO_4	103
<u>А.В. Щербаков, А.Е. Пестов, Н.И. Чхало, Н.Н. Салащенко</u>	
Контактный микроскоп в мягком рентгеновском диапазоне с цифровой регистрацией изображений	106
<u>В. Юнкин, С. Кузнецов, И. Снигирева, А. Снигирев</u>	
Современные подходы при формировании кремниевой планарной преломляющей оптики	108
УКАЗАТЕЛЬ АВТОРОВ	111

Возбуждение ортогональной к падающей поляризации в отраженном пучке как способ исследования магнитного упорядочения в многослойных пленках

М.А. Андреева,¹ Р.А. Баулин,¹ М.М. Борисов,² Э.Х. Мухамеджанов,² Ю.Л. Репченко²

¹ Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, 119991, Москва;

² НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия

e-mail: Mandreeva1@yandex.ru

Магнитная структура многослойных пленок с нанометровыми слоями является предметом интенсивных исследований, поскольку эти данные чрезвычайно важны для разнообразных применений этих структур (спинтроника, магнитооптика, сенсоры, солнечные батареи и т.д.). Профили намагниченности исследуются с помощью рефлектометрии, обладающей уникальным разрешением по глубине (< 1 нм), на излучениях рентгеновского диапазона, чувствительных к магнитным свойствам слоев. Такими методами являются: рефлектометрия поляризованных нейтронов, ядерно-резонансная рефлектометрия и рентгеновская резонансная магнитная рефлектометрия (XRMR - X-ray Resonant Magnetic Reflectivity) (примеры см. [1-10]). Последний метод реализуется на станциях синхротронного излучения (СИ), имеющих возможность работы с излучением круговой поляризации. Не все синхротронные станции имеют поляризационные устройства, большинство станций работает с излучением естественной для СИ линейной поляризацией.

В нашей работе впервые в практике синхротронных исследований мы опробуем эксперимент по анализу поляризации отраженного излучения от магнитно-упорядоченных образцов, что позволит исследовать эффекты магнитного кругового дихроизма в отражении с использованием линейной поляризации пучка СИ.

Если отражающая среда анизотропна, то амплитуда отражения может быть представлена поляризационной матрицей отражения в ортах σ - и π -поляризованного излучения (детали вычисления такой матрицы изложены, например, в [11-12]):

$$\hat{R} = \begin{pmatrix} r_{\sigma\sigma} & r_{\sigma\pi} \\ r_{\pi\sigma} & r_{\pi\pi} \end{pmatrix}. \quad (1)$$

Для σ -поляризованного падающего излучения интенсивность отражения будет представлена двумя составляющими:

$$I_{\sigma\sigma} = |r_{\sigma\sigma}|^2 \text{ и } I_{\pi\sigma} = |r_{\pi\sigma}|^2, \quad (2)$$

причем именно $I_{\pi\sigma}$ - "переброс" поляризации в процессе отражения, - характеризует эффекты магнитного кругового дихроизма.

Обычно измеряемая в XRMR экспериментах величина асимметрии по знаку круговой поляризации представлена выражением:

$$A = \frac{I_+ - I_-}{I_+ + I_-}, \quad (3)$$

где I_+ , I_- интенсивности отражения излучения правой и левой круговой поляризации,

$$\begin{aligned} I_+ &= \frac{1}{2} (|r_{\sigma\sigma} + ir_{\sigma\pi}|^2 + |r_{\pi\sigma} + ir_{\pi\pi}|^2) = \\ &= \frac{1}{2} \{ |r_{\sigma\sigma}|^2 + |r_{\sigma\pi}|^2 + 2(\operatorname{Re} r_{\sigma\pi} \operatorname{Im} r_{\sigma\sigma} - \operatorname{Re} r_{\sigma\sigma} \operatorname{Im} r_{\sigma\pi}) + \\ &+ |r_{\pi\sigma}|^2 + |r_{\pi\pi}|^2 + 2(\operatorname{Re} r_{\pi\pi} \operatorname{Im} r_{\pi\sigma} - \operatorname{Re} r_{\pi\sigma} \operatorname{Im} r_{\pi\pi}) \} \end{aligned}$$

и

$$\begin{aligned} I_- &= \frac{1}{2} (|r_{\sigma\sigma} - ir_{\sigma\pi}|^2 + |r_{\pi\sigma} - ir_{\pi\pi}|^2) = \\ &= \frac{1}{2} \{ |r_{\sigma\sigma}|^2 + |r_{\sigma\pi}|^2 - 2(\operatorname{Re} r_{\sigma\pi} \operatorname{Im} r_{\sigma\sigma} - \operatorname{Re} r_{\sigma\sigma} \operatorname{Im} r_{\sigma\pi}) + \\ &+ |r_{\pi\sigma}|^2 + |r_{\pi\pi}|^2 - 2(\operatorname{Re} r_{\pi\pi} \operatorname{Im} r_{\pi\sigma} - \operatorname{Re} r_{\pi\sigma} \operatorname{Im} r_{\pi\pi}) \} \end{aligned} \quad (4)$$

так что

$$(I_+ - I_-) = 2(\operatorname{Re} r_{\pi\pi} \operatorname{Im} r_{\pi\sigma} + \operatorname{Re} r_{\sigma\pi} \operatorname{Im} r_{\sigma\sigma} - \operatorname{Re} r_{\pi\sigma} \operatorname{Im} r_{\pi\pi} - \operatorname{Re} r_{\sigma\sigma} \operatorname{Im} r_{\sigma\pi}) \quad (5)$$

Таким образом, в XRMR экспериментах дихроичные коэффициенты $r_{\pi\sigma}$ и $r_{\sigma\pi}$ усилены интерференцией с основными, существенно большими диагональными элементами матрицы рассеяния $r_{\pi\pi}$ и $r_{\sigma\sigma}$. В эксперименте с раздельной регистрацией σ - и π -отраженного излучения недиагональные элементы матрицы рассеяния, ответственные за эффект дихроизма в отражении, исследуются в "чистом" виде (2), но эффект ожидается существенно меньшим по величине.

Тестовые расчеты эффектов, которые возможно наблюдать в эксперименте с разделением отраженного излучения по поляризации, мы провели для ядерно-

резонансного отражения (Рис.1.). Расчеты рефлектометрических кривых и спектров отражения проведены для ферро- и антиферромагнитного межслойного упорядочения при разных ориентациях направления намагниченности относительно пучка излучения, но в плоскости поверхности. Кривые отражения представлены для энергий излучения, соответствующих переходам с изменением магнитного квантового числа $\Delta m = \pm 1$. Именно для этих переходов отраженное излучение обладает круговой поляризацией, эффект дихроизма в отражении и "переброс" поляризации из σ -падающей в π -отраженную поляризацию максимален. Рисунок выявляет

случаи, в каких случаях магнитного упорядочения мы можем наблюдать интересный нас эффект – это ферромагнитное или антиферромагнитное упорядочение намагниченности в направлении пучка излучения. В первом случае мы должны получить достаточно резкий максимум вблизи критического угла, во втором эффект максимален для "магнитного" пика на кривой отражения. Рассчитанные спектры отражения демонстрируют, что эффект "переброса поляризации" имеет место только для энергий фотонов, соответствующих переходам $\Delta m = \pm 1$.

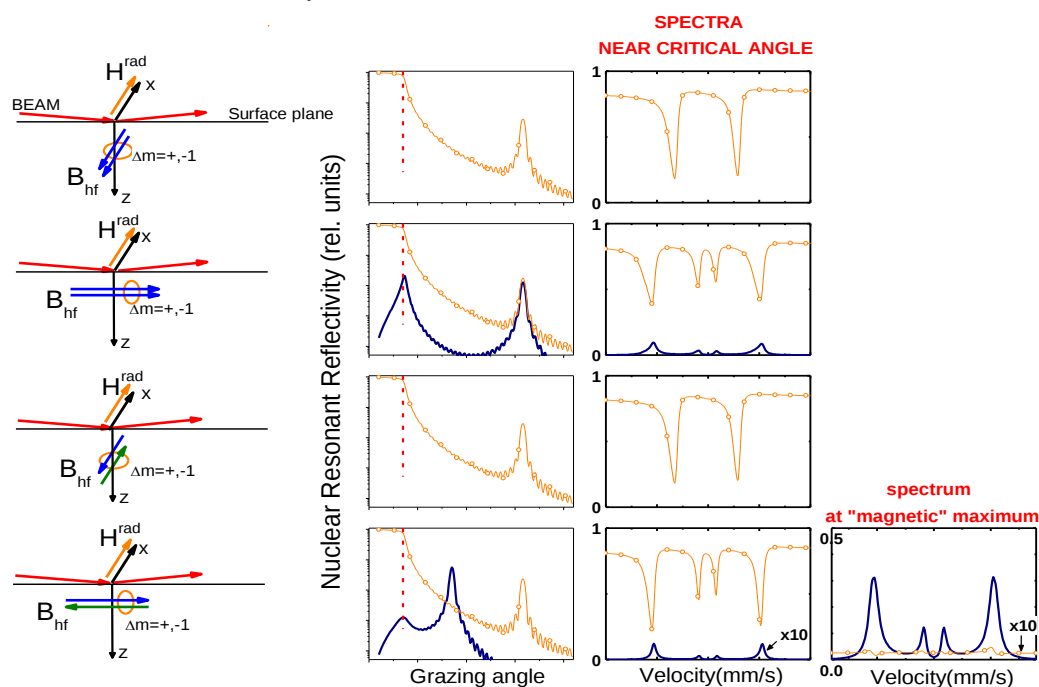


Рис.1. Модельные расчеты ядерно-резонансного отражения для π -поляризованного падающего излучения (мессбауэровский переход в ^{57}Fe магнитно-дипольный M1) с разделением отраженного излучения по поляризации. Тонкие кривые с символами - рассеяние из π - в π - поляризованное излучение, более толстые кривые (синие в on-line) – рассеяние из π - в σ - поляризованное излучение.

Пробные измерения отражения с селекцией по поляризации начаты на станции «Прецизионная рентгеновская оптика» КИСИ. Для разделения по поляризации составляющих отраженного пучка перед детектором, связанным с исследуемым образцом по схеме «тета -2тета», помещался кристалл-анализатор кремния, выставленный в положение 422 отражения ($2\theta = 89.682^\circ$ для используемого излучения с длиной волны $1.5635 \text{ \AA}$), который может поворачиваться на 90° относительно отраженного пучка вместе с детектором и, таким образом, регистрировать отраженное излучение селективно по π - и σ -поляризации. Перед началом эксперимента проведены измерения поляризации синхротронного пучка КИСИ, она оказалась

смесью σ - и π - поляризованного излучения в соотношении 0.88% : 0.12% (Рис.2.).

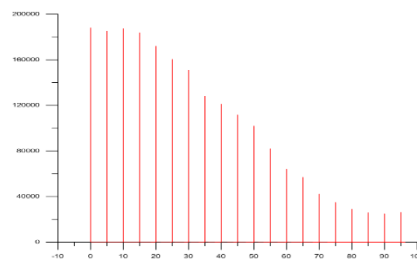


Рис. 2. Зависимость максимума интенсивности излучения синхротронного пучка после поляризационного анализатора от угла анализатора: 0° – вертикальное положение (σ -

поляризации), 90° – горизонтальное положение (π -поляризация). Отношение $\sigma/\pi \sim 7.4$ ($\sim 88\%$)

Это обстоятельство существенно осложняет интерпретацию данных по ожидаемому магнитному отражению.

Для тестовых измерений использовалась многослойная пленка Si//Cr(50)/[Fe(35)/Pd(8)/Gd(50)/Pd(8)]*12/Cr(30) (толщины указаны в Å). С целью устранения доменной структуры образец помещался на поверхности постоянного магнита так, чтобы магнитное поле ($B=0.15$ Тл) было направлено вдоль пучка СИ. Измерения проводились вблизи L_2 края поглощения гадолиния (7930 eV, длина волны $\lambda = 1.5635$ Å), где ожидается максимальный магнитный эффект [13-15].

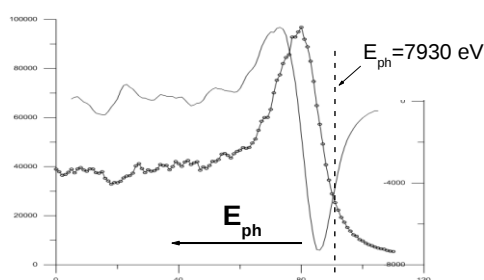


Рис. 3. Зависимость выхода L_β Gd – флуоресценции от энергии пучка СИ (ось x – условные величины) для исследуемого образца. Сплошная кривая – производная от графика флуоресценции. За рабочую точку принята энергия, при которой наблюдается минимум производной и где ожидается максимальный магнитный эффект.

Получены пробные экспериментальные кривые отражения без разделения по поляризации и для σ - и π -отраженного излучения.

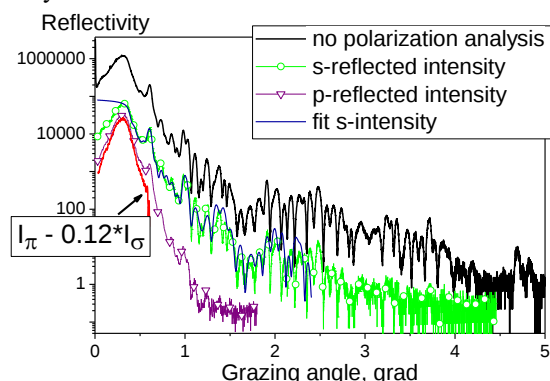


Рис. 4. Экспериментальные рефлектометрические кривые для энергии фотонов 7930 eV, измеренные без разделения поляризации отраженного пучка и с таким разделением.

Рефлектометрическая кривая для π -

отраженного излучения обнаружила некоторые особенности. Очевидно, что для 12% падающего π -поляризованного излучения кривая отражения повторяла бы кривую отражения для σ -поляризованного излучения (с коэффициентом 12%), однако, мы видим, что в π -отраженном сигнале присутствует составляющая, которая может быть объяснена только перекачкой интенсивности из σ -падающего излучения в π -отраженный сигнал. Этот отклик может являться тестером наличия магнитного рассеяния. Однако, для дальнейшего использования предложенной методики в исследованиях магнитных эффектов в тонких пленках, полученный результат должен быть проверен измерениями при других ориентациях внешнего магнитного поля и его напряженности.

Вывод. Работа подтвердила экспериментальную возможность измерений с разделением поляризации отраженного пучка, что создает перспективы магнитных исследований на станции ПРО КИСИ.

Работа поддержана РФФИ № 15-02-01502-а.

- [1] Sacchi M., Hague C.F., Pasquali L., et. al., PRL **81**, 1521 (1998).
- [2] Ishimatsu N., Hashizume H., Hamada S., et.al., Phys. Rev. B **60**, 9596 (1999).
- [3] Se`ve L., Jaouen N., Tonnerre J. M., et.al., Phys. Rev. B **60**, 9662 (1999).
- [4] Geissler J., Goering E., Justen M., et.al., Phys. Rev. B **65**, 020405 (2001).
- [5] Lauter-Pasyuk V., Lauter H.J., Toperverg B.P., et al., PRL **89**, 167203-1-4 (2002).
- [6] Andreeva M.A., Smekhova A.G., Lindgren B., et.al., JMMM **300**(1), 371 (2006).
- [7] Diederich T., Couet S., Röhlberger R., Phys. Rev. B, **76**, 054401-1-5 (2007).
- [8] Tonnerre J. M., De Santis M., et al., PRL **100**, 157202 (2008).
- [9] Kravtsov E., Haskel D., te Velthuis S.G.E., et.al., Phys. Rev. B **79**, 1334438 (2009).
- [10] M. Andreeva, A. Gupta, et al., Phys. Rev. B **92**, 134403-1-12 (2015).
- [11] M.A. Andreeva*, A.G. Smekhova, Appl. Surf. Science **252**, 5619 (2006).
- [12] <http://link.aps.org/supplemental/10.1103/PhysRevB.92.134403>.
- [13] Naomi Kawamura, Motohiro Suzuki et al., J. Synchrotron Rad., **8**, 425 (2001).
- [14] G. Champion, N. Laloti, J. AM. CHEM. SOC. **125**, 8371 (2003).
- [15] Y. Choi, Element-specific magnetism studies on patterned magnetic structures and magnetic films, http://bedzyk.mccormick.northwestern.edu/files/thesis/YongseongChoi_Thesis.pdf. diss., (2005).

Разработка и создание WEB-версии единой составной комплексной библиографической с полным описанием базы данных публикаций (БДП) с переменными форматами, на русском и английском языках авторов ИПТМ РАН в период 1984-2015 гг.

И.Н Андриенко,¹ А.В. Соловьев²

¹*Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, Черноголовка, Россия*

e-mail: inandrko@iptm.ru

²*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия*

На современном этапе в области нанотехнологии отмечены растущие гигантские информационные потоки (журналы, книги, патенты и др.) и особенно библиографии технологии микро - и нанoeлектроники. Разработки в этой области должны обеспечить простую идентификацию, поиск по различным параметрам, анализ документов адекватного содержания, опубликованных на различных языках (русский и английский), а также их тематическую идентификацию, кластеризацию и классификацию. Накопление данных о публикациях сотрудников ИПТМ РАН привели к необходимости создания базы данных публикаций (БДП).

На первом этапе необходимо было понять какова необходимая для такой базы данных структура, какие запросы к БДП необходимо проработать, а также выработать наиболее эффективную методику перевода сплошных текстовых данных в структурированный вид, необходимый для заполнения базы данных.

Первый вариант базы данных делался на Microsoft Access, на нем отрабатывались принципы построения БДП и алгоритмы подготовки данных. Удалось получить вполне работоспособный вариант базы, однако в плане практического использования сразу же возникли вопросы, связанные с доступом и безопасностью. С локальным вариантом базы данных можно было работать только на одном компьютере, к тому же возникла проблема разграничения доступа, т.е. возможность для отдельных пользователей редактировать базу данных и запрет для других. Эта проблема могла быть решена с размещением сетевой версии программы на сервере Microsoft Windows Server, что решало проблемы, как с разграничением доступа, так и с самим доступом с различных компьютеров института. Однако подобное решение с одной стороны не решает всех проблем, с другой стороны является

дорогостоящим и требует достаточно сложного обслуживания. Стало понятно, что для того, чтобы созданной базой могли пользоваться все сотрудники с наименьшими проблемами, необходимо кардинально менять подход к создаваемой базе данных.

В результате было принято решение о создании веб-версии базы данных с открытым доступом, расположенной на сайте ИПТМ РАН. Первоначально база содержала следующие данные: номер записи (индекс), авторы, название публикации, источник, год, направление, ключевые слова, аннотация, язык, тип публикации и ссылка на место хранения полнотекстовой версии публикации. Программное обеспечение БДП разработано с использованием системы управления базами данных MySQL и языка PHP. При выборе программного обеспечения большую роль сыграло то, что это программное обеспечение очень распространено и позволяет вести быструю и эффективную разработку веб-приложений, а также то, что оно распространяется бесплатно (MySQL под GNU General Public License, а PHP под собственное PHP License - лицензией на свободное программное обеспечение).

Использование этого программного обеспечения позволило в короткие сроки создать веб-версию базы данных и добавить новый функционал. В программе представлены два представления данных, между которыми легко переключаться: в виде таблицы и в виде списка. Табличное представление данных удобнее при сортировке и фильтрации данных по различным полям, а представление данных в виде списка можно использовать напрямую в различных отчетах. При этом при переключении к представлению в виде списка сохраняется набор и порядок записей, отобранных при работе в режиме таблицы.

База данных позволяла вести фильтрацию

по полям: «Авторы», «Название», «Источник», «Направление», «Ключевые слова», «Язык», «Тип» (публикации), а также выбирать диапазон лет для выборки. По этим же полям и по полю «ID» (номер записи) допускалась сортировка по возрастанию и убыванию. При этом фильтрация данных позволяла задать параметры одновременно в нескольких полях. Выборка данных производится по клику по кнопке «Отобразить». На рисунке 1 показан фрагмент интерфейса программы БДП. Вверху находится кнопка перехода к следующим «+» или предыдущим «-» страницам, также показан номер страницы и общее количество страниц в выдаче. Ниже находится переключатель количества отображаемых на странице записей, общее количество записей и кнопка «отобразить». Ниже показано отображение поля «ID» (номер записи) и поля «Авторы». В поле «ID» присутствует только сортировка по возрастанию и убыванию (стрелочки слева и справа от заголовка столбца), в поле «Авторы» присутствует также и возможность фильтрации – для этого нужно просто ввести необходимую строку в прямоугольник под названием поля и нажать кнопку «отобразить». Стрелка, показывающая текущую сортировку, закрашивается черным цветом.

страница 1 + из 61

на стр. 50		отобрано: 3028		отобразить	
↑ID↓	↑Авторы↓				
72	Aristov V.V., I.B. Bondarenko, N.N. Dryomova, V.V. Kazmiruk, E.B. Yakimov.,				
73	Aristov V.V., M.M. Myshlyaev, Y.A. Romanov, I.M. Shmytko.,				
74	Grazhulene S.S., V.K. Karandashev, Yu.I. Popandopulo, N.I. Chaplygina, Yu. V. Yakovlev,				

Рис. 1.

Наиболее полно все задействованные поля были заполнены за 2012 год. Работа по заполнению полей «Направление», «Ключевые слова» и «Аннотация» требовали длительной и кропотливой работы над каждой публикацией, поэтому эти поля заполнялись только для публикаций 2008-2012 годов и были заполнены не для всех публикаций.

В 2013 году подход к наполнению базы данных изменился, теперь для различных отчетов понадобились сведения о наличии издания в базах цитирования и самих импакт-факторах этих изданий, присутствия издания в перечне ВАК, также появилась необходимость отображать постоянный идентификатор цифровых объектов (DOI). Кроме этого повысились требования к соответствию генерируемых программой списков

действующим ГОСТ (прежде всего ГОСТ 7.1-2003 для списка литературы и ГОСТ Р 7.0.5-2008 для библиографических ссылок).

Стало понятно, что невозможно обойтись существующими полями БДП и встал вопрос о реорганизации базы данных. Было выработано решение, которое позволяет минимизировать работы по переходу на новую версию базы данных, а также сохранить все наработки предыдущей версии. Были сохранены все имеющиеся данные и поля, а к ним добавлены новые: первый автор, отдельное поле с наименованием издания, база цитирования, импакт-фактор издания в базе цитирования, присутствие издания в перечне ВАК, DOI, а также поля с полными библиографическими данными о переводе статьи и ссылка на этот перевод. После добавления новых полей БДП стало неудобно отображать все поля и делать это в прежнем варианте – с отображением каждого поля в отдельной ячейке. Табличный вариант становился неудобным и перегруженным. Кроме этого стало ясно, что работа над полями «направление», «ключевые слова» и «аннотация» приостанавливается из-за нехватки человеческих ресурсов, необходимых для качественного продолжения этой работы. В результате эти поля в новой версии базы данных не отображаются (хотя и присутствуют в базе данных и могут быть отображены в другом представлении БДП, если эта необходимость возникнет). Также из экономии экранного пространства и для улучшения восприятия материала было принято решение объединить несколько полей в одно при табличном отображении, при этом оставив возможность сортировки и фильтрации по каждому из полей. Так были объединены поля «1-й автор», «Название», «Авторы», «Источник».

Также в отображение данных были добавлены поля «Перечень ВАК», «База и импакт-фактор» (объединяет при отображении два поля из базы данных), «Идентификатор DOI».

Поля «ID» (номер записи (индекс)), «Год», «Язык» и «Тип» - остались нетронутыми и по отображению, и по функционалу.

Таким образом, начиная с 2013 года поменялась как структура, так и отображение БДП. С этим возник ряд проблем. Поля, которые появились в новых записях базы данных, отсутствуют в записях 2012 года и ранее, поэтому пришлось применить обработку, позволяющую более-менее корректно отображать старые данные (хотя в этом случае уже и нельзя говорить о соответствии текущему ГОСТу). Также невозможно для старых записей осуществить фильтрацию, например, по полю «1-й автор».

База данных позволяет не только находить библиографические данные, но и производить

другие обработки данных. Так, например, появляется возможность посчитать количество записей по тем или иным критериям. С помощью БДП было подсчитано количество публикаций сотрудников ИПТМ РАН по годам. С использованием данных по количеству научных сотрудников удалось построить диаграмму

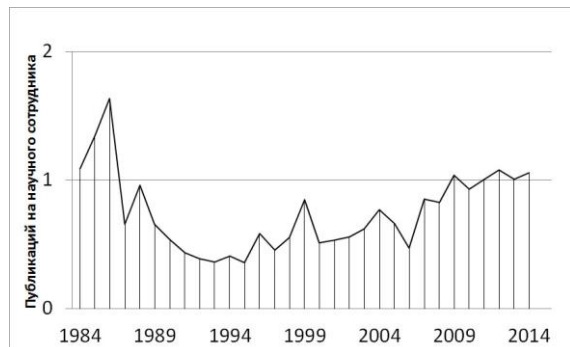


Рис. 2.

среднего количества публикаций на одного автора по годам (с 1984 по 2014 год). Эта диаграмма представлена на Рис. 2.

Базой данных в нынешнем ее варианте можно свободно пользоваться, интерфейс базы данных доступен по адресу <http://purple.iptm.ru/works/>. Однако работы над базой данных продолжаются. Причем, как в направлении заполнения базы новыми данными и уточнения имеющихся данных, так и в направлении совершенствования структуры и программы обработки БДП. Необходимо привести старую часть базы данных к новым требованиям и заполнить необходимые поля, но это требует длительной и кропотливой операторской работы. Также было бы неплохо для новых записей заполнить данные по ключевым словам, направлениям и аннотациям.

В настоящее время база данных содержит 3434 записи, в ней объединены данные публикаций ИПТМ за период с 1984 по 2015 год.

Работы по созданию рентгеновских микротомографов в Институте кристаллографии РАН

В.Е. Асадчиков^{1,4}, А.В. Бузмаков¹, Ю.М. Дымшиц¹, Д.А. Золотов¹, А.С. Ингачева¹,
М.В. Чукалина¹, Д.Е. Ичалова^{1,2}, М. Caselle³, S. Chilingaryan³, М. Balzer³, Т. Baumbach³

¹Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова, РАН, Москва, Ленинский проспект, 59, Россия

²Московский физико-технический институт, Долгопрудный, Россия

³Karlsruhe Institute of Technology, Karlsruhe, Germany

⁴Московский государственный университет им.М.В.Ломоносова, Москва, Ленинские горы, д.1

email: asad@crys.ras.ru

Работы по развитию методик получения рентгеновских изображений были начаты в Институте кристаллографии РАН более 20 лет тому назад. В то время единственным доступным двумерным детектором рентгеновского излучения была рентгеновская пленка. Как известно, преимуществом таких детекторов являлись высокое (свыше одного микрона) разрешение при практически неограниченном поле зрения. Поэтому в то время представлялось вполне естественным сконцентрироваться на разработке и испытаниях увеличивающих рентгенооптических элементов. Нами совместно с коллегами из ФИАНА и ХПИ были разработаны и испытаны рулетные зонные пластинки. Были также выполнены работы по исследованию по изучению структуры трековых мембран с помощью микроскопа Шварцшильда, в ходе которых было достигнуто разрешение на уровне 0,2 мкм на длине 20 нм. В это же время нами была создана и испытана установка для исследования увеличивающих свойств рентгенооптических элементов, с возможностью ее применения для контактной микроскопии. В дальнейшем именно на базе этой установки проводились испытания конструкций разрабатываемых рентгеновских микротомографов, что стало возможным с применением современных линейных и двумерных детекторов. В результате были разработаны конструкции нескольких микротомографов.

- Микротомограф с полем зрения до 100 мм при разрешении порядка 150 мкм. В конструкции этого прибора используется линейный позиционно чувствительный детектор. В этом микротомографе реализована послойная схема сканирования.
- Микротомограф с полем зрения до 10 мм при разрешении порядка 10 мкм. В конструкции этого прибора используется двумерный CCD-детектор. Использование такого детектора позволило отказаться от

послойной схемы сканирования и, тем самым, уменьшить время проведения исследований с нескольких дней, до полутора часов.

- Внесение в конструкцию описанного выше микротомографа увеличивающего рентгенооптического элемента – многоэлементной преломляющей линзы, позволило улучшить разрешение до ~6 мкм при поле зрения ~2 мм
- Для исследования объектов с разрешением ~1 мкм при поле зрения ~1 мм, создан микротомограф с использованием увеличивающей оптики на базе асимметрично срезанных отражающих кристаллов Si(220) с коэффициентом асимметрии порядка 20.
- Нам также удалось впервые в лабораторных условиях реализовать методику томотомографии для выявления пространственного расположения дефектов структуры в кристаллах.

Создан комплекс программного обеспечения для обработки данных томографических экспериментов реализующий метод свертки и обратного проецирования и модифицированный автором алгебраический метод. Показано, что для исследования структуры биологических объектов с полем зрения на уровне ~1 см и разрешением 10 мкм наиболее эффективно использовать рентгеновское излучение с длиной волны порядка 0,1 нм.

В настоящее время ведутся работы, направленные на увеличение поля зрения и диапазона длин волн применяемого излучения, что позволит создать возможности для изучения неорганических материалов при сохранении поля зрения и разрешения.

Работа выполняется при поддержке Минобрнауки, соглашение № 14.616.21.0005 (проект RFMEFI61614X0005)

Ядерно-резонансная рефлектометрия кластерно-слоистых [Fe/Cr]n наноструктур, демонстрирующих Кондо-подобное поведение

М.А. Андреева¹, Р.А. Баулин¹, Ю.А. Бабанов², Б.Ю. Голобородский², Д.И. Девятериков², Д.А. Пономарев², Л.Н. Ромашев², В.В. Устинов², Р. Рюффер³, Г.В. Смирнов⁴, А.И. Чумаков³

¹МГУ им. Ломоносова, физический факультет, 119991, ГСП-1, Москва, Россия

²Институт физики металлов имени М.Н. Михеева, Екатеринбург, Россия

³European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble, France

⁴Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, 123182, Москва, Россия
e-mail: romanbaulin17@gmail.com

Кластерно-слоистые многослойные структуры [Fe/Cr] с ультратонкими слоями железа проявляют множество интересных магнитных свойств [1]: Кондо-подобное поведение электрического сопротивления, состояние спинового стекла при низких температурах, неэргодичность и т.д.

Ядерно-резонансная рефлектометрия является важнейшим методом исследования магнитного упорядочения магнитных многослойных структур [2-4]. На станции ID18 Европейского синхротрона (ESRF) с использованием ядерного монохроматора [5] были исследованы 4 многослойных образца: $[^{57}\text{Fe}(1.2\text{\AA})/\text{Cr}(10.5\text{\AA})]_{30}$ (A1), $[^{57}\text{Fe}(2.1\text{\AA})/\text{Cr}(10.5\text{\AA})]_{30}$ (A2), $[^{57}\text{Fe}(8\text{\AA})/\text{Cr}(10.5\text{\AA})]_{30}$ (A3), $[^{57}\text{Fe}(8\text{\AA})/\text{Cr}(20\text{\AA})]_{30}$ (F2). В этих образцах наблюдалось увеличение сопротивления при понижении температуры ниже 50 К (Кондо-подобное поведение), наиболее яркое для A1 и A2.

Кривые ядерно-резонансной рефлектометрии для образцов A1 и A2 не обнаружили периодичности (отсутствуют брэгговские максимумы). Мессбауэровские спектры отражения от образца A1 (Рис.1.), измеренные в критическом угле, свидетельствуют о возникновении магнитного упорядочения ниже 50 К (При комнатной температуре измеренный спектр на конверсионных электронах КЭМС представлял собой синглет). В отсутствие внешнего магнитного поля ($H_{\text{ext}}=0$) соотношение линий мессбауэровского секстета соответствует хаотическому распределению сверхтонких полей $B_{\text{hf}}^{(i)}$ в пространстве (что соответствует “эффективному” азимутальному углу $\gamma = 56.4^\circ$).

При увеличении H_{ext} средняя величина $B_{\text{hf}}^{(i)}$ также увеличивается и происходит частичное упорядочение направлений $B_{\text{hf}}^{(i)}$, однако полное упорядочение не достигается даже при 4 Т. Отметим, что величина эффективного поля на ядрах B^{tot} зависит от взаимной ориентации B_{hf} и

H_{ext} и лежит в диапазоне $B_{\text{hf}} \pm H_{\text{ext}}$ в зависимости от их взаимной ориентации. В насыщении $B_{\text{hf}}^{(i)}$ антипараллельно H_{ext} , что объясняет смещение распределения B^{tot} в область более низких значений. Полученные распределения поля B^{tot} показывают неоднородность $B_{\text{hf}}^{(i)}$ и зависимость $B_{\text{hf}}^{(i)}$ от истории намагничивания. Это свидетельствует о том, что образец содержит области спинового стекла, а также суперпарамагнитные кластеры.

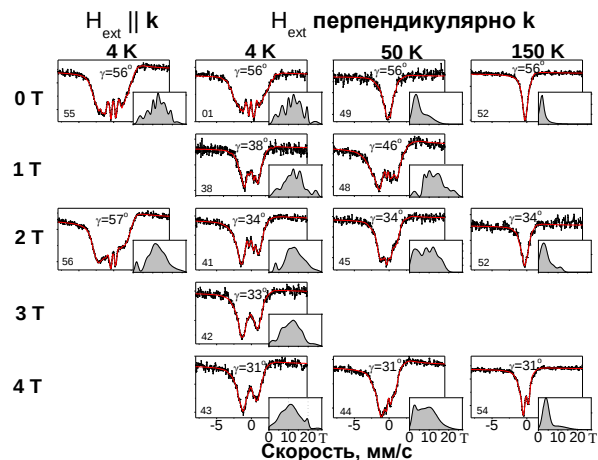


Рис. 1. Мессбауэровские спектры отражения от образца A1 измеренные в критическом угле при различных температурах и величинах магнитного поля. На вставках представлены распределения величин B^{tot} , полученные обработкой спектров. Азимутальный угол γ характеризует ориентацию B^{tot} в плоскости поверхности; ориентации B^{tot} вдоль пучка СИ соответствует $\gamma = 90^\circ$.

Для образцов A3 (Рис.2.) и F2 на кривых ядерно-резонансной рефлектометрии присутствуют брэгговские максимумы полуполого порядка, свидетельствующие об удвоении магнитного периода [6]. Для образца F2 это было удивительно так как предполагалось, что при толщинах прослойки

хрома ~ 2 нм должно быть ферромагнитное межслойное упорядочение.

В образце АЗ при приложении небольшого внешнего поля H_{ext} (от 0.075 Т до 0.15 Т) антиферромагнитно упорядоченные в соседних слоях $B_{hf}^{(i)}$ выстраиваются перпендикулярное полю, что подтверждается отсутствием брэгговского максимума на кривых ядерно-резонансной рефлектометрии, когда поле направлено вдоль СИ, и его наличием, когда поле перпендикулярно СИ (Рис. 2). Отметим, что в нашем методе кривые ядерно-резонансной рефлектометрии измеряются как интеграл по мессбауэровскому спектру отражения (детали вычисления см. в [7]).

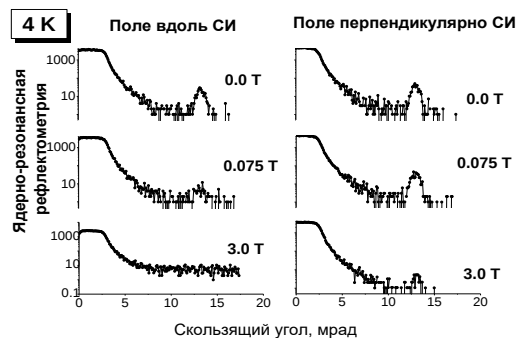


Рис. 2. Кривые ядерно-резонансной рефлектометрии для образца АЗ при разных величинах и направлениях H_{ext} .

При дальнейшем увеличении H_{ext} до 3 Т антиферромагнитная структура практически переходит в ферромагнитную, выстроенную вдоль H_{ext} , о чем свидетельствует отсутствие брэгговского максимума, когда поле направлено вдоль СИ и наличие очень небольшого остаточного максимума, когда поле перпендикулярно СИ (Рис. 2).

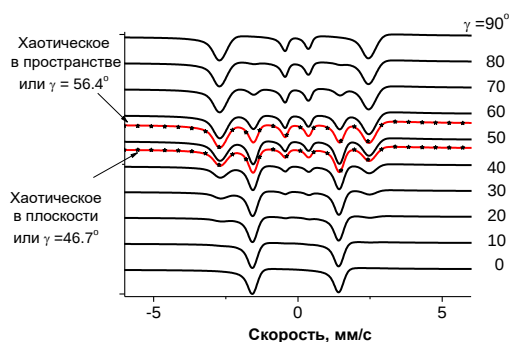


Рис. 3. Модельный расчет изменения мессбауэровского спектра отражения при разных ориентациях B_{hf} в плоскости поверхности в случае π -поляризации падающего излучения.

Синхротронный мессбауэровский источник имеет π -поляризацию излучения, следовательно при направлении сверхтонкого поля B_{hf} перпендикулярно плоскости отражения в

мессбауэровском спектре отражения должны присутствовать только 2-ая и 5-ая линии, если B_{hf} направлено вдоль синхротронного пучка - 1-ая, 3-я, 4-ая и 6-ая линии (Рис. 3).

Мессбауэровские спектры отражения для образца АЗ, измеренные в области критического угла, представлены на Рис. 4. Спектры подтверждают, что при малой величине H_{ext} , $B_{hf}^{(i)}$ в соседних слоях выстроены антиферромагнитно и поперек пучка СИ, но при дальнейшем увеличении H_{ext} выстраиваются ферромагнитно вдоль H_{ext} .

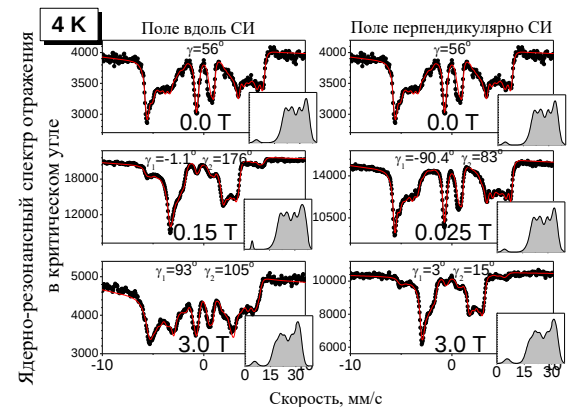


Рис. 4. Мессбауэровские спектры отражения от образца АЗ при разных величинах и направлениях H_{ext} (азимутальные углы γ_1 и γ_2 в соответствии ориентации B^{tot} в соседних слоях)

Таким образом, совместная обработка кривых ядерно-резонансной рефлектометрии и мессбауэровских спектров отражения позволяет обнаружить интересные эффекты магнитного упорядочения в многослойных магнитных структурах и ее трансформации при приложении H_{ext} .

Работа поддержана РФФИ (гранты 15-02-01674-а и 15-02-01502-а)

- [1] Drovosekov A.B., Kreines N.M., Kholin D.I., Korolev A.V., et al., JETP Letters, **88**, 118–112. (2008)
- [2] Chumakov A.I., Niesen L., Nagy D., Alp E. E., Hyperfine Interact. **123/124**, 427 (1999).
- [3] М.А. Андреева, Ядерно-резонансные исследования на синхротронном излучении («Мессбауэровская» спектроскопия на синхротронах), Монография, 172 с. LAP (2013).
- [4] Andreeva M., Gupta A., G. Sharma, Kamali S., Okada K., Yoda Y., Phys. Rev. B. **92**. 134403-1-12 (2015)
- [5] Potapkin V., Chumakov A. I., Smirnov G. V, Celse J.-P., et al., J. Synchrotron Rad. **19** 559 (2012).
- [6] http://ftp.esrf.fr/pub/UserReports/55167_A.pdf.
- [7] Баулин Р.А., Андреева М. А. Вестн. Моск. ун-та. Сер. 3. Физ. Астрон.. **2** 40-45 (2016).

Методы подавления артефактов в полихроматичной рентгеновской микротомографии

А.В. Бузмаков¹, Д.А. Золотов¹, Д.Е. Ичалова⁴, М.В. Чукалина^{1,2}, Д.П. Николаев³,
В.Е. Прун⁴, А.С. Ингачева¹, А.С. Гладков³, И.В. Якимчук⁵, В.Е. Асадчиков^{1,6}

¹Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова, РАН, Москва, Ленинский проспект, 59, Россия

²Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов, РАН, Черноголовка, пр. ак. Осипьяна, 9, Россия

³Институт проблем передачи информации им. А.А. Харкевича, РАН, Москва, Большой каретный пер., д. 19, стр.1, Россия

⁴Московский физико-технический институт, Долгопрудный, Россия

⁵Московский научно-исследовательский центр компании Шлюмберже, ул. Пудовкина, 13, Москва, Россия

⁶Московский государственный университет им.М.В.Ломоносова, Москва, Ленинские горы, д.1

email: buzmakov@gmail.com

Рентгеновская интроскопия и в частности рентгеновская томография применяется для изучения внутренней структуры объектов различной природы: от отдельных живых клеток до лопаток авиационных турбин. В каждой отрасли и науки накладываются различные требования к параметрам проводимых экспериментов. Например, при проведении медицинских исследований важным является уменьшение поглощенной дозы, а в дефектоскопии размер минимально детектируемого дефекта. Для выполнения этих требований используются различные технические средства: параллельные или расходящиеся пучки рентгеновского излучения, рентгеновские детекторы, использующие разные рентгеночувствительные элементы.

Для математического описания и решения томографической задачи (обратного преобразования Радона [1]) традиционно применяются методы реконструкции с использованием преобразования Фурье (FBP, FDK). Одним из предположений в этих методах является то, что коэффициент поглощения рентгеновского излучения зависит только от пространственной координаты и не зависит от энергии самого излучения. Т.е. рассматривается случай монохроматичного источника. Однако в реальных измерениях, где необходим расходящийся пучок и/или большой поток квантов используется полихроматичное излучение. При этом на томографических реконструкциях возникают искажения (артефакты).

В данной работе мы предлагаем обзор существующих методов подавления артефактов, возникающих из-за полихроматичности излучения в лабораторной рентгеновской томографии.

Так же мы представляем метод подавления артефактов, основанный на сохранении инварианта преобразования Радона, который не требует априорных знаний об объекте исследования.

Работа выполняется при поддержке РФФИ 16-32-00498 мол_а. Обсуждение источников возникающих ошибок проводилось на встречах в рамках программы EXTREMA COST Action MP1207.

[1] J. Radon. Berichte Sächsische Akademie der Wissenschaften, 1917, 29, 262.

Анализ формирования задержанных рентгеновских импульсов при дифракции в многослойных структурах и кристаллах

В.А. Бушуев, И.А. Петров

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 119991 ГСП-1, Ленинские горы,
Москва, Россия

E-mail: vabushuev@yandex.ru

В настоящее время на большинстве источников синхротронного излучения активно проводятся эксперименты типа “pump and probe”, в которых один импульс является возбуждающим, а второй импульс, который падает на исследуемый объект с некоторой временной задержкой, является зондирующим импульсом. Для управления временем задержки используются в основном линии задержки (ЛЗ), использующие отражающие зеркала или монокристаллы с механическим изменением расстояния между ними (Рис. 1) [1, 2]. Особый интерес к проблеме формирования задержанных импульсов возник также после создания рентгеновских лазеров на свободных электронах (РЛСЭ) с мощными фемтосекундными импульсами. Для повышения степени временной когерентности РЛСЭ применяется режим “self-seeding” [3], который также основан на когерентном расщеплении импульсов с некоторой временной задержкой [4, 5].

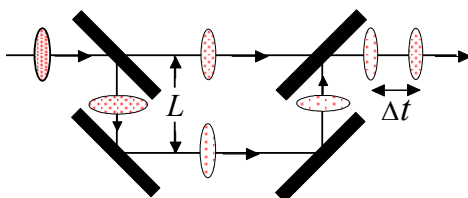


Рис. 1. Схематическое изображение ЛЗ на основе 4-х кристаллов в геометрии Брэгга.

Для обеспечения фемтосекундной задержки Δt и фемтосекундного временного разрешения необходимо изменение длин путей $\Delta L = c\Delta t$ в механических линиях задержки на уровне единиц и долей микрона. Ясно, что использование таких чисто механических способов для реализации таких сверхкоротких задержек является уже неприемлемым. Кроме того, для обеспечения угла Брэгга $\theta_B = 45^\circ$ в схеме на Рис. 1 требуется тщательное согласование межплоскостных расстояний и длины волны.

В связи с этим в данной работе поставлена задача теоретического анализа возможных путей реализации рентгеновских задержанных импульсов без использования механического перемещения оптических

элементов в линиях задержек. Идейной основой такого анализа служат явления изменения законов дисперсии в многослойных структурах и кристаллах вблизи условий полного внешнего отражения или брэгговской дифракции. Следует отметить, что подобные исследования ранее не проводились.

В настоящей работе рассмотрено формирование задержанных импульсов при отражении и прохождении фемтосекундных рентгеновских импульсов в многослойных аморфных и кристаллических структурах, включая волноводные структуры, в которых специальным образом подобраны толщины, материалы и число слоев (Рис. 2).

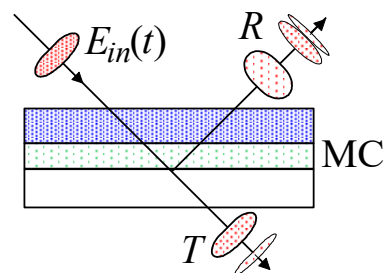


Рис. 2. Формирование серии задержанных отраженных (R) и прошедших (T) импульсов при рассеянии волнового пакета $E_{in}(t)$ в многослойной структуре (МС).

Представим поле падающего импульса, т.е. волнового пакета с плоским волновым фронтом, в следующем виде:

$$E_{in}(t) = A_0(t) \exp(-i\omega_0 t), \quad (1)$$

где $A_0(t)$ – медленно меняющаяся амплитуда (огибающая импульса), ω_0 – центральная (несущая) частота. Разложим поле $E_{in}(t)$ в интеграл Фурье:

$$E_{in}(t) = \int_{-\infty}^{\infty} E_{in}(\omega) \exp(-i\omega t) d\omega, \quad (2)$$

где спектральные амплитуды

$$E_{in}(\omega) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} E_{in}(t) \exp(i\omega t) dt = A_0(\Omega), \quad (3)$$

$\Omega = \omega - \omega_0$ – частотная отстройка. Таким образом, падающий импульс (1) представляет собой набор плоских волн с амплитудами $A_0(\Omega)$ (3) и

частотами $\omega = \omega_0 + \Omega$. Если $R(\Omega)$ – амплитудный коэффициент отражения плоской волны с амплитудой $A_0(\Omega)$ от какой-либо структуры, то временная зависимость амплитуды отраженного импульса определяется следующим очевидным соотношением:

$$A_R(t) = \int_{-\infty}^{\infty} A_0(\Omega) R(\Omega) \exp(-i\Omega t) d\Omega. \quad (4)$$

Из (4) следует, что временная структура отраженного импульса в общем случае отличается от формы падающего импульса и, самое главное, отражение импульса происходит с некоторой задержкой во времени. Проще всего это показать на следующем частном примере. Представим коэффициент отражения в виде $R(\Omega) = |R(\Omega)| \exp[i\varphi(\Omega)]$, где $\varphi(\Omega)$ – фаза коэффициента отражения. Предположим, что в пределах спектра падающего импульса $S(\Omega) = |A_0(\Omega)|^2$ модуль коэффициента отражения изменяется слабо. Тогда $|R(\Omega)| \approx |R(\omega_0)|$ можно вынести из-под знака интеграла в (4). Разложим фазу $\varphi(\Omega)$ в ряд и ограничимся для простоты первыми двумя слагаемыми:

$$\varphi(\Omega) \approx \varphi(\omega_0) + (d\varphi/d\Omega)|_{\omega_0} \times \Omega. \quad (5)$$

Подставим $\varphi(\Omega)$ (5) в (4). В результате с точностью до несущественных фазовых множителей из (4) получим, что

$$A_R(t) = |R(\omega_0)| \int_{-\infty}^{\infty} A_0(\Omega) \exp[-i\Omega(t - \tau)] d\Omega, \quad (6)$$

где $\tau = (d\varphi/d\Omega)$. Из сопоставления (6) и (2) видно, что отраженный импульс

$$|A_R(t)| = |R(\omega_0)| \times |A_0(t - \tau)|$$

по форме совпадает с падающим импульсом, но смещен во времени на некоторое “время задержки” τ и отличается на величину $|R(\omega_0)|$. Это время получило название группового времени задержки (ГВЗ, group delay time) и, с использованием фундаментального принципа причинности, было введено в классических работах [6, 7] на основе квантово механического рассмотрения рассеяния частиц как мера времени взаимодействия в квантовой механике. Легко показать, что величина продольного сдвига пучка l при отражении от поверхности (эффект Гуса-Хенхен [8]) связана с ГВЗ соотношением $l = \tau \cos \theta$, где θ – угол скольжения.

В общем случае, конечно же, не следует ограничиваться учетом лишь первой производной фазы, а необходимо вычислять интеграл (4) точно. Тем более, что во многих случаях ГВЗ может быть и отрицательным и мы бы пришли к абсурдному и физически неприемлемому результату, когда импульс начинает отражаться еще до своего падения на поверхность среды.

Ниже будет показано, что в зависимости от длительности падающего

импульса и параметров МС могут реализовываться ситуации, при которых отражается один, два или несколько импульсов с достаточно сложной временной структурой. Прошедшие импульсы $A_T(t)$ также определяются соотношением (4), но с заменой $R(\Omega)$ на коэффициент прохождения $T(\Omega)$.

По данным в [9], излучение Европейского РЛСЭ будет представлять собой импульсы с длиной волны $\lambda \sim 0.05-0.16$ нм, длительностью $\sim 10-100$ фс, поперечным размером $\sim 30-60$ мкм и угловой расходимостью $\sim 1-3$ мкрад. Эти импульсы сгруппированы в пачки с длительностью ≈ 600 мкс, каждая пачка состоит из 2700 импульсов, частота повторения пачек 10 Гц. В свою очередь, импульсы в пачках состоят из нескольких сотен сверхкоротких так называемых спайков (spikes) с длительностью порядка 0.1-0.3 фс.

В связи с развитием техники такие параметры РЛСЭ как временная структура и длительности импульсов будут совершенствоваться. Поэтому в настоящей работе, имеющей в определенной степени поисковый характер, будут рассматриваться импульсы в достаточно широком интервале их длительностей.

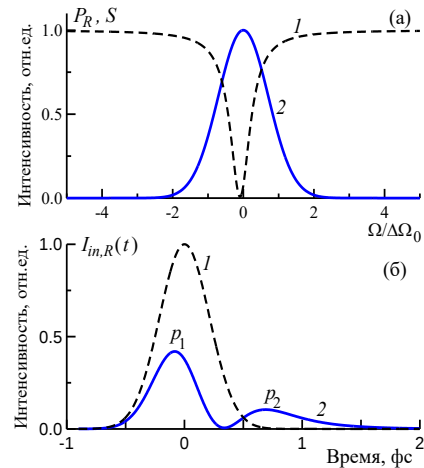


Рис. 3. (а) – спектральная кривая отражения $P_R(\Omega)$ (1) и спектр падающего импульса $S(\Omega)$ (2); (б) – падающий (1) и отраженный (2) импульсы при отражении от волноводной структуры алмаз/воздух/алмаз; $\lambda_0 = 0.1$ нм, $\tau_0 = 0.3$ фс, $d_1 = 20$ нм, $d_2 = 60$ нм, $\theta_{wm} = 2.44$ угл. мин.

Рассмотрим вначале формирование задержанных импульсов при зеркальном отражении от МС волноводного типа. Падающие импульсы будем считать гауссовыми: $A_0(t) = \exp(-t^2/\tau_0^2)$. Физику формирования задержанных импульсов легко понять из сопоставления спектра $S(\Omega)$ падающего импульса и кривой отражения $P_R(\Omega) = |R(\Omega)|^2$ на рис. 3а. Ясно, что для появления двух отраженных импульсов ширины спектров падающего импульса $\Delta\Omega_0 \approx 1/\tau_0$ и глубокого узкого провала $\Delta\Omega_R$ на кривой $P_R(\Omega)$ должны

быть примерно одинаковы. Тогда “хвосты” спектра $S(\Omega)$ отражаются от поверхности МС и формируют рингр-импульс (p_1 на рис. 3б), тогда как излучение в центральной части спектра глубоко проникает в МС и приводит к появлению задержанного probe-импульса (p_2 на рис. 3б). Интересно отметить, что максимум рингр-импульса p_1 опережает на 0.13 фс максимум падающего импульса. Это, однако, не является нарушением принципа причинности из-за изменения его формы по сравнению с $A_0(t)$.

Из рис. 3б видно, что задержанный (зондирующий) импульс p_2 смещен по отношению к возбуждающему импульсу p_1 на достаточно большой интервал, в несколько раз превышающий длительность падающего импульса τ_0 . Профиль отраженного импульса зависит от τ_0 , толщины слоев и их поляризуемостей. Угловое положение волноводной моды θ_{wm} увеличивается с уменьшением толщины d_2 волноводного слоя. Однако, одновременно с этим увеличивается ширина провала $\Delta\Omega_R$ на кривой отражения $R(\Omega)$, что приводит к уменьшению интенсивности и к расплыванию задержанного импульса. Расчеты показывают, что волноводные структуры могут использоваться лишь в случае достаточно коротких импульсов с $\tau_0 \sim 0.1$ -1 фс.

Гораздо более эффективным методом для формирования задержанных импульсов с заданными параметрами является использование дифракционного отражения от многослойных кристаллических структур. Простейшей такой структурой является бикристалл, т.е. кристаллическая пленка с толщиной l и межплоскостным расстоянием $d + \Delta d$ на поверхности подложки с межплоскостным расстоянием d .

Широкий спектр $S(\Omega)$ падающего импульса перекрывает пики отражения от подложки s и от пленки l , который смещен от пика s на величину $\Omega_l = -(\Delta d/d)\omega_0$ (рис. 4а). Задержанный импульс p_2 (рис. 4б) образуется в результате отражения от подложки. Время задержки между импульсами p_1 и p_2 увеличивается с увеличением толщины пленки. Соотношение между максимумами пиков p_1 и p_2 , а также их форму можно регулировать как путем изменения величины деформации $\Delta d/d$, так и изменением угловой отстройки $\Delta\theta = \theta - \theta_B$. Для плавного изменения времени задержки можно использовать пленку с клиновидной формой.

Как показано в работе [10], при брэгговском отражении рентгеновских импульсов с длительностью $\tau_0 \leq 1$ фс от кристаллов с толщиной более 2-3-х длин экстинкции отраженные импульсы уширяются во времени на 1-2 порядка, их форма существенно отличается от временной зависимости падающего импульса, а

пиковая интенсивность составляет единицы процентов от интенсивности падающих импульсов. Это объясняется тем, что спектральная ширина таких импульсов $\Delta\Omega_0 \approx 1/\tau_0$ намного превышает спектральную ширину брэгговского отражения $\Delta\Omega_B = \Delta\theta_B |\chi_h| \cotg \theta_B$, поэтому длительность отраженных импульсов $\tau_R \approx 1/\Delta\Omega_B > \tau_0$.

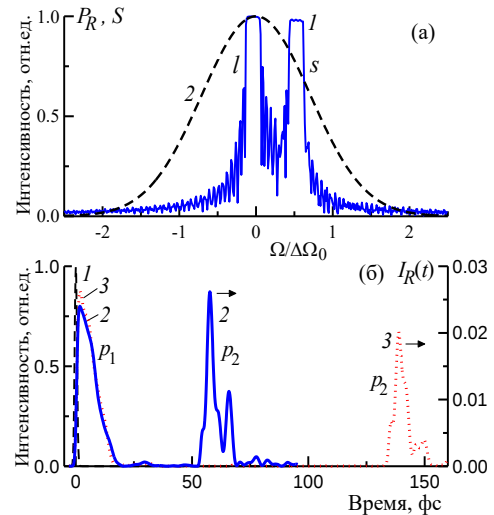


Рис. 4. (а) – кривая отражения $P_R(\Omega)$ (1) и спектр падающего импульса (2); (б) – падающий (1) и отраженные импульсы при отражении (220) от бикристалла из алмаза с толщиной пленки $l = 2$ нм (2) и 50 нм (3). Параметры: $\lambda_0 = 0.1$ нм, $\tau_0 = 1$ фс, $\Delta d/d = 6 \cdot 10^{-5}$, $\Delta\theta = -5$ угл.сек.

Таким образом, в настоящей работе получены некоторые предварительные результаты по исследованию возможности получения задержанных импульсов с использованием отражения падающих импульсов от многослойных аморфных и кристаллических структур. Время задержки линейно увеличивается с толщиной кристаллического слоя, а интенсивности отраженных импульсов зависят от степени деформации слоя и длительности падающего импульса.

- [1] Joks S., Graeff W., Hastings J., Siddins D.P., Rev. Sci. Instrum., **63**, 1114 (1992).
- [2] Roseker W., Franz H., Schulte-Schrepping H., et al., J. Synchrotron Rad., **18**, 481 (2011).
- [3] Geloni G., Kocharyan V., Saldin E., Reports DESY **10-080**, 1 (2010).
- [4] Amann J., Berg W., Blank V. et al., Nature Photonics, DOI: 10.1038/NPHOTON.2012.180.
- [5] Inoue I., Inubushi Y., Sato T., et al., Proc. National Acad. Sci. USA (PNAS), **113**, 1492 (2015).
- [6] Bohm D., *Quantum Theory*, Prentice-Hall, New York, 1951.
- [7] Wigner E.P., Phys. Rev., **98**, 145 (1955).
- [8] Goos F., Hänchen F., Ann. Physik., **6**, 333 (1947); Ann. Physik., **5**, 251 (1949).
- [9] Tschentscher Th., XFEL.EU TN-2011-001.
- [10] Bushuev V.A., J. Synchr. Rad., **15**, 495 (2008).

Измерение чувствительности ПЗС-матриц при помощи лабораторного светосильного МР монохроматора

Е. А. Вишняков,¹ Д. Е. Парьев,² А. Е. Пестов,² В. Н. Полковников,² Н. И. Чхало,²
А. В. Щербаков²

¹Физический институт им. П. Н. Лебедева РАН, Москва, Россия

²Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия

e-mail: juk301@mail.ru

В настоящее время активно развивается приборостроение в мягкой рентгеновской (МР) и вакуумной ультрафиолетовой (ВУФ) областях спектра для лабораторных и астрофизических приложений. Новые разработки касаются как оптических элементов (многослойные зеркала и фильтры [1, 2], дифракционные решётки [3, 4] и др.), так и детекторов излучения, в том числе цифровых. Уже около 10 лет в лабораторных и космических исследованиях в МР диапазоне активно используются ПЗС-матрицы с обратной засветкой (backside-illuminated CCDs), которые работают при отрицательных температурах. При этом спектральная чувствительность подобных детекторов на различных длинах волн сейчас представляет высокий практический интерес.

Основной целью данной работы является измерение абсолютных значений спектральной чувствительности ПЗС-матриц для космических и лабораторных экспериментов в МР диапазоне. Для этой задачи мы используем лабораторный светосильный МР монохроматор со сменными объективами, предназначенными для работы на трёх длинах волн: 135, 171 и 304 Å.

Фото измерительного стенда приведено на Рис. 1. Основными элементами прибора служат лазерно-плазменный источник МР излучения (ЛПИ), объектив Шварцшильда и гониометр.



Рис. 1. Внешний вид измерительного стенда.

1 – электронный блок управления, 2 – камера

ЛПИ, 3 – камера объектива, 4 – камера гониометра, 5 – блок питания лазера, 6 – лазер, 7 – блок охлаждения, 8 – размещение насосов.

Данный монохроматор впервые был описан в работе [5]. В камере 2 на Рис. 1 располагается твердотельная мишень, представляющая собой вращающийся барабан из металла. Излучающая в МР диапазоне лазерная плазма образуется при фокусировке импульсов лазера 6 в вакуумной камере 2 на поверхность барабана лазерной мишени. Затем находящийся в вакуумной камере 3 двухзеркальный объектив-монохроматор по схеме Шварцшильда строит в центре вакуумной камеры 4 увеличенное изображение источника. Здесь располагаются исследуемая ПЗС-матрица и абсолютно калиброванный детектор.

Лазер 6 работает с частотой следования 10 Гц, что позволяет довольно быстро проводить измерения и прописывать профиль падающего МР пучка в камере гониометра при помощи калиброванного детектора. Ещё один детектор («монитор») установлен в камере с объективом Шварцшильда. Его назначение – регистрировать дрейф и флуктуации энергии импульсов МР излучения в ходе эксперимента для нормировки. Оба встроенных детектора (калиброванный и монитор) подсоединены к АЦП, работающему с частотой 10 Гц и попеременно считывающему сигнал то с одного детектора, то со второго. Так что в итоге сигнал с каждого из детекторов по отдельности цифруется с частотой 5 Гц.

Лазерный квантрон представляет собой кристалл Nd:YAG с длиной волны излучения 1064 нм. Лазерные импульсы 5 нс, 0.6 Дж при фокусировке на барабан мишени генерируют МР излучение, однако при этом также неизбежно распыляют вещество мишени в пространство и потенциально могут со временем загрязнить всю оптику в системе, включая входное окно камеры 2 и зеркала объектива Шварцшильда.

Защита входного окна вакуумной камеры 2 от загрязнения продуктами эрозии лазерной мишени обеспечивается наличием кварцевой пластины, установленной на расстоянии 3 см от металлического барабана мишени. При таком расположении пластины, на ней после каждого лазерного выстрела образуется тонкая плёнка из металла, которая распыляется последующим лазерным импульсом (на расстоянии 3 см от мишени плотность мощности излучения лазера составляет 10^8 Вт/см², что достаточно для того, чтобы распылить образованную плёнку).

Для безопасного использования объективов Шварцшильда в схеме была предусмотрена электромагнитная защита. Между камерами 2 и 3 (см. Рис. 1) «веером» установлены плоские металлические пластины, на которые подаётся высокое напряжение. Это позволяет захватывать летящие в камеру объектива распылённые ионы металла, а также довольно большие и медленно летящие изначально нейтральные капли за счёт их переполяризации в электрическом поле.

После каждого лазерного выстрела по мишени барабан поворачивается так, чтобы следующий выстрел попадал в чистое место. Это повышает стабильность эмиссионных характеристик источника, а также уменьшает массу вылетающего из мишени вещества. После каждого полного оборота барабана происходит механический сдвиг на один шаг при помощи линейного транслятора. Таким образом, каждый импульс лазерного излучения попадает на чистое место на мишени, а материал барабана вырабатывается кольцами.

Для освещения исследуемой ПЗС-матрицы используются классические двухзеркальные объективы-монохроматоры Шварцшильда со сменными наборами многослойных зеркал. Схема объектива представлена на Рис. 2. То, что зеркала объективов съёмные, позволяет работать в одной и той же схеме на различных длинах волн. В данном монохроматоре присутствуют наборы зеркал для измерений на трёх длинах волн: 135, 171 и 304 Å.

Объектив-монохроматор, изображённый на Рис. 2, работает с увеличением 10х. Так что за одну вспышку на ПЗС-матрице можно засветить площадь около 0.7 мм² (пятно диаметром около 1 мм). Приёмная угловая апертура объектива равна $\pm 6^\circ$, что даёт на выходе квазипараллельный пучок с расходимостью $\pm 0.6^\circ$. За вторым зеркалом объектива установлен фильтр, блокирующий длинноволновое излучение, которое проходит через зеркальный объектив регулярным образом. После фильтра установлено зеркало скользящего падения, отводящее часть излучения в монитор. Геометрические размеры объектива показаны на Рис. 2, параметры зеркал приведены в Табл. 1. Первичное (большое) зеркало объектива вогнутое и имеет отверстие в центре, вторичное зеркало выпуклое.

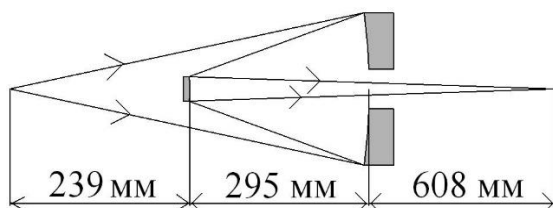


Рис. 2. Оптическая схема двухзеркальных объективов-монохроматоров Шварцшильда.

Табл. 1. Характеристики зеркал для объективов.

	Вогнутое зеркало	Выпуклое зеркало
Радиус кривизны, мм	428.5	133.05
Диаметр, мм	124	22

Исследуемые ПЗС-матрицы представляют собой цифровые детекторы backside-illuminated фирмы E2V. Размер матриц 1024×2048 пикселей, размер ячейки 13×13 мкм². ПЗС-матрицы имеют заявленный динамический диапазон около 64000 отчётов.

Для возможности исследования различных участков рабочей поверхности ПЗС-матриц в схеме используется 3-хосный гониометр (камера 4 на Рис. 1). Он предусматривает возможность перемещения ПЗС-матрицы в двух направлениях на ± 25 мм, а также поворот вокруг вертикальной оси и небольшой наклон плоскости детектора от вертикали. Кроме того, в камере гониометра 4 располагается полупроводниковый абсолютно калиброванный детектор, что позволяет каждый раз проводить калибровку монитора и знать соотношение энергий пучков, прошедших в камеру гониометра и попавших на монитор. Так как энергия падающего на ПЗС-матрицу света контролируется при помощи монитора, то мы можем измерять абсолютную чувствительность ПЗС-матриц. В то же время, расположение ПЗС на гониометре позволяет сканировать матрицу по площади и измерять однородность значений чувствительности по её апертуре.

В результате эксперимента планируется определить абсолютные чувствительности ПЗС на разных длинах волн, проанализировать величины неоднородностей чувствительности ПЗС-матрицы по её апертуре, и получить карту чувствительности различных участков матрицы для всех трёх спектральных диапазонов: 135 Å, 171 Å и 304 Å.

На конференции планируется представить результаты проведённых измерений.

- [1] Барышева М., Пестов А.Е., Салащенко Н.Н. *и др.* УФН, **182**, 727 (2012).
- [2] Bogachev S.A., Chkhalo N.I., Kuzin S.V., *et al.* Appl. Opt., **55** (9), 2126 (2016).
- [3] Вишняков Е.А., Зуев С.Ю., Либерзон Д.Г., Шестов С.В. «Нанофизика и нанoeлектроника» (Международ. симп. 10-14 марта 2014), Т. 1, с. 297.
- [4] Вишняков Е.А., Колесников А.О., Рагозин Е.Н., Шатохин А.Н. «Нанофизика и нанoeлектроника» (Международ. симп. 10-14 марта 2015), Т. 1, с. 366.
- [5] Забродин И.Г., Каськов И.А., Парьев Д.А. *и др.* «Нанофизика и нанoeлектроника» (XIX Международ. симп. 10-14 марта 2015), Т. 1, с. 392.

Оражение рентгеновского излучения от среды с одномерной модуляцией поляризуемости вблизи области ПВО

А.А. Дышеков

Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова, Нальчик, Россия

e-mail: dyshekov@yandex.ru

Отражение рентгеновских лучей от слоисто-неоднородной среды, в которой поляризуемость $\chi(t)$ зависит от координаты $t = z/H$, описывается системой для амплитуд E электрического и тангенциальной компоненты магнитного поля H_t [1]:

$$\frac{d\mathbf{u}}{dt} = \mathbf{A}(t) \cdot \mathbf{u}(t), \quad (1)$$

где

$$\mathbf{u}(t) = \begin{pmatrix} E(t) \\ H_t(t) \end{pmatrix}, \quad (2)$$

$$\mathbf{A}(t) = i\kappa \cdot \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ \eta^2 & 0 \end{pmatrix}. \quad (3)$$

Здесь $\kappa = 2\pi H/\lambda$ – волновой вектор, $\eta^2 = \sin^2(\theta) + \chi(t)$, θ – угол падения излучения на поверхность кристалла. H – некоторая характерная толщина слоя

В случае $\chi = \text{const}$ решение (1) имеет вид:

$$\mathbf{u}(t) = \mathbf{L}(t)\mathbf{r}, \quad (4)$$

где

$$\mathbf{L}(t) = \begin{pmatrix} \cos(\eta kt) & \frac{i}{\eta} \sin(\eta kt) \\ i\eta \sin(\eta kt) & \cos(\eta kt) \end{pmatrix}, \quad (5)$$

$$\mathbf{r} = \begin{pmatrix} E_0 + E_R \\ \eta_0(E_0 - E_R) \end{pmatrix}, \quad (6)$$

$\eta_0 = \sin(\theta)$ – нормальная компонента волнового вектора падающей на кристалл волны, E_0 и E_R – амплитуды поля падающей и зеркально отраженной волн, соответственно. Компоненты вектора $\mathbf{r}$ получены согласно условиям непрерывности амплитуд поля и их нормальных производных на границе раздела двух сред.

Решение вида (4) используется в [1] для вывода амплитудного коэффициента отражения E_R для многослойной системы с постоянными значениями χ в слоях. При этом граничные условия задаются не только на поверхности кристалла, но и на нижней стороне подложки. Таким образом, задача отражения решается для структуры конечной толщины.

Однако из (4) нельзя непосредственно получить E_R от полубесконечного кристалла, поскольку она входит в начальные условия (6). В этом случае необходимо потребовать выполнения условия затухания поля на бесконечности $\mathbf{u}(t \rightarrow \infty) = 0$. Тогда (4) можно

рассматривать как систему относительно амплитуд волн $\cos(\eta kt)$ и $\sin(\eta kt)$. Условие совместности (4) приводит к уравнению:

$$\begin{vmatrix} E_0 + E_R & \frac{i\eta_0}{\eta}(E_0 - E_R) \\ \eta_0(E_0 - E_R) & i\eta(E_0 + E_R) \end{vmatrix} = 0. \quad (7)$$

Из (7) следует классический результат:

$$E_R = \frac{\eta_0 - \eta}{\eta_0 + \eta} E_0 = \frac{\sin \theta - \sqrt{\sin^2 \theta + \chi}}{\sin \theta + \sqrt{\sin^2 \theta + \chi}} E_0. \quad (8)$$

Отметим, что для вывода (7) волновое поле в кристалле не разделяется на проходящую и отраженную волны, как это делается в теории дифракции. Однако при этом из двух решений (7) необходимо выбрать решение, соответствующее физическому условию затухания амплитуды отраженной волны при возрастании угла падения. Такой подход оказывается возможным распространить и на структуру с переменной $\chi(t)$.

В общем случае точное решение (1) не может быть представлено в виде (4). Однако, при весьма слабых ограничениях на $\chi(t)$ можно получить приближенное решение для полубесконечного кристалла. Для этого выясним поведение $\mathbf{u}(t)$ при $t \rightarrow \infty$, опираясь на метод [2] оценки степени роста решения (1).

Преобразуем (2) с помощью подстановки

$$\mathbf{u}(t) = \mathbf{C}(t)\mathbf{y}(t). \quad (9)$$

где матрица

$$\mathbf{C}(t) = \begin{pmatrix} 1 & -\frac{1}{\eta} \\ \eta & 1 \end{pmatrix}$$

выбирается таким образом, чтобы в результате матрица $\mathbf{A}(t)$ принимала диагональный вид:

$$\mathbf{\Lambda}(t) = \mathbf{C}^{-1}(t)\mathbf{A}(t)\mathbf{C}(t) = i\kappa\eta \cdot \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -1 \end{pmatrix}. \quad (10)$$

Тогда из (1) получим систему

$$\frac{d\mathbf{y}}{dt} = (\mathbf{\Lambda}(t) - \mathbf{B}(t))\mathbf{y}, \quad (11)$$

где

$$\mathbf{B}(t) = \mathbf{C}^{-1} \frac{d\mathbf{C}}{dt} = \frac{1}{2} \frac{\eta'}{\eta} \cdot \begin{pmatrix} 1 & \frac{1}{\eta} \\ \eta & -1 \end{pmatrix}. \quad (12)$$

Здесь штрих означает дифференцирование по t .

Система (11) относится к т.н. L -диагональным системам [2] при условии

$$\int_0^\infty \|\mathbf{B}\| dt = \int_0^\infty \text{Sp}(\mathbf{B}^+ \mathbf{B})^{1/2} dt = \frac{1}{4} \cdot \int_0^\infty \left(2 \left| \frac{\eta'}{\eta} \right|^2 + |\eta'|^2 + \left| \frac{\eta'}{\eta^2} \right|^2 \right)^{1/2} dt < \infty \quad (13)$$

Знак «+» означает эрмитово сопряжение, Sp – след матрицы.

Условие (13) накладывает ограничение на изменение $\chi(t)$. Очевидно, (13) выполняется для структуры ограниченной толщины, когда $\eta' = 0$ ($\chi(t) = \text{const}$) при $t > H$.

При $t \rightarrow \infty$ матрицант $\mathbf{\Omega}(t)$ системы (11) при условии (13) допускает асимптотическое представление [2, 3]:

$$\mathbf{\Omega}(t) = \exp \left(\int_0^t \mathbf{\Lambda}(\tau) d\tau \right) = \begin{pmatrix} \exp(i\varphi) & 0 \\ 0 & \exp(-i\varphi) \end{pmatrix}, \quad (14)$$

где

$$\varphi = \kappa \int_0^\infty \eta(\tau) d\tau. \quad (15)$$

Тогда решение (1) при $t \rightarrow \infty$ имеет вид:

$$\mathbf{u}(t) = \mathbf{C}(t) \mathbf{\Omega}(t) \mathbf{C}^{-1}(t) \mathbf{r}. \quad (16)$$

В случае пленки ограниченной толщины фаза φ может быть представлена в виде суммы

$$\varphi = \kappa \int_0^t \eta(\tau) d\tau = \kappa \int_0^H \eta(\tau) d\tau + \kappa \int_H^t \eta(\tau) d\tau = \varphi_L + \varphi_S \quad (17)$$

Здесь

$$\varphi_S = \kappa \eta_S (t - H) \approx \kappa \eta_S t = \kappa t (\sin^2(\theta) + \chi_S)^{1/2}$$

– фаза волны в подложке, а φ_L соответствует набегу фазы в пленке. Очевидно, при $t \rightarrow \infty$ $\varphi_S \gg \varphi_L$, и волновое поле соответствует идеальному кристаллу.

Поэтому, как и в случае идеального кристалла, (16) можно рассматривать как однородную систему относительно амплитуд волн $\exp(i\varphi)$ и $\exp(-i\varphi)$, если потребовать затухания волнового поля на бесконечности.

Это условие аналогично условиям формирования зеркально отраженной волны в области ПВО, а также брэгговского максимума для неустойчивых решений системы (1) в случае плоскостной периодической среды [4].

В итоге из (16) получим:

$$E_R = \frac{\eta_0 - \eta(0)}{\eta_0 + \eta(0)} E_0 = \frac{\sin \theta - \sqrt{\sin^2 \theta + \chi(0)}}{\sin \theta + \sqrt{\sin^2 \theta + \chi(0)}} E_0 \quad (18)$$

Очевидно, в случае идеального кристалла (18) переходит в (8). Как видно из (18), E_R зависит от величины поляризуемости кристалла

на поверхности. Эта зависимость, разумеется, пренебрежимо мала при обычных углах отражения, однако по мере приближения к области полного внешнего отражения (ПВО) она становится более значительной.

Продemonстрируем применимость формулы (18). Выберем для этого такую модель структуры, которая допускает точное решение системы (1), а именно, систему пленка-подложка. Для конкретных численных расчетов используем эпитаксиальную структуру Ge/Si.

Точное решение для структуры пленка-подложка может быть получено из (1) перемножением матрицантов типа (5) с учетом (6). Далее, из условия совместности типа (7) можно получить амплитуду E_R :

$$E_R = \frac{i\eta_L(\eta_0 - \eta_S) + \tan(\eta_L \kappa) \cdot (\eta_S \eta_0 - \eta_L^2)}{i\eta_L(\eta_0 + \eta_S) + \tan(\eta_L \kappa) \cdot (\eta_S \eta_0 + \eta_L^2)} E_0. \quad (19)$$

$\eta_L^2 = \sin^2(\theta) + \chi_L$ и $\eta_S^2 = \sin^2(\theta) + \chi_S$ относятся, соответственно, к пленке и подложке.

В точной формуле (19), в отличие от (18), содержится дополнительный структурный параметр – толщина пленки H . Разумеется, (19) переходит в (8) для идеального кристалла в предельных случаях $H \rightarrow 0$ ($\kappa \rightarrow 0$) или $\eta_L \rightarrow \eta_S$.

Получим из (19) формулу (18). Для этого учтем, что величина $\eta_L = \eta_L^r + i\eta_L^i$ комплексная вследствие поглощения преломленной волны, а также формирования зеркально отраженной волны в области ПВО.

Будем считать, что для пленки выполнено условие $\eta_L^r \ll \eta_L^i$. Тогда $\tan(\eta_L \kappa) \approx i \tanh(\eta_L^i \kappa)$.

Кроме того, если $\eta_L^i \kappa > 1$, то $\tanh(\eta_L^i \kappa) \rightarrow 1$. С учетом этих условий, из (19) следует приближенное выражение

$$E_R = \frac{\eta_0 - \eta_L}{\eta_0 + \eta_L} E_0, \quad (20)$$

которое совпадает с (18), если учесть что для системы пленка-подложка $\eta_L = \eta(0)$.

Выясним физический смысл использованных при выводе (20) условий. Для этого сравним величины η_L^r и η_L^i :

$$\eta_L^r = \left(\frac{\rho}{2} \right)^{1/2} \left(1 + \frac{\sin^2(\theta) + \chi_L^r}{\rho} \right)^{1/2}, \quad (21)$$

$$\eta_L^i = \left(\frac{\rho}{2} \right)^{1/2} \left(1 - \frac{\sin^2(\theta) + \chi_L^r}{\rho} \right)^{1/2}, \quad (22)$$

где $\rho^2 = (\sin^2(\theta) + \chi_L^r)^2 + (\chi_L^i)^2$, а χ_L^r и χ_L^i – соответственно, действительная и мнимая части поляризуемости пленки. Согласно (21) и (22) величина η_L^i спадает, а η_L^r , напротив, растет при

возрастании θ . Причем, на границе $\theta_0 = |\chi_L^r|^{1/2}$ области ПВО $\eta_L^i = \eta_L^r$. Следовательно, условие

$\eta_L^r \ll \eta_L^i$ выполняется в пределах области ПВО тем точнее, чем ближе θ к нулю.

Таким образом, первое условие связано с формированием области ПВО, в которой наблюдается аномальное затухание преломленной волны и, как следствие, резкое уменьшение глубины проникновения волны в кристалл.

Смысл второго условия заключается в следующем. Для того, чтобы амплитуда отраженной волны определялась поляризуемостью пленки, необходимо, чтобы толщина пленки превышала характерную глубину d проникновения излучения в кристалл:

$$d = \frac{\lambda}{2\pi\eta_L^i}. \quad (23)$$

Представим условие $\eta_L^i \kappa > 1$ в виде

$$\eta_L^i \kappa = \frac{H}{d} > 1. \quad (24)$$

Условие $\tanh(\eta_L^i \kappa) \rightarrow 1$ в данном случае выполняется при $\theta < \theta_0$. При уменьшении H/d величина $\tanh(\eta_L^i \kappa)$ также уменьшается и точность приближенной формулы (20) становится хуже.

Приведем результаты расчетов коэффициента отражения согласно (19) и (20) для структуры Ge/Si. при $\kappa = 500$. Параметры структуры $\chi_L^r = -0.29 \cdot 10^{-4}$, $\chi_L^i = 0.82 \cdot 10^{-6}$, $\chi_S^r = -0.15 \cdot 10^{-4}$, $\chi_S^i = 0.35 \cdot 10^{-6}$, $\theta_0 = 5.37 \cdot 10^{-3}$. Величина $\kappa = 500$, что для $\lambda = 0.154$ нм соответствует толщине пленки $H = 12,2$ нм. Отношение $H/d \sim 2.7$ при $\theta = 0$ и $H/d \sim 0.2$ при $\theta = \theta_0$.

На рис.1 приведены соответствующие кривые для коэффициента отражения. Видно практически полное совпадение кривых в области ПВО для пленки вдали от θ_0 . В то же время по мере приближения к θ_0 наблюдается значительное расхождение кривых, поскольку величина H/d становится меньше единицы и условия вывода формулы (20) нарушаются.

Полученное соответствие позволяет предположить, что использованные при выводе (20) условия справедливы и в общем случае переменной $\chi(t)$.

Таким образом, формула (18) может быть использована для определения величины поляризуемости на поверхности структуры и построения кривых зеркального отражения в пределах области ПВО для сложных многослойных структур при условии (24), т.е. когда некоторая эффективная толщина H верхнего слоя превышает характерную глубину проникновения волны в кристалл.

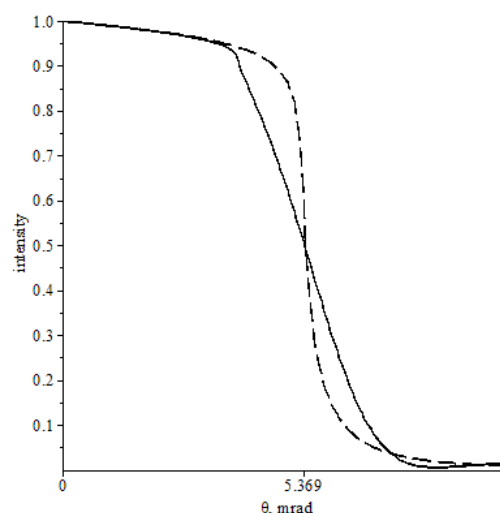


Рис.1. Коэффициент отражения, рассчитанный по точной формуле (19) (сплошная линия) и по приближенной формуле (20) (пунктирная линия) для структуры Ge/Si при $\kappa = 500$, $H = 12,2$ нм.

При этом, разумеется, величина H совпадает с реальной толщиной пленки только для идеальной структуры типа пленка-подложка. В общем случае эффективная толщина H должна зависеть от структурных характеристик (например, от градиента $\frac{d\chi}{dt}$); ее явный вид определяется конкретной функциональной зависимостью $\chi(t)$ и может быть получен при анализе решения системы (1).

- [1] М.А. Андреева, Р.Н. Кузьмин. Мессбауэровская и рентгеновская оптика поверхности. Изд. Общ. акад. знаний. 1996. 128 с.
- [2] Б.П. Демидович. Лекции по математической теории устойчивости. М. Наука. 1967. 472 с.
- [3] М.В. Федорюк. Асимптотические методы для линейных обыкновенных дифференциальных уравнений. М. Наука. 1983. 352 с.
- [4] Дышеков А.А. Актуальные вопросы современного естествознания. Вып.13. С.47-59. (2015).

Пространственное расположение дислокационных полупетель в кремнии по данным рентгеновской топо-томографии

Д.А. Золотов¹, В.Е. Асадчиков¹, А.В. Бузмаков¹, Д.А. Елфимов¹, Ф.Н. Чуховский¹

¹Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия

e-mail: zolotovden@crys.ras.ru

В последние годы активно развиваются новые направления рентгеновской дифракционной диагностики, такие как рентгеновская топо-томография [1]. Основная идея этого метода заключается в следующем. Если вращать кристалл вокруг оси, направленной вдоль вектора дифракции для определенной системы кристаллографических плоскостей, то тем самым можно зарегистрировать дифракционные изображения-проекции, аналогичные классической рентгеновской топографии [2]. При этом оказывается, что для восстановления 3D изображений дефектов кристаллической решетки можно использовать алгоритмы, применяемые в рентгеновской абсорбционной микротомографии.

Ранее нами было показано [1], что указанный метод рентгеновской дифракционной томографии может быть реализован и на лабораторном рентгеновском источнике. При этом впервые, на примере синтетического кристалла LiF была проведена 3D-реконструкция скоплений дефектов различного типа в объеме с пространственным разрешением порядка 10 мкм.

Вместе с тем, вопрос о регистрации одиночных дефектов в условиях рентгеновской топо-томографии с использованием лабораторного оборудования, а тем более количественном описании полей деформации вокруг них, остается до настоящего времени открытым. Поэтому основной целью данной работы является изучение дислокационного контраста от одиночных линейных дефектов в кристалле Si в топо-томографических лабораторных условиях.

По этой причине в качестве объекта исследования были выбраны образцы с одиночными дислокациями в монокристалле кремния с ориентацией (111). Для введения в кристалл желаемого типа дислокаций применялась методика, описанная в [3]. Исходный бездислокационный образец монокристалла кремния с характерными размерами 50×3.55×0.75 мм подвергался методу четырехопорного изгиба. Условия деформации, способ нанесения царапины, постоянная

нагрузка на образец (2-10 кг/мм²), температура (500-600°C) и время деформирования подбирались таким образом, чтобы в кристалле возникали преимущественно единичные дислокационные полупетли (рис.1).

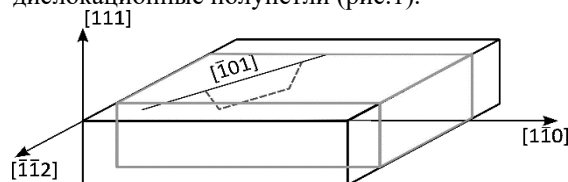


Рис.1. Схематическое представление исследуемого кристалла кремния с введенной в него линейной дислокацией (пунктирная линия).

Использованная в данной работе экспериментальная установка для рентгеновской топо-томографии представляет собой модифицированный лабораторный микротомограф. Схема установки представлена на рис.2.

Источником излучения служила рентгеновская трубка с молибденовым анодом (MoK α) и размером фокуса 0.4×12 мм². Следует отметить, что в последующих экспериментах использовалось полихроматическое излучение.

Исследуемый образец монокристалла кремния с введенными в него линейными дефектами крепился на гониометрической головке (рис. 2, поз. 4) таким образом, чтобы ось вращения гониометра была параллельна выбранному вектору дифракции путем наклона ее в горизонтальной плоскости по отношению к падающему излучению, в нашем случае равный углу Брэгга, $\theta_B = 10.66^\circ$. Вращение гониометра осуществлялось с помощью шагового двигателя, управляемого с компьютера, с угловым шагом в $\varphi = 2^\circ$ в диапазоне от 0° до 360° .

Получение топограмм осуществлялось с помощью ПЗС-детектора прямого счёта размером 1152×520 пикселей, размер одного пикселя 9×9 мкм². Квантовая эффективность матрицы составляет около 10%, а время считывания одного кадра — 1 с. Общее время экспозиции одной топограммы составило 250 с.

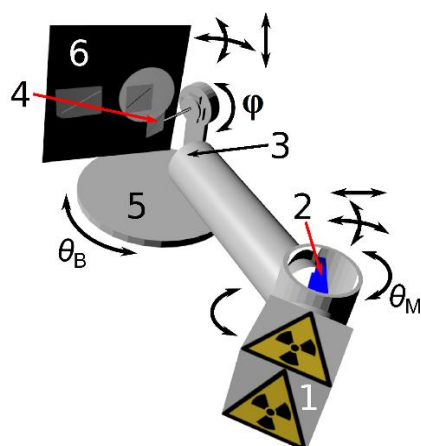


Рис. 2. Схема экспериментальной установки. 1 – рентгеновская трубка; 2 – кристалл-монокристалл; 3 – трубчатый коллиматор; 4 – головка с кристаллом; 5 – гониометр; 6 – ПЗС-детектор.

Реконструкции по полученным экспериментальным данным проводилась с помощью алгебраического метода SART [4]. Для применения этого метода в случае томографии необходимо решить систему линейных уравнений в геометрии, где рентгеновский пучок можно считать параллельным, а ось вращения объекта наклонена к нему под углом Брэгга. Для численного решения использовался набор библиотек ASTRA Tomography Toolbox [5], позволяющий описать геометрию эксперимента.

Процедура томографической реконструкции существенно упрощается, если мы можем отделить абсорбционный контраст от дифракционного. Как было описано выше, исследуемый кристалл Si представляет из себя плоскопараллельную пластинку, толщиной около 0.7 мм и шириной 3 мм. При этом, в процессе увеличения угла поворота кристалла-образца вокруг вектора дифракции рентгеновский пучок ослабляется, начиная от 3 до 70 раз. Поэтому при использовании алгебраического метода реконструкции 3D изображения использовались только топограммы-проекции, для которых степень поглощения не превышала 10. Результаты восстановления представлены на рис. 3.

Полученный объем данных позволяет более детально изучить строение исследуемого дефекта. Так, на рис. 3 приведена плоскость скольжения дислокации, что дает возможность оценить ее геометрические размеры. Хорошо видно, что дефект состоит из трех линейных участков, образуя равнобедренную трапецию, глубина залегания которой не превышает 150 мкм. Общая протяженность дислокации составляет около 700 мкм, длина внутреннего основания трапеции – 350 мкм (направление $[-101]$). Возможно, уточнение этих параметров

требует более высокого пространственного разрешения и применения более мощных источников рентгеновского излучения. Однако для ряда практических задач, связанных с выявлением пространственного расположения дефектов и их изменений при различных воздействиях полученное разрешение является достаточным.

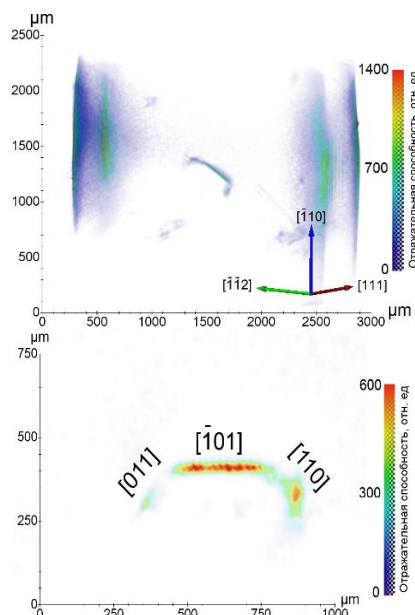


Рис. 3. Результат восстановления отражательной способности кристалла. Сверху – трехмерное изображение части исследуемого кристалла кремния, содержащее одиночную дислокационную полупетлю; снизу – плоскость скольжения, в которой расположен дефект.

Работа выполнена при поддержке Минобрнауки (проект RFMEFI61614X0005) и РФФИ (грант № 16-32-00498 мол_а).

- [1] Золотов, Д. А., Бузмаков, А. В., Асадчиков, В. Е. и др., Кристаллография, **56**, 426 (2011).
- [2] Шульпина, И.Л., Прохоров, И.А., Кристаллография, **57**, 740 (2012).
- [3] Суворов, Э.В., Смирнова, И.А., Шулаков, Е.В., Поверхность, **4**, 100 (2004).
- [4] Andersen, A. H., Kak, A. C., Ultrason. Imag., **6**, 81 (1984)
- [5] Palenstijn, W. J., Batenburg, K J., Sijbers, J.

Модификация поверхности бериллия ионно-пучковым травлением

Ю.А. Вайнер¹, М.В. Зорина¹, М.С. Михайленко¹, А.Е. Пестов¹, И.Л. Струля²,
Н.И. Чхало¹

¹Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия

²ОАО «Композит», Пионерская, Московская область, г. Королёв, 141070

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

Солнце является единственной звездой, которую возможно изучать с высоким пространственным (угловым) разрешением. За три десятилетия экспериментов, основанных на изображающей спектроскопии Солнца в экстремальном ультрафиолетовом (ЭУФ) и вакуумном ультрафиолетовом (ВУФ) диапазоне длин волн, в этих наблюдениях достигнут значительный прогресс. Первый эксперимент ТЕРЕК на межпланетной станции ФОБОС-1 (1988 год) [1] продемонстрировал угловое разрешение в 10 угловых секунд. Российский аппарат ТЕСИС (2009 год) [2] предоставил изображения солнечной короны с разрешением в 1,7". В ближайшие годы ожидается вывод на орбиту обсерватории АРКА [3]. Угловое разрешение ее телескопов имеет расчетное значение 0,18".

Достижение таких значений стало возможно благодаря развитию технологии изготовления оптики дифракционного качества. Имеющийся в ИФМ РАН комплекс аппаратуры позволяет создавать и аттестовать поверхности любой формы с субнанометровой точностью. До сих пор материалом изготавливаемых подложек служило кварцевое стекло. Однако для космических приложений немаловажным фактором является вес выводимого на орбиту оборудования. Кварцевые подложки диаметром 250 мм для обсерватории АРКА могут достигать 7-8 кг каждая. Кроме того, кварцевое стекло обладает плохой теплопроводностью, а значит, на практике трудно поддерживать постоянную температуру зеркала при значительных радиационных нагрузках. Изменение температуры неизбежно приводит к деформациям поверхности, то есть к ухудшению разрешающей способности прибора, а также перегрев может приводить к деградации отражательных характеристик многослойных зеркал.

Поэтому сейчас актуальна задача по поиску новых материалов, обладающих меньшей массой и большей теплопроводностью, на базе которых можно создавать подложки для многослойных зеркал элементов оптических систем космической астрономии. В этом плане привлекательным выглядит бериллий – один из самых легких металлов.

Так как металлический бериллий представляет собой спрессованный порошок, существуют естественные пределы его полировки. В частности Hardric laboratory [4] имеет результат по получению эффективной шероховатости (в диапазоне пространственных частот 0,025-60 мкм⁻¹) чистого (металлического) бериллиевого рефлектора (панели размером 25 x 12,5 см) на уровне $\sigma_{\text{eff}} \sim 2$ нм с плоскостностью поверхности 1/20 длины волны $\lambda = 633$ нм по параметру Р-V. В то время как для применения бериллиевых подложек для многослойных зеркал ЭУФ и ВУФ диапазонов длин волн эффективная шероховатость поверхности должна быть порядка $\sigma_{\text{eff}} \sim 0,3$ нм.

В данной работе в качестве экспериментального использовался образец массивного бериллия диаметром 50 мм и толщиной 4 мм. Образец шлифовался в водной среде латунным инструментом с использованием карбид-кремниевых шлифовальных порошков. Требования к поверхности после шлифовки были: отсутствие видимых дефектов, шероховатость ~ 100 нм по параметру Р-V, плоскостность – на уровне 1 мкм на диаметре 150 мм. Полировка образцов осуществлялась с использованием пекোকанифольной полировочной смолы. Технология оптической полировки разрабатывалась на основе традиционных оптических технологий с учетом физико-механических и химических особенностей бериллия (ОАО «Композит»). Эффективная шероховатость, полученная в результате механической полировки, составила $\sigma_{\text{eff}} = 2,5$ нм.

Эксперименты по ионно-пучковому травлению проводились на установке [5] с использованием технологического источника ионов с накальным катодом КЛАН-103М (Платар, Москва). Энергия ионов менялась в широких пределах от 200 до 800 эВ. Ток ионного пучка составлял 30 мА. Измерение ионного тока производилось с помощью цилиндра Фарадея, время травления определялось временем открытия заслонки между ионным источником и обрабатываемым образцом. Измерение глубины травления проводится с помощью интерференционного

микроскопа белого света TalySurf CCI2000 (измеряется высота ступеньки, образующейся на границе маски, закрывающей часть поверхности образца). Среднеквадратическая шероховатость измерялась на стенде [6] с помощью зондового микроскопа Ntegra Prima (NT-MDT) в диапазоне пространственных частот $q \in [4.9 \cdot 10^{-2} - 6.3 \cdot 10^1 \text{ мкм}^{-1}]$ (размеры кадров от 2×2 до $40 \times 40 \text{ мкм}$).

Бериллий легкий металл (атомная масса 9 а.е.м.) поэтому для эффективного распыления необходимо применять близкий по атомной массе газ-травитель. Для оценки эффективности распыления различными инертными газами был проведен расчет коэффициента распыления Y_e при нормальном падении с помощью программы SRIM [7]. Как и ожидалось, более высокий коэффициент распыления получается для наиболее близкого по атомной массе атома инертного газа неона (атомная масса 20 а.е.м.). Причем при низких энергиях ионов ($E_{\text{ион}} \leq 300 \text{ эВ}$, оптимальная энергия с точки зрения шероховатости для обработки металлов [8]) он почти вдвое превышает коэффициент распыления аргоном и еще больше ксеноном (рис.1). Таким образом, для экспериментов по обработке бериллия был выбран инертный газ неон.

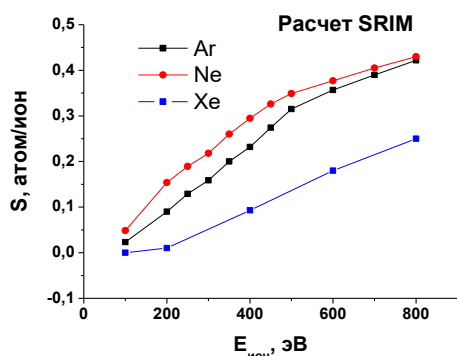


Рис. 1. Коэффициент распыления Y_e ионами инертных газов (Ne, Ar, Xe). Расчет программой SRIM [7].

Экспериментальная зависимость скорости травления металлического бериллия от энергии нейтрализованных ионов неона представлена на рис.2.

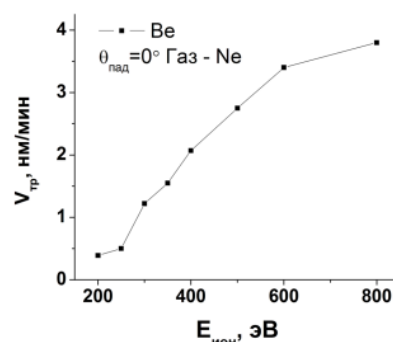


Рис. 2. Скорость травления Be в зависимости от энергии ионов Ne, $\theta_{\text{пад}} = 0^\circ$.

Используя найденные в [9] оптимальные энергию ионов неона ($E_{\text{ион}} = 400 \text{ эВ}$) и угол падения ($\theta_{\text{пад}} = 0^\circ$), была изучена топология поверхности и ее динамика для массивного образца Be в процессе ионного травления. На рис.3 приведены PSD функции шероховатости и АСМ изображения исходной поверхности и после 2-го травления (кадры $40 \times 40 \text{ мкм}$). Глубина съема материала при каждом травлении составляла около 40 нм. Как видно из рисунка (рис.3а) после первого травления наблюдается некоторое уменьшение эффективной шероховатости с $\sigma_{\text{eff}} = 2.5 \text{ нм}$ до $\sigma_{\text{eff}} = 2.3 \text{ нм}$. При этом микрошероховатость ($\sigma_{2 \times 2}$) изменилась с $\sigma_{2 \times 2} = 0.96 \text{ нм}$ до $\sigma_{2 \times 2} = 0.84 \text{ нм}$. Повторное травление практически никак не улучшило шероховатость. Однако, как видно из рис.3в, на поверхности наблюдается значительное увеличение количества “ям”, связанных с увеличенной скоростью распыления в “дефектных” областях поверхности, возможно области между отдельными кристаллитами поликристаллического образца или места локализации примесей.

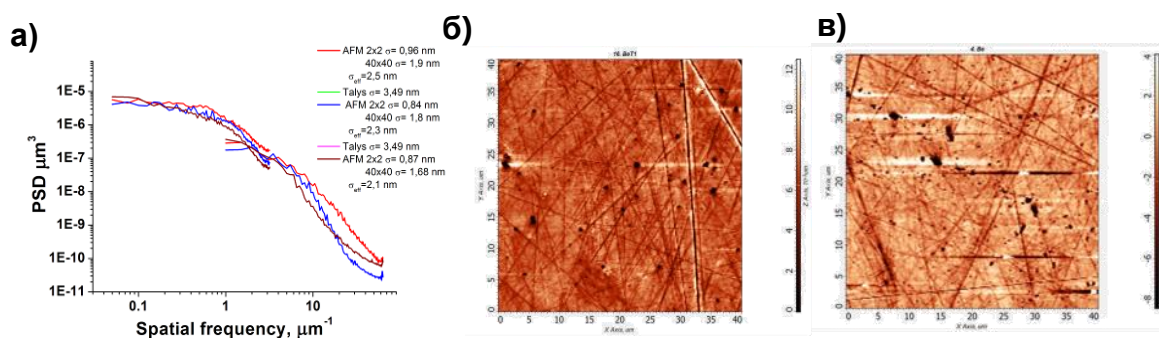


Рис. 3. а) PSD функции шероховатости, исходной поверхности массивного образца Be (сплошные линии), после первого травления (синие кривые) и после второго – wine; б) АСМ кадр исходной поверхности образца; в) АСМ кадр поверхности образца после второго травления.

Таким образом, для поверхности массивного металлического образца бериллия подвергнутого полировке механическими методами удается сглаживать микрошероховатость поверхности лишь до параметров $\sigma_{2 \times 2} \sim 0,8$ нм, среднечастотная шероховатость при этом остается на исходном уровне. Такие результаты не позволяют использовать бериллиевые подложки в качестве подложек многослойных зеркал ЭУФ и ВУФ диапазонов длин волн. Однако если применить методику полировки тонких пленок Si, нанесенных на исходную поверхность массивного образца [9], то высокочастотная шероховатость может быть существенно улучшена.

На рис.4 приведены ACM кадр и PSD функции шероховатости, соответствующие исходной поверхности и после нанесения пленки Si и ее травления. Значение σ_{eff} увеличилось с исходной $\sigma_{\text{eff}} = 2.5$ нм до $\sigma_{\text{eff}} = 4.1$ нм. При этом микрошероховатость, наоборот упала с $\sigma_{2 \times 2} = 0.9$ нм до $\sigma_{2 \times 2} = 0.6$ нм после первого травления, и до $\sigma_{2 \times 2} = 0.46$ нм – после второго.

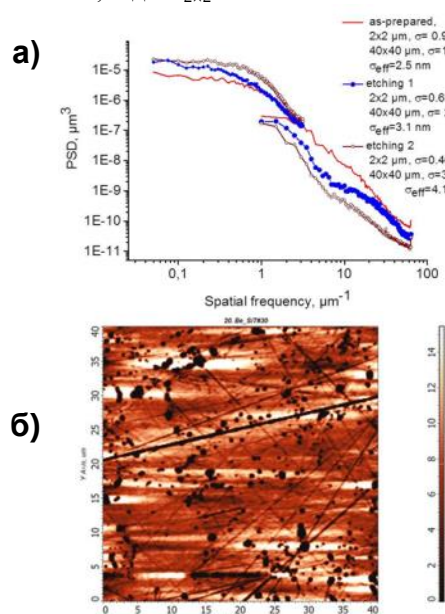


Рис. 4. а) PSD функции шероховатости, поверхности массивного Be (сплошные линии), после первого нанесения Si и травления (синие кривые) и после второго – wine; б) ACM кадр поверхности после второго травления

Наблюдаемое ухудшение эффективной шероховатости связано не столько с гладкостью поверхности, сколько с большим влиянием на результаты измерений “ям” (рис.4б) на поверхности, вызванных растравливаем дефектных областей бериллиевой подложки. В частности наличие этих отверстий приводит к разрыву PSD функций, восстановленных по кадрам 2x2 мкм (выбиралась площадка без “ям”) и 40x40 мкм. Тем не менее, высокочастотная шероховатость, отвечающая за коэффициент

отражения многослойных зеркал, упала вдвое, что должно позволить получить высокие коэффициента отражения многослойных зеркал, наносимых на данную поверхность.

В заключении следует отметить, проведенные эксперименты указывают на перспективность применения ионно-пучкового травления для асферизации и коррекции формы поверхности, и сглаживания шероховатости бериллиевых подложек для рентгенооптических предложений. Фактически ключевой проблемой, препятствующей широкому применению бериллиевых подложек в рентгеновской оптике и внедрению метода финишной полировки, асферизации, и локальной коррекции формы зеркал методом ионно-пучкового травления на практике, является появление на поверхности бериллиевой подложки ям, размер и количество которых увеличивается с увеличением числа процессов травления. Для решения этой проблемы планируется проведение следующих исследований. Во-первых, изучить другие марки бериллия, представленные на рынке. Можно ожидать, что появление ям на поверхности зависит от однородности состава и наличия примесей в виде агломератов размерами 0.1-1 мкм в исходном материале, которые, благодаря более высокой скорости травления, возможно и стали центрами образования ям. Во-вторых, исключить травление чистого бериллия, а сразу приступать к травлению нанесенных на поверхность тонких пленок кремния. В-третьих, использовать ионы других газов, которые обеспечивают наиболее высокие коэффициенты распыления бериллия (в случае травления Be) или кремния (при травлении Si).

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ 13-02-00377, 14-02-00549, 15-02-07753, 15-02-07660 и 15-42-02139.

- [1] И.А. Житник, И.П. Тиндо, А.М. Урнов, Труды ФИАН, Т.195, С.3 (1989).
- [2] O.I. Bugaenko, S.V. Kuzin, S.A. Bogachev *et al.*, Adv. Space Res., V.43.№.6, P.1001-1006 (2009).
- [3] Ю.А. Вайнер, С.Ю. Зуев, С.В. Кузин *и др.*, Изв. РАН. Сер. физ., Т.78.№1, С.98-101 (2014).
- [4] www.photonics.com/EDU/Handbook.aspx?AID=25113
- [5] Забродин И.Г., Закалов Б.А., Каськов И.А., *и др.*, Поверхность, № 9, с. 109 (2013).
- [6] Chkhalo N.I., Salashchenko N.N. and Zorina M.V., Rev. Sci. Instrum. 86, 016102 (2015).
- [7] Ziegler J., Biersack J.P., Ziegler M.D. SRIM-The Stopping and Ranges of Ions in Solids. SRIM Co., Chester. 2008.
- [8] Вайнер Ю.А., Зорина М.В., Пестов А.Е., *и др.*, Изв. РАН. Сер. Физ., т.75, №1, С.65-67 (2011).
- [9] Ю.А. Вайнер, М.В. Зорина, С.Ю. Зуев *и др.*, “Бериллиевые подложки для многослойных зеркал МР и ЭУФ диапазонов длин волн”, Материалы этой конференции.

Исследование планарных структур в кристалле ниобата лития методами рамановской спектроскопии и рентгеновской дифрактометрии

Д.В. Иржак¹, А.В. Иржак¹, Л.С. Коханчик¹, Д.В. Рощупкин¹, Е.В. Емелин¹,
С.И. Божко², А.М. Ионов²

¹ - Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов, РАН, Черноголовка, ул. ак. Осипьяна, 6, Россия

² - Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, ул. ак. Осипьяна, 2, Россия

Методы Рамановской спектроскопии и рентгеновской дифрактометрии широко используются для исследования сегнетоэлектрических доменных структур [1, 2]. В данной работе с использованием этих методов исследованы планарные структуры в сегнетоэлектрическом кристалле ниобата лития и проведено сравнение полученных результатов.

В работе исследовались структуры двух типов: сегнетоэлектрические доменные структуры были сформированы в приповерхностном слое +Z-среза монокристалла ниобата лития с использованием метода электронно-лучевой литографии [3]; структуры планарных волноводов формировались в ходе диффузии титана в Y-срез кристалла LiNbO₃ [4].

На рисунке 1 представлена карта распределения дифрагированной интенсивности рентгеновского излучения, снятая вдоль поверхности кристалла.

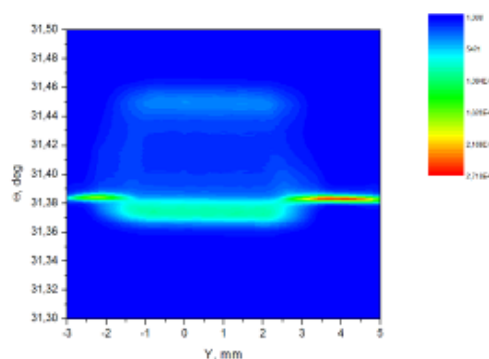


Рисунок 1 - Карта распределения дифрагированной интенсивности рентгеновского излучения

На карте видно, что в результате диффузии металла произошла деформация кристаллической решетки как непосредственно слоя, подвергавшегося обработке, так и самого кристалла, находящегося ниже данного слоя. На рисунке 2 представлены сечения карты, полученные в обработанной и необработанной областях кристалла.

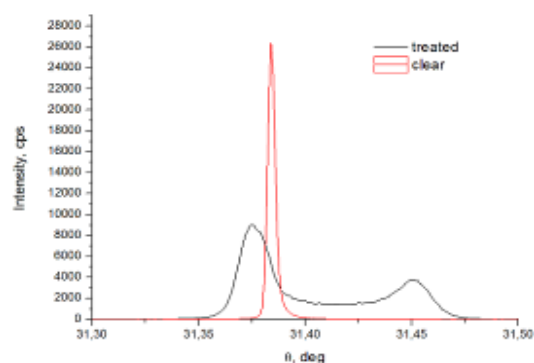


Рисунок 2 - Сечение карты в и вне области диффузии титана

В результате моделирования дифракции рентгеновского излучения на Y-срезе кристалла ниобата лития, был определен характер деформации, вызывающий подобное распределение дифрагированной рентгеновской интенсивности на кривой качания (рисунк 3).

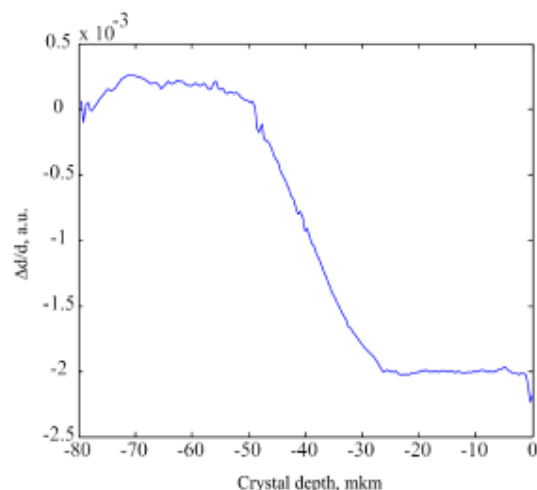


Рисунок 3 - Зависимость деформации от глубины в области диффузии титана

В результате моделирования было обнаружено, что в приповерхностном слое присутствуют как деформации сжатия, так и растяжения, а глубина деформации составляет

~ 70 мкм, причем, до глубины 50 мкм деформации достаточно малы $\sim 2 \cdot 10^{-4}$, а ближе к поверхности возрастают на порядок.

Исследования того же образца с использованием метода рамановской микроскопии так же продемонстрировали наличие деформированного слоя. Это выразилось в изменении интенсивности пиков на рамановском спектре в зависимости от глубины, с которой был получен этот спектр. Сравнение спектров, полученных в необработанной и обработанной областях кристаллов, продемонстрировано на рисунке 4.

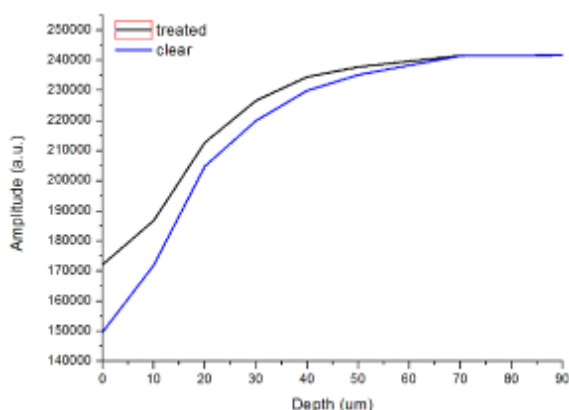


Рисунок 4 - Зависимости интенсивностей рамановского пика в и вне области диффузии титана от глубины.

Интенсивности пиков различаются начиная с поверхности кристалла и до глубины ~ 70 мкм, что совпадает с результатами рентгеновских исследований.

Аналогичным образом были проведены исследования сегнетоэлектрических доменных структур. В результате так же было обнаружено соответствие изменения зависимости интенсивности рамановских пиков от глубины кристалла с данными, полученными с использованием метода рентгеновской дифрактометрии.

- [1] Hammoum, R.; Fontana, MD.; Bourson, P.; Shur, VY.; Characterization of PPLN-microstructures by means of Raman spectroscopy. Applied Physics A, vol. 91, N 1, pp. 65-67. (2008).
- [2] Kokhanchik, LS; Irzhak, DV; Antipov, VV, Characterization of periodic domain structures in lithium niobate crystals by scanning electron microscopy and X-ray diffraction analysis, Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, N 4, pp. 546-552, (2008)
- [3] Emelin, EV; Kokhanchik, LS; „Recording of domains by an electron beam on the surface of+ Z cuts of lithium niobate, Physics of the Solid State, vol. 55 , N 3 ,pp. 540-546, (2013)
- [4] Burns, W. K. and Klein, P. H. and West, E. J. and Plew, L. E., Ti diffusion in Ti:LiNbO3 planar and channel optical waveguides, Journal of Applied Physics, vol. 50, N 10, pp 6175-6182 (1979)

Рентгеновская дифракция на кристаллическом рельефе

А. В. Карпов,¹ В. И. Пунегов,¹ Д. В. Казаков¹

¹Отдел Математики Коми Научного Центра УрО РАН, Сыктывкар, Россия
e-mail: karpov_sykt@mail.ru

Поверхностные дифракционные решетки (ПДР) используются в рентгеновской оптике [1], опто- и наноэлектронике [2]. Первые экспериментальные работы по исследованию поверхностного рельефа кристаллического кремния с периодом 10-20 мкм были проведены Аристовым и др. [3 – 4] в трёхкристалльной дифрактометрии. В двухкристалльной дифрактометрии исследованы периодические рельефы поверхности полупроводников InP в [5] и GaAs в [6]. Поверхность InP имела форму волны, а штрихи GaAs ПДР – треугольную и прямоугольную. Теория рентгеновской дифракции на периодическом рельефе в рамках двухкристалльной дифрактометрии рассмотрена в [7]. В настоящей работе исследовано влияние на дифракцию рентгеновских лучей ПДР с произвольным профилем штриха на толстом кристалле. Решение получено в рамках динамической теории и кинематического приближения для трёхкристалльной схемы дифракции с учётом ограниченного падающего пучка.

Рассмотрим поверхностную дифракционную решетку с периодом Λ ($k_\Lambda = 2\pi/\Lambda$) и толщиной l_z (рис. 1). Введем декартову систему координат: оси X и Y направим вдоль поверхности решетки, а ось Z направим вглубь кристалла; плоскость XOZ образует плоскость дифракции. Рельеф дифракционной решетки описывает функция $U(x, z)$. Строгая периодичность решетки позволяет представить эту функцию в виде ряда Фурье с коэффициентами

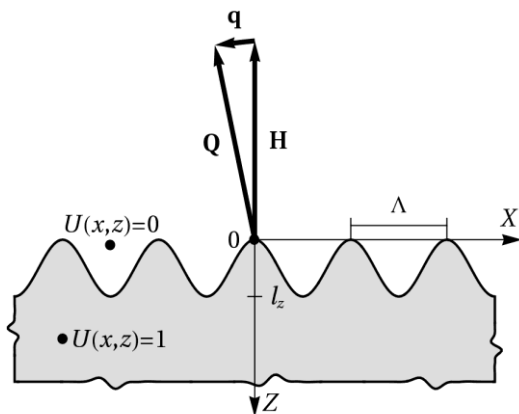


Рис. 1. Схематичное изображение ПДР.

$$U_n(z) = \frac{1}{\Lambda} \int_{-\Lambda/2}^{\Lambda/2} dx U(x, z) e^{-ik_\Lambda nx}.$$

Наиболее эффективная работа дифракционных решеток наблюдается в режиме одномодовой дифракции [8], для которой должно выполняться условие

$$\sqrt{\left(\frac{\pi}{l_z}\right)^2 + |\Gamma a_h|^2} < k_\Lambda \cot \theta_B,$$

где Γ – коэффициент заполнения ПДР, равный отношению средней ширины штриха к периоду. В этом режиме динамические уравнения Такаги в Фурье пространстве имеют вид:

$$\begin{aligned} \frac{\partial \tilde{E}_0(\kappa - k_\Lambda n, z)}{\partial z} &= ia_h U_{-n}(z) \tilde{E}_h(\kappa, z) + \\ &+ i(a_0 U_0(z) - (\kappa - k_\Lambda n) \cot \theta_B) \tilde{E}_0(\kappa - k_\Lambda n, z), \\ \frac{\partial \tilde{E}_h(\kappa, z)}{\partial z} &= -ia_h U_n(z) \tilde{E}_0(\kappa - k_\Lambda n, z) - \\ &- i(a_0 U_0(z) + \eta - \kappa \cot \theta_B) \tilde{E}_0(\kappa, z) \end{aligned}$$

Подробнее о коэффициентах $a_{0,h}$ см. в [9]. Уравнения записаны относительно неизвестных Фурье-амплитуд

$$\tilde{E}_h(\kappa, z) = (2\pi)^{-1} \int_{-\infty}^{\infty} dx E_{0,h}(x, z) e^{-i\kappa x},$$

решаются вблизи n -го дифракционного порядка, где $n = [q_x/k_\Lambda]$ и зависят только параметра отстройки от положения угла Брэгга (θ_B) падающей волны:

$$\eta = q_x \cot \theta_B - q_z.$$

Таким образом решение зависит от проекций вектора отклонения $\mathbf{q}$ (рис. 1) в обратном пространстве.

Упростим задачу – рассмотрим симметричную Брэгговскую дифракцию. Пусть на образец падает ограниченный монохроматический пучок, ширина которого на поверхности по оси X равна $l_x^{(in)}$, а выходная волна ограничена щелью, эквивалентная ширина которой на поверхности образца равна $l_x^{(ex)}$. Тогда в рамках трехкристалльной дифрактометрии определим коэффициент отражения:

$$R = I_0^{-1} \left| \int_{-l_x^{(ex)}/2}^{l_x^{(ex)}/2} dx E_h(x,0) e^{-iq_x x} \right|^2,$$

где I_0 – нормирующий множитель. Введем амплитудный коэффициент отражения (АКО) r_n для n -го дифракционного порядка

$$\tilde{E}_0(\kappa, 0) = r_n(\eta, \kappa) \tilde{E}_0(\kappa - k_\Lambda n, 0).$$

Граничное условие задачи имеет вид:

$$\tilde{E}_0(\kappa, 0) = \frac{l_x^{(in)}}{2\pi} \text{sinc}\left(\frac{\kappa}{2} l_x^{(in)}\right),$$

поэтому

$$R = \left| \frac{\max(l_x^{(in)}, l_x^{(ex)})}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} d\kappa r_n(\eta, \kappa) \text{sinc}\left(\frac{\kappa - k_\Lambda n}{2} l_x^{(in)}\right) \text{sinc}\left(\frac{\kappa - q_x}{2} l_x^{(ex)}\right) \right|^2$$

Дифракция рентгеновских лучей на ПДР дает отражения в различные дифракционные порядки, которые в обратном пространстве разнесены вдоль линий $q_x = k_\Lambda n$. Известно, что на дифракцию вблизи нулевого порядка ($n = 0$) будет оказывать сильное влияние толстая кристаллическая «подложка», поэтому необходимо численно решать уравнения Такаги в рамках динамической теории. Одним из методов численного решения является рекуррентная формула:

$$\tilde{r}_l = \rho_l + \frac{\tau_l^2}{1 - \rho_l \tilde{r}_{l+1}} \tilde{r}_{l+1}.$$

Для этого профиль дифракционной решетки разбивается на L слоёв так, что середины слоёв $z_l = (l - 0.5)\Delta$, где $\Delta = l_z/L$, $l = 1..L$. В каждом слое вычисляются амплитудные коэффициенты отражения и прохождения:

$$\begin{cases} \rho_l = \frac{-a_h U_0(z_l)}{\mu_{1,l} + i\mu_{2,l} \cot(\mu_{2,l}\Delta)}, \\ \tau_l = \frac{i\mu_{2,l}}{\mu_{1,l} \sin(\mu_{2,l}\Delta) + i\mu_{2,l} \cos(\mu_{2,l}\Delta)}. \end{cases}$$

Здесь $\mu_{1,l} = a_0 U_0(z_l) + 0.5 \eta - \kappa \cot \theta_B$,

$\mu_{2,l} = \sqrt{\mu_{1,l}^2 - a_h a_{\bar{h}} U_0^2(z_l)}$. Принимая во внимание $U_0(z_{L+1}) = 1$, вычисления начинают с нижнего слоя, для которого

$$\tilde{r}_{0,L+1} = \frac{-a_h}{\mu_{1,L+1} + \mu_{2,L+1} \text{sign}(\text{Im}(\mu_{2,L+1}))}.$$

В итоге находим $r_0(\eta, \kappa) = \tilde{r}_1$.

Остальные дифракционные порядки ($n \neq 0$) находим в кинематическом приближении:

$$r_n = \frac{ia_h}{\Lambda} \int_{-\Lambda/2}^{\Lambda/2} dx \int_0^{l_z} dz U(x, z) e^{-i(nk_\Lambda x - 2a_0 l_z \nu(z) - (\eta + (k_\Lambda n - 2\kappa) \cot \theta_B) z)},$$

$$\text{где } \nu(z) = \frac{1}{l_z} \int_0^z dz' U_0(z').$$

Рассмотрим следующие две модели штриха: трапецеидальную и синусоидальную.

Трапецеидальная модель

Фурье-коэффициенты ПДР равны

$$U_n(z) = \left(1 - \gamma + \frac{2z}{l_z} \gamma\right) \Gamma \text{sinc}\left(\pi \left(1 - \gamma + \frac{2z}{l_z} \gamma\right) \Gamma\right).$$

Аналитическое решение интеграла:

$$r_n(\eta, \kappa) = \frac{a_h l_z}{2\pi n} \left(e^{i\pi n \Gamma} f(\zeta_1(\kappa) + \pi n \Gamma, \zeta_2) - e^{-i\pi n \Gamma} f(\zeta_1(\kappa) - \pi n \Gamma, \zeta_2) \right) e^{i\zeta_1(\kappa)}.$$

Здесь используются обозначения $\zeta_1 = (a_0(1 - \gamma)\Gamma + \frac{\eta}{2} + \left(\frac{k_\Lambda n}{2} - \kappa\right) \cot \theta_B) l_z$, $\zeta_2 = a_0 \Gamma l_z$ и введена вспомогательная функция:

$$f(a, b) = \frac{e^{-ia - i\frac{\pi}{4}}}{\sqrt{2b}} \left(e^{i2(a+b)} F\left(\frac{a+2b}{\sqrt{2b}} e^{i\frac{\pi}{4}}\right) - F\left(\frac{a}{\sqrt{2b}} e^{i\frac{\pi}{4}}\right) \right),$$

выраженная через интеграл Доусона

$$F(x) = e^{-x^2} \int_0^x e^{y^2} dy.$$

Отметим, что при $\zeta_2 \rightarrow 0$ функция $f(a, b)$ фактически равна $\text{sinc}(a)$.

Синусоидальная модель

В этой модели

$$U_n(z) = \frac{1}{\pi n} \sin\left(n \arccos\left(1 - 2\frac{z}{l_z}\right)\right).$$

В первом приближении полагаем $\nu(z) \approx \frac{1}{2} \frac{z}{l_z}$ и получаем аналитическое решение

$$r_n(\eta, \kappa) = -\frac{(-i)^n a_h l_z}{2\zeta_1} J_n(\zeta_1) e^{i\zeta_1},$$

где $\zeta_1 = \left(\frac{1}{2} a_0 + \frac{\eta}{2} + \left(\frac{k_\Lambda n}{2} - \kappa\right) \cot \theta_B\right) l_z$. Данное решение справедливо для $|n| \geq 2$. При $n = \pm 1$ интеграл вычисляется численно:

$$r_n = ia_h \int_0^{l_z} dz U_n(z) e^{i(2a_0 l_z \nu(z) + (\eta + (k_\Lambda n - 2\kappa) \cot \theta_B) z)}.$$

В рамках кинематического приближения полученные решения будут давать верный результат при выполнении условия:

$$l_z \ll |\Gamma a_h|^{-1},$$

где выражение справа можем рассматривать как длину экстинкции ПДР.

Выполним расчеты для ПДР на кристалле Si(111). Длина падающей рентгеновской волны

$\lambda = 0.154 \text{ нм}$, коэффициенты $a_0 = -1.28 + i0.029 \text{ мкм}^{-1}$, $a_h = 0.664 - i0.0202 \text{ мкм}^{-1}$, $\Lambda = 0.8 \text{ мкм}$, $I_x^{(ex)} = I_x^{(in)} = 407 \text{ мкм}$. На рис.2 представлены сечения по оси q_z вдоль трех дифракционных порядков. Толщина ПДР составила 1 мкм . Сплошной линией показаны результаты для синусоидальной модели, а пунктирной линией – для трапецидальной с параметрами $\Gamma = \frac{1}{2}$, $\gamma = \frac{3}{4}$. Для выбранных параметров видим хорошее согласие результатов обеих моделей.

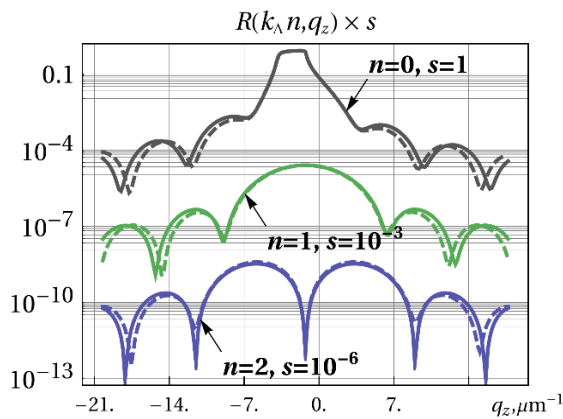


Рис. 2. Сечения по оси q_z вдоль трех дифракционных порядков. Сравнение синусоидальной и трапецидальной моделей. Для удобства восприятия графики разнесены по ординате множителем s .

На рис.3–4 приведены результаты расчетов главного дифракционного порядка ($n = 0$): пунктирной линией обозначено сечение для толстого кристалла без ПДР. На рис.3 проводится сравнение кривых с разной высотой рельефа для трапецидальной модели с параметрами $\Gamma = \frac{1}{2}$, $\gamma = \frac{1}{2}$ (правильная трапеция). На рис.4 показано влияние формы штриха на коэффициент дифракционного отражения. График $\gamma = 0$ соответствует прямоугольному сечению штриха, $\gamma = \frac{1}{2}$ – трапецидальному и $\gamma = 1$ – треугольному. Высота штрихов равна 1 мкм . Можно видеть, что кривые дифракции чувствительны и к толщине рельефа, и к форме штриха.

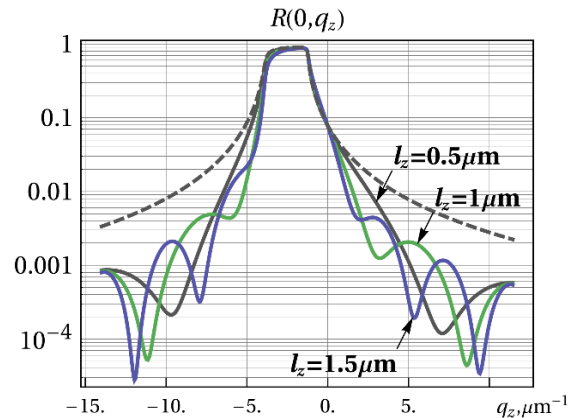


Рис. 3 Сечения по оси q_z вдоль нулевого дифракционного порядка с различной толщиной ПДР.

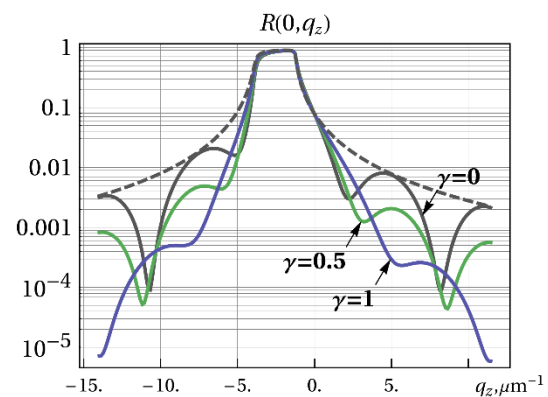


Рис. 4 Сечения по оси q_z вдоль нулевого дифракционного порядка с различной формой штриха ПДР.

Работа выполнена при финансовой поддержке министерства финансов РК, гранта РФФИ №16-43-110350 р-а и Программы фундаментальных исследований УрО РАН

- [1] Bac S. et al, Opt. Commun. 144, 28 (1997).
- [2] Baumbach T. et al, J. Appl. Phys. 87, 3744 (2000).
- [3] Aristov V. et al, Opt. Commun. 58, 300 (1986).
- [4] Aristov V. et al, Phys. Stat. Sol. A95, 81 (1986).
- [5] Macrander T., Slusky S., Appl. Phys. Lett. 56, 443 (1990).
- [6] Tapfer L., Grambow P., Appl. Phys. A: Solids Surf. 50, 3 (1990).
- [7] De Caro L. et al, Appl. Phys. Lett. 64, 34 (1994).
- [8] van der Meer R. et al., AIP ADVANCES 3, 012103 (2013).
- [9] Pavlov K., Punegov V., Acta cryst. (2000). A56, 227-234

Спектрографы на основе VLS-решёток

Е. А. Вишняков, А. О. Колесников, Е. Н. Рагозин, А. Н. Шатохин

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

e-mail: alexey6180@gmail.com

Работа в мягком рентгеновском диапазоне связана с определёнными трудностями, поскольку излучение этого диапазона сильно поглощается в воздухе и плохо отражается большинством материалов. Для увеличения коэффициента отражения необходимо прибегать к скользящим углам падения. При этом в классической Роуландовской схеме невозможно одновременно получить и сфокусированный спектр (когда поверхность детектора касательна к кругу Роуланда) и высокую эффективность детектирования (когда поверхность ПЗС-матрицы почти нормальна к дифрагированным лучам) [1, 2]. Эти трудности можно преодолеть, заменив классическую дифракционную решётку на аperiодическую (VLS-решётку), у которой плотность штрихов плавно меняется по апертуре по полиномиальному закону.

В 1980 году Харада впервые рассчитал, а позднее продемонстрировал в действии при регистрации спектров лазерной плазмы спектрограф скользящего падения, в котором закон изменения плотности штрихов решётки по апертуре был подобран так, чтобы фокальная кривая в диапазоне длин волн 50 – 275 Å спрямилась и сориентировалась под небольшими углами (~10°) к дифрагированным лучам [3, 4]. В спектрографе была использована сферическая VLS-решётка с шагом, который монотонно изменялся от 0.99 до 0.69 мкм на апертуре 50 мм. Частота штрихов в её центре составляла $p = 1200 \text{ мм}^{-1}$, скользящий угол падения 3°. Этот спектрограф стал коммерчески доступен и сейчас известен как спектрограф Харады.

Недавно в лаборатории LLNL (США) был создан спектрограф высокого разрешения скользящего падения с плоским участком фокальной кривой в области 10 – 50 Å для регистрации спектров лазерной плазмы [5]. В качестве детектора использовалась охлаждаемая ПЗС-матрица. Скользящий угол падения на сферическую ($R = 44.3 \text{ м}$) VLS-решётку со средней плотностью штрихов 1200 мм^{-1} составлял около 2°. Полный набор параметров прибора в работе [5] не приводится.

Целью нашей работы было (1) провести глубокий анализ возможностей применения вогнутой сферической VLS-решётки (varied line-spacing) в спектральной диагностике, затем (2) рассчитать семейство VLS-спектрографов с разными параметрами и продемонстрировать один из таких приборов в действии.

Для начала, обратимся к теории. Пусть плотность штрихов VLS-решётки описывается полиномом от координаты y на решётке:

$$p(y) = p_0 + p_1 y + p_2 y^2 + p_3 y^3 + \dots \quad (1)$$

причём $\frac{dn(y)}{dy} = p(y)$, где n – номер штриха.

Будем считать, что источник находится в главной плоскости в точке А (Рис. 1), а точка В – его спектральное изображение на длине волны λ . Точка Р находится на произвольном штрихе решётки. Начало координат (точка О) находится в центре VLS-решётки.

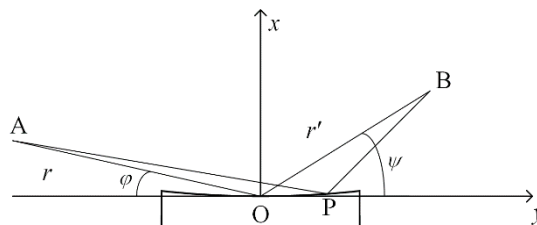


Рис. 1. О – центр решётки, А – источник, В – спектральное изображение, $P(x, y)$ находится на произвольном штрихе решётки, ϕ и ψ – скользящие углы падения и дифракции центрального луча, $AO = r$, $OB = r'$.

Функция оптического пути имеет вид

$$F = AP + PB + m\lambda n(y), \quad (2)$$

где

$$AP^2 = r^2 + x^2 + y^2 - 2xr \sin \phi + 2yr \cos \phi, \quad (3)$$

$$PB^2 = r'^2 + x^2 + y^2 - 2xr' \sin \psi - 2yr' \cos \psi. \quad (4)$$

Учитывая, что точка Р лежит на сферической (радиуса R) поверхности вогнутой дифракционной решётки, её координаты x и y связаны соотношением

$$(x - R)^2 + y^2 = R^2. \quad (5)$$

Тогда, извлекая корень из (3) и (4), выражая x через y из (5), подставляя в (2) и применяя принцип Ферма $\frac{dF}{dy} = 0$, как было проделано в

работе [6], после приведения подобных членов по степеням y получим следующие соотношения:

$$\cos \phi - \cos \psi = m\lambda p_0 \quad (6)$$

$$\frac{\sin^2 \phi}{r} - \frac{\sin \phi}{R} + \frac{\sin^2 \psi}{r_h} - \frac{\sin \psi}{R} = m\lambda p_1 \quad (7)$$

$$\begin{aligned} & \frac{3 \cos \varphi}{2} \frac{1}{r} \left(\frac{\sin^2 \varphi}{r} - \frac{\sin \varphi}{R} \right) - \\ & - \frac{3 \cos \psi}{2} \frac{1}{r'} \left(\frac{\sin^2 \psi}{r'} - \frac{\sin \psi}{R} \right) + \\ & + \frac{1}{2R^2} \left(\frac{1}{r} - \frac{\sin \varphi}{R} + \frac{1}{r'} - \frac{\sin \psi}{R} \right) = -m\lambda p_2 \end{aligned} \quad (8)$$

$$\begin{aligned} & 2 \left(\frac{\cos \varphi}{r} \right)^2 \left(\frac{\sin^2 \varphi}{r} - \frac{\sin \varphi}{R} \right) + \\ & + 2 \left(\frac{\cos \psi}{r'} \right)^2 \left(\frac{\sin^2 \psi}{r'} - \frac{\sin \psi}{R} \right) - \\ & - \frac{1}{2r} \left(\frac{\sin^2 \varphi}{r} - \frac{\sin \varphi}{R} \right)^2 - \\ & - \frac{1}{2r'} \left(\frac{\sin^2 \psi}{r'} - \frac{\sin \psi}{R} \right)^2 = m\lambda p_3 \end{aligned} \quad (9)$$

Уравнение (6) – это уравнение дифракционной решётки, система из уравнений (6) и (7) задаёт спектральную фокальную кривую. Выражения (8) и (9) определяют условия, при которых для спектрального изображения на длине волны λ компенсируются меридиональная кома и сферическая aberrация, соответственно. Из (6), (7), (8), (9) видно, что если пропорционально увеличить все коэффициенты полинома (1) и уменьшить длину волны во столько же раз, то левые части этих равенств не изменятся. Таким образом, одну и ту же геометрию схемы можно использовать для разных диапазонов длин волн, используя решётку с другим p_0 , но такими же p_1/p_0 , p_2/p_0 , p_3/p_0 и p_4/p_0 . При этом вид спектрального изображения при тех же углах дифракции не изменится, поэтому разрешающая способность останется прежней.

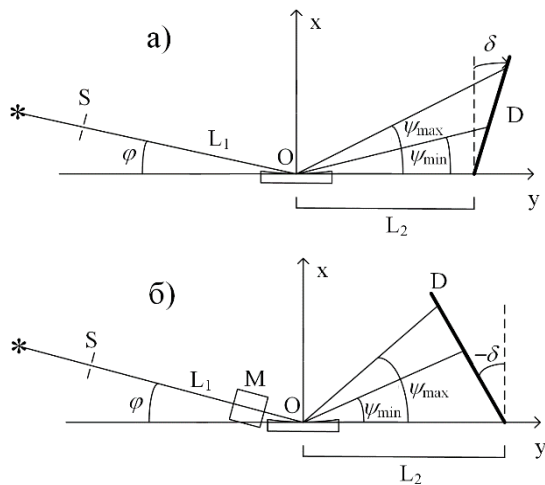


Рис. 2. Варианты VLS-спектрографов: с плоским участком фокальной кривой (а) и со скрещенной фокусировкой многослойным зеркалом (б).

Одним из главных выводов теоретического анализа приведённых выражений (6–9) является жёсткая привязка внешнего вида спектрального изображения точечного монохроматического источника к углу дифракции (при заданном виде полинома (1) и его полном пропорциональном масштабировании). Поскольку aberrации строго компенсируются только на одной длине волны, то вид спектрального изображения может сильно зависеть от угла дифракции.

На Рис 2 представлены два возможных варианта реализации VLS-спектрографов с плоским фокальным полем на основе вогнутых VLS-решёток. В варианте (а) угол падения лучей на детектор будет около 20° , а в варианте (б) падение дифрагированных лучей на детектор будет практически нормальным, что реализуется при добавлении скрещенного многослойного зеркала в схему (элемент М на Рис. 2б). Кроме того, в варианте (б) скрещенное многослойное зеркало позволяет получить пространственное разрешение почти без ухудшения спектрального.

В работе было рассчитано три спектрографа с плоским участком фокальной поверхности с габаритами около 0.25, 0.5 и 1.5 м на области длин волн 90–250, 50–200 и 20–110 Å с разрешающей способностью 800, 1800 и 4800, соответственно. Также рассмотрена возможность перестройки каждого из этих приборов в VLS-спектрометр со скрещенной фокусировкой. Разрешающая способность спектрографов со скрещенной фокусировкой составила 650, 1150 и 3650, а пространственное разрешение этих приборов не хуже 20 мкм. Спектральные изображения точечного источника, полученные методом численной трассировки лучей, представлены на Рис. 3 и Рис. 4 для схемы с плоским участком фокальной кривой и прибора со скрещенной фокусировкой, соответственно. Результатом проведённой оптимизации является то, что ширины всех спектральных изображений должны укладываться не более чем в 2 ячейки детектора (26 мкм).

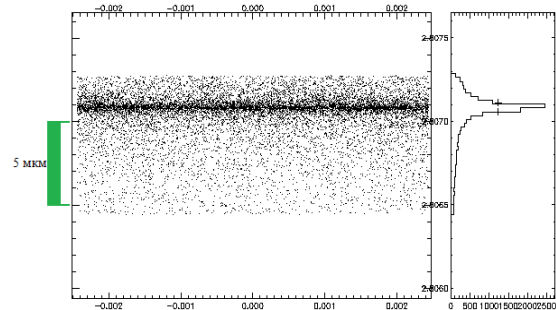


Рис. 3. Спектральное изображение точечного источника на длине волны 90 Å (коротковолновый край расчётного диапазона) в компактном (с габаритами 0.25 м) спектрографе с плоским участком фокальной поверхности.

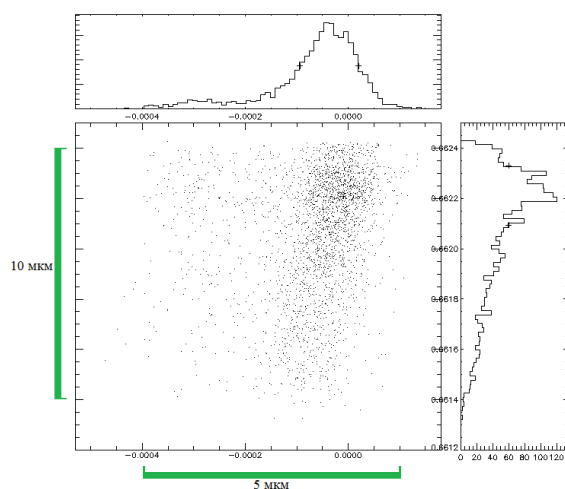


Рис. 4. Спектральное изображение точечного источника в компактном VLS-спектрографе со скрещенной фокусировкой на длине волны 116 Å (длина волны оптимизации).

Ещё одной возможностью для создания VLS-спектрометров является соединение свойств плоской VLS-решётки и многослойного зеркала [7, 8]. В этом случае, вогнутое многослойное зеркало используется для создания практически гомоцентрического сходящегося пучка лучей со слабым астигматизмом. При этом становится возможной компенсация астигматизма на двух длинах волн одновременно [7, 8] (см. Рис. 5).

В работе [8] было рассчитано семейство VLS-спектрометров на основе плоских решёток. Спектральный диапазон оптимизации 125–300 Å был выбран, исходя из имеющегося у нас аперидического многослойного зеркала [9, 10].

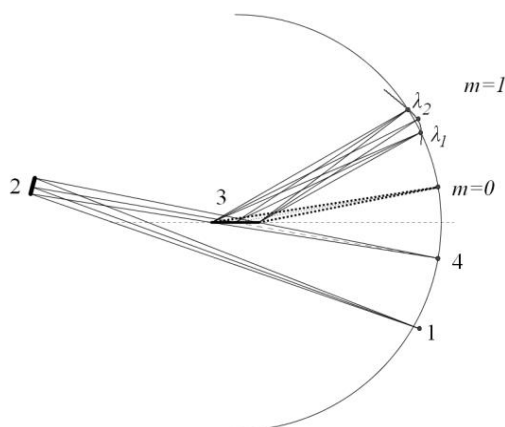


Рис. 5. Оптическая схема VLS-спектрометра с компенсацией астигматизма на двух длинах волн. 1 – источник излучения, 2 – многослойное зеркало, 3 – плоская VLS-решётка, 4 – вертикальный фокус сходящегося пучка.

В качестве первого экспериментального шага, мы решили в схеме VLS-спектрометра использовать периодическое Mo/Si зеркало, описанное в работе [11]. Пиковый коэффициент отражения зеркала приходится на 136 Å, ширина спектрального колокола отражения составляет около 12 Å по основанию. Радиус кривизны зеркала $R = 1$ м, расстояние от центра зеркала до центра VLS-решётки 0.5 м.

Плоская VLS-решётка для эксперимента была синтезирована нашими коллегами в МФТИ методом электронно-лучевой литографии. Эта решётка имеет среднюю плотность штрихов p_0 в центре 600 штр./мм.

Источником рентгеновского излучения в эксперименте служила лазерная плазма, которая формируется при облучении твердотельной мишени наносекундными импульсами лазера Nd:YAG (1064 нм, 1 Дж, 8 нс). В роли детектора была использована ПЗС-матрица фирмы E2V, имеющая 1024×2048 пикселей с квадратными пикселями размером 13×13 мкм².

Выбор LiF в качестве твердотельной мишени для создания лазерной плазмы позволил экспериментально получить спектр излучения источника с разрешением ~ 300 . Обработанные результаты эксперимента будут представлены на конференции.

Авторы выражают благодарность коллегам Кузину А. и Негрову Д.В. из МФТИ за активное и плодотворное сотрудничество, за изготовление плоских VLS-решёток для проекта.

Исследование выполнено за счёт гранта Российского научного фонда (проект №14-12-00506).

- [1] Rowland H.A. Phil. Mag. Ser. 5, **13** (84), 469 (1882).
- [2] Samson J.A.R. Techniques of vacuum ultraviolet spectroscopy (New York: Wiley, 1967).
- [3] Harada T., Kita T. Appl. Opt., **19** (23), 3987 (1980).
- [4] Kita T., Harada T., Nakano N., Kuroda H. Appl. Opt., **22** (4), 512 (1983).
- [5] Dunn J., Magee E.W., Shepherd R., *et al.* Rev. Sci. Instrum., **79**, 10E314 (2008).
- [6] Namioka T. J. Opt. Soc. Amer., **49** (5), 446 (1959).
- [7] Вишняков Е.А., Шатохин А.Н., Рагозин Е.Н. Квантовая электроника, **45** (4), 371 (2015).
- [8] Вишняков Е.А., Рагозин Е.Н., Шатохин А.Н. Рентгеновская оптика – 2014, с. 52 (2014).
- [9] Вишняков Е.А., Медников К.Н., Перцов А.А. и др., Квантовая электроника, **39** (5), 474 (2009).
- [10] Вишняков Е.А., Каменец Ф.Ф., Кондратенко В.В. и др., Квантовая электроника, **42**, 143 (2012).
- [11] Ragozin E.N., Kolachevsky N.N., Mitropolsky M.M., *et al.* Phys. Scripta, **47** (4), 495 (1993).

Численное моделирование рентгеновской шестиволновой дифракции в идеальном кристалле кремния

В. Г. Кон

Национальный исследовательский центр «Курчатовский Институт», Москва, Россия

e-mail: kohnvict@yandex.ru

Шестиволновая (000, 220, 242, 044, -224, -202) дифракция рентгеновских лучей в монокристаллах кремния и германия интересна тем, что формирует стоячие волны, которые очень слабо поглощаются в кристалле [1, 2]. В течение 40 лет было выполнено несколько работ как с целью более детально изучить эффект теоретически, так и обнаружить его экспериментально. В работах [3, 4] на источнике синхротронного излучения (СИ) были измерены экспериментальные секционные шестиволновые топограммы для относительно толстого кристалла и выполнено численное моделирование этих секционных топограмм методом решения уравнений Такаги, обобщенных на многоволновую дифракцию. Картинки экспериментальных топограмм очень хорошо совпали с расчетными после правильного выбора способа изображения числовых матриц.

Таким образом, было показано, что секционные топограммы, как и в двухволновом случае, являются наиболее удобным инструментом экспериментального изучения явления шестиволновой дифракции, хотя теория первоначально развивалась для плоских волн. Теоретический расчет многоволновых секционных топограмм представляет собой весьма сложную задачу. Так в работах [3, 4] для численного решения уравнений Такаги использовался суперкомпьютер, причем время расчета при всех оптимизациях составляло более двух часов. Если использовать персональный компьютер, то для расчета одной секционной топограммы необходимо три недели.

В методе решения уравнений Такаги также очень сложно учесть расстояние от источника до детектора, между которыми находится кристалл. Можно показать, что от положения самого кристалла результат не зависит, но и это не так очевидно при решении уравнений Такаги. Даже учет конкретных размеров двумерной щели тоже сложно учесть. В работе [5] предложен новый метод теоретического расчета многоволновых секционных топограмм. Он состоит в том, что сначала вычисляется угловая зависимость амплитуд волновых полей для разных поляризаций, а затем выполняется двумерное преобразование Фурье.

Этот метод удобен тем, что, с одной стороны, он использует хорошо развитую теорию дифракции плоских волн [6], а с другой стороны, он позволяет применить метод быстрого преобразования Фурье (по английски Fast Fourier Transformation, сокращенно FFT), который весьма сильно уменьшает время расчета секционных топограмм. Таким

образом, появляется возможность анализа формирования стоячих волн в кристалле и их влияния на секционную топограмму, то есть изучения физики явления слабого поглощения. Одновременно такой метод дает возможность выполнить расчет на персональном компьютере всего за несколько минут. Важным преимуществом предложенного метода является то, что учет расстояния от источника до детектора, а также размеров щели делается естественным образом и не увеличивает время расчета секционной топограммы.

В данной работе представлены первые результаты, полученные в таком подходе. Рассматривалась секционная топограмма в проходящем пучке в экспериментальной схеме, которая условно показана на рисунке 1. На пути пучка от источника СИ ставится двумерная щель, а после нее кристалл в отражающем положении. Из кристалла выходит 6 пучков, один из которых идет в прямом направлении и секционная топограмма в нем измеряется позиционным детектором.

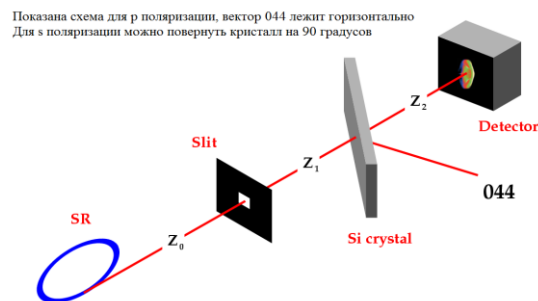


Рисунок 1. Схема эксперимента.

Расстояние источник-щель Z_0 весьма велико, и можно считать, что на щель падает плоская волна. В результате дифракции на щели излучение получает угловую расходимость, но в ограниченных пределах. Степень угловой расходимости можно регулировать размером щели. Так как СИ поляризовано в горизонтальной плоскости, то кристалл можно ориентировать так, чтобы отражение 044 находилось либо в горизонтальной (как на рисунке), либо в вертикальной плоскости. Тем самым можно получать секционные топограммы для разной поляризации падающего пучка относительно векторов дифракции.

Характер формирования секционной топограммы можно проиллюстрировать на рисунке 2. При малом расстоянии от щели до детектора $Z_1 + Z_2$ рентгеновский пучок слабо расходится на этом

расстоянии. С другой стороны, он очень сильно расходится в кристалле, потому что в процессе дифракции формируются новые пучки вдоль волновых векторов $\mathbf{k}_m = \mathbf{k}_0 + \mathbf{h}_m$, где $\mathbf{k}_0$ есть волновой вектор в направлении падающего пучка, $\mathbf{h}_m$ есть векторы обратной решетки, $m = 1, \dots, 5$. Эти пучки постоянно рассеиваются из одного в другой и формально заполняют всю область в кристалле внутри шестиволновой пирамиды, показанной на рисунке 2. Размером щели в вершине пирамиды в первом приближении можно пренебречь.

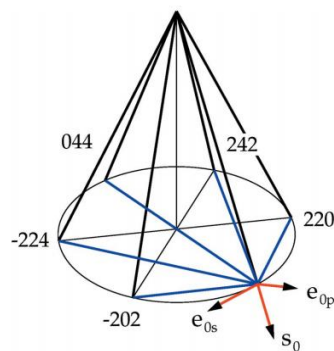


Рисунок 2. Схема лучей 6-волновой дифракции

Мы рассматриваем так называемый систематический случай дифракции, когда все векторы обратной решетки лежат в одной плоскости и вписаны в круг. На карте угловой зависимости дифракции плоских волн можно выделить саму двумерную многоволновую область и двухволновые полосы, которые направлены перпендикулярно векторам обратной решетки и имеют очень большую длину, формально бесконечную в линейном приближении зависимости от углов параметров отклонения от условий Брэгга. В условиях ограниченной угловой области двухволновые полосы имеют конечный размер, но все же значительный, чтобы сформировать на секционной топограмме двухволновые линии, которые связывают концы волновых векторов на рисунке 2 и показаны синим цветом.

На этом же рисунке показаны два направления векторов поляризации $\mathbf{e}_{0p}$ и $\mathbf{e}_{0s}$ и результат может быть различным для разных поляризаций СИ, как отмечено выше. Рассмотрим случай, имеющий следующие параметры: кристалл кремния толщиной $t = 1$ мм, энергия фотонов $E = 8$ кэВ, что близко к $\text{Cu K}\alpha$ линии рентгеновских трубок. Угол θ_0 между волновыми векторами и нормалью к плоскости векторов обратной решетки равен половине угла Брэгга для 044 отражения, а именно, 58.3° . В этом случае интенсивность плоской волны в произвольном направлении ослабляется в 3×10^{-11} раз, а в направлении двухволнового эффекта Бормана для сигма поляризованного излучения в 0.47 раз. То есть двухволновые линии еще очень хорошо видны на секционной топограмме. Заметим, что выбранные нами поляризации не совпадают с двухволновыми поляризациями и ближе всего к сигма поляризации находится p поляризация. То

есть при данных параметрах эффект ослабления поглощения при шестиволновой дифракции не проявляется слишком сильно, хотя многоволновая область весьма отделена от двухволновой области.

В результате интерференции разных стоячих волн полная амплитуда проходящей волны очень сильно осциллирует в зависимости от углов, определяющих направление падающего пучка. Соответственно расчет угловой зависимости надо выполнять с мелким шагом. С другой стороны, число точек сетки должно быть равно целой степени 2, это ограничений связано с использованием метода FFT. Расчет был выполнен на сетке с числом точек $n_1 = 4096$ по углу θ (вдоль направления $\mathbf{e}_{0p}$ на рисунке 2) и $n_2 = 2048$ по углу φ (вдоль вектора $\mathbf{e}_{0s}$) с шагом $\Delta = 0.04$ мкрад по обоим направлениям. То есть вычислена угловая область с размерами 163.84×81.92 мкрад.

Размеры щели, равные 1.892×3.784 мкм выбирались такими, чтобы функция фурье-образа щели имела первый ноль на границах указанной области. В реальном эксперименте размеры щели могут быть значительно больше, что еще сильнее ограничит размеры угловой расходимости пучка. Согласно методу FFT число точек на секционной топограмме оставалось таким же, а шаги сетки в направлении осей X и Y определяются по формулам $\Delta_x = 2\pi/(n_1 K \lambda)$ и $\Delta_y = \Delta_x n_1/n_2$, где $K = 2\pi/\lambda$, λ есть длина волны рентгеновского излучения. Отсюда следует, что шаг по оси X был в два раза меньше шага по оси Y . Чтобы сделать картинку с одинаковыми шагами каждая пара столбцов заменялась на один столбец со значением, равным полусумме значений в паре. В результате мы получили квадратную картинку с числом точек 2048 по каждому направлению и с шагом $\Delta_y = 1.892$ мкм. Это значение равно горизонтальному размеру щели.

Линейный размер расчетной области равен 3.874 мм по обеим осям. На рисунке 3 показаны результаты расчета для расстояния $Z_1 + Z_2 = 1$ см. Показана не вся расчетная область, а только ее часть, содержащая изображение кристалла. На картинке для s поляризации видны все двухволновые полосы, как сказано выше, а на картинке для p поляризации двухволновая полоса 044 отражения сильно поглощается даже при рассматриваемой толщине кристалла. Чтобы показать шестиволновую область секционной топограммы используется логарифмический масштаб в интервале от $\exp(-18)$ до $\exp(-8)$. Малые значения интенсивности можно объяснить тем, что излучение с единичной интенсивностью в области щели очень сильно рассеивается в результате дифракции на область с намного большими размерами.

Хотя картинки на выходной поверхности кристалла вписаны в правильный шестиугольник, при проектировании на плоскость, перпендикулярную направлению проходящего пучка они сжимаются в горизонтальном направлении. Интер-

ференционные полосы шестиволновой дифракции имеют форму эллипсов с большей интенсивностью в областях между центром топограммы и центрами двухволновых линий для отражений типа 242. На этих линиях максимум интенсивности находится в их центре, что соответствует теории двухволновой дифракции, согласно которой поток энергии в стоячей волне со слабым поглощением имеет направление посередине между направлениями падающей и отраженной волн.

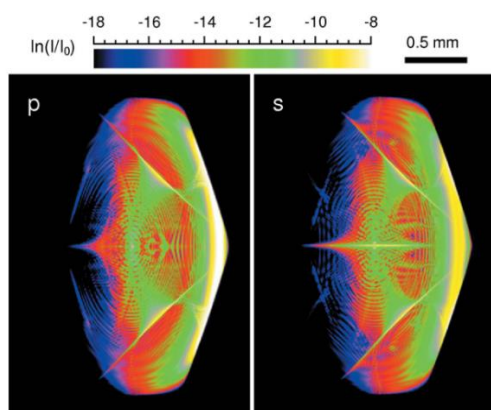


Рисунок 3. Секционные топограммы 6-волновой дифракции для двух состояний поляризации.

Наиболее высокая интенсивность находится на двухволновых линиях для отражений типа 220, причем, как уже отмечалось выше, для р поляризации яркость этих линий намного больше. Интересно, что эти линии так сильно взаимодействуют между собой, что область между ними не только остается яркой, но и именно в ней находится максимум интенсивности. Эта область образует характерную дугу. Такая дуга впервые наблюдалась в работе [7] еще в 1970 году. В той работе использовалось сильно расходящееся излучение рентгеновской трубки. При этом многоволновая область полностью закрывалась двухволновыми линиями, а слабое разрешение эксперимента не позволяло наблюдать тонкие детали распределения. Однако дуга, соединяющая двухволновые линии с одной стороны, была видна отчетливо.

В структуре интерференционных полос есть фрагменты, одинаковые для обеих поляризаций, но есть и различия. Интересно, что чисто многоволновая картинка в центре шестиугольника имеет примерно одинаковую интенсивность независимо от поляризации падающей волны. Это означает, что поляризации при 6-волновой дифракции сильно взаимодействуют и перемешиваются. В рассматриваемой схеме расчета можно без всякого труда рассмотреть и большие расстояния между щелью и детектором. Конкретный расчет проводился для расстояний 5 м и 10 м. Такие расстояния вполне возможно реализовать в экспериментах на источниках СИ. С увеличением расстояния, в первую очередь

меняется структура двухволновых полос для отражений типа 220, они становятся более толстыми в сторону к центру топограммы, а в противоположную сторону они выходят за область шестиугольника. Двухволновые полосы для других отражений находятся внутри шестиугольника и трансформируются более сложным образом.

Расчет для более толстых кристаллов требует использовать сетки с большим числом точек и с более мелким шагом. В частности, был выполнен расчет для кристалла толщиной 2 см на сетке 8192×8192 точек с шагом $\Delta = 0.0014$ мкрад по каждому углу. В этом случае двухволновые линии уже полностью поглощаются, и размер угловой области, которая дает вклад в топограмму, определяется не размером щели, а самим кристаллом, то есть размером области, в которой имеет место уменьшение коэффициента поглощения стоячих волн.

Секционная топограмма в этом случае полностью находится внутри шестиугольника и не выходит на его границы. Она имеет форму неполного эллипса, симметричного в вертикальном направлении и асимметричного в горизонтальном с размерами 1.6×4.2 см², в то время как горизонтальный и вертикальный размеры шестиугольника для данной толщины равны 3.2 см и 4.8 см. Интересно, что область максимальной интенсивности все еще находится справа, во внешней области эллипса. Она соответствует угловой области между двухволновыми полосами для отражений типа 220 в правой части.

Причина этого явления в том, что, как показано в [6], наличие многих зон дисперсионной поверхности с малым расстоянием между ними приводит к резкому увеличению производной от амплитуд по углу θ в центральной точке с минимальным коэффициентом поглощения. При этом максимальная интенсивность всегда находится слева от этой точки.

- [1] T. Joko, A. Fukuhara, J. Phys. Soc. Japan, **22**, 597-604 (1967)
- [2] A.M. Afanas'ev, V.G. Kohn, Acta Cryst. A, **33**, 178-184 (1977)
- [3] K. Okitsu, Y. Imai, Y. Ueji, Y. Yoda, Acta Cryst. A., **59**, 311-316 (2003)
- [4] K. Okitsu, Y. Yoda, Y. Imai, Y. Ueji, Y. Urano, X. Zhang, Acta Cryst. A., **62**, 237-247 (2006)
- [5] V.G. Kohn, D.R. Khikhlukha, Acta Cryst. A, **72**, 349-356 (2016)
- [6] В.Г. Кон, ФТТ, **18**, 2538-2545 (1976)
- [7] M. Umeno, Physica Status Solidi A, **2**, K203-K205 (1970)

30-линзовый интерферометр для диапазона жесткого рентгеновского излучения

М. Любомирский¹, И. Снигирева², В. Кон³, С. Кузнецов⁴, В. Юнкин⁴, Г. Воган²,
Д. Зверев⁵, А. Снигирев⁵

¹Немецкий Электронный Синхротрон, Гамбург, Германия

²Европейский центр синхротронного излучения, Гренобль, Франция

³Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", Москва, Россия

⁴Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, Черноголовка, Россия

⁵Балтийский Федеральный Университет им. И. Канта, Калининград, Россия

e-mail: ksm@iptm.ru

Синхротронные источники рентгеновского излучения 3-го поколения вдохнули новую жизнь в развитие когерентной оптики и интерферометрии. Составные преломляющие линзы (CRL) [1] за 20 лет своего развития предложили ряд преимуществ, таких как простота использования и высокая стабильность даже в белом пучке [2]. Для того, чтобы использовать эти преимущества, на основе Si планарной CRL [3] был разработан двух-линзовый интерферометр [4], создающий однородное поле интерференции с переменным периодом в диапазоне от десятков нанометров до десятков микрометров в зависимости от расстояния наблюдения.

Для увеличения светосилы такого типа интерферометров был предложен, разработан и изготовлен многолинзовый интерферометр [5], с помощью которого можно наблюдать более контрастную интерференционную картину, которая может быть описана с использованием формализма Тальбота [6].

Эффект Тальбота состоит в том, что при когерентном освещении периодического объекта возникает периодическое волновое поле, которое воспроизводит объект на расстояниях Тальбота mz_T , где $z_T = 2d^2/\lambda$. Такие изображения называются фундаментальными. Здесь d – период объекта, λ – длина волны, m – целое число. Помимо фундаментальных изображений существует бесконечное семейство дробных изображений Тальбота [7-10]. Эти изображения расположены на расстояниях $z_n = z_T/2n$, когда n целое число (основная серия), и на расстояниях $pz_n < z_T$, где p – целое число. Доказательством существования дробных изображений Тальбота могут служить интерференционные картины, полученные с помощью 6-линзового интерферометра [5].

В этой статье мы представляем Si многолинзовый интерферометр, состоящий из 30 составных преломляющих линз, которые полностью захватывают пучок ондуляторного излучения. Такой интерферометр можно использовать для диагностики рентгеновских пучков с высокой разрешающей способностью

даже в условиях частично когерентного освещения. Составные преломляющие линзы образуют локализованные вторичные источники, которые дают возможность формировать изображения Тальбота в диапазоне жесткого рентгеновского излучения (см. Рис.1а).

Планарные рентгеновские параболические многолинзовые интерферометры были изготовлены с использованием литографии и Bosch процесса для глубокого травления кремния. Конструкция 30-линзового интерферометра повторяет конструкцию 6-линзового интерферометра [4], но в новом интерферометре рядом расположены 30 планарных параболических линз. Изображение Si чипа с 30-линзовыми интерферометрами в сканирующем электронном микроскопе приведено на рис. 1(b). Продольная длина и физическая апертура индивидуальных двояковогнутых линз составляли 62 и 30 мкм, соответственно. Радиус кривизны в апексе параболической поверхности составил $R = 3,75$ мкм. Период d интерферометра в плоскости сечения пучка равен физической апертуре, а именно, $d = 30$ мкм. Каждая составная преломляющая линза генерирует вторичный источник на фокусном расстоянии $F = R / 2N\delta$, если она освещается параллельным пучком рентгеновского излучения. Здесь N – число двояковогнутых индивидуальных линз в составной преломляющей линзе, δ – декремент показателя преломления $n = 1 - \delta + i\beta$. Входная апертура 30-линзового интерферометра составляет $A_i = 900$ мкм (30 x 30 мкм), которая соответствует размеру рентгеновского пучка на расстоянии 100 метров от ондуляторного источника рентгеновского излучения.

Для того, чтобы упростить использование интерферометров на различных энергиях излучения от 10 кэВ до 50 кэВ с шагом 10 кэВ, пять 30-линзовых планарных интерферометров были изготовлены на одном чипе. Фокусное расстояние составных преломляющих линз интерферометров для каждой энергии

составляло $F = 4$ см, что достигалось за счет изменения количества индивидуальных двояковогнутых линз в составных преломляющих линзах каждого интерферометра. Переключение интерферометров производится перемещением чипа в вертикальном направлении (поперек пучка), для выбора нужного интерферометра. В таблице 1 приведены основные параметры составных преломляющих линз, входящих в различные интерферометры.

Таблица 1. Параметры 30-линзовых интерферометров

№	Энергия, кэВ	Число линз	Длина набора линз	Разрешение, нм	Эфф. апертура, мкм
1	10	10	618	190	13
2	20	39	2416	87	17
3	30	87	5392	63	21
4	40	156	9670	55	23
5	50	243	15064	53	23

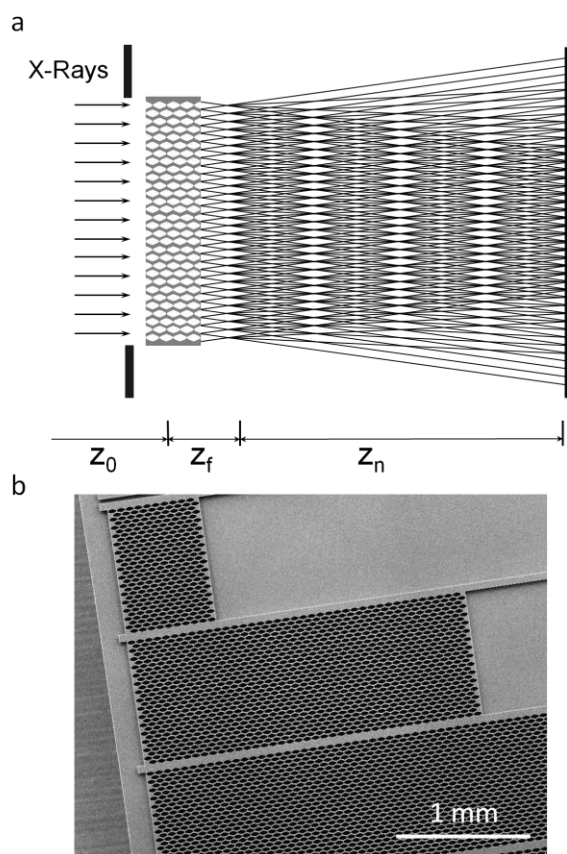


Рис. 1. (а) Схема формирования интерференционной картины, (б) фрагмент чипа с интерферометрами.

Рассмотрим оптические характеристики 30-линзового интерферометра. Если точечный источник находится на расстоянии z_0 от интерферометра, то фокусное расстояние

$z_f = F/(1 - F/z_0)$. С другой стороны, дробные изображения Тальбота будут увеличены с коэффициентом $C_m = (z_f + z_n' + z_0)/z_0$ и будут располагаться на расстоянии z_n' , которое получается из уравнения

$$\frac{1}{z_f + z_n'} + \frac{1}{z_0} = \frac{1}{F + z_n}$$

Каждая составная преломляющая линза создает вторичный источник с поперечным размером $w_f = 0.44\lambda z_f/A_e$ [11, 12], где λ – длина волны, A_e – эффективная апертура составной преломляющей линзы, которая ограничена из-за поглощения и оценивается как $A_e = 0.66 (\lambda F \delta / \beta)^{1/2}$

Для простоты аналитических формул, описывающих структуру изображений Тальбота, рассмотрим случай параллельного пучка. Как было показано в [5], поперечный период дробного изображения Тальбота на расстоянии z_n равен $\Lambda = d/n$. Для точечного источника интерференционные полосы состоят из узких пиков шириной $w_t \approx (0.92/M)\Lambda$, где $M = 30$ – количество составных преломляющих линз в интерферометре. Однако, при больших значениях n расстояние $z_n < z_0$ и формула оценки ширины пиков перестает быть корректной. В этом случае мы можем ввести эффективное количество составных преломляющих линз, у которых происходит перекрытие проходящих пучков. Анализ показывает, что минимальная ширина пиков составляет $w_t \approx 2w_f$. Пики имеют конечную длину вдоль оптической оси $w_l \approx 8.44 w_t^2 / \lambda$.

Формулы получены для полностью когерентного освещения. Если это не так, то необходимо принимать во внимание угловой размер источника $\alpha = s/z_0$, где s – эффективный поперечный размер источника. Известно, что поперечная длина когерентности $L_{tc} = \lambda/\alpha$. В нашем случае это значение должно быть больше, чем входная апертура интерферометра. В противном случае только часть составных преломляющих линз участвует в формировании интерференционной картины, и число таких линз равно $M_e = L_{tc}/d$.

Другой способ оценки размера источника s непосредственно из ширины интерференционных полос учитывает проекцию размера источника на детекторе, которая оценивается, как $s' = sC_s$, где $C_s = (z_f + z_n')/z_0$. Если этот размер гораздо больше, чем минимальная ширина интерференционных полос $w_t' = w_t C_m$, то ширина экспериментальных полос на полувысоте позволяет оценить размер источника непосредственно в виде $s = w_e/C_s$.

Экспериментальные испытания 30-

линзового интерферометра были выполнены на длинной (около 100 м) станции ID11 Европейского центра синхротронного излучения. Экспериментальная схема показана на рис. 1(а). Монохроматизация падающего излучения осуществлялась с помощью горизонтально отражающего Лауэ монохроматора в диапазоне энергии 32 – 65 кэВ. Оценка размера источника $s = 15$ мкм была получена с использованием методики визуализации с помощью составных преломляющих линз [13].

30-линзовый интерферометр был установлен на опоре со всеми необходимыми степенями вращения и перемещения, позволяющими выравнивание в пучке на расстоянии $z_0 = 41,4$ м от источника. На таком расстоянии на энергии 32 кэВ излучения длина пространственной когерентности с учетом предполагаемого размера источника (15 мкм) составляет $L_{tc} = 110$ мкм, следовательно, только 4 соседние составные преломляющие линзы находились в условиях когерентного освещения. Запись интерференционной картины была выполнена с помощью рентгеновской ПЗС-камеры высокого разрешения с 3 мкм пространственным разрешением (размер пикселя 1,5 мкм).

Качество интерференционной картины можно описать количественно с помощью параметра видности $V = \Delta I / I_a \cdot 100\%$, где $\Delta I = (I_{max} - I_{min}) / 2$, $I_a = (I_{max} + I_{min}) / 2$, а I_{max} и I_{min} являются интенсивностями в максимуме и минимуме соседних интерференционных полос, соответственно.

Для получения интерференционной картины высокого качества была выбрана энергия 32 кэВ и первое дробное изображение Тальбота $n = 1$, которое соответствует расстоянию $z_1 = 53$ м. Это изображение имеет период, равный периоду объекта в параллельном пучке, но с максимумами интенсивности, смещенными на половину периода.

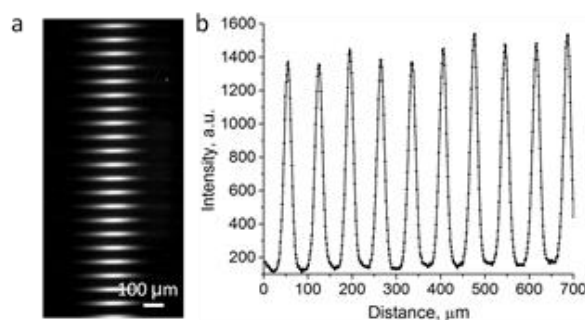


Рис. 2. (а) Интерференционная картина на энергии 32 кэВ. (б) Распределение интенсивности в центральном поперечном сечении интерференционных полос, контраст порядка 86%.

Записанная интерференционная картина и профиль интенсивности в сечении, проходящем через середину полос перпендикулярно оптической оси, показаны на рис. 2. Измеренное расстояние между максимумами полос равно $d' = 68$ мкм, что соответствует теоретической оценке. Видность интерференционных полос составляет $V = 86\%$. Измеренная ширина интерференционных полос на полувысоте равна 20 мкм, и можно предположить, что она равна проекции размера источника на детекторе s' . Тогда можно оценить размер источника как $s = s'z_0/z_1' = 15,6$ мкм, что находится в хорошем согласии с результатом, полученным с помощью визуализации источника составными преломляющими линзами.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (грант № 14.Y26.31.0002, грант № 02.G25.31.0086).

- [1] Snigirev A., Kohn V., Snigireva I. & Lengeler B., *Nature*, **384**, 49 (1996).
- [2] Zhao J. Y., Alp E. E., Toellner T. S., Sturhahn W., Sinn H. & Shu D., *Rev. Sci. Instrum.*, **73**, 1611 (2002).
- [3] Snigirev A., Snigireva I., Grigoriev M., Yunkin V., Michiel M. D., Vaughan G., Kohn V. & Kuznetsov S., *J. of Physics: Conf. Series*, **186**, 012072 (2009).
- [4] Snigirev A., Snigireva I., Kohn V., Yunkin V., Kuznetsov S., Grigoriev M. B., Roth T., Vaughan G. & Detlefs C., *Phys. Rev. Lett.* **103**, 064801 (2009).
- [5] Snigirev A., Snigireva I., Lyubomirskiy M., Kohn V., Yunkin V. & Kuznetsov S., *Opt. Express*, **22**, 25842 (2014).
- [6] Talbot H. F., *Philosophical Magazine Series*, **3**, 401 (1836).
- [7] Rayleigh L., *Philosophical Magazine Series*, **5**, 196 (1881).
- [8] Paturski K., *Progress in Optics*, edited by E. Wolf, **27**, 1 (1989).
- [9] Winthrop J. T. & Worthington C. R., *J. Opt. Soc. Am.* **55**, 373 (1965).
- [10] Cowley J. M. & Moodie A. F., *Proc. of the Phys. Society*, **76**, 378 (1960).
- [11] Kohn V. G., *J. Exp. Theor. Phys.* **97**, 204 (2003).
- [12] Kohn V. G., *J. Synchr. Rad.*, **19**, 84 (2012).
- [13] Weitkamp T., Chubar O., Drakopoulos M., Souvorov A., Snigireva I., Snigirev A., Günzler F., Schroer C. & Lengeler B. *Nucl. Instrum. and Methods Phys. Res. A*, **467–468**, 248 (2001).

Создание и модификация рентгеновских оптических элементов с помощью сфокусированного ионного пучка

И. Лятун¹, В. Юнкин², С. Кузнецов², А. Баранников¹, М. Поликарпов¹, П. Ершов¹,
И. Снигирева³, А. Снигирев¹

¹Балтийский Федеральный Университет им. И. Канта, Калининград, Россия

²Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия

³Европейский центр синхротронного излучения (ESRF), Гренобль, Франция

e-mail: ilyatun@innopark.kantiana.ru

Изготовление элементов оптики высокого разрешения для жесткого рентгеновского излучения является обычно многоступенчатым, технически сложным и продолжительным процессом.

FIB (Focused Ion Beam) является прямым методом формирования топологического рисунка на поверхности подложки без использования масок в отличие от классических методов литографии. Ионно-лучевая литография обладает сравнительно высокой скоростью травления широкого спектра материалов, а также избирательностью и высокой локальностью воздействия. Системы газовой химии существенно расширяют возможности метода FIB, позволяя оптимизировать и ускорить процесс ионного травления для быстрого прототипирования 3D структур для различных приложений, а также для изготовления оптических элементов [1, 2].

Фокусировка рентгеновского излучения является важной практической задачей, которая успешно решается благодаря широкому спектру элементов рентгеновской оптики, принцип работы которых основан на разных эффектах взаимодействия рентгеновских лучей с веществом: дифракция, отражение и преломление [3]. Особый интерес представляют элементы дифракционной оптики – френелевские зонные пластинки (ФЗП) и брэгг-френелевские линзы (БФЛ), позволяющие получить высокое пространственное разрешение в лабораторных условиях [4, 5].

Созданные ранее и разрабатываемые нами сейчас кремниевые ФЗП и БФЛ основаны на процессах литографии и плазменного травления. Глубокое травление кремния требует создания достаточно толстых защитных масок, что ограничивает ширину минимальных зон диапазоном 0,35 – 0,15 мкм. Это в свою очередь сильно ограничивает свойства оптических элементов, поскольку известно, что дифракционное разрешение зонной пластины определяется шириной последней зоны Френеля dr_n [6].

С целью увеличения светосилы и пространственного разрешения Si БФЛ ($dr_n = 0,4$ мкм) было предложено создать дополнительные зоны с помощью FIB. Для этого была использована двухлучевая (FIB-SEM) система Crossbeam 540 (Zeiss, Германия). Дизайн топологии

был подготовлен и осуществлен с использованием программного обеспечения NanoSuite и приставки ELPHY Multibeam (Raith, Германия). Изготовление 190 дополнительных зон длиной 50 мкм и шириной от 0,4 до 0,3 мкм (Рис. 1) было осуществлено при дозе 80 мкКл/см² за 800 циклов травления, что позволило получить глубину крайней зоны в 200 нм при 50 пА (30 кэВ).

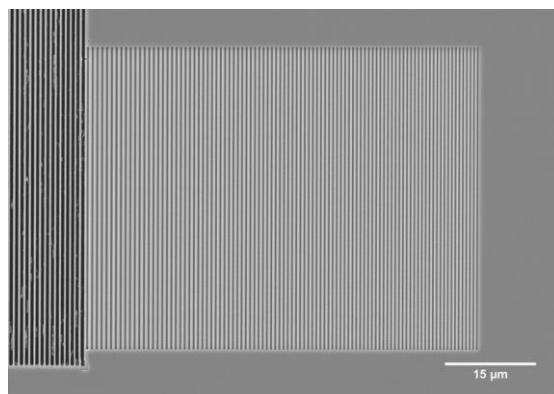


Рис. 1. СЭМ изображение фрагмента модифицированной БФЛ. Размер области с дополнительными зонами 65 мкм x 50 мкм.

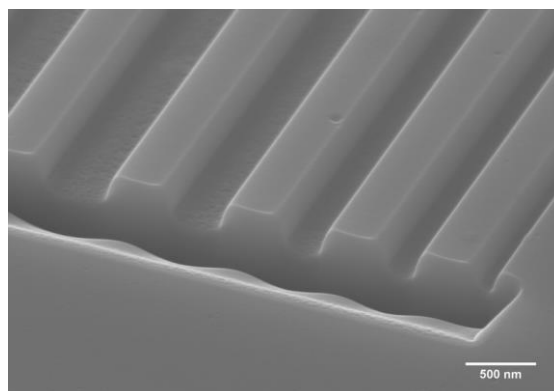


Рис. 2. СЭМ изображение тестовых канавок в Si глубиной 300 нм и шириной 500, 400, 250, 200, и 100 нм, полученных при ионном токе 50 пА. Коррекция положения изготавливаемой структуры относительно ионной колонны производилась с

использованием маркерного знака, предварительно вытравленного в кремнии рядом с БФЛ. Контроль глубины травления Si производился с помощью атомно-силового микроскопа SmartSPM (Aist-NT, Россия). На рисунке 2 представлено изображение набора тестовых канавок с ширинами от 500 до 100 нм, глубиной 300 нм и формой близкой к прямоугольной. Более узкие канавки имеют V-образную форму, что допустимо в структуре БФЛ [7-9].

Для исследования дифракционных свойств и чувствительности метода Фурье-оптики [10] на поверхности пластины Si (100) с использованием FIB были созданы и успешно опробованы наборы дифракционных тестовых структур (рис. 3).

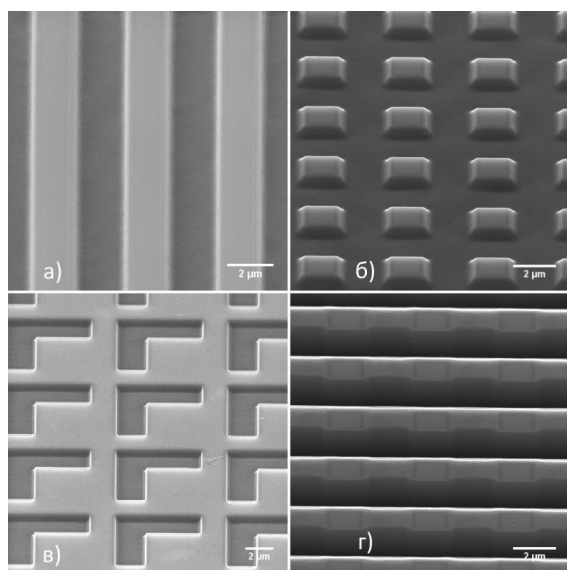


Рис. 3. СЭМ изображения Si тестовых периодических структур глубиной 400 нм в полях размером 200x200 мкм.

Для решения задачи увеличения разрешающей способности лабораторного научно-образовательного многофункционального комплекса «Synchrotron Like» (SL) были изготовлены оптические элементы с учетом конструктивных особенностей и технических характеристик лабораторного источника рентгеновского излучения Excellium MetalJet D2. На рисунке 4в представлена зонная пластинка Френеля, сформированная в 500 нм золотой пленке на 250 нм мембране Si_3N_4 , для характеристической линии Ga K- α с длиной волны $\lambda=1,34 \text{ \AA}$ (9,251 кэВ). Ионно-лучевая литография также позволила нам изготовить апертуры малых размеров в широком спектре материалов для оптических приложений (рис. 4а и 4б).

По аналогии с классическим подходом использования систем FIB для пробоподготовки образцов для просвечивающей электронной

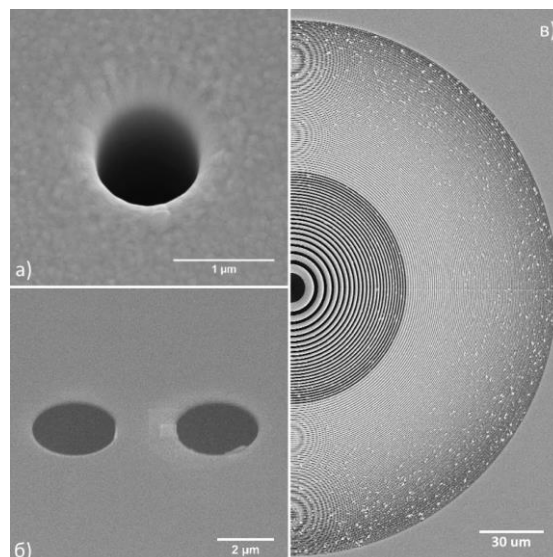


Рис. 4. СЭМ изображения: а) отверстия диаметром 1 мкм в 5 мкм золотой пленке, напыленной на 500 нм мембрану нитрида кремния; 4б) системы из двух отверстий (диаметр – 3 мкм, расстояние между центрами отверстий – 5 мкм), созданной в 50 нм Si_3N_4 мембране; 4в) ФЗП с апертурой 100 мкм, изготовленной в 500 нм золотой пленке с шириной последней зоны 100 нм.

микроскопии, было предложено применить метод FIB для уменьшения шероховатости поверхности оптических элементов [11]. Мы использовали двухлучевую систему Crossbeam 540 для уменьшения шероховатости поверхности линейной рентгеновской преломляющей линзы, изготовленной из монокристалла алмаза методом лазерной абляции [12]. Процесс сглаживания оптической поверхности линзы площадью $2,5 \times 10^5 \text{ мкм}^2$ был выполнен при ионном токе Ga^+ 100 нА и дозе 2 К/см^2 (рис. 5).

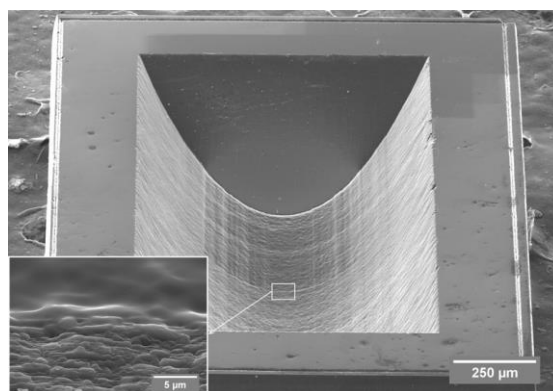


Рис. 5. Изображение линейной алмазной преломляющей рентгеновской линзы с модифицированной оптической поверхностью размером 500x500 мкм.

Модифицированная поверхность алмазной линзы обладает меньшей шероховатостью, что позволит

увеличить светосилу оптического элемента.

Также метод FIB был опробован для сглаживания поверхностей двухзеркального Si интерферометра [13], изготовленного с использованием Bosch процесса. С помощью сфокусированного ионного пучка можно существенно снизить шероховатость поверхности [11], которая создает дополнительное диффузное рассеяние рентгеновского излучения, что позволит увеличить контраст формируемой интерференционной картины.

При оптимизации технологий изготовления элементов планарной преломляющей рентгеновской оптики крайне важна информация о геометрических параметрах и качестве преломляющих профилей линз. Для инструментального доступа к ним требуется прецизионное препарирование планарных параболических линз (Рис. 6).

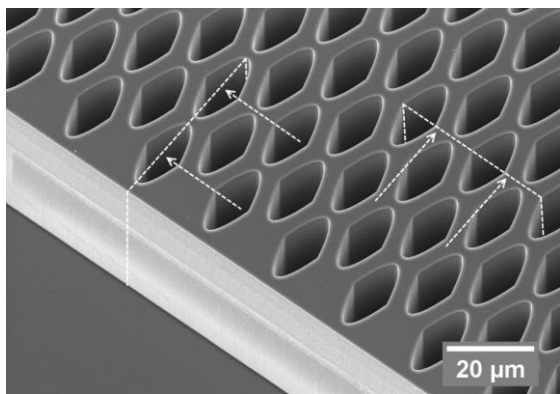


Рис. 6. СЭМ фото кремниевого рентгеновского многолинзового интерферометра.

Данную задачу предлагается решать с использованием двухлучевой системы Zeiss Crossbeam 540. С помощью ионного пучка будут выполнены прецизионные локальные резы Si структуры (пунктирные линии на рис. 6) для визуализации профилей получаемых структур и для проведения дальнейших исследований геометрии и шероховатости внутренней поверхности структуры с использованием атомно-силового микроскопа.

В работе предложен подход для увеличения разрешения элементов дифракционной оптики в области жесткого и мягкого рентгеновского излучения методом ионно-лучевой литографии. Представлены результаты изготовления дифракционных тестовых структур в монокристаллическом кремнии для задач Фурье оптики. Продемонстрировано успешное применение системы FIB для изготовления отверстий малых диаметров, которые могут выполнять функции апертур, дифракционных объектов и фильтров. Отмечено, что ионное травление позволяет не только улучшать качество оптических поверхностей, но и может быть использовано для задач метрологии элементов рентгеновской оптики.

И. Лятун выражает благодарность Dr. Kahraman Keskinbora (Max Planck Institute for Intelligent Systems (Stuttgart, Germany) и Владимиру Михайловскому (МПИ «Нанотехнологии», научный парк СПбГУ) за помощь и полезные обсуждения.

Работа была выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (грант № 14.Y26.31.0002, грант № 02.G25.31.0086) и РФФИ (грант №16-52-00212).

- [1] Giannuzzi L., Stevie F., "Introduction to focused ion beams: instrumentation, theory, techniques and practice" N.Y.: Springer (2004).
- [2] Mayer M., Keskinbora K., Snigirev A., Snigireva I. et al., J. Synchrotron Rad., **20**, 433 (2013).
- [3] Frank Träger, "Handbook of Lasers and Optics", Springer (2012).
- [4] Ebensperger T., Stahlhut P., IOP Publishing Ltd and Sissa Medialab srl (2012).
- [5] Fella C., Balles A., et al., AIP Conference Proceedings, **1696**, 020025 (2016).
- [6] Attwood D., Soft X-Rays and Extreme Ultraviolet Radiation Principles and Applications, Cambridge: Cambridge University Press (1999).
- [7] Hartman Y.M., Yunkin V.A., Snigirev A.A., Journal of X-Ray Science and Technology, **6**, 249 (1996).
- [8] Jamaludin F., Sabri M. et al., Microsyst. Technol., **19**, 1873 (2013).
- [9] Keskinbora K., Grévent C. et al., ACS Nano, **11**, 9788-97 (2013).
- [10] Ershov P., Kuznetsov S., Snigireva I., Yunkin V., Goikhman A. and Snigirev A., J. Appl. Cryst., **46**, 1475 (2013).
- [11] In-Hyoun S., Yves-Alain P. et al., J. of Micromech. and Microeng., **17**, 1593 (2007).
- [12] Terentyev S., Blank V., Snigirev A., Polikarpov M. et al., Appl. Phys. Lett., **107**, 111108 (2015).
- [13] Lyubomirskiy M., Snigireva I., Kuznetsov S., Yunkin V., and Snigirev A., OPTICS LETTERS, **40**, 2205 (2015).

Анализ деформаций высокоточных зеркал в оправах

И.В. Малышев, М.Н. Торопов, Н.И. Чхало

Институт физики микроструктур РАН, ул. Академическая, д. 7, Нижний Новгород, 607680.

e-mail: ilya-malyshev@ipm.sci-nnov.ru

В современных системах высокоточной оптики актуальной является задача закрепления оптических элементов. Расчёт показывает, что искажение формы под действием силы тяжести и приложенных нагрузок, связанных с поджатием крепления, как правило, лежит в диапазоне единиц - десятков нанометров. Требуется обеспечить точность оптических поверхностей на уровне единиц и долей нанометров, поэтому важно учитывать деформации, вызванные нагрузками. Задача крепления оптики особенно остро стоит при создании телескопов космического базирования, потому что на Земле есть дополнительное искажение измеряемой поверхности зеркала, связанное с весом, которого в космосе нет. На примере крепления первичного зеркала телескопа «АРКА» [1] мы изучили этот вопрос. Зеркало имеет следующие параметры: $R_{\text{кривизны}}=3981\text{мм}$, $D=250\text{мм}$, вес=1.86кг.

Измерения ошибок поверхности зеркала планируется проводить на интерферометре с дифракционной волной сравнения [2]. Зеркало вогнутое и имеет радиус кривизны $\sim 4\text{м}$, поэтому будет использоваться интерферометр с оптической осью, ориентированной горизонтально, в котором измеряемая поверхность располагается вертикально. Рассмотрим крепление зеркала на три «уха», которые приклеиваются к боковой поверхности зеркала с помощью эпоксидной смолы (рис. 1). Зеркало вместе с «ушами» с помощью болтов прижимаются к плите через фторопластовую прокладку толщиной 1мм. Фторопласт нужен, чтобы обеспечить наибольшее число точек контакта и распределить нагрузку равномерно. Вычисления показывают, что силы прижима 200Н на каждое ухо достаточно для того, чтобы крепление не разболталось при запуске в космос. Для контроля прижимной силы винтов планируется установить под винты пружины сжатия

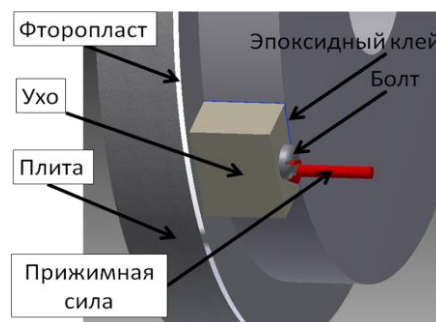


Рисунок 1. Крепление зеркала на три «уха» вплотную к фторопласту.

На Земле деформации поверхности будут определяться как прижимом, так и весом зеркала. В космосе – только прижимом

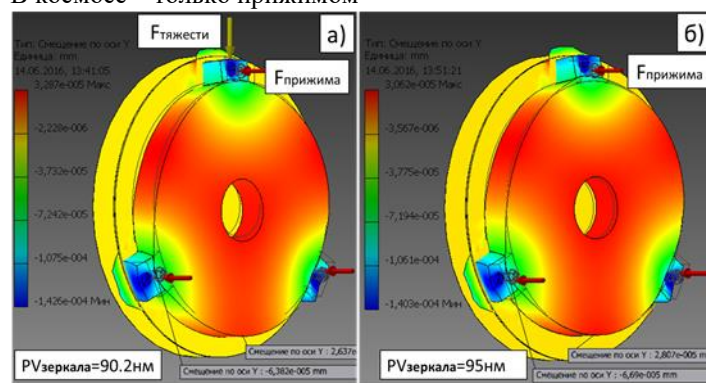


Рисунок 2. Деформации поверхности в направлении вдоль оптической оси зеркала. Сила прижима 200Н ($\approx 20\text{кг}$) на каждое ухо. а) – на Земле, б) – в космосе

На рис. 2а и 2б приведены деформации зеркала: на Земле и в космосе. Разность между ними – это деформация веса, её параметры: максимальный перепад высот $PV=16\text{нм}$, среднеквадратичное отклонение $RMS=4\text{нм}$. Для обеспечения разрешения, ограниченного дифракцией, поверхность зеркала АРКА должно отличаться от расчёта, согласно критерию Марешаля, не более чем на $\lambda/13=17.1/14\approx 1.2\text{нм}$ по параметру RMS , поэтому деформацию веса с $RMS=4\text{нм}$ необходимо учесть. Финальная поверхность зеркала на Земле должна отличаться от расчётной на деформацию веса, чтобы в космосе поверхность выправилась и совпала с расчётной

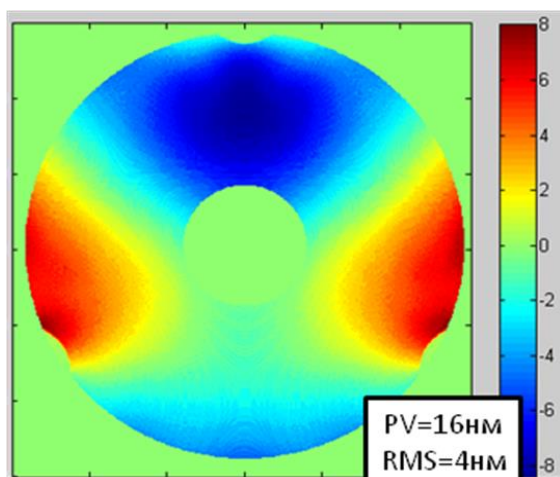


Рисунок 3. Деформация веса при креплении зеркала на уши.

В эксперименте для нахождения деформации веса планируется поворачивать зеркало на 90° и 180° , тогда деформация прижима крепления повернётся, а деформация веса – нет, и её можно будет найти, решив систему уравнений по аналогии, как это делается в [3].

В качестве альтернативы креплению АРКИ на «уши» было рассмотрено крепление за центр на трубку. Сама трубка ввинчивается в крестовину, которая притягивается к трём штангам телескопа (рис. 4а). Зеркало прижимается гайкой к бортику на трубке через тарельчатую шайбу. Сила прижатия гайки в 300Н приводит к осесимметричной деформации с $PV=30\text{nm}$, что довольно много, поэтому поверхность зеркала следует корректировать без откручивания трубки.

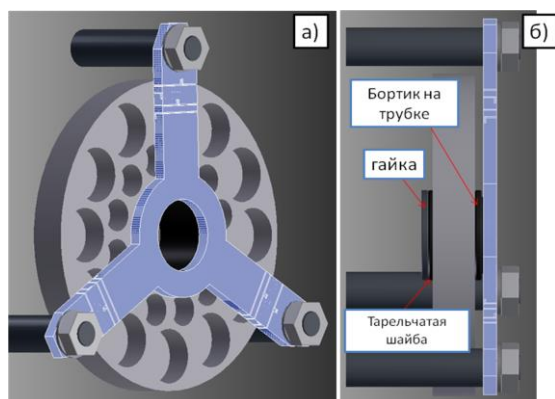


Рисунок 4. Крепление зеркала за центр на крестовину с пазами. а) – вид сзади, б) – вид сбоку.

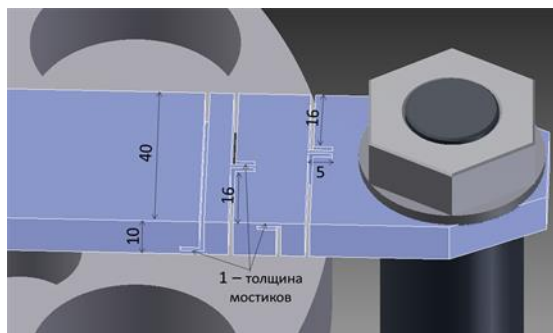


Рисунок 5. Крепление зеркала за центр на крестовину с пазами.

При зажатии крестовины на штангах она может деформироваться. Чтобы эти деформации не передались на зеркало, в крестовине предусмотрены пазы (рис. 5).

Расчёт показывает, что под действием веса зеркало наклоняется на $6''$ и смещается вместе с концом трубки вниз на 2.5мкм (толщина трубки 1мм). Наклон приводит к смещению пятен фокусировки телескопа на камере вниз на 1.2мм и не приводит к их увеличению. Смещение вниз на 2.5мкм не влияет на пятна фокусировки. Также под действием веса зеркало астигматично деформируется (рис. 6). Эта деформация так же, как и в креплении на «уши», может быть найдена путём поворота зеркала вместе с трубкой на определённый угол и решения системы уравнений.

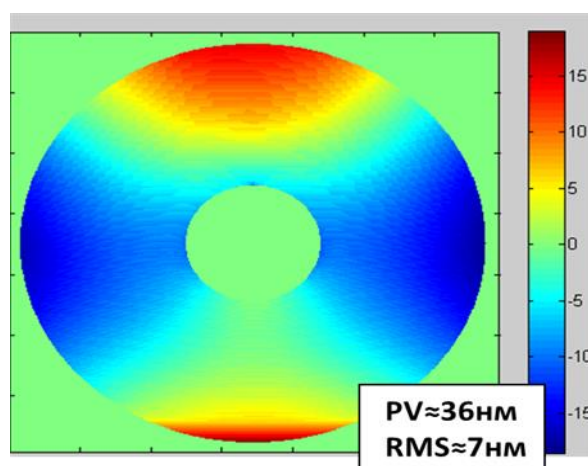


Рисунок 6. Деформация веса при креплении зеркала за центр

На рис. 7 показано, как напряжение от зажатия верхней лапки слабо передаётся через пазы в крестовине. На лапку давят силы 200Н вдоль оптической оси зеркала и 50Н поперёк, под действием которых верхний конец лапки смещается на $0,1\text{мм}$ в обоих направлениях. Такие силы и такие смещения, как раз, могут возникнуть на практике. Расчёт показывает, что в этом случае, так как напряжение не проходит, зеркало дополнительно не деформируется.

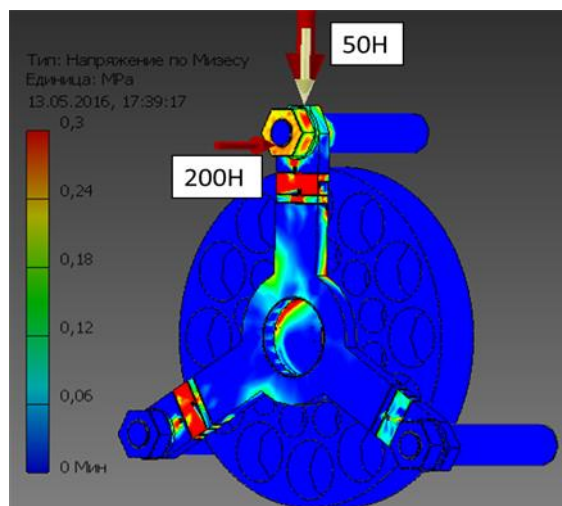


Рисунок 7. Напряжение, вызванное зажатием верхней лапки крестовины на штанге.

Третий вид крепления зеркала АРКА, который мы рассмотрим – крепление на пластины (рис. 8). В зеркале делаются отверстия под штыри (1). Штыри прикручиваются к пластинам (2), а пластины к держателям (3). Держатели – к опорной плите (4). Толщина пластин 2мм, ширина 24мм, пластины из бронзы.

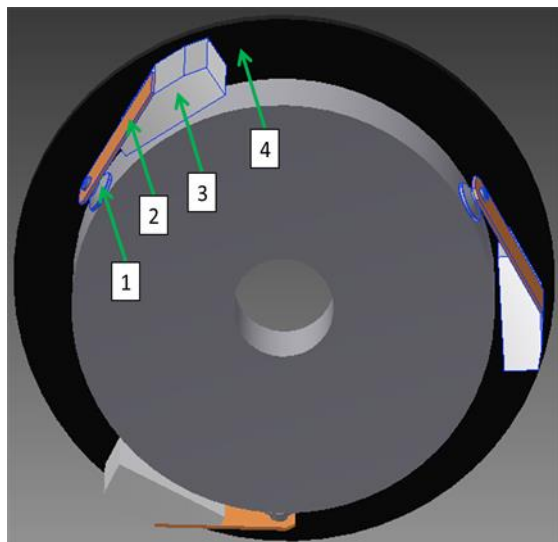


Рисунок 8. Крепление зеркала на пластины

Зеркало в таком креплении очень чувствительно к угловой ошибке, с которой просверлены отверстия под штыри. Зададим ошибку просверливания нижнего отверстия 0.2° , что соответствует уходу сверла в 25мкм на глубине 10мм. Это приведёт к тому, что держатели встанут под углом к опорной плите, и, когда держатели будут прикручиваться к плите, зеркало сместится вниз на 0.2 мкм, наклонится и деформируется на 175нм (рис. 9).

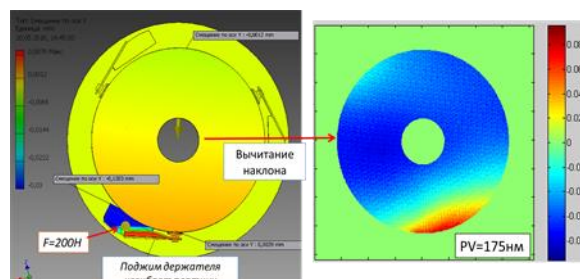


Рисунок 9. а) – наклон зеркала, б) – деформация зеркала из-за угловой ошибки паза под нижний штырь 0.2° .

Уменьшение ширины пластин с 24 до 2 мм приводит к уменьшению деформации в 12 раз – до 15нм по PV, но ведёт к потере механической жёсткости конструкции. Деформация веса сравнима со значениями, полученными для креплений на уши и за центр, её параметры: PV=18нм, RMS=3нм.

Заключение:

- Рассмотренные крепления на «ушах» и за центр приводят к деформации веса с RMS в 3 – 5 раз больше, чем допуск Марешаля на достижение дифракционного предела. Деформация веса может быть найдена путём поворотов зеркала вместе с креплением и решением системы уравнений.

- В креплении за центр было предложено использовать крестовину с пазами. Было показано, что напряжения и деформации от возможного перекоса крестовины при зажатии на штангах не передаются на рабочую поверхность зеркала.

- В креплении на пластинах выявлена сильная зависимость от угловой ошибки просверливания пазов под отверстия. Возможное решение проблемы – это механическая притирка держателей к опорной плите, чтобы при зажатии держатели не изгибали пластины.

[1] С.В. Кузин, С.А. Богачев, А.А. Перцов и др., Известия РАН. Серия Физическая, том 75, № 1, с. 87–90 (2011).

[2] М.М. Барышева, А.Е. Пестов, Н.Н. Салащенко и др., Успехи физических наук, том 182, № 7, с. 727-747 (2012).

[3] N.I. Chkhalo, I.V. Malyshev, A.E. Pestov et al., Applied Optics 55(3), pp. 619-625 (2016).

Радиационное разложение неорганических материалов под действием синхротронного излучения

А. Е. Мингалева¹, О. В. Петрова¹, С. В. Некипелов^{1,2}, Н. Н. Шомысов¹, В. Н. Сивков¹

¹Отдел математики Коми НЦ УрО РАН, Сыктывкар, Россия

²СГУ им. Питирима Сорокина, Сыктывкар, Россия

e-mail: amingaleva@gmail.com

В настоящее время благодаря появлению мощных синхротронных источников (СИ) рентгеновского излучения и спектральной аппаратуры высокого разрешения широкое применение для исследования неорганических и органических материалов получили методы ультрамягкой рентгеновской (УМР) спектроскопии [1]. При этом особый интерес представляют исследования доминирующей в области NEXAFS внутренних оболочек атомов резонансной структуры в виде интенсивных полос поглощения с высокой силой осциллятора, которая содержит уникальную информацию об атомном и химическом составе вещества, длине и углах атомных связей, а также энергии, составу и симметрии свободных состояний. Источником такой информации являются спектральные зависимости сечения поглощения (СП) в области NEXAFS и определяемые из них распределения сил осцилляторов рентгеновских переходов, которые являются фундаментальными параметрами, характеризующими процесс взаимодействия рентгеновского кванта с веществом. Исследования поликристаллического NaNO_3 проводились с использованием Русско-Немецкого канала выхода и монохроматизации СИ синхротронного источника BESSY-II. Этот канал дипольного излучения дает возможность исследовать соединения спектральными методами с очень высоким энергетическим разрешением в широком интервале энергий квантов от 70 до 1500 эВ. Кроме того, на этом канале обеспечивается подавление излучения высоких порядков в области N 1s - края поглощения. Высокая интенсивность СИ может приводить и к радиационному разложению исследуемого образца и, соответственно, к искажению тонкой структуры спектра поглощения. В настоящей работе преследуется цель количественной характеристики радиационного разложения поликристаллического NaNO_3 от дозы и энергии падающего на образец СИ. Эти исследования представляют самостоятельный интерес, также важны для корректных измерений СП и определения сил осцилляторов рентгеновских переходов. Изучение NEXAFS N1s-спектров поглощения NaNO_3 проводилось методом ТЕУ. Сигнал ТЕУ пропорционален произведению интенсивности падающего монохроматического излучения и СП. Поэтому СП в относительных единицах может быть получено путем

деления ТЕУ на интенсивность в относительных единицах. Интенсивность СИ определялась из ТЕУ образца Au с известной величиной абсолютного СП. Привязка полученной зависимости СП в относительных единицах к абсолютной шкале проводилась путем нормировки по сумме атомных СП [2]. Исследуемые проводящие образцы в виде порошка впрессовывались на поверхность медного держателя, заземленного через чувствительный пикоамперметр. Держатель образца закреплялся на манипуляторе, который имел возможность осуществлять вертикальные и вращательные перемещения образца и проводить юстировку его положения по "нулевому" пучку СИ. Линейные размеры образца составляли 1-5 мм, что значительно превышало размеры пучка СИ (100×80 мкм). Толщина образца выбиралась достаточно большой для гарантированного отсутствия сигнала ТЕУ от подложки. На рисунке 1 приведены спектральные зависимости СП NaNO_3 при разном времени (дозы) облучения, которые обсуждаются в докладе.

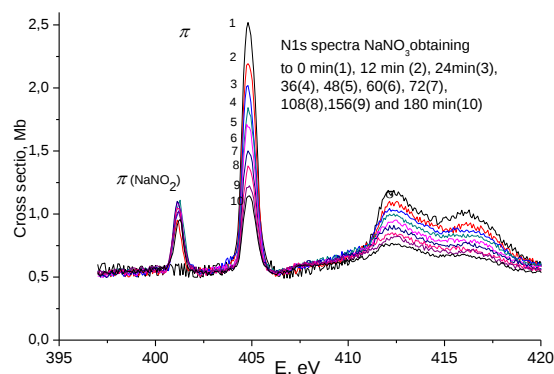


Рис. 1. Спектральные зависимости СП NaNO_3 .

Работа выполнена в рамках двухсторонней программы RGBL на BESSY-II и при финансовой поддержке грантов РФФИ № 16-32-00441 мол а, 16-42-110610 р-а, 16-43-110350 р-а и Программы фундаментальных исследований УрО РАН

[1] J. Stohr, NEXAFS Spectroscopy (Springer, Berlin, 1992).

[2] Henke B.L., Gullikson E.M., Davis J.C. Atom. Data and Nucl. Data Tables., 54, 181 (1993)

Модуляция рентгеновского излучения

В.Р. Кочарян^{1,2}, Т.Р. Мурадян¹

¹Институт прикладных проблем физики НАН РА, Ереван, Армения

²Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия

e-mail: tigran.muradyan.86@mail.ru

Создание новых более чувствительных и универсальных методов для проведения исследований в различных областях науки и техники, как например, определение реальных структур совершенных кристаллов, томография биологических объектов, элементов микро и нано электроники и т.д., является актуальной задачей. Для решения этой задачи одним из необходимых факторов является получение альтернативных монохроматических, без гармоник, пучков гамма квантов с управляемыми в пространстве и во времени параметрами, как например угловое расхождение и интенсивность. Одним из таких методов является дифрактометрия излучения порядка ангстремных длин волн формируемых при наличии внешних возбуждений. Наличие внешних воздействий (температурный градиент, акустические колебания) приводит к увеличению интенсивности отраженного рентгеновского излучения в процессе рассеяния рентгеновских лучей от монокристаллов, находящихся в условии Брэгга по геометрии Лауэ, и при определенных параметрах внешних воздействий для отражающих атомных плоскостей ($10\bar{1}1$) кварца происходит полная переброска рентгеновского излучения из направления прохождения в направление дифракции [1]. Поскольку зависимость интенсивности отраженного рентгеновского излучения от параметров внешнего воздействия дала возможность получить управляемые рентгеновские пучки во времени и в пространстве, в дальнейшем были проведены многочисленные работы для исследования разных характеристик (угловая расходимость, пространственное распределение, энергетическая дисперсия) отраженного рентгеновского излучения [2-4]. В работах [5,6] экспериментально и теоретически показано, что в геометрии Лауэ с помощью акустического поля и температурного градиента можно контролировать местоположение фокуса отраженного рентгеновского излучения, а также преобразовывать сферическую волну в плоскую. А синусоидальная модуляция кристаллической решетки с коротковолновой поверхностной акустической волной при дифракции рентгеновского излучения в геометрии Брэгга

приводит к появлению на кривой качания дифракционных сателлитов, угловое положение и интенсивность которых зависят от амплитуды и длины волны ультразвуковой сверхрешетки, от энергии падающего рентгеновского излучения и порядка рефлекса [7]. В работах [8,9] экспериментально исследована дифракция рентгеновского излучения на разных отражающих атомных плоскостях монокристалла кварца с АТ-срезом в геометрии Лауэ, когда в кристалле возбуждены объемные акустические волны. Показано, что объемные акустические волны приводят к пространственной модуляции дифрагированных пучков, у них во фронтальном сечении, возникают полосы интенсивности, в зависимости от порядка гармоники возбуждения акустического поля количество полос изменяется следующим образом: $m = n + 1$, где n – порядок гармоники и принимает нечетные число, т.е. число полос интенсивностей в фронтальном сечении четное. Во всех случаях две крайние полосы получаются более узкими и менее интенсивными, чем остальные. Интенсивность возникающих полос зависит от амплитуды переменного напряжения, приложенного к кристаллу. В работах [10,11] показано, что в монокристалле кварца АТ-среза при отражении от атомных плоскостей ($10\bar{1}1$) в геометрии Лауэ наличие объемных акустических волн приводит к одновременному увеличению интенсивностей отраженных и проходящих дифрагированных пучков до 100%-ого участия процесса дифракции проходящего недифрагированного пучка, причем обе отраженный и проходящий пучки становятся идентичными при определенным значениям амплитуды возбуждения акустических колебаний.

В данной работе экспериментально рассмотрен возможность получения полос нечетным числом в поперечном сечении отраженном рентгеновском пучке от отражающих атомных плоскостей ($10\bar{1}1$) монокристалла кварца с АТ-срезом в геометрии Лауэ при наличии объемных акустических волн.

Экспериментальное исследование проводилось на рентгеновской установке ДРОН-3 с анодной трубкой молибдена БСВ-25 (размер

фокусного пятна источника $0.2 \times 10 \text{ мм}^2$). Напряжение на трубке задавалось 30 кВ при анодном токе от 10 мА. На расстоянии 10 см от источника была поставлена щель с шириной 0.5 мм. Проходя через щель пучок рентгеновского излучения падает на кристалл. Коллимация пучка выбрано так, чтобы отражался только $\text{MoK}\alpha 1$ излучения (угол Брэгга $6^\circ 6'$). После первого образца на расстоянии 18 см смонтирован второй кристалл, после которого в направлении отражения на расстоянии 20 см поставлен детектор. Использовалась (n;-n) экспериментальная схема (Рис. 1). Образцы (кристаллы) представляют собой шайбообразные пластинки толщиной 1.7 мм из монокристалла кварца с АТ-срезом, поверхности которых покрыты контактами алюминиевого слоя меньше 10 нм. Возбуждения объемных акустических волн в кристаллах осуществлялись с помощью генераторов электромагнитных волн, которые были подключены к контактам кристаллов.

Для получения пространственной модуляции интенсивности отраженного пучка при наличии акустических волн рассмотрена отражения от атомных плоскостей ($10\bar{1}1$) монокристалла кварца. При возбуждении кристаллов разными порядками резонансной частоты, наблюдается увеличение интенсивности отраженного пучка в зависимости от величины амплитуды переменного электрического напряжения, а на поперечном сечении появляются вертикальные полосы, количество которых зависит от порядка резонансной частоты, что и наблюдалось в работах [8-11].

В начале без второго образца отраженная интенсивность первого исследуемого образца составило 40000 имп/с. После второго кристалла интенсивность проходящего пучка составило 7800 имп/с. Интенсивность отраженного пучка от второго кристалла без возбуждения образцов составляло 1800 имп/с.

После возбуждения первого образца разными порядками резонансной частоты, наблюдался увеличение интенсивности отраженного пучка в зависимости от величины амплитуды переменного электрического напряжения. Максимальная интенсивность отраженного излучения от первого кристалла кварца при частоте возбуждения 2.936 МГц и 4.888 МГц составило 220 000 имп/с. Интенсивность проходящего пучка от второго кристалла составило 43 000 имп/с. а интенсивность отраженного пучка составило 4200 имп/с. После возбуждении второго образца порядками резонансной частоты 2.936 МГц и 4.888 МГц, отраженная интенсивность от второго образца составило 21 000 имп/с.

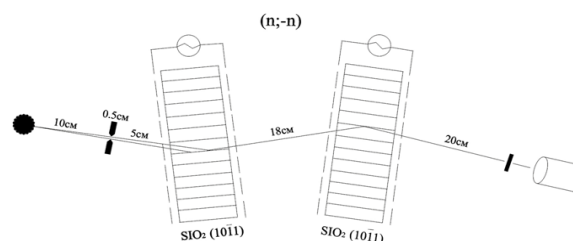


Рис.1. Схема эксперимента.

На рисунке 2 а при частоте возбуждения 2.936 МГц и б при частоте 4.888 МГц приведены поперечные сечения отраженного пучка, полученные на расстоянии 10 см от первого образца для амплитуды акустических колебаний соответствующей максимального значения интенсивности отраженного пучка (напряжение электромагнитного поля 40В).

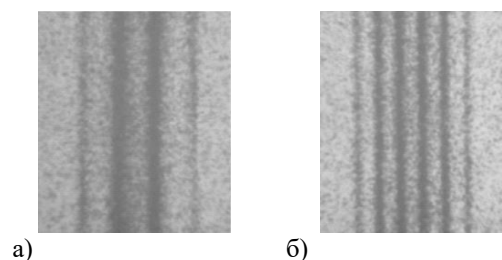


Рис.2. Поперечные сечения отраженного пучка от отражающих атомных плоскостей ($10\bar{1}1$) первого кристалла при наличии акустических колебаний:

а) при частоте возбуждения 2.936 МГц,
б) при частоте возбуждения 4.888 МГц.

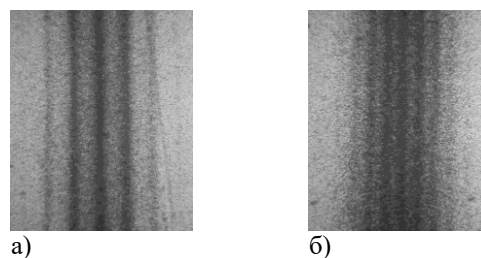


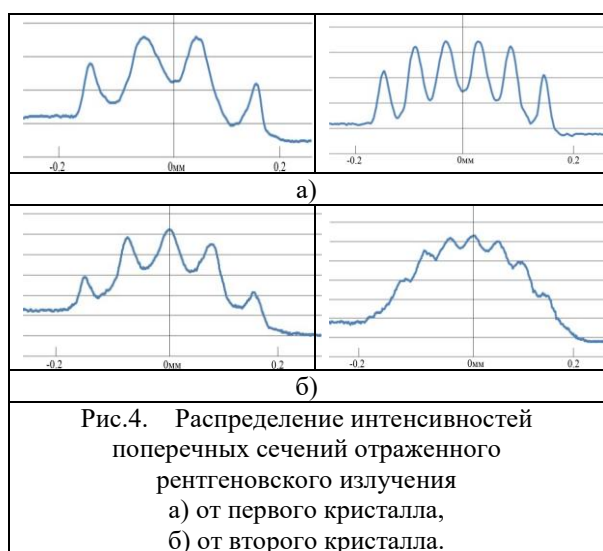
Рис.3. Поперечные сечения отраженного пучка от отражающих атомных плоскостей ($10\bar{1}1$) второго кристалла при наличии акустических колебаний оба кристалла:

а) при частоте возбуждения 2.937 МГц,
б) при частоте возбуждения 4.889 МГц.

На рисунке 3 а при частоте возбуждения 2.937 МГц (при частоте возбуждения акустических колебаний 2.936 МГц в первом кристалле с электромагнитным полем 40В) и б при частоте 4.889 МГц (при частоте возбуждения акустических колебаний 4.888 МГц в первом кристалле с электромагнитным полем 40В) приведены поперечные сечения отраженного пучка от второго кристалла для амплитуды акустических колебаний соответствующей

максимального значения интенсивности отраженного пучка (напряжение электромагнитного поля 40В), фотоснимки получены на расстояние 10см от второго образца.

На рисунке 4 приведены распределение интенсивности поперечных сечений отраженного рентгеновского излучения, соответствующие фотоснимков приведенных в рисунках 2 и 3, полученные с помощью фотометра.



Как видно из рисунков 2 и 4а число полос в поперечном сечении отраженном рентгеновском пучке от первого кристалла получается четным, что соответствует условию $m = n + 1$, где n – порядок гармоники и принимает нечетные число. Из рисунков 3 и 4б видно, что число полос в поперечном сечении отраженном рентгеновском пучке от второго кристалла получается нечетным, что соответствует условию $m = n + 2$, где n – порядок гармоники и принимает нечетные число, т.е. число полос интенсивностей в фронтальном сечении нечетное. Отметим также, что наибольшая интенсивность получается на средних пиках.

Таким образом, показано, что при возбуждении первого кристалла разными порядками резонансной частоты число полос в поперечном сечении отраженном рентгеновском пучке получается четным, а при двух кристалльной схеме, число полос получается нечетным. Используя этот метод можно управлять количеством возникающих полос на

поперечном сечении, то есть можно любое четное число возникающих полос преобразовать нечетное

- [1] А.Р. Мкртчян, М.А. Навасардян, В.К. Мирзоян. Письма в ЖТФ, №8, с.677 (1982)
- [2] А.Р. Мкртчян, Р.Г. Габриелян, А.А. Асланян и др. Известия НАН Армянской ССР, Физика, т.21, вып.6, с.297 (1986)
- [3] A.R. Mkrтчyan, A.H. Mkrтчyan, V.R. Kocharyan, A.E. Movsisyan, S.B. Dabagov, A.P. Potylicyn. Journal of Contemporary Physics (Armenian Academy of Sciences) Vol.48, №3, P.141 (2013)
- [4] V.R. Kocharyan, R.Sh. Aleksanyan, K.G. Truni. Journal of Contemporary Physics (Armenian Academy of Sciences) Vol.45, №4, P.190, (2010)
- [5] А.Р. Мкртчян, М.А. Навасардян, Р.Г. Габриелян. Письма в ЖТФ, №11, с.1354 (1985)
- [6] A.R. Mkrтчyan, M.A. Navasardian, R.G. Gabrielyan, L.A. Kocharian, R.N. Kuzmin. Solid State Communications. Vol. 59, P. 147 (1986)
- [7] Д.В. Иржак, Д.В. Рощупкин, Р. Тукулу, О. Матон. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. N1, с.10, 2002.
- [8] В.К. Мирзоян, А.А. Егиазарян, В.Н. Агабекян, П.В. Мирзоян. Известия НАН Армении, Физика, т.43, №2, с.104, 2008.
- [9] В.К. Мирзоян, А.А. Егиазарян, Э.Г. Багдасарян, П.В. Мирзоян. Известия НАН Армении, Физика, т.42, №6, с.355, 2007.
- [10] В.Р. Кочарян, Т.Р. Мурадян, Р.В. Амирагян, А.С. Гоголев, С.Г. Хлопузян. Эффект полной переброски от кристалла кварца с АТ-срезом. Конференция «Рентгеновская оптика - 2014» г. Черноголовка 2014, стр. 168-170.
- [11] T. R. Muradyan, R. V. Amiraghyan, S. H. Khlopuzyan, A. R. Wagner, V. R. Kocharyan. Modulation of the intensity of reflected x-rays and control of its parameters in the presence of volume acoustic waves. Journal of Contemporary Physics (Armenian Academy of Sciences), April 2015, Volume 50, Issue 2, pp 204-208, DOI10.3103/S1068337215020164.

Криогенное травление кремния для изготовления элементов рентгеновской оптики

А. МЯКОНЫХ^{1,2}, А. Рогожин^{1,2}, К. Руденко^{1,2}, В. Лукичев^{1,2}, В. Юнкин³,
С. Кузнецов³, И. Снигирева⁴, А. Снигирев⁵

¹Физико-технологический институт РАН, Москва, Россия

²Московский физико-технический институт (ГУ), Москва, Россия

³Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия

⁴Европейский Центр Синхротронного Излучения, Гренобль, Франция

⁵Балтийский Федеральный Университет им. И. Канта, Калининград, Россия

e-mail: miakonikh@ftian.ru

Благодаря Bosch процессу [1], изобретенному для глубокого анизотропного плазменного травления монокристаллического кремния, были изготовлены различные элементы оптики для жесткого рентгеновского излучения: преломляющие линзы [2], френелевские зонные пластинки [3], линзовые и зеркальные интерферометры [4, 5]. Несмотря на то, что эти оптические элементы активно используются в экспериментах на источниках синхротронного излучения, их реальные характеристики пока еще не достигли расчетных.

Было показано [6], что одной из причин этого являются погрешности изготовления элементов, связанные с эффектами плазменного травления. С помощью внесения специальных коррекций в дизайн элементов и дополнительных технологических приемов негативное влияние части эффектов удалось существенно снизить. Однако шероховатость на формируемых преломляющих и отражающих поверхностях, связанная с природой Bosch процесса, сохраняется. Это заставляет вести поиск альтернативных методов микроструктурирования монокристаллического кремния.

В последнее время активно развивается криогенное плазмохимическое травление кремния, с помощью которого удалось изготовить структуры с гладкими стенками [7].

В настоящей работе исследуется возможность применения криогенного травления для формирования кремниевых рентгеновских оптических элементов.

Для этого был использован криопроцесс на основе плазмы смеси газов SF_6 и O_2 . В качестве жесткой маски использовался окисел кремния толщиной 300 нм. Травление выполнялось на кластерной установке плазмохимического травления Plasmalab System 100 (Oxford Instruments Plasma Technology, Великобритания), где столик с пластиной охлаждается жидким азотом. Процесс травления выполнялся в плотной ICP плазме низкого давления. Для получения вертикальных стенок травления и минимального подтрав под маску была выбрана температура образца -110°C .

Предложенный процесс травления состоит из трех этапов. Первый этап (длительностью 1-5 с), предназначенный для зажигания плазмы и удаления пленки естественного окисла на кремнии, осуществляется при повышенной мощности, вложенной в разряд, и значительном (до 100 В) напряжении смещения. Далее следует этап, необходимый для уменьшения подтрав под маску и ухода критических размеров. Он выполняется при повышенной концентрации кислорода (30%) в плазмообразующей смеси. На этом этапе (20-100 с) происходит травление верхней части структуры в условиях сильной пассивации ее стенок. Поскольку именно эта часть подвергается в процессе травления более интенсивной бомбардировке радикалами и ионами из плазмы, создание слоя с избыточной пассивацией на поверхности стенок позволяет предохранить их от образования шероховатости. Основной этап травления (20-80 мин) характеризуется пониженной мощностью, вкладываемой в разряд, и малым содержанием кислорода в плазмообразующей смеси (10%).

Исследование зависимости скорости травления от размера элемента было проведено на наборе круглых отверстий разных диаметров на тестовом образце (рис.1).

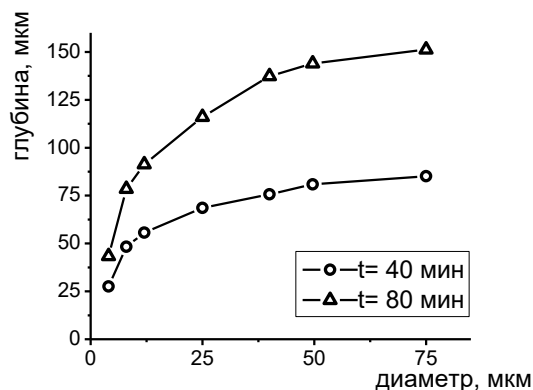


Рис. 1. Зависимость глубины круглых отверстий от их диаметра для разных длительностей процесса травления (40 и 80 минут).

В случае криопроцесса, аспектно-зависимое

травление определяется условиями транспорта пассивирующих и травящих частиц на дно травимой структуры. В исследованном процессе при аспектном отношении величиной менее 4 различие скоростей травления не превышает 20%.

Разработанный процесс был применен для травления тестовых структур с элементами рентгеновской оптики. Геометрические параметры изготовленных элементов (латеральные размеры, глубина, подтрав под маску, угол наклона стенок) контролировались с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) на сколах структур (Рис. 2-4).

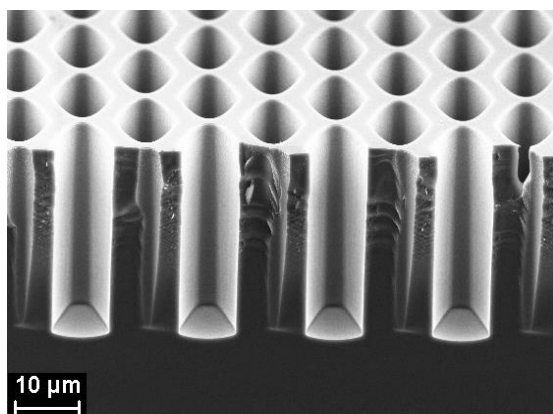


Рис. 2. СЭМ фото фрагмента скола структуры с многолинзовым интерферометром.

На рисунке 3 показана структура с периодической решеткой, полученной в тех же условиях травления.

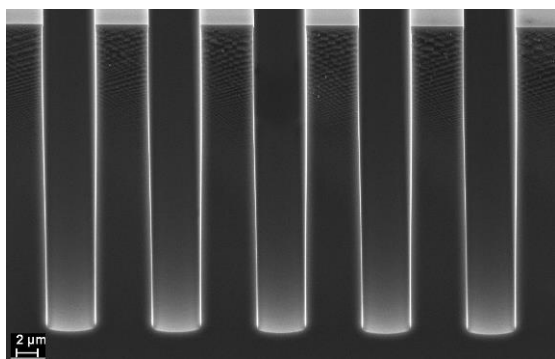


Рис. 3. СЭМ фото фрагмента поперечного скола периодической решетки.

СЭМ также использовался для оценки шероховатости боковых стенок элементов. В верхней части параболических линз (Рис. 2) наблюдается шероховатость порядка 30-50 нм, которая заметно уменьшается с глубиной. На глубине 1.4 мкм шероховатость не превышает 10 нм (Рис. 4), на дне линз (глубина около 30 мкм) шероховатость меньше разрешения микроскопа, ~2 нм (Рис. 5), форма дна закругленная.

Исследование влияния материала жестких

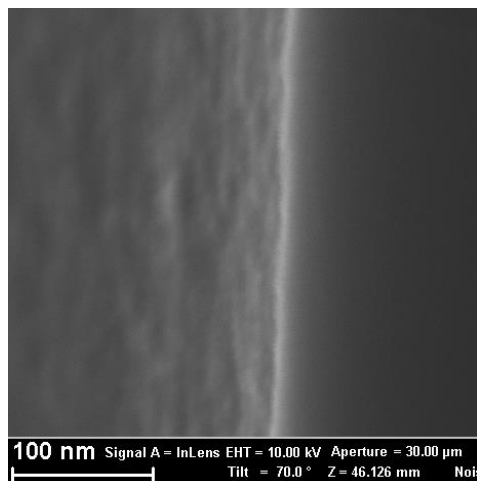


Рис. 4. СЭМ изображение боковой стенки параболической линзы на глубине 1.4 мкм.

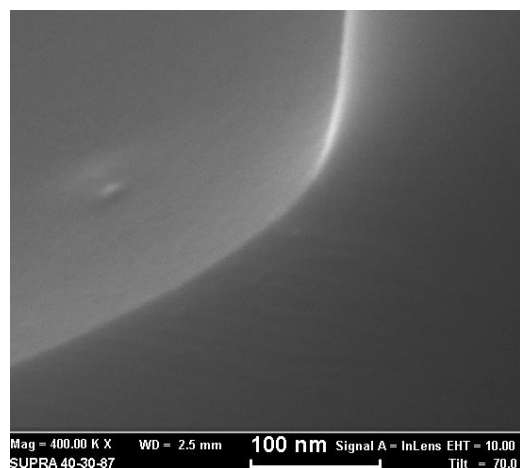


Рис. 5. СЭМ изображение дна параболической линзы (30 мкм).

масок на процесс травления показало, что по сравнению с SiO_2 маска из Al_2O_3 является более устойчивой к травлению во фторсодержащей плазме. Характеристики травления и оптимальные параметры процесса, оптимизированного для получения вертикальных стенок элементов и минимального ухода размера, существенным образом зависят от материала жесткой маски.

Был разработан новый процесс травления со следующими характеристиками: селективность (отношение скорости травления кремния к скорости травления маски из Al_2O_3) 30000, наклон стенок $89,3^\circ$, подтрав под маску 50 нм, скорость травления до 1500 нм/мин. Ожидается, что данный процесс позволит осуществлять травление Si на глубину в сотни микрон при сохранении критических размеров.

Наряду с контролем геометрических параметров параболических линз, было выполнено измерение шероховатости их стенок. Для этого использовали атомно-силовой и оптический интерференционный микроскопы. Перед

измерениями выполнялся скол тестовой структуры вдоль оптической оси линз (Рис. 2). Сканирование боковой поверхности двух встречно-направленных линз было выполнено на АСМ Nanopics 2100 (Рис. 6а). Полученное значение среднеквадратичного отклонения профиля составило $a_{\text{RMS}}=2,96$ нм. Для сравнения такое же измерение проведено на кремниевой пластине (Рис. 6б) $a_{\text{RMS}}=0,32$ нм. Недостатком применения атомно-силового микроскопа является невозможность проведения измерений вблизи края профиля и на участках с большим наклоном, поскольку такая ситуация ведет к поломке кантилевера. По этой причине измерения АСМ не выполнялись в верхней части линзы.

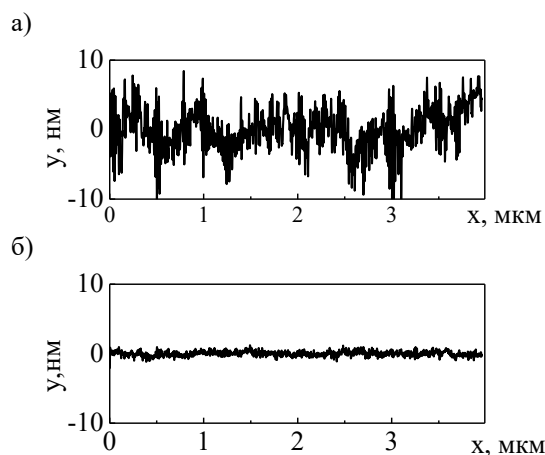


Рис. 6. Результат измерений шероховатости на АСМ: а) профиль боковой поверхности линзы по дуге параболы, б) кремний.

Более простым в осуществлении подходом, позволяющим измерить геометрию всего профиля, представляется оптическая интерференционная профилометрия, реализованная на микроскопе Zygo New View 5000 (США). Этот метод позволяет измерить вертикальную составляющую профиля с точностью до единиц нанометров. Латеральное разрешение составляет 0,5 мкм. Такой метод дает возможность оценить геометрию преломляющего профиля на боковой стенке линзы (Рис. 7). Следует отметить, что оптический профилометр не может измерить вертикальные стенки или стенки с отрицательным наклоном.

Сечение измеренного преломляющего профиля линз по вертикали показано на рисунке 8. Видно, что локальная шероховатость не превышает 4 нм пик-пик на длине 4 мкм. Важно, что шероховатость преломляющей поверхности носит случайный (непериодический характер).

Полученные в данной работе результаты позволяют говорить о перспективности криогенного травления для формирования кремниевых рентгеновских оптических элементов.

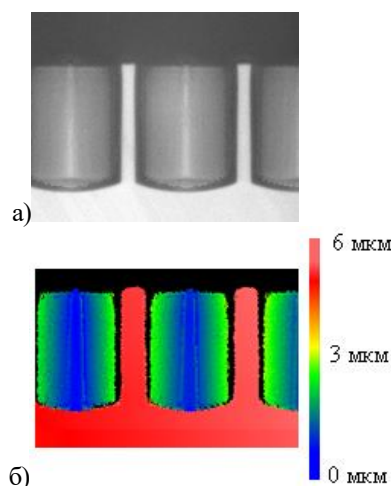


Рис. 7. Скол массива параболических линз: а) изображение в оптическом микроскопе, б) профиль, измеренный на оптическом профилометре.

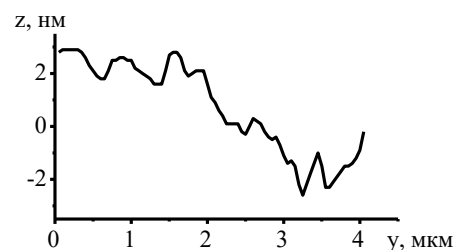


Рис. 8. Профиль боковой стенки линзы по вертикали на длине 4 мкм.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (грант № 15-07-09290а) и Министерства образования и науки РФ (грант № 14.Y26.31.0002, грант № 02.G25.31.0086).

- [1] Laermer F. and A. Schilp, U.S. Patent No. 5,501,893, (1996).
- [2] Aristov V.V., Grigoriev M.V., Kuznetsov S.M., Shabelnikov L.G., Yunkin V.A., Hoffmann M., Voges E., Opt. Comm., **177**, 33 (2000).
- [3] Snigireva I., Snigirev A., Kohn V., Yunkin V., Grigoriev M., Kuznetsov S., Vaughan G., Di Michiel M., Phys. Stat. Sol. (a), **204**, 2817 (2007).
- [4] Snigirev A., Snigireva I., Kohn V., Yunkin V., Kuznetsov S., Grigoriev M., Roth T., Vaughan G., Detlefs C., Phys. Rev. Lett., **103**, 064801_1 (2009).
- [5] Lyubomirsky M., Snigireva I., Kuznetsov S., Yunkin V., Snigirev A., Optics Lett., **40**, 2205 (2015).
- [6] Snigirev A., Snigireva I., Grigoriev M., Yunkin V., Di Michiel M., Kuznetsov S., Vaughan G., Proc. of SPIE, **6705**, 670506-1 (2007).
- [7] Parasuraman J., Summanwar A., Marty F., Basset P., Angelescu D. E., Bourouina T., Microelectron. Eng., **113**, 35 (2014).

Синхротронные исследования металлоорганических соединений.

С.В. Некипелов^{1,2}, О.В. Петрова², Н.Н. Шомысов², Е.Н.Шустова¹, В.Н. Сивков².

¹СГУ им. Питирима Сорокина, Сыктывкар, Россия

² Отдел математики Коми НЦ УрО РАН, Сыктывкар, Россия

e-mail: NekipelovSV@mail.ru

Фталоцианинины 3d-магнитных металлов (MePc) интересны в связи целым с рядом всевозможных технологических приложений. В частности, FePc и CoPc часто используются в качестве датчиков излучения, в оптоэлектронике и в медицинских целях. В настоящее время такие соединения обсуждаются также в качестве материалов для развития низкоразмерных молекулярных магнитов, которые могут быть рассмотрены в качестве возможных кандидатов для хранения информации с высокой плотностью и элементов квантовых компьютеров. Кроме того, из-за возможности допирования, то есть включения акцепторов или доноров электронов в эти молекулярные кристаллы, возможно изменение электронных свойств MePc. При этом они могут быть выращены в виде тонких, ультратонких, хорошо упорядоченных пленок на твердой подложке в стандартных спектрометрах сверхвысокого вакуума.

Для достижения дальнейшего прогресса в разработке таких устройств необходимо понимание их физических, химических и транспортных свойства, основанных в частности на информации об их электронной структуре. В работе впервые в единых экспериментальных условиях были получены распределения сил осцилляторов в спектрах поглощения атомов углерода, азота и 3d-металлов в фталоцианинах MePc, где Me – Mn, Fe, Co, Ni, Cu. Кроме того исследовались изменения свободных электронных состояний фталоцианина кобальта CoPc в зависимости от степени допирования атомами калия. Исследования сечений поглощения (СП) в области ближней тонкой структуры (NEXAFS) C1s, N1s и Me2p краев поглощения проводились методом полного электронного выхода (Total electron Yield, TEY) с использованием титановых фильтров по разработанной нами ранее методике [1].

Образцы для исследования, в частности CoPc, готовились на поверхности Au(100) монокристалла золота предварительно очищенной бомбардировкой ионами аргона. Пленка CoPc толщиной порядка 7 нм была осаждена в препаративной камере в вакууме $2.5 \cdot 10^{-10}$ torr непосредственно связанной с измерительной камерой. Атомы калия осаждались на поверхность CoPc со скоростью

от 0,1 до 5 нм/минуту. Концентрация атомов калия на поверхности CoPc контролировалась по тонкой структуре K2p - спектра поглощения.

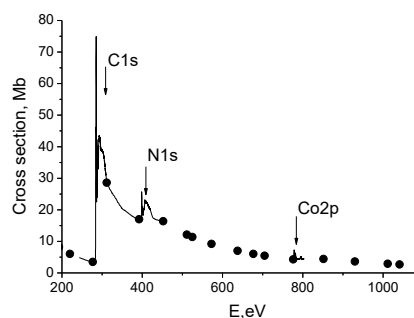


Рис.1. Спектральные зависимости СП CoPc, измеренные (сплошная линия) и рассчитанные как сумма атомных сечений молекулы (точки)[2].

Полученные спектральные зависимости СП представлены на рис. 1 и 2, общий вид которых и энергетические положения основных пиков совпадают с литературными данными.

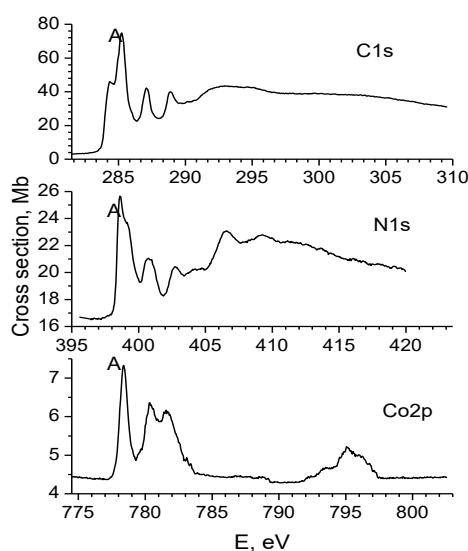


Рис.2. Спектральные зависимости CoPc в области C1s, N1s и Co2p краев поглощения.

На рис. 3-5 показаны NEXAFS спектров CoPc в зависимости от степени легирования калием. В данных спектрах отчетливо заметны

изменения в области основного пика А и появление дополнительной структуры в других частях спектров, особенно, в NEXAFS N1s и Co2p-спектрах (дополнительная структура в области 295-300 эВ в спектрах углерода принадлежит 2р-спектрам калия).

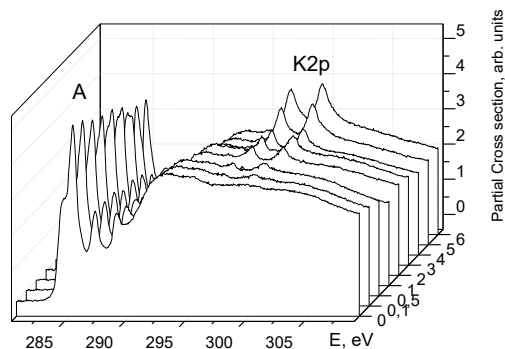


Рис.3. NEXAFS C1s-спектров CoPc+xK в зависимости от степени допирования атомами калия, x – концентрация K (отн. ед).

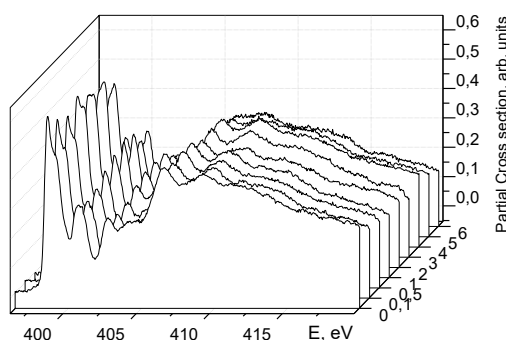


Рис.4. NEXAFS N1s - спектров CoPc+xK.

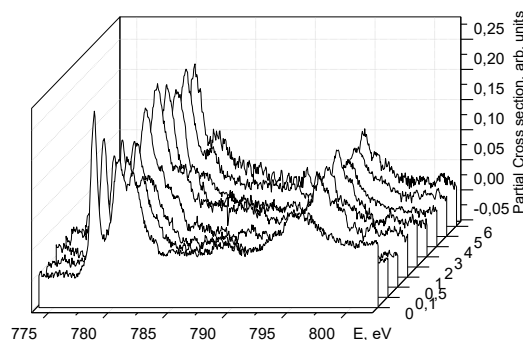


Рис.5. NEXAFS Co2p спектры CoPc+xK.

Из представленных спектров видно, что сила осцилляторов полосы А уменьшается с увеличением степени допирования калием x до практического полного исчезновения. При этом рассматриваемая полоса А в C1s-спектрах обычно идентифицируется как переход 1s-электрона атома углерода на π^* -орбиталь в ароматических кольцах фталоцианина. Однако,

синхронное уменьшение силы осцилляторов полосы А во всех спектрах указывает на то, что нижняя незаполненная орбиталь (LUMO) является сильно гибридной орбиталью. Она, вероятно, является не полностью заполненной МО $1e_g(d_\pi)$ -симметрии из-за уменьшения числа d- электронов от CuPc к CoPc и FePc, что отчетливо прослеживается в представленных на рис.6 спектрах. Это также согласуется с данными расчетов [3].

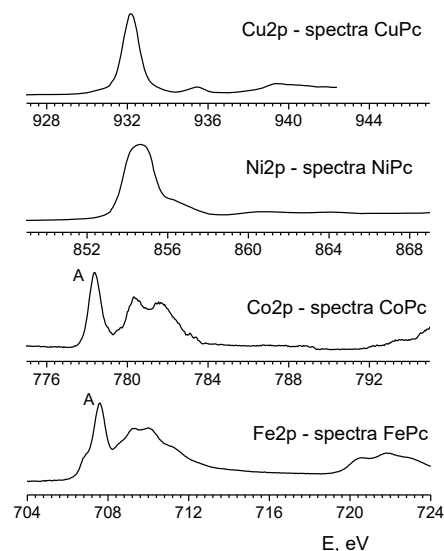


Рис.6. NEXAFS Me2p - спектры CuPc, NiPc, CoPc и FePc.

Таким образом, проведенные исследования показали, что с увеличением концентрации атомов калия на поверхности CoPc происходит последовательное полное заполнение $1e_g(d_\pi)$ – молекулярной орбитали, которое сопровождается синхронным уменьшением силы осцилляторов соответствующей интенсивной полосы поглощения в C1s, N1s и Co2p спектрах поглощения.

Работа была выполнена в рамках двухсторонней программы Русско-Германской лаборатории на BESSY-II, при финансовой поддержке грантов РФФИ и Министерства экономики Республики Коми №16-32-00441 мол_а, 16-42-110610 р-а, 16-43-110350 р-а и Программы фундаментальных исследований УрО РАН.

[1] Kummer K., Sivkov V.N., et. al. **80**, 155433 (2009)

[2] Henke B.L., Gullikson E.M., Davis J.C. Atom. Data and Nucl.Data Tables., **54**, 181 (1993).

[3] M.-Sh. Liao, S. Sheiner. J. Computation Chemistry. **23**, 1391 (2002)

Рефлектометр на основе лазерно-плазменного источника излучения и спектрометра Черни-Тернера. Первые эксперименты

Забродин И.Г., Зуев С.Ю., Каськов И.А., Нечай А.Н., Салашенко Н.Н., Чхало Н.И.,
Щербаков А.В.

Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия

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

В нашей стране исследования длинноволновой рентгеновской области были начаты в конце 50-х годов. Именно тогда появились первые работы под руководством А.П. Лукирского по изучению рентгеновских длинноволновых спектров. Этот подход основан на разработке рефлектометров по схеме Роуланда со сферической дифракционной решеткой скользящего падения и одной подвижной щелью. Чаще всего используются спектрометры-монохроматоры РСМ-500 [1]. В качестве источника мягкого рентгеновского излучения, как правило, применяются рентгеновские трубки, устанавливаемые на подвижной части спектрометра монохроматора. Достоинствами этих приборов является высокое, до 0.01 нм, спектральное разрешение и широкий, в случае применения двух дифракционных решеток, от 0.6 до 50 нм, рабочий диапазон длин волн. Недостатки таких схем связаны с наличием подвижной входной или выходной щели.

Второй подход заключается в использовании сферической дифракционной решетки с переменным шагом штрихов и неподвижными щелями [2]. Сканирование по спектру осуществляется поворотом решетки. Достоинством этого подхода является возможность использования более мощного, по сравнению с рентгеновской трубкой, стационарного источника рентгеновского излучения. Недостатком прибора является узкий спектральный диапазон, где наблюдается высокое спектральное разрешение, так как при повороте дифракционной решетки не соблюдается условие фокусировки круга Роуланда. Переменный шаг штрихов лишь частично решают эту проблем.

В ИФМ РАН разработан третий подход, заключающийся в использовании спектрометра-монохроматора по схеме Черни-Тюрнера с двумя коллимирующими зеркалами и плоской дифракционной решеткой [3]. Достоинствами прибора являются неподвижные входная и выходная щели, что позволяет использовать мощный стационарный лазерно-плазменный источник рентгеновского излучения, и широкий рабочий спектральный диапазон.

Описание рефлектометра.

Основными элементами прибора являются лазерно-плазменный источник МР и ЭУФ излучения, спектрометр-монохроматор и семиосный гониометр, позволяющий изучать образцы с диаметром до 500 мм.

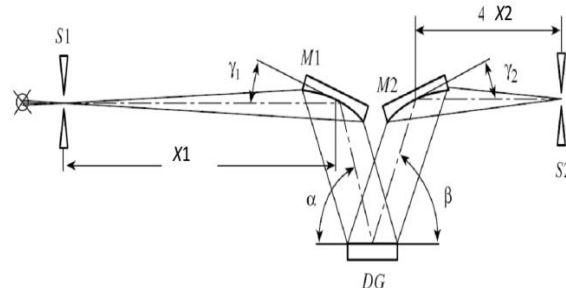


Рис. 1. Рентгенооптическая схема спектрометра по схеме Черни-Тюрнера.

Рентгенооптическая схема спектрометра приведена на рис. 1. Принцип работы спектрометра-монохроматора по схеме Черни-Тюрнера заключается в следующем. Входная S1 и выходная S2 щели располагаются в меридиональных фокусах зеркал M1 и M2, соответственно. Вышедший из щели S1 расходящийся пучок излучения зеркалом M1 преобразуется в параллельный, падающий под скользящим углом на плоскую дифракционную решетку. Дифрагированные параллельные монохроматические пучки падают на зеркало M2 и фокусируются в его фокальной плоскости. Дифрагированный пучок фокусируется на выходной щели S2. Сканирование по спектру осуществляется поворотом решетки. Особенностью такой схемы сканирования по спектру является то, что угловая и линейная дисперсия спектрометра практически не меняется во всем диапазоне сканирования.

Использование сферических зеркал приводит к появлению ряда aberrаций. Основными являются астигматизм и сферическая aberrация. Астигматизм практически не приводит к ухудшению спектрального разрешения прибора, а только

влияет на светосилу прибора и исправляется установкой тороидального зеркала за выходной щелью спектрометра. Чтобы уменьшить сферическую aberrацию зеркал им может быть придана параболическая форма.

Эффективность спектрометра сильно зависит от коэффициентов отражения коллимирующих зеркал и дифракционной решетки. Для увеличения коэффициентов отражения, и расширения рабочего спектрального диапазона были использованы двухслойные покрытия Cr/C [4]. Идея этого решения заключается в том, что в длинноволновой части рабочего диапазона критический угол больше и в качестве наружного слоя можно использовать материал с меньшим атомным номером и, соответственно меньшими потерями на поглощение. При переходе в коротковолновую часть, излучение проходит через верхний слой и отражается от внутреннего слоя, с большим атомным номером.

В качестве источника МР и ЭУФ излучения применяется высокотемпературная плазма, получаемая при облучении мишени светом Nd:YAG лазера с длиной волны 1064 нм, энергией в импульсе 0,7 Дж, частота следования импульсов 10 Гц, длительность импульса 7 нс. Фокусировка лазерного излучения на мишень производится с помощью плоско-выпуклой линзы с фокусным расстоянием 40 мм. Для защиты оптических элементов от загрязнений продуктами эрозии мишени использована система защиты, включающая щель в непосредственной близости от мишени, и участки с сильным магнитным и электростатическим полями. Конструкция узла мишени предусматривает перемещение мишени со скоростью, обеспечивающей попадание лазерного пучка после каждого импульса в новое место [5]. В качестве материала мишени в работе использовалась нержавеющая сталь.

В качестве приемников излучения были использованы однофотонные детекторы на основе шевронной сборки 2-х микроканальных пластин.

Исследуемый образец устанавливается на семиосном гониометре, обеспечивающем измерение образцов с произвольной формой поверхности и с диаметрами до 500 мм в диапазоне углов падения $-10...+90^\circ$ и с шагом сканирования до $0,02^\circ$.

Управление рефлектометром, включая вакуумную откачку, автоматизировано.

Результаты тестирования рефлектометра.

Основными параметрами рефлектометра являются: рабочий диапазон длин волн, интенсивность зондового пучка, динамический

диапазон (отношение сигнал/шум), спектральное разрешение, размеры зондового пучка на образце.

С коротковолновой стороны рабочий диапазон длин волн определяется коэффициентом отражения дифракционной решетки, а с длинноволновой – суммой углов падения α и дифракции β и периодом дифракционной решетки D в соответствии с выражением

$$\lambda_{\max} = D \cdot (1 - \cos(\alpha + \beta))$$

Для дифракционной решетки с $D=1,11$ мкм (900 штрихов/мм) и $\alpha + \beta=12^\circ$ $\lambda_{\max}=24$ нм.

На рис. 2 приведен измеренный спектр зондового пучка. Из приведенного рисунка видно, что с данной решеткой рефлектометр позволяет делать измерения в диапазоне длин волн 5-19 нм. Интенсивность зондового пучка упала раньше, чем по расчету (19 нм вместо 24 нм), однако, как показали исследования эффективности дифракционной решетки – это падение связано не со свойствами источника, а с падением эффективности дифракционной решетки. При замене решетки, диапазон будет расширен до номинального. Планируется комплектование прибора следующими решетками: 300, 400, 600 и 900 штрихов/мм, что обеспечит рабочий диапазон от 1 нм (при $\alpha + \beta=5^\circ$) до 72 нм при $\alpha + \beta=12^\circ$.

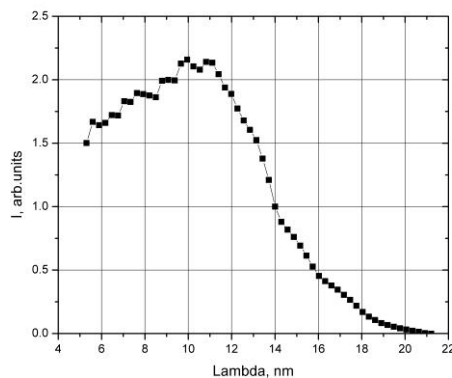


Рис. 2. Эмиссионный спектр лазерно-плазменного источника с мишенью из нержавеющей стали.

Спектральное разрешение прибора измерялось при сканировании дифракционной решетки в нулевом порядке и в области краев поглощения материалов фильтров. На рис. 3 приведен спектр в области нулевого порядка. Как видно спектральное разрешение составило $\Delta\lambda \approx 0,5$ нм. Это разрешение несколько хуже расчетного ($\approx 0,3$ нм) и объясняется довольно низким качеством использованной дифракционной решетки. Тем не менее, это

разрешение даже лучше, чем у РСМ-500 в этом рабочем диапазоне.

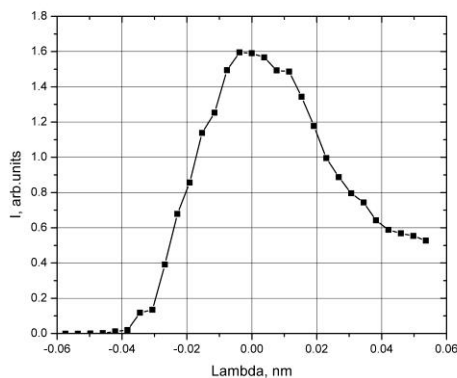


Рис. 3. Спектр в области нулевого порядка.

Размер зондового пучка на образце измерялся ножевым методом и составил: 0,9 мм в плоскости дисперсии и 0,3 мм по высоте, что близко к расчетным значениям.

Таким образом, результаты тестирования рефлектометра показали, что по основным параметрам он превосходит параметры традиционных рефлектометров и может применяться для прецизионного изучения элементов рентгенооптики.

Примеры применений рефлектометра.

Одним из активно развиваемых направлений в ИФМ РАН является разработка многослойных рентгеновских зеркал, в частности на основе кремния и бериллия. На рис. 4 приведены измеренные с помощью описанного рефлектометра и рефлектометра на основе РСМ-500 угловые зависимости коэффициентов отражения Мо/Ве зеркала. Как видно из рисунка результаты измерений совпадают как по спектральной полосе, так и по коэффициенту отражения с высокой точностью.

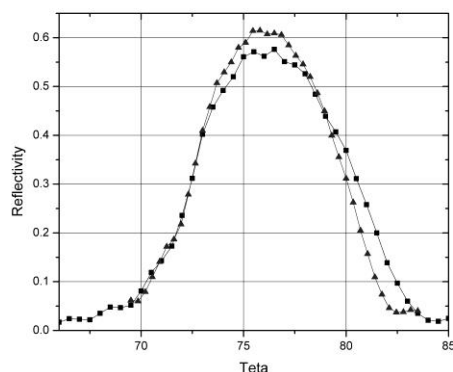


Рис. 4. Угловая зависимость коэффициента отражения Мо/Ве зеркала.

Таким образом, в ИФМ РАН запущен в эксплуатацию исследовательский комплекс для прецизионных измерений элементов рентгенооптики, с параметрами, превышающими традиционные лабораторные рефлектометры.

[1] Bibishkin M.S., Chekhonadskih D.P., Chkhalo N.I., et al. Proc. of SPIE Vol. **5401**. P. 8-15 (2004).

[2] Gullikson E.M., Underwood J.H., Batson P.C. and Nikitin V. Journal of x-ray science and technology, **3**, 283 (1992).

[3] В. О. Догадин, С.Ю. Зуев, Н.Н. Салащенко и др. Поверхность №7, **77** (2015).

[4] N.I. Chkhalo, P.K. Gaikovicha, N.N. Salashchenko, et al. Thin Solid Films **598** (2016) 156–160.

[5] Зуев С.Ю., Пестов А.Е., Салащенко Н.Н. и др. Известия РАН. Серия физическая, **77** (1), 9 (2013).

Многослойные зеркала Mo/Be и Mo/Be/Si для спектрального диапазона 11-17 нм

Ю.А. Вайнер, С.Ю. Зуев, А.Н. Нечай, Д.Е. Парьев, В.Н. Полковников, Н.Н. Салащенко, М.В. Свечников, Н.И. Чхало

Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия

e-mail: pariev@ipmras.ru

Зеркала на основе бериллия уже давно привлекали к себе внимание благодаря, высокой отражающей способности в диапазоне 11-17 нм (рис. 1).

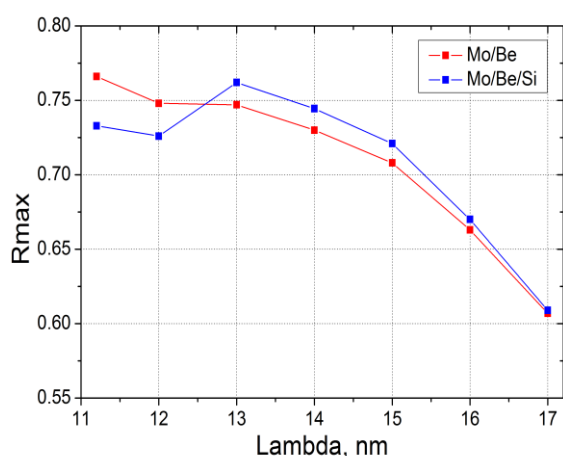


Рисунок 1. Расчетная зависимость максимального коэффициента отражения идеальных зеркал нормального падения Mo/Be и Mo/Be/Si.

Прежде всего, они интересны благодаря теоретической возможности обеспечения пика отражения выше 70% вблизи края поглощения этого элемента ($\lambda = 11,2$ нм). В работе [1] изучались структуры Mo/Be. При этом был достигнут пиковый коэффициент отражения на этой длине волны 70,1% при теоретическом пределе 75,6%. Можно отметить, что даже такая величина номинально превосходит (или, как минимум, не уступает) стандартно получаемые $R = 69 - 70\%$ для зеркал Mo/Si, применяемых в оптических схемах установок литографии с рабочей длиной волны 13,5 нм. И это интересно с точки зрения получения большего пространственного разрешения литографического оборудования путем перехода к более короткой рабочей длине волны. До сих пор всеобщее внимание разработчиков литографического оборудования было обращено на перспективную в данном отношении длину волны $\lambda = 6,7$ нм. Здесь уже достигнуты коэффициенты отражения, вплотную приближающиеся к 60% [2]. Тем не

менее, оценки показывают, что даже при достижении 70 – 80% из-за чрезвычайно низкой ширины кривой отражения система из 10 зеркал, оптимизированная на 6,7 нм, будет пропускать в несколько раз меньше сигнала, чем такая же система из Mo/Be многослойных зеркал (МЗ), оптимизированная на 11,2 нм. Именно поэтому существует необходимость поиска альтернативного пути развития исследований в области создания нанолитографов следующего поколения. Наиболее перспективным видится переход к длине волны 11,2 нм. Тем более что здесь видятся пути дальнейшего повышения эффективности оптических схем. Например, спектральная ширина кривой отражения МЗ Mo/Be существенно ниже такой же характеристики МЗ Mo/Si — 0,33 и 0,53 нм, соответственно. Этот фактор негативным образом может сказаться на эффективности системы из 10 Mo/Be-зеркал в сравнении с 10-зеркальной системой Mo/Si-зеркал.

На рис. 2 и рис. 3 показаны экспериментальные результаты Mo/Be МЗ и результаты подгонки параметров. При теоретическом максимальном коэффициенте отражения 76% на длине волны 11,3 нм было получены МЗ с коэффициентом отражения $R=70\%$, толщиной слоев $d_{\text{Mo}} = 2,43$ нм и $d_{\text{Be}} = 3,38$ нм, плотность материалов $\rho_{\text{Mo}} = 0,98\rho_{\text{табл}}$ и $\rho_{\text{Be}} = \rho_{\text{табл}}$, шероховатости $\sigma_{\text{Mo}} = 0,61$ нм и $\sigma_{\text{Be}} = 0,31$ нм.

Для повышения коэффициента отражения можно использовать в качестве прослоек Si, который хоть теоретически и занижает отражение (рис. 1), но на практике может привести к аморфизирующему эффекту, как с Al/Si МЗ [4], и уменьшить шероховатость Mo, что позволит достичь более высоких результатов.

Для проекционной литографии на 13,5 нм, где традиционно используются Mo/Si МЗ у которых шероховатость границы, где Mo ложится на Si более 0,9 нм, Be может использоваться в качестве прослойки (рис. 1), так как он обладает более высокой прозрачностью, чем используемые в настоящий момент Si и $\text{В}_4\text{С}$.

Так же бериллий содержащие зеркала представляют интерес для канала регистрации обсерватории «Кортес» на длине волны 13,2 нм (FeXXIII, FeXX) необходимы многослойные зеркала со спектральной полосой пропускания $\Delta\lambda \leq 0,35$ нм. Традиционно в этом диапазоне длин волн применяются Mo/Si-зеркала нормального падения, которые имеют спектральную ширину $\Delta\lambda_{1/2} = 0,53$ нм (при пиковом значении коэффициента отражения 68 – 69%), и, следовательно, не удовлетворяют требованиям эксперимента «Кортес».

Следует оговориться, что в диапазоне $\lambda = 12,5 - 17$ нм базовым материалом отражающих покрытий служит кремний, имеющий L-край поглощения на $\lambda = 12,3$ нм. По причине гладкости дисперсионных зависимостей диэлектрических проницаемостей материалов и из-за близости длин волн 12,9 нм и 13,2 нм выводы, сделанные для окрестности одной из длин волн справедливы и для другой.

Уменьшить спектральную ширину коэффициента отражения Mo/Si МЗ можно путем уменьшения в периоде структуры толщины слоя молибдена, как материала с большим коэффициентом поглощения излучения, либо найти новые материалы многослойных структур.

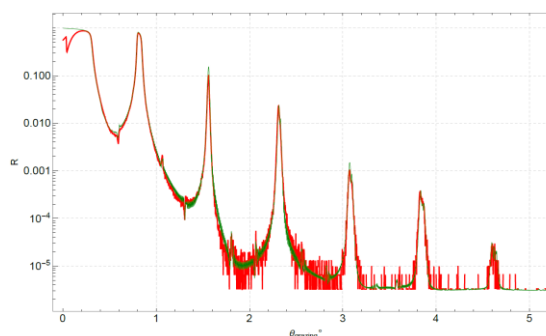


Рисунок 2. Экспериментальные результаты Mo/Be МЗ и результаты подгонки параметров на длине волны $\lambda = 0,154$ нм.

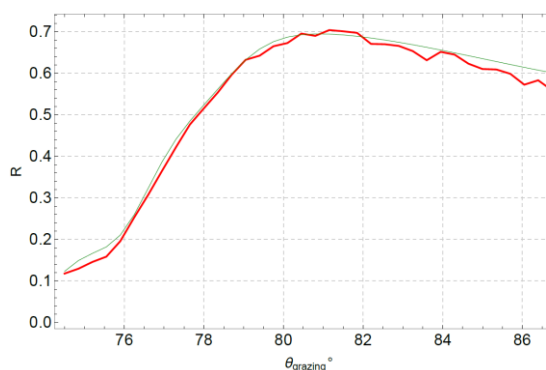


Рисунок 3. Экспериментальные результаты Mo/Be МЗ и результаты подгонки параметров на длине волны $\lambda = 11,3$ нм.

Таблица 1. Экспериментальные параметры отражательных характеристик МЗ от доли относительно сильно поглощающего материала в периоде структуры γ_{Abs} .

МЗ	γ_{Abs}	0.6	0.5	0.45	0.4	0.35	0.25	0.22	0.175
Mo/Si	R, %	59.5		67		54	53	45	
	$\Delta\lambda_{1/2}$, нм	>0.6		0.56		0.38	0.35	0.3	
Zr/Si	R, %	48	44.5	43	42				
	$\Delta\lambda_{1/2}$, нм	0.38	0.35	0.34	0.33				
Mo/Be	R, %				63	61.5		57.5	56
	$\Delta\lambda_{1/2}$, нм				0.44	0.42		0.35	0.31

На рис. 4 приведены расчетные спектральные зависимости коэффициентов отражения Mo/Si, Zr/Si и Mo/Be МЗ с нулевой межслоевой шероховатостью и долей сильнопоглощающего материала $\gamma_{Mo(Zr)} = d_{Mo(Zr)}/d$, обеспечивающей требуемую ширину кривой отражения $\Delta\lambda_{1/2} = 0,35$ нм. Как видно из рисунка, требуемое спектральное разрешение достигается всеми структурами, примерно с одинаковыми коэффициентами отражения (~65%), однако с различными значениями доли

сильно поглощающего вещества в периоде (0,36 для Zr/Si, 0,17 для Mo/Si, 0,2 для Mo/Be). При этом пара Mo/Be выглядит наиболее предпочтительной ($R_{max} \approx 67\%$). В экспериментах, из-за того, что плотности материалов слоев в пленочном состоянии могут быть меньше табличных значений для массивных материалов, а границы между слоями неидеальны, отражательные свойства МЗ характеризуются меньшими значениями и пиковых коэффициентов отражения, и спектральной ширины отражения. Поэтому

выбор лучшей пары материалов может быть сделан только исходя из эксперимента.

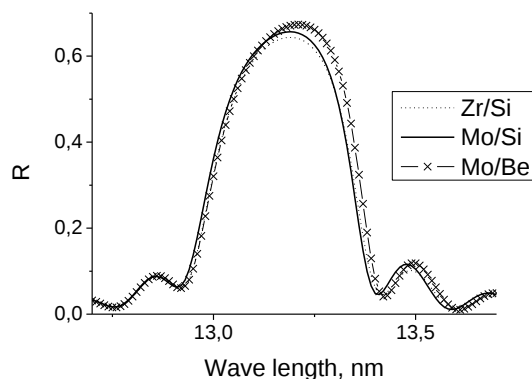


Рисунок 4. Расчетные спектральные зависимости коэффициентов отражения идеальных зеркал нормального падения Zr/Si, Mo/Si и Mo/Be МЗ со спектральной полосой пропускания около 0.35 нм.

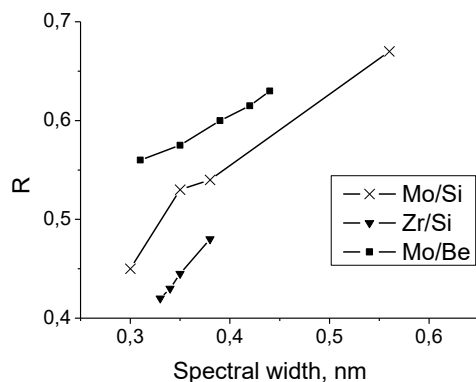


Рисунок 5. Экспериментальные пиковые коэффициенты отражения Mo/Si, Zr/Si и Mo/Be МЗ, как функции ширины спектральных зависимостей отражения, $\Delta\lambda_{1/2}$. Для значения $\Delta\lambda_{1/2} = 0.35$ пиковые величины коэффициентов отражения соответственно для перечисленных пар материалов составляют около 0.54, 0.45 и 0.58.

В таблице 1 представлены пиковые коэффициенты и спектральные ширины кривых отражения экспериментальных образцов Mo/Si, Zr/Si и Mo/Be МЗ соответственно в зависимости от величин γ_{Zr} и γ_{Mo} . Периоды исследуемых МЗ были выбраны $d \approx 5,9$ нм так, чтобы максимумы отражения на длине волны 13,2 нм наблюдались при углах падения излучения близких к нормальным. Из таблицы 1 и из рисунка 5 видно, что при практически одинаковых величинах $\Delta\lambda_{1/2}$ коэффициенты отражения изучаемых образцов, хотя и не принципиально, но отличаются: $R_{\text{Zr/Si}} \approx 45\%$, $R_{\text{Mo/Si}} \approx 54\%$ и $R_{\text{Mo/Be}} \approx 58\%$. На практике при разработке оптических систем зачастую на основе двухзеркальных схем отличие в отражательной способности может

достигать десятков процентов, по этой причине мы рассматриваем Mo/Be МЗ, как наиболее перспективную для разработки оптики в спектральной области около 13 нм.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта №15-02-07753.

- [1] C. Montcalm, S. Bajt, P. Mirkarimi et al. // SPIE 3331, 42-51 (1998).
- [2] N. I. Chkhalo, S. Kunstner, V. N. Polkovnikov et al. // Appl. Phys. Lett., V. 102, 011602-1 (2013).
- [3] N. I. Chkhalo and N. N. Salashchenko. // AIP ADVANCES 3, 082130 (2013).
- [4] S. A. Bogachev, N. I. Chkhalo, S. V. Kuzin, D. E. Pariev, V. N. Polkovnikov, N. N. Salashchenko, S. V. Shestov, and S. Y. Zuev // Applied Optics. 2016. Vol.55. No.9. p.2126-2135.

Бериллиевые подложки для многослойных зеркал МР и ЭУФ диапазонов длин волн

Ю.А. Вайнер¹, М.В. Зорина¹, С.Ю. Зуев¹, М.С. Михайленко¹, А.Е. Пестов¹,
В.П. Полковников¹, И.Л. Струля², Н.И. Чхало¹, С.А. Чуринов¹

¹Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия

²ОАО «Композит», Пионерская, Московская область, г. Королёв, 141070

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

В связи с появлением новых, более мощных источников рентгеновского излучения, таких как ондуляторы, лазеры на свободных электронах, лазерно-плазменные источники экстремального ультрафиолетового (ЭУФ) и мягкого рентгеновского (МР) излучения остро встала проблема радиационно-стойких зеркал для рентгенооптических приложений. Для многослойных рентгеновских зеркал (МРЗ) помимо ухудшения изображающих свойств в связи с деформацией подложки, нагрев зеркал может привести к деградации их коэффициента отражения. Очевидным решением проблемы является использование материалов подложек для МРЗ с высокими коэффициентами теплопроводности, в частности металлов.

Значительный интерес в данном контексте представляет бериллий, так как сочетание высоких теплофизических характеристик с низкой весовой плотностью делают его уникальным материалом. По так называемому коэффициенту локальных деформаций CD, характеризующему искажения оптической поверхности при воздействии мощных потоков излучения, и выражающемуся в виде

$$CD = \delta \cdot \rho \cdot c / \gamma,$$

где $\delta = 10^{-5} \text{ К}^{-1}$ - температурный коэффициент линейного расширения, $\rho = 1,85 \cdot 10^3 \text{ кг/м}^3$ - плотность, $c = 1560 \text{ Дж/(кг*К)}$ - удельная теплоемкость и $\gamma = 200 \text{ Вт/(м*К)}$ - коэффициент теплопроводности, соответственно $CD = 0,144$, бериллий уступает только карбиду кремния, являющемуся одним из наиболее радиационно-стойких материалов при нормальных температурах [1]. Однако при практическом использовании он имеет ряд преимуществ:

1 – существенно проще и дешевле механическая обработка, в том числе возможно изготовление любых сложных форм, недоступных для SiC;
2 – почти в 2 раза меньший вес при одинаковых размерах.

Спецификой применения подложек для МРЗ являются высочайшие требования к микрошероховатости. Данных по полируемости бериллиевых подложек и применения их для многослойных зеркал в экстремальном ультрафиолетовом и рентгеновском диапазонах в литературе не найдены. Поэтому данная работа преследует две основные цели. Первая – с

использованием развитых в [2] методов изучить шероховатость бериллия в широком диапазоне пространственных частот. Вторая – изучить возможность финишной полировки бериллиевых подложек с помощью ионно-пучкового травления.

В качестве экспериментальных образцов использовались пленки бериллия толщиной 200 нм, нанесенные методом магнетронного распыления на кремниевые подложки размером 15x15 мм. Микрошероховатость кремниевых подложек, частоты 0,5-60 мкм⁻¹, была около 0,1 нм, эффективная шероховатость в диапазоне 0,025-60 мкм⁻¹ - около 0,3 нм.

Эксперименты по ионно-пучковому травлению проводились на установке [3] с использованием технологического источника ионов с накальным катодом КЛАН-103М (Платар, Москва). Применялись инертные газы Ar и Ne. Энергия ионов менялась в широких пределах от 200 до 800 эВ. Ток ионного пучка составлял 30 мА. Ток измерялся с помощью цилиндра Фарадея, время травления определялось временем открытия заслонки между ионным источником и образцом. Откачка установки производилась безмасляными турбомолекулярным и форвакуумным насосами, обеспечивающими предварительный вакуум в установке $7 \cdot 10^{-7}$ Торр. Давление рабочего газа в процессе травления составляло $1 \cdot 10^{-4}$ Торр. Измерение шероховатости в диапазоне пространственных частот 0,025-60 мкм⁻¹ осуществлялось с помощью атомно-силового микроскопа на стенде [4], для измерения глубины травления использовался интерферометр белого света TalySurf CCI2000 [2].

Влияние ионно-пучкового травления на шероховатость и топологию поверхности пленки Be, нанесенной на кремниевую подложку, с исходной эффективной шероховатостью $\sigma_{\text{eff}} \sim 1,0-1,3$ нм иллюстрирует рис.1. На рис.1а приведена зависимость σ_{eff} от энергии ионов Ne при угле падения $\theta_{\text{in}} = 0^\circ$ (нормальное падение), а на рис.1б – от угла падения при энергии ионов $E_i = 400$ эВ. Глубина травления во всех случаях составляла 100 нм.

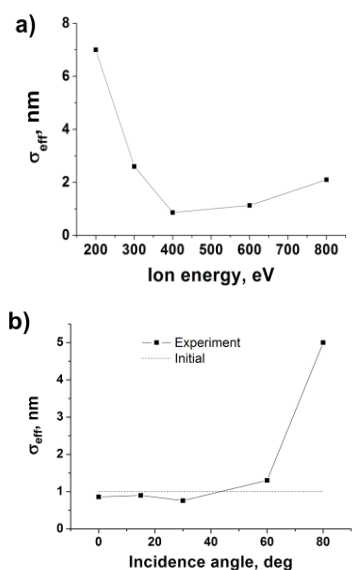


Рис. 1. Зависимость σ_{eff} пленок Ве от энергии ионов Ne при угле падения $\theta_{\text{in}}=0^\circ$ - а) и от угла падения при энергии ионов $E_i=400$ эВ - б).

Влияние травления на спектральные характеристики шероховатостей пленок Ве иллюстрирует рис.2, на котором приведены PSD функции шероховатостей для образцов №22 и №26 до и после травления ионами аргона. В первом случае травление при оптимальной энергии $E_i=400$ эВ, во втором – при $E_i=200$ эВ.

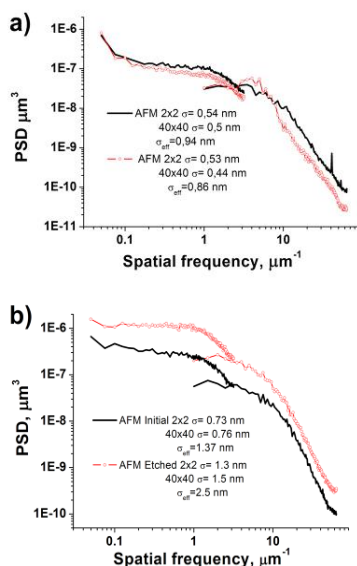


Рис.2. PSD функции шероховатостей для образцов №22 (а) и №26 (б) до и после травления ионами неона. В первом случае травление при оптимальной энергии $E_i=400$ эВ, во втором – при $E_i=200$ эВ.

Обращает на себя внимание то, что поведение шероховатости заметно отличается от случая травления ионами Ag как металлических пленок Cr/Sc и Cr/Y [5,6], так и плавленого кварца [7]. Так при низких энергиях $E_i=200$ -300 эВ наблюдается значительное развитие

шероховатости поверхности, в то время как при повышении энергии до $E_i=400$ эВ наблюдается даже незначительное сглаживание до значения $\sigma_{\text{eff}} \sim 0,9$ нм. Этот результат очень важен с практической точки зрения, поскольку скорость травления при $E_i=400$ эВ более чем в четыре раза выше чем при энергии $E_i=200$ эВ и составляет 2 нм/мин. Таким образом, можно проводить глубокую обработку поверхности сохраняя при этом шероховатость на исходном уровне и даже обеспечивать незначительное ее сглаживание.

Однако, основную задачу, а именно получения сверхгладких поверхностей с микрошероховатостью на уровне 0,3 нм путем полировки поверхности Ве ионами Ne решить не удалось.

Для дальнейшего сглаживания шероховатости поверхности было предложено на поверхность Ве нанести тонкий слой аморфного кремния и проводить ионно-пучковую полировку этой пленки. Для реализации данной идеи на поверхность образцов методом магнетронного распыления наносились пленки Si толщиной 200 нм. Для экспериментов были приготовлены три образца с различной исходной шероховатостью поверхности бериллия:

1. пленка Ве, нанесенная на кремниевую подложку ($\sigma_{\text{eff}}=1,37$ нм);
2. пленка Ве, нанесенная на кремниевую подложку, подвергшаяся ионной полировке ($\sigma_{\text{eff}}=0,86$ нм);
3. пленка Ве, нанесенная на кремниевую подложку, шероховатость которой была ухудшена ионной бомбардировкой до значения, которое удастся получить на массивном материале ($\sigma_{\text{eff}}=2,5$ нм).

Значения шероховатости до и после нанесения Si представлены в таблице 1. Из таблицы видно, что напыление Si пленки не изменило заметным образом шероховатость.

Таблица 1.

№ образца	$\sigma_{\text{Be}}, \text{нм}$	$\sigma_{\text{Si}}, \text{нм}$
№1 (не травл.)	1,37	1,2
№22 (400 эВ, 0° , 104 нм)	0,86	1,0
№26 (200 эВ, 0° , 42 нм)	2,5	2,2

Так как ранее хорошие результаты были получены при травлении монокристаллического кремния ионами аргона [8], то дальнейшие эксперименты проводились нейтрализованными ионами Ag с энергией $E_i=800$ эВ, съем материала составлял около 100 нм. Для образцов №1 и №26 процедура нанесения кремния – измерение шероховатости – травление ионами аргона – измерение шероховатости проводилась дважды. Динамика эффективной шероховатости и PSD функции шероховатости поверхности кремниевой пленки на поверхности Ве

представлена на рис.3 и в таблице 2.

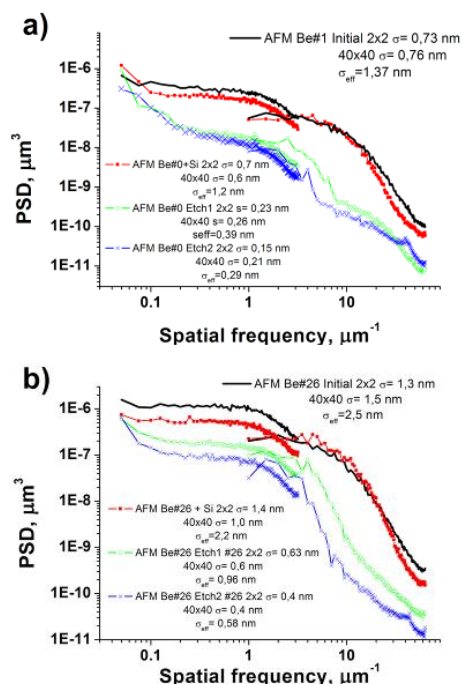


Рис. 3. PSD функции шероховатости поверхности образцов №1 – а) и №26 – б) до и после двукратного нанесения и травления пленки кремния. Съем материала при каждом травлении составлял около 100 нм

Таблица 2.

№ образца	σ_{eff} , нм Травл.1 (-100 нм)	σ_{Si} , нм + Si (+200 нм)	σ_{eff} , нм Травл.2 (-100 нм)
№1	0,39	0,39	0,29
№22	0,8	-	-
№26	0,96	0,9	0,58

Как можно видеть из приведенных данных наблюдается существенное сглаживание эффективной шероховатости, особенно в области высоких пространственных частот. В частности для образца №1 с исходной шероховатостью бериллия около 1,3 нм удалось с помощью ионного травления сгладить поверхность до уровня суперполированной кремниевой платины $\sigma_{\text{eff}}=0,29$ нм. Важно отметить, что повторная процедура – нанесение Si пленки и последующее ее травление ионами аргона уменьшила шероховатость в обоих случаях, особенно для более шероховатого образца №26. Можно предположить, что последующие нанесения-травления могут еще уменьшить шероховатость.

Основными результатами данной работы стало следующее.

Во-первых, изучено влияние энергии и угла падения ионов неона на топологию поверхности бериллиевых пленок (рис.1). Найдена оптимальная энергия ионов $E_i=400$ эВ, при которой наблюдается незначительное

сглаживание высокочастотных шероховатости. Шероховатость практически не меняется в диапазоне углов падения ионов на поверхность $\pm 40^\circ$. Этот результат важен для практических применений, так как указывает на то, что ионное травление можно использовать для асферизации и коррекции локальных ошибок формы светосильных оптических поверхностей из бериллия.

Во-вторых, применение тонких пленок кремния на поверхности бериллия с последующим их травлением ионами аргона с энергией 800 эВ приводит к существенному сглаживанию шероховатости поверхности в широком, диапазоне пространственных частот ($0,025\text{--}60$ мкм $^{-1}$) (рис.3 и таблица 2). В частности с помощью травления Si пленки на Ве удалось улучшить σ_{eff} поверхности со значения $\sigma_{\text{eff}}=1,37$ нм до $\sigma_{\text{eff}}=0,29$ нм, характерную для суперполированных подложек применяемых, в том числе, и для рентгенооптических задач. Тонкая (200 нм) пленка кремния обеспечивает хороший теплоотвод от поверхности и сильно не влияет на теплофизические характеристики зеркал.

В заключении следует отметить, проведенные эксперименты указывают на перспективность применения ионно-пучкового травления для асферизации и коррекции локальных ошибок формы поверхности, и сглаживания шероховатости бериллиевых подложек для рентгенооптических предложений.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ 13-02-00377, 14-02-00549, 15-02-07753, 15-02-07660 и 15-42-02139.

- [1] Лебедев А., Сбруев С., “SiC-электроника. Прошлое, настоящее, будущее”, Электроника: Наука. Технология. Бизнес (2006).
- [2] Барышева М.М., Вайнер Ю.А., Грибков Б.А., и др., Известия РАН. Серия физическая, т.75, № 1, С.71-76 (2011).
- [3] Забродин И.Г., Закалов Б.А., Каськов И.А., и др., Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, № 9, с. 109 (2013).
- [4] Chkhalo N.I., Salashchenko N.N. and Zorina M.V., Rev. Sci. Instrum. 86, 016102 (2015).
- [5] Вайнер Ю.А., Зорина М.В., Пестов А.Е., и др., Известия РАН. Серия физическая, т.75, №1, С.65-67 (2011).
- [6] Забродин И.Г., Каськов И.А., Нефедов И.М., и др., Сборник докладов конференции “Рентгеновская оптика – 2012”, с.89.
- [7] Chkhalo N.I., Churin S.A., Mikhaylenko M.S., et.al., Applied Optics, Vol.55, No. 6, P.1249-1256 (2016).
- [8] Барышева М.М., Пестов А.Е., Салашенко Н.Н., и др., Успехи физических наук, т.182, № 7, С.727-747.

Синхротронные исследования биоматериалов.

О.В. Петрова¹, Д.В. Сивков¹, С.В. Некипелов^{1,2}, В.В. Баженов³,
В.Н. Сивков¹, Н. Ehrlich³.

¹Коми научный центр УрО РАН, 167982, Сыктывкар, Коммунистическая 84, Россия

²Сыктывкарский госуниверситет, 167001, Сыктывкар, Октябрьский пр., 55

³TU Bergakademie Freiberg, 09599 Freiberg, Leipziger Str. 23, Germany

e-mail: teiou@mail.ru

Исследования элементного, химического и минерального состава композиционных биологических материалов в состав которых входят как органические, так и неорганические элементы имеет важное прикладное значение, а так же представляют большой интерес с научной и эволюционной точек зрения. К таким материалам, в частности, относятся, рассматриваемые в данной работе, кости и другие минерализованные элементы скелета (чешуя, зубы и отолиты) антарктических ледяных рыб (ЛР).

ЛР обитают в экстремальных условиях на больших глубинах в холодной (до $-1,9^{\circ}\text{C}$), но богатой кислородом воде, в следствии чего они преобрили ряд адаптаций, таких как наличие специфического белка-антифриза, увеличенное сердце, более тонкая чешуя. Также в условиях высоких давлений и минусовых температур иным образом проходит и формирования костей позвоночных, они имеют малую степень минерализации и меньшую плотность [1,2]. Снижение минеральной плотности костей встречается и у человека, но оно связано с развитием такого заболевания как остеопороз [3], поэтому изучение процессов формирования костей с низкой степенью минерализации и малой плотностью, возможно позволит глубже понять причины возникновения данного заболевания. Поэтому исследование этих малоизученных биологических объектов таким современным физическим методом, как ультрамягкая рентгеновская абсорбционная спектроскопия, основанная на анализе ближней тонкой структуры рентгеновских спектров поглощения (near edge x-ray absorption fine structure, NEXAFS) с применением синхротронного излучения (СИ), является актуальной задачей.

Метод NEXAFS-спектроскопии характеризуется атомной селективностью, дипольными правилами отбора, высокой чувствительностью к элементному составу и параметрам ближайшего окружения атома, поглотившего рентгеновский квант. В настоящее время NEXAFS-спектроскопия широко используется для изучения наноразмерных структур, биологических объектов и неорганических материалов [4].

Проведенные ранее исследования [5-11], показали, что анализ NEXAFS спектров позволяет определять элементный и химический состав, а также структурные изменения органических и неорганических функциональных групп, как в природных, так и синтезированных материалах содержащих кальций в своем составе.

В настоящей работе обсуждаются результаты исследования элементного и минерального составов структурных элементов скелета ЛР, а также чистых поликристаллических веществ, содержащих Ca, таких как CaO , CaCO_3 (кальцит), $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ - гидрок시아патит и $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ - фторапатит, которые проводились методом NEXAFS-спектроскопии в припороговой области $\text{Ca}2p$ -, $\text{P}2p$ -, $\text{C}1s$ -, $\text{N}1s$ - и $\text{F}1s$ - краев поглощения.

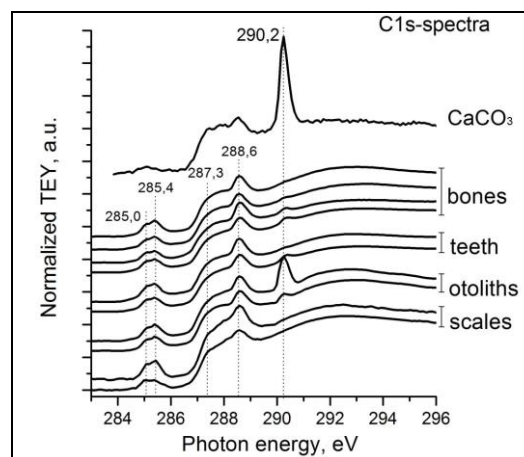


Рис.1. NEXAFS $\text{C}1s$ – спектров образцов костей, зубов, чешуи, отолитов ЛР и поликрист. CaCO_3 .

Исследования NEXAFS $2p$ - и $1s$ - спектров поглощения в рамках данной работы проводились на Русско-Немецком канале выхода и монохроматизации СИ на BESSY-II методом полного электронного выхода (Total electron Yield, TEY) [12]. Энергетическая калибровка тонкой структуры $\text{C}1s$ - спектров поглощения проводилась с помощью NEXAFS $\text{C}1s$ - спектра фуллерена C_{60} , по положению первой интенсивной полосы поглощения (284.5

эВ) [13], а P2p – спектров по второму порядку этой линии. Для энергетической калибровки NEXAFS Ca2p - спектров использовался второй порядок узкой первой полосы (685.9 эВ) в NEXAFS F1s - спектре K_2TiF_6 [14].

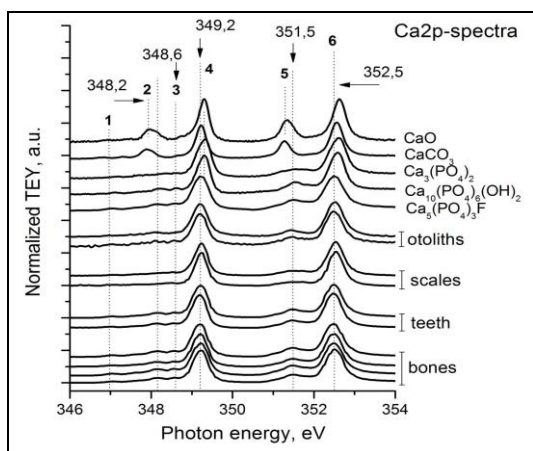


Рис.2. NEXAFS Ca2p - спектров образцов отолитов, чешуи, зубов и костей ЛР, а также кальций и фосфорсодержащих соединений: CaO , $CaCO_3$, $Ca_3(PO_4)_2$, $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ (гидроксиапатит) и $Ca_5(PO_4)_3F$ (фторапатит).

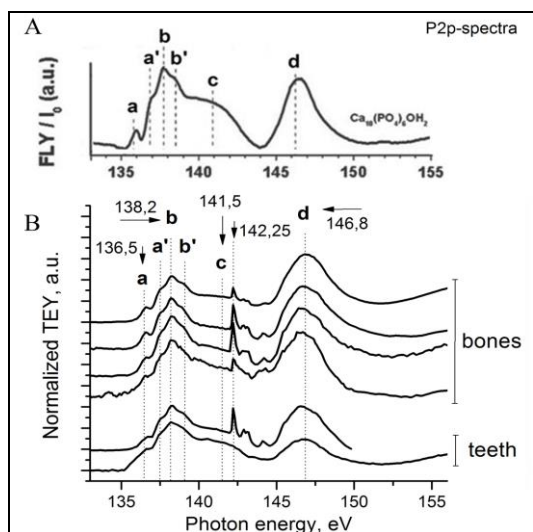


Рис.3. NEXAFS P2p - спектров образцов костей, зубов, чешуи и отолитов ЛР - **A**, а также гидроксиапатита из работы [15] – **B**

Образцы для исследования представляли собой мелкодисперсные порошки предварительно очищенных костей (механически и в растворе H_2O_2), отолитов и чешуи ледяных рыб, а также контрольных Са-содержащих веществ, впрессованные тонким слоем в металлическую (Cu или In) пластину. Поскольку кости и другие минерализованные элементы скелета обладают диэлектрическими свойствами, то для лучшей проводимости порошки образцов ЛР смешивались с порошком

чистого фуллерена C_{60} , при этом исследования NEXAFS спектров в области C1s-края поглощения проводились на чистых образцах.

В области NEXAFS N1s - и F1s - спектров поглощения исследуемых образцов тонкая структура не обнаружена, что говорит об отсутствии в составе образцов фтор- и азот-содержащих соединений, соответственно, а, именно фторапатита и пептидных соединений (полностью гидролизированных при обработке щёлочью).

Анализ NEXAFS C1s-, Ca2p- и P2p-спектров исследуемых образцов показал, что в зубах и костях ЛР присутствует карбонат кальция и гидроксиапатит $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$, а в отолитах только кальцит $CaCO_3$. При этом в чешуе и отолитах отсутствует гидроксиапатит, а в чешуе ЛР кальцит. Предполагается, что в чешуе кальций находится в виде аморфного CaO или гидроксида кальция $Ca(OH)_2$.

Работа была выполнена в рамках двухсторонней программы Русско-Германской лаборатории на BESSY II и при частичной финансовой поддержке грантов РФФИ № 16-32-00441 мол_а, 16-42-110610 р-а, 16-43-110350 р-а и Программы фундаментальных исследований УрО РАН.

- [1] Garofalo F., Pellegrino D., Amelio D., Tota B., Comp. Biochem. and Physiol. A, **154**, 10 (2009).
- [2] Kock K-H., Polar. Biol., **28**, 862, 897 (2005).
- [3] Akpan N., Gen. Eng. Biotechnol. News, **33**(17), 38 (2013)
- [4] Stor J., NEXAFS Spectroscopy (Springer, Berlin, 1992).
- [5] Ehrlich H., Ilan M., Maldonado M. et al., Int. J. Bio. Macromol., **47**, Issue 2, 132 (2010).
- [6] Ehrlich H., Elkin Yu. N., Artyukov A. A. et al., J. Adv. Micro. Res., **5**, 100 (2010).
- [7] Kummer K., Sivkov V. N., Vyalikh D. V., Maslyuk V. V. et al., Phys Rev, **80**, 155433 (2009).
- [8] Kummer K., Vyalikh D. V., Blüher A., Sivkov V.N., et al., J. Phys. Chem., **115**, 2401 (2011).
- [9] Bo M., Bavestrello G., Kurek D., Paasch S. et al., Int. J. Bio. Macromol., **51**, 129 (2012).
- [10] Ehrlich H., O. V. Kaluzhnaya, Tsurkan M. et al., Proc. Roy. Soc. B, **280**, 1762 (2013).
- [11] Ehrlich H., Rigby J. K., Botting J. P. et al., Nature Scientific Reports, **12**, 3497 (2013).
- [12] Fedoseenko S. I., Vyalikh D. V., Iossifov I. E. et al., Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A, **505**, 718 (2003).
- [13] Vinogradov A. S., Dukhnyakov A. Yu., Ipatov V. M., Onopko D. E., Pavlychev, A. A., Titov S. A., Phys. Solid State **24**, **803** (1982).
- [14] Zubavichus Y., Shaporenko A., Grunze M., Zharnikov M., J. Phys. Chem A, **109**, 6998, (2005).
- [15] Demirkiran H., Hu Y., Zuin L., Appathurai N., Aswath P. B., Mat. Science and Eng. C, **31**, 134 (2013)

Применение количественной синхротронной топографии для исследования кристаллов Si с канавками и ZnGeP₂

К.М. Подурец, А.А. Калоян, Е.С. Коваленко

НИИ Курчатовский институт, пл. Акад. Курчатова, 1, 123182 Москва, Россия

e-mail: podurets@yandex.ru

Количественная топография представляет собой новый метод, который делает возможным не только визуализацию реальной структуры кристалла, но и получение информации о кривой качалке кривой любой области интереса [1]. В докладе представлены результаты исследования двух образцов различного происхождения.

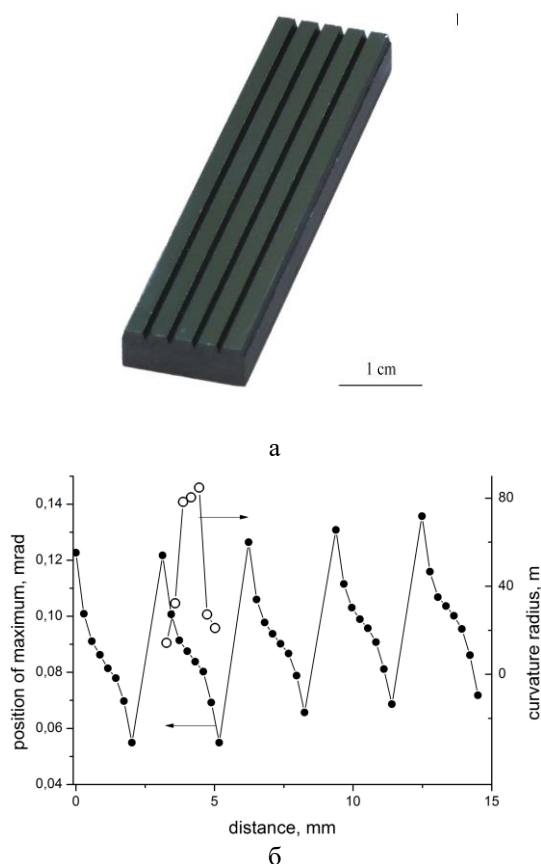


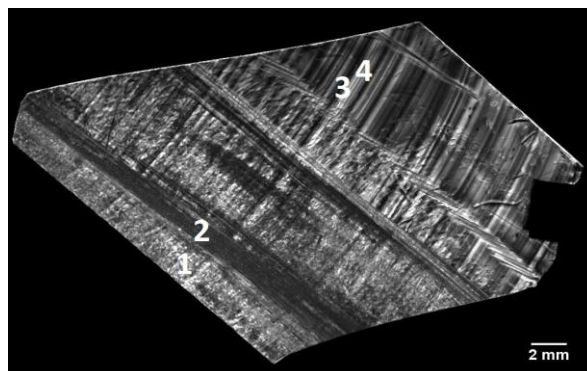
Рис. 1. Вид дефлектора (а) и зависимость положения локальных максимумов кривых качания от координаты поперек кристалла и радиуса изгиба полоски, в зависимости от местоположения (б).

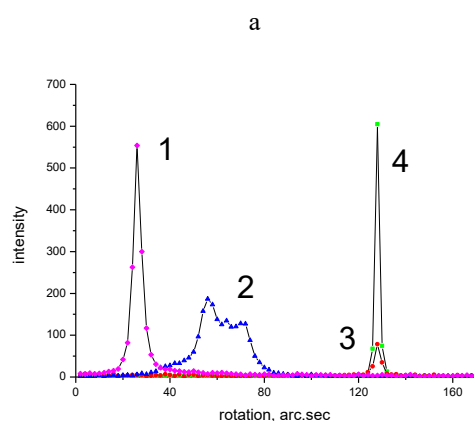
В области физики высоких энергий недавно было разработано [2] новое устройство для многократного отклонения пучка протонов, оно состоит из нескольких изогнутых полосок кремния. В устройстве последовательный изгиб кремниевых полос на поверхности толстой

пластины достигается за счет внутренних напряжений в материале кристалла в результате нанесения механических канавок.

Метод количественной топографии на синхротронном излучении был применен для измерения изгиба отдельных полос дефлектора и кристалла в целом (Рис.1). Были использованы асимметричный монохроматор кремний (511) и симметричное (333) брэгговское отражение образца. Анализ топограмм, полученных при различных углах поворота кристалла, позволил восстановить локальные значения радиусов кривизны кристалла. Результаты измерений сравниваются с результатами, полученными в протонном пучке.

Кристаллы ZnGeP₂ имеют нелинейное поведение в инфракрасной области и их свойства зависят от качества кристалла [3]. Были изучены несколько кристаллов с использованием количественной топографии на синхротронном излучении. Были использованы асимметричный монохроматор кремний (511) и лауэвское отражение образца (336) с практически нулевой дисперсией. Была получена последовательность топограмм в широком угловом диапазоне, которые позволили восстановить распределение по кристаллу его интегральной отражающей способности, максимальной интенсивности и локальной ширины кривой качания. Кристаллы демонстрируют макроскопическую кривизну, субзерна, полосатость роста и другие дефекты. Тем не менее, ширина кривых качания в некоторых областях продемонстрировала высокое кристаллическое совершенство. Результаты будут полезны для совершенствования процесса роста.





б

Рис. 2. Топограмма локальных максимумов отражения кристалла (а) и кривые качания, полученные для нескольких характерных точек (б).

[1]. D. Lübbert, T. Baumbach, J. Härtwig, E. Boller, E. Pernot, *Rev. Nucl. Instrum. Meth.*, B 160, (2000), 521.

[2]. A.G. Afonin, V.T. Baranov, V.A. Maisheev et al, *Instrum. Exp. Tech.* 56 (2013), 617.

[3]. G.A. Verozubova, A.O. Okunev, A.I. Gribenyukov et al, *Journal of Crystal Growth* 312 (2010) 1122.

Трехкомпонентные многослойные зеркала на основе Al для ЭУФ диапазона

Ю.А. Вайнер, С.Ю. Зуев, В.Н. Полковников, М.В. Свечников, Р.А. Шапошников

Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия

e-mail: polkovnikov@ipmras.ru

Наиболее используемым в настоящее время для коротковолновых исследований Солнца является диапазон $\lambda=10-60$ нм. Это связано, главным образом, с достаточно высокой информативностью этого диапазона и с наличием большого количества интенсивных спектральных линий с температурами возбуждения от переходного слоя (0,02 МК) до вспышек (20 МК). При этом можно учесть, что для $\lambda=10-60$ нм в настоящее время хорошо развита многослойная изображающая оптика. В частности, в этом диапазоне можно изготавливать как узкополосные ($\lambda/\Delta\lambda\sim 100$), так и широкополосные ($\lambda/\Delta\lambda\sim 2$) зеркала. Пиковый коэффициент отражения зеркал для оптимизированных многослойных структур здесь может достигать десятков процентов. Хорошо развиты технологии изготовления качественных подложек большого диаметра и компенсации упругих деформаций, вызываемых внутренними напряжениями отражающих покрытий. Всё это в совокупности позволяет изготавливать светосильную оптику.

Для этого спектрального диапазона был выбран ряд линий и спектральных участков [1], представляющих наибольший интерес для решения научных задач. Спектральные линии выбирались из условий, что они излучаются наиболее распространенными в короне Солнца ионами элементов, у которых температуры ионизации существенно различаются и соответствуют различным слоям и структурам солнечной короны. При наличии соответствующей изображающей оптики это позволяет проводить спектральную диагностику короны.

С 1980-х годов базовой парой материалов для синтеза отражающих покрытий, предназначенных для работы в диапазоне длин волн 13-30 нм, в котором чаще всего ранее проводилась диагностика солнечной короны, являлось сочетание молибдена и кремния. Синтезированные зеркала на их основе имеют относительно высокий коэффициент отражения во всем указанном диапазоне, хотя и спадающий в области более длинных волн (70% вблизи 13 нм и до 25% в окрестности 30 нм) [2].

В области длин волн 25-60 нм в качестве базового материала в последнее десятилетие используется магний [3-5], как один из самых прозрачных элементов в этом спектральном

диапазоне.

Несмотря на длительное и успешное применение Mo/Si и Mg-содержащих многослойных зеркал, они обладают рядом серьезных недостатков.

Mo/Si-зеркала имеют недостаточно высокую величину спектральной селективности $\lambda/\Delta\lambda$. В окрестности $\lambda=17,5$ нм эта величина составляет 20, в окрестности 30,4 нм 9 единиц [2] при требуемых сегодня 34 и 30 единицах соответственно [1]. Применение таких зеркал существенно снижает спектральную чувствительность телескопов. Кроме того, как отмечалось выше, пиковое значение коэффициента отражения таких покрытий при приближении к $\lambda=30$ нм снижается до 25%. А это уже влияет на временное разрешение телескопов.

Структуры на основе магния, исходно имея высокое отражение (свыше 40% на $\lambda=30$ нм) отличаются нестабильностью отражательных характеристик во времени, вызванной окислением слоев магния [3]. Нестабильность характеризуется серьезным снижением отражения: до 28-30% для наиболее устойчивых образцов и практически до нуля для наименее стойких.

Выходом является поиск альтернативных структур, одновременно обладающим стабильными характеристиками и удовлетворяющим требованиям, предъявляемым к оптике современных солнечных телескопов. Такими структурами являются зеркала на основе алюминия.

Алюминий, чей L-край поглощения приходится на $\lambda_L=17,04$ нм, является относительно слабо-поглощающим материалом в спектральной области $\lambda>17$ нм и может служить базовым элементом (англоязычный термин «spacer») многослойных зеркал.

Тем не менее для двухкомпонентных зеркал на основе Al характерно наличие значительных шероховатостей, приводящих к снижению коэффициента отражения.

Зеркала на основе Al/SiC для диапазона 17-19 нм изучались, например, в [6,7]. Экспериментально был достигнут коэффициент отражения $\approx 38\%$ [6] против 47% теоретических, что объяснялось перемешиванием алюминия и карбида кремния на границах раздела слоев. В работе [7] величина межслоевой шероховатости

оценивалась равной $\sigma \approx 2,8$ нм при периоде около $d \approx 9$ нм. Для многослойных зеркал Al/Mo максимальный коэффициент отражения составил лишь 33,5% [8], что объяснялось большой шероховатостью слоев алюминия. Исходя из расчетных характеристик зеркал на основе согласно расчетам наиболее перспективной пары материалов Al/Y, в [9] были изучены соответствующие многослойные зеркала. Однако изготовленные образцы показали чрезвычайно малое время жизни. Согласно наблюдаемым коэффициентам отражения зеркала деградировали буквально в первые же часы после синтеза, что объяснялось взаимодиффузией материалов на границах раздела слоев и окислением пленок.

Для обсерватории ТЕСИС были предложены и синтезированы зеркала на основе Al/Zr с пиковым коэффициентом отражения $\approx 56\%$ при спектральной полосе отражения $\Delta\lambda = 0,6$ нм [3]. Эти структуры также обладают значительной протяженностью переходных границ (свыше 1,5 нм). Структуры же на основе Al/Si при меньшем значении $R \approx 45\%$ обладают и меньшей шероховатостью $\sigma \approx 0,6$ нм [1].

Выявленные проблемы в принципе может решить технология синтеза многокомпонентных структур. То есть структур, состоящих более, чем из двух материалов. Этот подход применили авторы [10, 11], предложившие МЗ Al/Mo/SiC и Al/Mo/B₄C. Авторы добились заметного улучшения отражательных характеристик зеркал, оптимизированных на 17,5 нм. Для Al/Mo/SiC коэффициент отражения и спектральная селективность: $R = 53,4\%$, $\lambda/\Delta\lambda = 23$; для Al/Mo/B₄C: $R = 55,5\%$, $\lambda/\Delta\lambda = 20$. Последняя структура также изучалась на длине волны 20,9 нм, при этом $R = 49,8\%$, $\lambda/\Delta\lambda = 15$.

В данной работе развивается тема трехкомпонентных многослойных зеркал на основе алюминия. В частности, предлагаются иные составы, оптимизированные на длины волн в окрестности 17,1 нм, 30,4 нм и 58,4 нм – каналы регистрации солнечных обсерваторий ближайшего будущего.

С базовым материалом всё определено. Большая неопределенность связана с выбором контрастного материала структуры, базирующейся на алюминии. Он должен основываться на анализе оптических свойств перспективных материалов. На рисунке 1 приведены дисперсионные зависимости для величин δ и γ ($\varepsilon = 1 - \delta + i\gamma$) наиболее перспективных элементов, способных составить эффективную отражательную пару с алюминием.

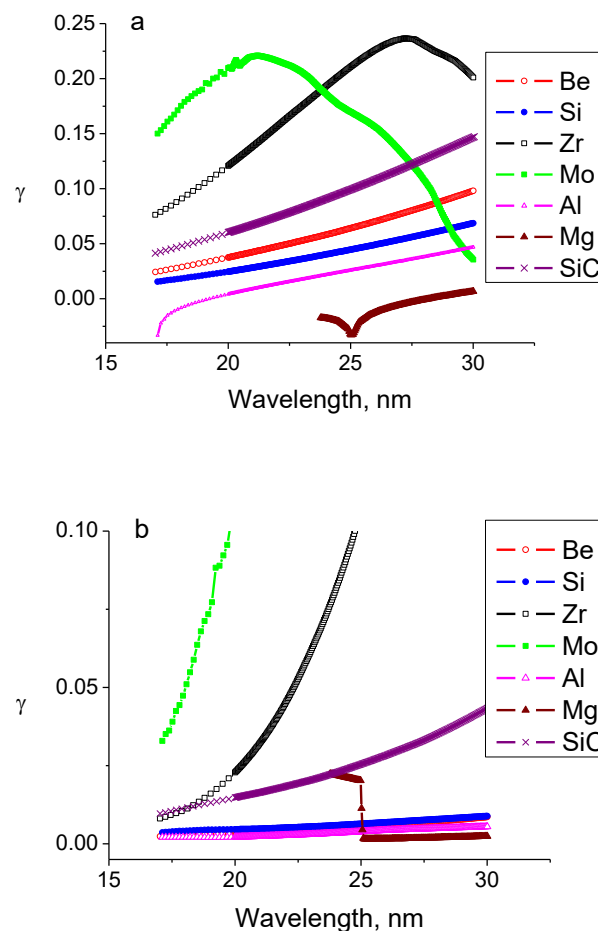


Рис.1. Действительные (а) и мнимые (б) части поправок (относительно единицы) к диэлектрической проницаемости наиболее перспективных материалов.

Традиционно Be рассматривался как spacer в спектральном диапазоне вблизи 11,3 нм. Однако в данном случае мы видим уникальное сочетание оптических констант у Be и Al в области $\lambda > 17$ нм. С одной стороны, наблюдается значительный контраст диэлектрической проницаемости $\delta_{\text{Be}} - \delta_{\text{Al}} \approx 0,05$, что даже больше, чем $\delta_{\text{Si}} - \delta_{\text{Al}}$, и что обеспечивает заметный коэффициент отражения на границе, а с другой, Be- имеет наименьшее в интересующем нас диапазоне поглощение, которое практически совпадает с поглощением Al. Иными словами мы имеем рассеивающий материал с поглощением спэйсера! Все это позволяет ожидать и высоких коэффициентов отражения и спектральной селективности. Остальные материалы, несмотря на больший оптический контраст, имеют слишком большое значение γ , что исключает возможность создания с их участием узкополосных.

На рисунке 2 приведены зависимости пикового значения коэффициента отражения (теоретического и экспериментального) МЗ Al/Be как функций доли слоя бериллия в периоде

структуры, где $d(\text{Be})$ - толщина слоя бериллия, d - период структуры. Для всех образцов период структуры фиксировался вблизи 8,8 нм. Расчеты для идеальной структуры выполнены для той же длины волны, на которой производились измерения синтезированных образцов - $\lambda=17,14$ нм.

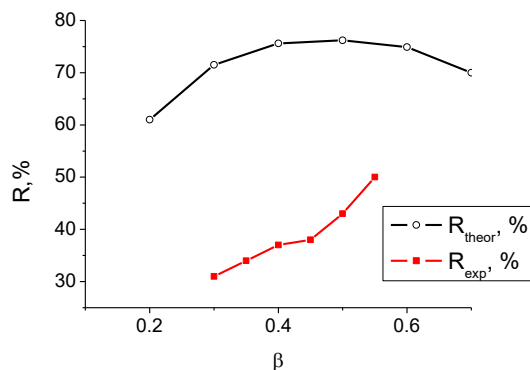


Рис.2. Расчетный и экспериментальный пиковые коэффициенты отражения в зависимости от доли Be в периоде.

Низкие экспериментальные коэффициенты отражения, в первую очередь, объясняются наличием шероховатостей в реальной структуре. Для МЗ с долей алюминия в периоде структуры 0,7 оценка шероховатости слоев алюминия дает 1,6 нм, для доли 0,5 это значение составляет уже 0,93 нм.

Было принято решение так же добавить в структуру слой кремния. Ниже приведена таблица 1, в которой представлены наиболее характерные данные о Al/Be структурах с использованием кремния и без него. Причем положение кремния изменялось. В одних экспериментах он осаждался на бериллий, а поверх него наносились слои алюминия. В других случаях имело место противоположная последовательность материалов. Кроме того, изучались структуры, в которых слои кремния осаждались на обе границы раздела. Последовательность материалов в таблице приведена в направлении от подложки.

Таблица 1. Расчетные коэффициенты отражения, измеренные коэффициенты отражения для структур Al/Be, Al/Si/Be, Si/Al/Si/Be, Be/Si/Al.

	R расч max	R изм max
Al/Be	71	43
Al/Si/Be	73	53,5
Si/Al/Si/Be	70	49
Be/Si/Al	71	60

В таблице 2 приводятся расчетные значения шероховатостей.

Таблица 2. Межслоевые шероховатости Al, Be и Si для структур Al/Be, Al/Si/Be, Si/Al/Si/Be, Be/Si/Al.

	$\sigma \text{ Al}$	$\sigma \text{ Be}$	$\sigma \text{ Si}$
Al/Be	0,93	0,93	-
Al/Si/Be	0,6	0,8	0,6
Si/Al/Si/Be	0,6	0,5	0,7
Be/Si/Al	0,7	0,8	0,5

Из полученных данных можно сделать вывод о том, что осаждение алюминия на слои кремния действительно приводит к заметному снижению шероховатости. Можно предположить, что кремний оказывает некое аморфизирующее воздействие на слои алюминия. В итоге их кристаллиты не успевают развиться до тех же размеров, которые характерны для МЗ Al/Be или Al/Zr.

Таким образом, можно сказать, что наиболее высокие результаты дают Be/Si/Al структуры, поэтому именно они будут использоваться при работе на данной длине волны. Более того, для этих структур на рефлектометре снималась спектральная зависимость коэффициента отражения. Измеренная полуширина пика отражения составила 0,4 нм, то есть оказалась в рамках требований, предъявляемых к зеркалам солнечных обсерваторий.

Аналогичные эффекты ожидаются и для Be/Si/Al, оптимизированных на 30,4 нм, и для Mo/Si/Al для 17,1 нм и 58,4 нм.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 15-02-07753.

- [1] Chkhalo N.I., Kunstner S., Polkovnikov V.N., *et al.*, *Applied Optics*, V. 55, 2126-2135 (2016).
- [2] И. Л. Житник, С. В. Кузин, В. А. Слемзин, *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, №1, 19-27 (1999).
- [3] Зуев С.Ю., Кузин С.В., Полковников В.Н., и др., *Известия РАН. Серия физическая*, 74 (1), 58 (2010).
- [4] H. Maury, P. Jonnard, K. Le Guen, *The European Physical Journal B*, V. 64., 193-199 (2008).
- [5] A. Aquila, F. Salmassi, Yanwei Liu, *Optics Express*, V. 17, 22102-22107 (2009).
- [6] E. Meltchakov, C. Hecquet, M. Rouillay et al., *Appl. Phys. A*, V.98., 111-117 (2010).
- [7] P. Jonnard, K. Le Guen, M.-H. Hu, *Proc. SPIE.*, V.7360, 73600O-1-73600O-9 (2009).
- [8] H. Nii, M. Niibe, H. Kinoshita, Y. Sugie, *J. Synchrotron Radiat.*, V.5., 702-4 (1998).
- [9] D.L. Windt, *Proc. SPIE.*, V.3448, 280-290 (1998).
- [10] E. Meltchakov, A. Ziani, F. Auchere et al., *Proc. SPIE.*, V.8168, 816819-1-816819-9 (2011).
- [11] M.H. Hu, K. Le Guen, J.M. Andre et al., *Opt. Express*, V.18, 20019-20028 (2010).

Сравнительные рентгенодифракционные исследования эпитаксиальных CVD пленок германия и алмаза

И.А. Прохоров¹, Д.А. Романов², А.Э. Волошин³, В.Г. Ральченко⁴, А.П. Большаков⁴,
А.А. Хомич⁵, Б.В. Петухов³, С.С. Стрельченко²

¹Лаборатория Космического материаловедения ИК РАН - филиал Федерального государственного учреждения ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Калуга, Россия

²Московский государственный технический университет

им. Н.Э. Баумана. Калужский филиал, Россия

³Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия

⁴Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва, Россия

⁵Институт радиотехники и электроники им. В. А. Котельникова РАН, Фрязино, Россия

e-mail: igor.prokhorov@mail.ru

Монокристаллы синтетического алмаза благодаря уникальным свойствам этого материала – высокой твердости, химической и радиационной стойкости, малому коэффициенту теплового расширения и высокой теплопроводности (особенно изотопически модифицированных кристаллов) [1], находят всё более широкое применение в различных областях науки и техники. При этом особенно многообещающими являются кристаллы, получаемые методом осаждения из газовой фазы (chemical vapor deposition – CVD) [2, 3], так как этот ростовой процесс позволяет получать не только наиболее чистые кристаллы, но и прецизионно управлять содержанием примеси, что особенно важно в электронных и некоторых оптических применениях. Однако получение совершенных по структуре CVD кристаллов по-прежнему остаётся проблемой. Это связано, в частности, с ухудшением структурного совершенства пленок в результате релаксации упругих напряжений, возникающих в эпитаксиальных структурах из-за несоответствия периодов кристаллических решеток подложки и пленки. В гомоэпитаксиальных нелегированных пленках алмаза природного изотопного состава, выращенных на подложках из Ib алмаза, несоответствие периодов ($\Delta a/a \sim 4.8 \cdot 10^{-5}$ [4]) связано, преимущественно, с различием в концентрации основной примеси – азота, в пленке (более чистый материал) и в подложке, где содержание азота может достигать 0.5 ат. % ($\sim 10^{21}$ см⁻³). Значительного повышения уровня упругих напряжений можно ожидать в изотопически модифицированных пленках алмаза ¹³C, для которых несоответствие периодов решеток составляет $\Delta a/a \sim 1.5 \cdot 10^{-4}$ [5].

В настоящее время для изучения напряженного состояния эпитаксиальных пленок широко используют рентгеноструктурные методы исследования, позволяющие, в отдельных случаях, получать детальную информацию о таких важнейших параметрах композиций, как величина несоответствия, уровень упругой и скачки пластической деформаций на границах раздела фаз даже в многослойных

гетероструктурах [6]. Однако в ряде случаев использование существующих подходов изучения релаксационных процессов затруднено. В частности, это относится к эпитаксиальным структурам алмаза, химическая инертность которого практически исключает возможность использования селективного травления для исследования реальной структуры этих кристаллов (за исключением может быть плазменного травления непосредственно в CVD реакторе). Учитывая, что алмаз является кристаллографическим аналогом германия, можно ожидать, что процессы релаксации в этих материалах проходят схожим образом.

В настоящей работе проведены сравнительные исследования особенностей деформации и реальной структуры гомоэпитаксиальных пленок алмаза и германия.

Монокристаллические пленки алмаза получены методом осаждения из газовой фазы в специализированном реакторе ARDIS-100 в плазме СВЧ разряда (частота 2.45 ГГц) в смесях метан-водород при температуре подложки $T \sim 950^\circ\text{C}$ [3]. В качестве подложек использовали пластины алмаза типа Ib с ориентацией {001}, толщиной (0.5 – 0.9) мм и линейными размерами от 3×3 мм² до 5×5 мм². Скорость роста составляла 9 мкм/час.

Синтез изотопически модифицированной пленки алмаза ¹³C толщиной 80 мкм проводили с использованием обогащенного по изотопу ¹³C до 99,96% метана (¹³CH₄).

Гомоэпитаксиальные пленки германия толщиной $t \sim 1 - 200$ мкм, легированные бором до концентрации $\sim 8 \cdot 10^{18}$ см⁻³, были выращены газотранспортным методом в хлоридной системе при температуре $T \sim 820^\circ\text{C}$ на подложках из германия марки ГДГ-3 с ориентацией {001} и {111}. Послойное изменение толщины образцов осуществляли полирующим химическим травлением со стороны эпитаксиальной пленки, толщину контролировали индикатором с точностью ± 1 мкм.

Исследования методами двухкристальной рентгеновской дифрактометрии и топографии про-

водили на двухкристальном рентгеновском дифрактометре в $\text{CuK}_{\alpha 1}$ излучении. Для расширения пучка и формирования почти плоской волны использовали сильно асимметричное отражение 511 от монохроматора из высокосовершенного бездислокационного германия марки ГДГ-3 (угол Брэгга $\theta \sim 45.0^\circ$, фактор асимметрии отражения $b \sim 0.01$, расходимость пучка после монохроматора составляет $\sim 0.5''$). Исследования пластин алмаза проводили в отражении 113 (угол Брэгга $\theta \sim 46.0^\circ$), хорошо согласующемся по межплоскостному расстоянию с отражением 511 от германия. Радиус кривизны пластин определяли с использованием двойной щели по методике [7] с чувствительностью до $R \sim 500$ м. При топографических исследованиях использовали щель шириной ~ 0.5 см.

Однокристалльные рентгенотопографические исследования в геометрии Лауэ (на просвет) с выявлением особенностей распределения дефектов в объёме кристаллов проводили методом Ланга в $\text{MoK}_{\alpha 1}$ излучении.

Проведённые нами рентгенодифракционные исследования CVD плёнок алмаза высокого оптического качества (прозрачных, бесцветных), отделённых от подложек лазерной резкой с последующей механической полировкой, выявили ряд структурных особенностей образцов, сформировавшихся в процессе их получения. Прежде всего, следует отметить значительный изгиб ряда исследованных пластин с радиусом кривизны $R \sim 4$ м.

С целью установления причины изгиба однородных по составу нелегированных плёнок алмаза рассмотрим особенности распределения упругих напряжений в двухслойных структурах с отличающимися периодами кристаллических решеток подложки и пленки.

При однородном распределении примеси в эпитаксиальной пленке напряжения в структуре распределены следующим образом [8]:

$$\sigma_{xx} = 0, \quad \sigma_{yy}(x) = \sigma_{zz}(x) = \sigma(x);$$

напряжения в пленке:

$$\sigma_{пл}(x) = -\sigma_{\max} \left[1 - \frac{t}{2h} - \frac{3tx}{2h^2} \left(1 - \frac{t}{2h} \right) \right]; \quad (2)$$

напряжения в подложке:

$$\sigma_{подл}(x) = -\sigma_{\max} \left[\frac{t}{2h} + \frac{3tx}{2h^2} \left(1 - \frac{t}{2h} \right) \right], \quad (3)$$

где $\sigma_{\max} = 2G(1+\nu)f/(1-\nu)$, G – модуль сдвига, ν – коэффициент Пуассона, t – толщина эпитаксиальной пленки, $2h$ – полная толщина структуры.

В общем случае распределение напряжений в эпитаксиальной структуре имеет следующие особенности (рис. 1):

- изменение величины и знака напряжений при переходе через границу раздела пленка – подложка i с координатой $x_i = h - t$;
- изменение знака напряжений при переходе через плоскость нулевой деформации подложки

(нейтраль m) с координатой $x_m = -h / 3(1-t/2h)$, определяемой из условия $\sigma_{подл}(x_m) = 0$;

– изменение знака напряжений при переходе через плоскость нулевой деформации в пленке (нейтраль n) с координатой $x_n = 2h^2/3t$, удовлетворяющей условию $\sigma_{пл}(x_n) = 0$. Нейтраль в эпитаксиальной пленке появляется при $t > c/2$ (c – толщина подложки).

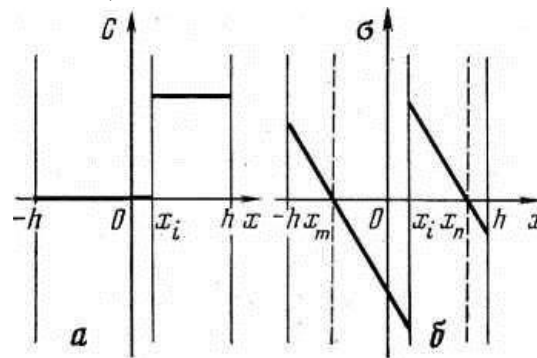


Рис. 1. Схема распределения примеси (а) и упругих напряжений (б) в эпитаксиальной структуре.

Наличие особых точек на профиле распределения упругих напряжений по толщине эпитаксиальной структуры и изменение положения нейтралей m и n с ростом t необходимо учитывать при рассмотрении особенностей формирования дислокационной структуры эпитаксиальных слоев, поскольку в этих областях происходит скопление дислокаций независимо от способа их образования в эпитаксиальных структурах (Рис. 2).



Рис. 2. Микрофотография селективно травленого скола эпитаксиальной структуры $\text{Ge(B)}/\text{Ge}$ (111) при $t > c/2$. Наблюдаются дислокации несоответствия (i) и дислокации в подложке и пленке в нейтральных m и n системах. Пунктиром отмечена область перемещения нейтральной m с ростом толщины пленки.

Таким образом, в результате релаксации упругих напряжений в эпитаксиальных структурах формируется достаточно сложное распределение дислокаций, обусловленное неоднородной по толщине пластической деформацией [9]. Это, в частности, проявляется в остаточном изгибе первоначально однородных неизогнутых подложек Ge после травливания эпитаксиальной пленки (Рис. 3). Наличие остаточного изгиба подложки после травливания пленки, и сложный характер изменения кривизны подложки при ее дальнейшем послойном утонении свидетельствует о значительных пластических изменениях, прошедших в пер-

воначально однородной неизогнутой подложке.

Из-за неоднородного по толщине пленок распределения дислокаций аналогичные процессы должны проходить и в пленках при получении слоев значительной толщины.

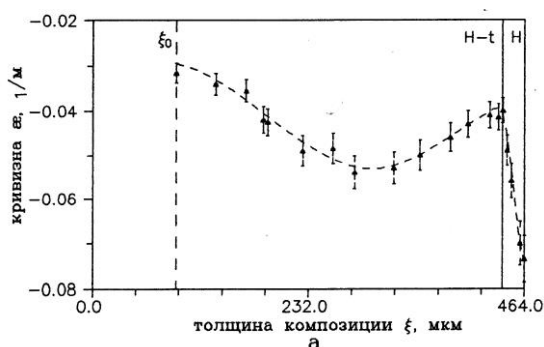


Рис. 3. Изменение кривизны $\varepsilon = 1/R$ эпитаксиальной структуры германия при послойном травлении со стороны пленки. Травление осуществляется послойно до толщины $\xi = \xi_0$, минимальное значение которой ограничено разрушением образца или невозможностью надежного определения его кривизны при меньших толщинах.

Полученные результаты по особенностям протекания релаксационных процессов в эпитаксиальных структурах германия, являющегося кристаллографическим аналогом алмаза, можно использовать при анализе структурных особенностей и деформации гомоэпитаксиальных CVD пленок алмаза.

На Рис. 4 представлена топограмма поперечного (110) среза гомоэпитаксиальной структуры алмаза. Наблюдается формирование пучков дислокаций на интерфейсе пленка-подложка i , обусловленное, очевидно, релаксацией упругих напряжений, возникающих в системе из-за несоответствия в периодах решеток подложки и пленки.

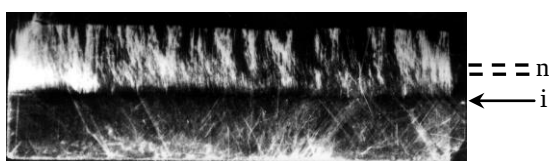


Рис. 4. Двухкристальная рентгеновская топограмма поперечного (110) среза двухслойной структуры алмаза, толщина пленки $t = 620$ мкм, толщина подложки $s = 560$ мкм. Стрелкой показана граница раздела пленка-подложка i . Пунктирами отмечена область перемещения нейтрала n в пленке.

Оценочные расчеты положения особых точек на профиле распределения упругих напряжений по толщине исследованной двухслойной структуры алмаза, выполненные с использованием уравнений (1) и (2), дали следующие результаты:

$x_n = 2h^2 / 3t = 374$ мкм – координата нейтрала в пленке, если пренебречь релаксационными процессами. Изменение знака напряжений в пленке начи-

нается при толщинах пленок, примерно равных половине толщины подложки. В этой области должны наблюдаться особенности дислокационной структуры. В рассматриваемом случае $c/2 = 280$ мкм. На рентгеновской топограмме (Рис. 4) в области изменения знака напряжений в пленке (пунктирные линии) действительно наблюдается слабо выраженная особенность в распределении дислокаций.

Таким образом, особенности в распределении дислокаций в эпитаксиальных структурах германия и алмаза находятся в соответствии с распределением упругих напряжений в двухслойных структурах и обуславливают появление остаточного пластического изгиба подложек и пленок.

В то же время следует отметить различие в протекании релаксационных процессов в эпитаксиальных структурах германия и алмаза. Процесс релаксации упругих напряжений в структурах германия сопровождается формированием сетки 60 - градусных дислокаций несоответствия [8] (Рис. 5а). При релаксации напряжений в структурах алмаза, как видно из рисунка 5б, задействуется иная система скольжения дислокаций с образованием дислокаций несоответствия другого типа. Причина такого различия требует отдельного рассмотрения.

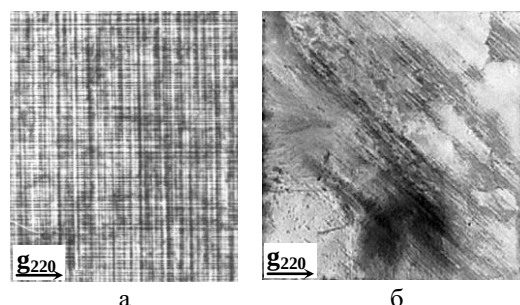


Рис. 5. Рентгеновские топограммы гомоэпитаксиальных структур германия Ge(B)/Ge (001) (а) и алмаза $^{13}\text{C}/^{12}\text{C (001)}$ (б). Метод Ланга, $\text{MoK}_{\alpha 1}$ излучение, отражение 220.

- [1] Wandersande J.W. In: Properties and Growth of Diamond. L.: The Inst. Electric. Eng., 33 (1994).
- [2] Balmer R.S., Brandon J.R. et al., J. Phys.: Condens. Matter., **21**, 364211 (2009).
- [3] Большаков А.П., Ральченко В.Г., и др., Прикладная физика, **6**, 104 (2011).
- [4] Prokhorov I.A., Ralchenko V.G., Bolshakov A.P. et al., Crystallography Reports, **58**, No. 7, 1010 (2013).
- [5] Holloway H.A., Hess R.A., Tamor M.K., et al., Phys. Rev. B, **44**, 7123 (1991).
- [6] Хапачев Ю. Я, Чуховский Ф. Н., Кристаллография, **34**, № 3, 776 (1989).
- [7] Прохоров И.А., Захаров Б.Г., Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед., №2, 106 (1999).
- [8] Прохоров И.А., Захаров Б.Г., и др., Поверхность. Физика, химия, механика, **5**, 23 (1983).
- [9] Маньшин В.С., Прохоров И.А., и др., Кристаллография, **37**, вып. 5, 1287 (1992).

Влияние упругих деформаций на дифракцию рентгеновских лучей от полупроводникового кристалла с металлической поверхностной решеткой

В.И. Пунегов

Коми Научный Центр УрО РАН, 167982, Сыктывкар, Россия

e-mail: vpunegov@dm.komisc.ru

Тонкопленочные полосы (линии) одного материала (металла) на поверхности кристаллической подложки другого материала (полупроводника) имеют широкое применение в приборах микро- и нанoeлектроники, в частности, в технологии интегральных схем [1], а также при создании дифракционных решеток [2]. Анализ искажений кристаллической решетки под действием краевых сил пленки впервые выполнен в работе [3]. Позже предложено несколько различных моделей для изучения напряжений в системе пленка-подложка [4].

Для исследования влияния упругих деформаций на дифракцию рентгеновских лучей (ДРЛ) от полупроводникового кристалла с металлической поверхностной решеткой (МПР) будем исходить из первой, наиболее простой модели краевых сил [4]. Согласно этой модели, на краю пленки, лежащей на полубесконечной подложке из другого материала, концентрируется сила $F = \sigma_f h_f$ в направлении, параллельном интерфейсу, где σ_f - компонента напряжения, присутствующая у края пленки, h_f - толщина пленки. В рамках модели краевых сил компоненты напряжений кристаллической решетки имеют вид

$$\sigma_x = -B \left(\frac{x^3}{(x^2 + z^2)^2} \right), \quad \sigma_z = -B \left(\frac{xz^2}{(x^2 + z^2)^2} \right),$$

$$\tau_{zx} = -B \left(\frac{x^2 z}{(x^2 + z^2)^2} \right), \quad \text{где } B = 2F_f / \pi,$$

На дифракцию рентгеновских лучей в геометрии Брэгга влияют деформации, распределенные по толщине кристалла

$$\varepsilon_{zz} = -\frac{B}{E} \left(\frac{xz^2}{(x^2 + z^2)^2} - \nu \frac{x^3}{(x^2 + z^2)^2} \right) \quad (1)$$

где ν - коэффициент Пуассона, E - модуль Юнга. Составляющая поля атомных смещений находится интегрированием (1) и имеет вид

$$u_z = \frac{B}{E} \left((1 + \nu) \frac{xz}{2(x^2 + z^2)} - (1 - \nu) \frac{1}{2} \arctan \frac{z}{x} \right). \quad (2)$$

Ранее ДРЛ на кристалле с МПР исследовалась на основе феноменологической модели [2]. Однако формирование сегментальной структуры рентгеновских полей в объеме кристалла в рамках этой модели являлось лишь предположением. Строгий подход к динамической дифракции в кристалле с периодически расположенными поглопителями без учета упругих деформаций в

приповерхностном слое предложен в [5]. Однако на расчетной карте углового распределения интенсивности рассеяния в обратном пространстве отсутствовали некоторые дифракционные порядки (сателлиты), которые возникают на экспериментально измеренных картах. Для исследования этого несоответствия рассмотрим более сложную модель ДРЛ.

Для простоты, рассмотрим симметричную брэгговскую дифракцию на периодически деформированном кристалле с МПР (рис.1). Пусть на поверхность кристалла под углом $\theta = \theta_B + \omega$ падает плоская рентгеновская волна, где ω - отклонение рентгеновского пучка от угла Брэгга θ_B . Уравнения для произвольного дифракционного порядка с номером n имеют вид [6]:

$$\begin{cases} \frac{\partial \hat{E}_{0,n}(\kappa, \eta; z)}{\partial z} = i[a_0 - n\kappa_\Lambda \cot \theta_B] \hat{E}_{0,n}(\kappa, \eta; z) \\ \quad + ia_{-h} \sum_{m=-\infty}^{\infty} B_m(z) \hat{E}_{h,n-m}(\kappa, \eta; z) \\ - \frac{\partial \hat{E}_{h,n}(\kappa, \eta; z)}{\partial z} = i[a_0 + \eta - n\kappa_\Lambda \cot \theta_B] \hat{E}_{h,n}(\kappa, \eta; z) \\ \quad + ia_h \sum_{m=-\infty}^{\infty} B_m(z) \hat{E}_{0,n-m}(\kappa, \eta; z) \end{cases} \quad (3)$$

в которых присутствуют коэффициенты $a_0 = \pi\chi_0 / (\lambda\gamma_0)$ и $a_{h,\bar{h}} = C\pi\chi_{h,\bar{h}} / (\lambda\gamma_{h,\bar{h}})$, а также угловой параметр $\eta = 4\pi \cos(\theta_B) \omega / \lambda$, используемый в двухкристалльной дифрактометрии в режиме $\theta - 2\theta$ сканирования. Здесь λ - длина волны рентгеновского излучения в вакууме, C - поляризационный фактор, $\chi_g = -r_0 \lambda^2 F_g / (\pi V_c)$ ($g = 0, h, \bar{h}$) - Фурье-компонента рентгеновской поляризуемости, V_c - объем элементарной ячейки, $r_0 = e^2 / (mc^2)$ - классический радиус электрона, e, m - заряд и масса электрона, F_g - структурный фактор. Величина вектора обратной решетки равна $h = 2\pi / d_{hkl}$, где d_{hkl} - межплоскостное расстояние, $\kappa_\Lambda = 2\pi / \Lambda$ - волновое число латеральной модуляции, Λ - период МПР.

Фурье коэффициенты в уравнениях (3)

$$B_m(z) = (2\pi)^{-1} \int_0^{2\pi} \exp[i(hu_z(\varphi/\kappa_\Lambda, z) + m\varphi)] d\varphi \quad (4)$$

в общем случае описывают профиль произвольной периодической деформации кристаллической решетки в латеральном направлении x (рис.1).

Для периодически расположенных $(2N+1)$ металлических полос общее поле смещений запишется в виде суперпозиции смещений $u_{z,stripe}(x, z)$

$$u_{z,grating}(x, z) = \sum_{n=-N}^N u_{z,stripe}(x + n\Lambda, z),$$

где

$u_{z,stripe}(x, z) = u_z(x - l_w/2, z) - u_z(x + l_w/2, z)$ – решеточные смещения для одной полосы шириной l_w . Распределение упругих атомных смещений в приповерхностном слое кристалла с МПР показано на рис. 2.

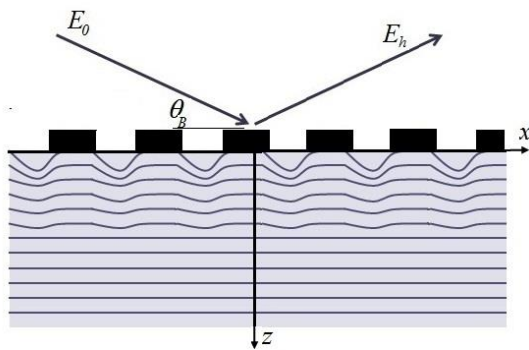


Рис.1. Схема дифракции РЛ на кристалле с МПР

Система уравнений (3) может быть решена с учетом граничных условий для кристалла с МПР. Граничные условия в обратном пространстве задаются функцией вида [5]

$$\hat{f}(\kappa) = \frac{\sin(\kappa\Lambda N/2)}{\sin(\kappa\Lambda/2)} \left[\frac{(1-\gamma) \frac{\sin(\kappa(\Lambda-l_w)/2)}{\kappa/2}}{1 + \gamma \frac{\sin(\kappa\Lambda/2)}{\kappa/2}} \right]. \quad (5)$$

Результаты экспериментов с использованием комбинационного рассеяния и рентгеновской дифракции показали, что наличие металлических полос вольфрама на поверхности кремния вызывает сжатие кристаллической решетки в кремнии под этими полосами и растяжение в свободной области кремния между металлическими линиями [7].

Распределение интенсивности рассеяния от кристалла с МПР с учетом наведенных периодических деформаций может быть рассчитано с использованием уравнений (3) и граничных условий (5).

Следует отметить, что в одномодовом режиме (без учета динамического взаимодействия между отдельными дифракционными порядками) можно использовать процедуру рекуррентных соотношений. В этом случае кристалл разбивается на элементарные слои толщинами $l_z^{(p)}$, где $p=1,2,\dots,P$. В пределах этих слоев зависящие от координаты z Фурье коэффициенты $B_n(z)$ можно считать постоянными параметрами $B_n^{(p)} = B_n(z^{(p)} - z^{(p-1)} = l_z^{(p)})$, где p – номер слоя. Тогда система дифференциальных уравнений (1) может быть представлена в виде рекуррентных соотношений.

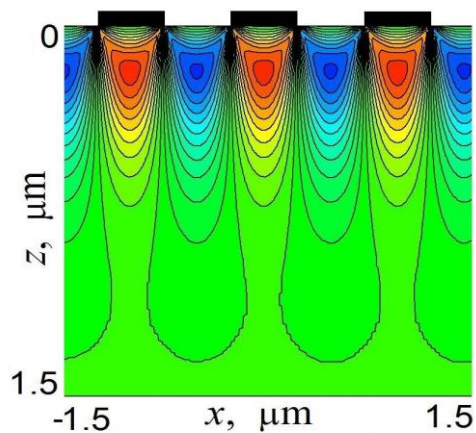


Рис. 2. Поле упругих смещений кристаллической решетки кремния $u_z(x, z)$, вызванные металлической поверхностной решеткой из вольфрама, ширина каждой полосы $0.5 \mu\text{m}$, толщиной $0.1 \mu\text{m}$. Период решетки $1.0 \mu\text{m}$. Контурные линии равных смещений представлены в линейном масштабе, максимальное значение $u_z^{(\max)} = 0.06 \text{ nm}$ (красный цвет), минимальное значение $u_z^{(\min)} = -0.02 \text{ nm}$ (синий цвет). Разность между соседними линиями $\Delta u_z = 0.005 \text{ nm}$.

Численное моделирование углового распределения интенсивности рассеяния выполнено для кристалла кремния с поверхностной решеткой из вольфрама. Период решетки 1 мкм , ширина металлической полосы 0.45 мкм , ее толщина 100 нм . Используются табличные данные для симметричного (111) отражения σ -поляризованного рентгеновского $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -излучения с длиной волны $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ (см. ссылку [8] и указанный в ней адрес сайта “X-Ray Server”). Длина первичной экстинкции составляла $l_{\text{ext}} = 1.51 \mu\text{m}$. Угол Брэгга для выбранного отражения равен 14.221° угл. град., межплоскостное расстояние $d_{111} = 3.1355 \text{ \AA}$. Данные для вычисления упругих деформаций в W/Si решетке взяты из [7]

Для вычисления углового распределения интенсивности дифракционного излучения в обратном пространстве (Reciprocal Space Maps (RSM)) для пучка РЛ шириной $100\text{ }\mu\text{m}$ число засвеченных периодов $N=400$. При расчетах учитывалось влияние инструментальной функции [5]. Все расчетные контуры равной интенсивности на RSM представлены в логарифмическом масштабе, отношение интенсивностей между соседними линиями составляет 0.178.

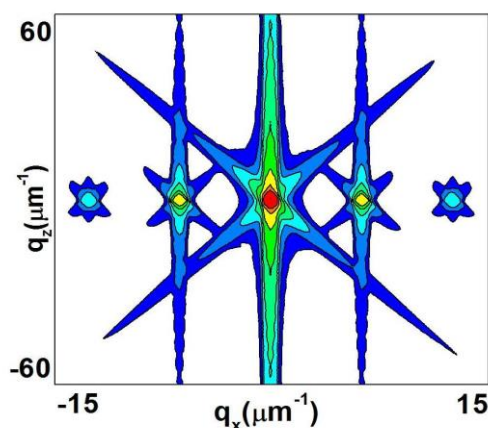


Рис.3. Карта углового распределения интенсивности рассеяния в обратном пространстве от кристалла Si с периодическими упругими деформациями в приповерхностном слое без металлических поглотителей.

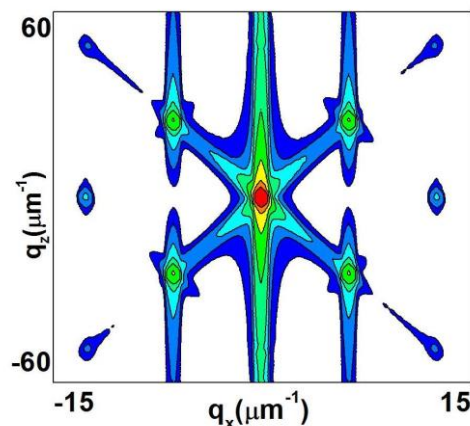


Рис. 4. Карта углового распределения интенсивности рассеяния в обратном пространстве от системы W/Si без упругих деформаций в приповерхностном слое.

Без учета периодических деформаций кристаллической решетки отсутствует ряд латеральных спутников (рис.4), которые имеются на экспериментально измеренных RSM [2].

На рис.5. приведены результаты численного моделирования рентгеновской дифракции в кристалле кремния с вольфрамовой МПР. Периодическое расположение металлических полос на поверхности кристалла вызывает периодическое

распределение деформаций в приповерхностной области. Если считать, что МПР на поверхности отсутствует, а индуцированные упругие напряжения остаются, то угловое распределение интенсивности рассеяния имеет вид чередующихся в латеральном направлении дифракционных порядков (рис.3).

Сравнивая рисунки 4 и 5 видно, что с учетом индуцированных МПР упругих смещений угловое распределение интенсивности рассеяния изменяется. На RSM появляются интенсивные латеральные спутники, отсутствующие на рис.4. Поскольку такие спутники наблюдаются и на экспериментальных картах, учет упругих деформаций в приповерхностной области кристалла необходим в процессе анализа рентгеновской дифракции от объектов с МПР.

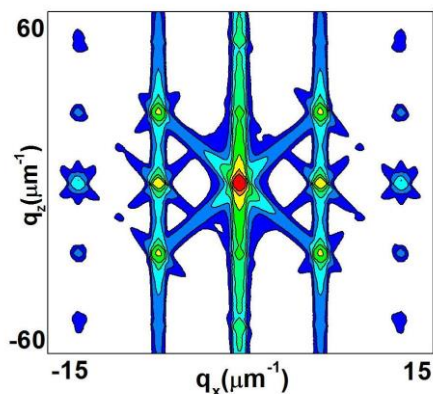


Рис. 5. Карта углового распределения интенсивности рассеяния в обратном пространстве от системы W/Si с периодическими упругими деформациями в приповерхностном слое.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке программы фундаментальных исследований УрО РАН (проект 15-9-1-13) и РФФИ (проект 16-43-110350).

- [1] Arai T., J. Materials Science and Chemical Engineering, **4**, 29 (2016)
- [2] Irzhak D.V. et al., J. Appl. Cryst. **48**, 1159 (2015)
- [3] Blech A., Meieran E. S., J. Appl. Phys. **38**, 2913 (1967)
- [4] Hu S.M., Appl. Phys. Lett. **32**, 5(1978)
- [5] Пунегов В.И., Колосов С.И., Письма в ЖЭТФ, **102**, 159 (2015)
- [6] Punegov V.I. et al., J. Appl. Cryst. **43**, 520 (2010)
- [7] De Wolf I. et al., J. Appl. Phys. **85**, 6477 (1999)
- [8] Stepanov S., Forrest R., J. Appl. Cryst. **41**, 958 (2008)

Рентгеновская оптика в ИПТМ РАН

Д.В. Рощупкин, Д.В. Иржак, О.В. Кононенко

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия
e-mail: rochtchr@iptm.ru

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук (ИПТМ РАН) является основателем трех принципиальных фундаментальных научных направлений: (1) металлическая электроника (спинтроника); (2) рентгеновская оптика; (3) графен.

Направление рентгеновской оптики в ИПТМ РАН развивается с 1984 года и включает в себя как создание рентгенооптических элементов, так и использование современных рентгеновских методов для диагностики материалов и устройств микро- и нанoeлектроники на лабораторных и синхротронных источниках рентгеновского излучения. В докладе рассмотрены вопросы применения рентгеновских методов для исследования графена и акустических волновых процессов в твердых телах.

Перспективы развития современной микро- и нанoeлектроники связаны с использованием 2D кристаллов (графен, оксид графена, MoS_2 и др.), которые обладают уникальными физическими свойствами. Графен был впервые получен методом послойного расщепления кристаллов графита [1]. Сегодня для получения графена используют методы молекулярно-лучевой эпитаксии, CVD и ALD на поверхности Ni или Cu фольги. В дальнейшем осуществляется перенос пленки графена на реальные подложки. Здесь стоит задача прямого синтеза графена на подложках. Рассмотрим возможность CVD синтеза графена на пьезоэлектрических подложках кристалла $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Ta}_{0.5}\text{O}_{14}$ (LGT).

Для прямого синтеза графена был выбран X – срез пьезоэлектрического кристалла LGT. В X – срезе кристалла LGT плоскости (110) параллельны поверхности кристалла. Исходная подложка оказывает влияние на процесс роста пленки графена. На рис. 1 схематично представлено соответствие структуры пленки графена и структуры X – среза кристалла LGT. Структура пленки графена имеет хорошее кристаллографическое соответствие со слоями атомов Ga и La элементарной ячейкой LGT в плоскости X. Используемые для роста графена подложки X – срез кристалла LGT имели размер $12 \times 12 \text{ мм}^2$ при толщине подложки 1 мм. Отметим, что шероховатость поверхности подложки не превышала $3 \text{ \AA}$ при толщине нарушенного слоя не более $40 \text{ \AA}$. Отметим, что кристалл LGT, как и

все кристаллы семейства лангасита, обладает хорошими термическими свойствами (очень маленькие значения коэффициента термического расширения, отсутствие фазовых переходов вплоть до температуры плавления $\sim 1500^\circ\text{C}$) [2]. Более того отметим, что X – срез кристалла LGT является полярным, так как пьезоэлектрически активная ось X $\{110\}$ является нормальной к поверхности X – среза. Наличие полярного направления приводит к разделению пьезоэлектрических зарядов между двумя поверхностями подложки (отрицательная и положительная поверхности), которые также могут принимать участие в процесс роста пленки графена.

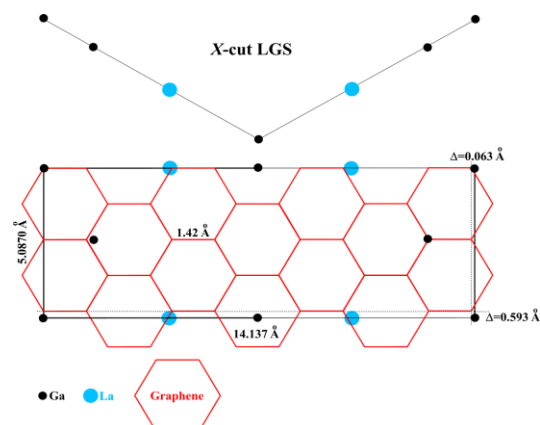


Рис. 1. Положение решетки графена на поверхности X-среза кристалла LGT.

Пленка графена на поверхности подложки LGT была выращена методом CVD в условиях низкого давления и отсутствия потока газа. Подложки X – срез кристалла LGT были помещены в кварцевый реактор, который затем был откачан до давления 10^{-6} Торр. Затем реактор был введен в печь и разогрет до температуры синтеза $\sim 1000^\circ\text{C}$. После нагрева подложки в реакторе до температуры реакции, реактор был заполнен ацетиленом до давления 0.5 Торр. В течении 30 минут подложка находится в реакторе в атмосфере ацетилена. Затем реактор извлекается из печи.

На рис. 2 представлен рамановский спектр графена, синтезированного на поверхности X – срез кристалла LGT. Спектр был измерен с использованием голубого лазера с длиной волны 488 нм. Соотношение интенсивностей двух пиков $I_{2D}/I_G \approx 0.9$ демонстрирует, что синтезированная на поверхности X – срез кристалла LGT

пленка графена состоит из нескольких слоев. На рис. 3 представлена РЭМ микрофотография графена, выращенного методом CVD на поверхности кристалла LGT.

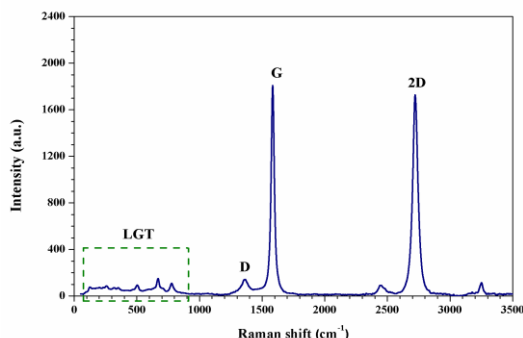


Рис. 2. Рамановский спектр графена на подложке LGT.

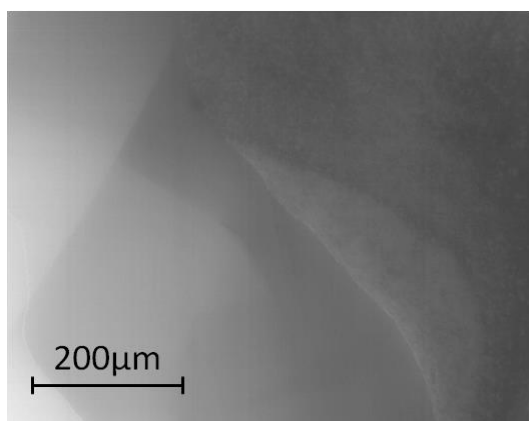


Рис. 3. РЭМ микрофотография графена, выращенного на поверхности X-среза кристалла LGT.

Образец графена, синтезированного на поверхности X-среза кристалла LGT был исследован методом рентгеновской абсорбционной спектроскопии. Рентгеновская абсорбционная спектроскопия, или NEXAFS (Near-Edge X-ray Absorption Fine Structure) -спектроскопия, использующая связь спектральных характеристик ближней тонкой структуры (NFS, near fine structure) рентгеновских спектров поглощения (X-ray absorption spectrum - XAS) с параметрами локальной атомной и электронной структуры исследуемого вещества вблизи поглощающего атома, является в настоящее время одним из наиболее мощных экспериментальных методов исследования структуры вещества.

Исследование спектров поглощения атомов углерода графена на LGT были выполнены на Российско-Германской оптической линии источника синхротронного излучения BESSY II. Исследуемые образцы были помещены в высоковакуумную измерительную камеру с давлением остаточных газов $\sim 5 \cdot 10^{-10}$ Торг.

На рис. 4 представлены угловые зависимости спектров поглощения C в графене. Следует отметить в первую очередь, что спектр графена при первичном рассмотрении по общему виду ближней тонкой структуры, числу и энергетическим

положениям ее основных деталей A–F прекрасно воспроизводит все основные особенности спектра кристалла пирогрфита HOPG. Это означает, что по аналогии с графитом наиболее характерные пики поглощения (резонансы) A и B–C в обсуждаемом спектре связаны с дипольно-разрешенными переходами электронов атома углерода в свободные состояния π – и σ –симметрии зоны проводимости кристалла графита, которые формируются из $\pi 2p_z$ – и $\sigma 2p_{x,y}$ – состояний атомов углерода, ориентированных, соответственно, перпендикулярно и параллельно плоскости углеродного слоя (графена). Важно, что по своей природе эти состояния квазимолекулярны, т.е. они подобны свободным электронным состояниям в молекуле бензола C_6H_6 . Как следствие, данные состояния локализованы в основном в пределах одного углеродного гексагона и проявляются в спектре графена и графита в виде дискретных переходов. В случае графена и графита, очень широкая полоса A' (рис. 3(a), (b)), определяющая значительный уровень интенсивности поглощения между резонансами A и B, также отражает электронные переходы в свободные состояния π -типа, однако более делокализованные в графеновом слое. Принадлежность этих состояний к π -типу четко проявляется в наличии сильной ориентационной зависимости интенсивности полосы A'. Также по аналогии с графитом, в случае графена широкие полосы поглощения D–F отражают электронные переходы в свободные σ -состояния зоны проводимости графита и графена, связанные с взаимодействием углеродных гексагонов в графеновом слое.

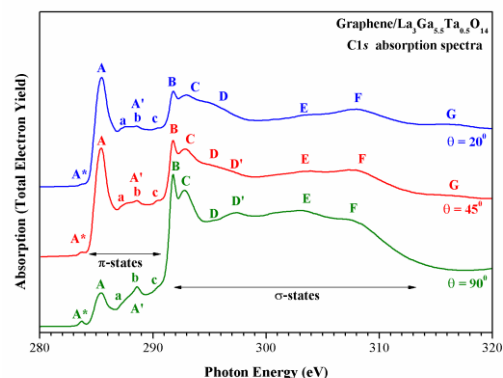


Рис. 4. Угловая зависимость NEXAFS-спектра углерода в графене, синтезированного на поверхности кристалла LGT.

В случае исследуемого образца графен/ $La_3Ga_{5.5}Ta_{0.5}O_{14}$ наблюдается разница в положении пиков A–B и A–C, $\Delta E_{A-B} = 6.4$ eV и $\Delta E_{A-C} = 7.4$ eV. Данный факт свидетельствует о большом энергетическом расщеплении свободных $C2p$ -состояний как в кристалле графита, так и графене и является следствием сильного различия молекулярного поля в углеродном слое (графене) и в перпендикулярном к нему направ-

лении. Пространственная анизотропия $\pi 2p_z$ – и $\sigma 2p_{x,y}$ – состояний атомов углерода отчетливо проявляется в форме сильной зависимости интенсивности абсорбционных π – и σ – резонансов в спектрах графена также как и спектрах НОРГ при изменении угла между нормалью к графеновой плоскости (ориентация $\pi 2p_z$ – состояний) и вектором поляризации плоскополяризованного синхротронного излучения (рис. 3). В рамках данной работы C1s-спектры для графена, также, как и для НОРГ были получены при углах 20°, 45° и 90°. В результате при увеличении угла между нормалью и вектором поляризации от 20° до 90° было обнаружено практически полное исчезновение в спектре π – резонанса А и полосы А' при одновременном значительном усилении σ – резонанса В–С. Этот экспериментальный факт подтверждает приведенную выше идентификацию полос А, В и С в C1s-спектре графена.

Несмотря на то, что при начальном рассмотрении C1s-спектр поглощения исследуемого образца графена на LGT почти полностью идентичен спектру НОРГ, имеется и ряд существенных отличий. В первую очередь, это появление новой особенности А* в виде ступени ($h\nu = 283.7$ eV) со стороны более низких энергий фотонов у π – резонанса (пик А). Появление дополнительной узкой полосы с низкоэнергетической стороны π – резонанса ранее уже наблюдалось для графена другими исследователями. Данная низкоэнергетическая ступень А* является отличительной особенностью NFS XAS именно для одно и двухслойный графен, и полностью пропадает из XAS в случае возрастания числа графеновых слоев. Таким образом, наличие в спектре данной ступени свидетельствует о высоком качестве исследуемого образца graphene/LGT и характеризует его как практически однослойный графен.

Рентгеновские дифракционные методы имеют принципиальное значения для исследования процессов распространения акустических волн в твердых телах [3-4]. Рентгеновское излучение чувствительно к синусоидальным деформациям кристаллической решетки, вызванной распространением поверхностных акустических волн (ПАВ). Периодическая синусоидальная деформация кристаллической решетки с помощью ПАВ выступает в качестве дифракционной решетки и приводит к появлению дифракционных сателлитов с двух сторон от центрального брэгговского пика на кривой качания. Угловая расходимость между дифракционными сателлитами на кривой качания определяется как

$$\partial\theta_{mRC} = md/\Lambda,$$

где m – номер дифракционного сателлита, d – длина волны ПАВ, Λ – длина волны ПАВ, а ин-

тенсивность дифракционных сателлитов определяется амплитудой ПАВ [5-6]. На рис. 5 представлена зависимость глубины проникновения рентгеновского излучения в кристалл $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ (CTGS). Наличие краев поглощения Ga и Ta приводит к сильному поглощению рентгеновского излучения и, соответственно, малой глубине проникновения рентгеновского излучения в кристалл, что соответствует кинематической дифракции рентгеновского излучения. То есть в данном случае рентгеновское излучение дифрагирует в приповерхностной области кристалла, равномерно промодулированной ПАВ, а интенсивность дифракционных сателлитов описывается функциями Бесселя соответствующих порядков [5-6]. Максимальная интенсивность первых дифракционных сателлитов в случае кинематической дифракции составляет 36% от интенсивности брэгговского пика. Однако вблизи краев поглощения Ga и Ta наблюдается аномальное увеличение интенсивности дифракционных сателлитов.

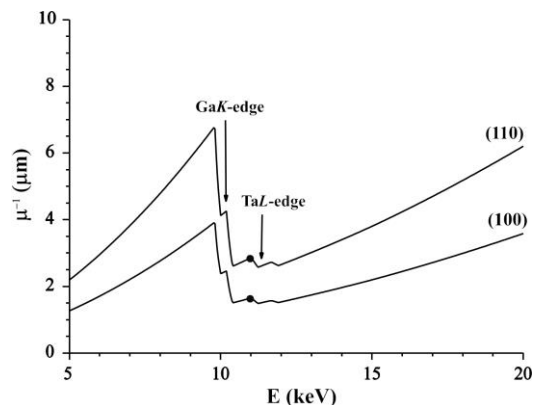


Рис. 5. Зависимость глубины проникновения рентгеновского излучения в кристалле CTGS от энергии рентгеновского излучения.

Рассмотрим процесс дифракции рентгеновского излучения на Z-срезе кристалла CTGS (плоскости (001) параллельны поверхности кристалла). Для возбуждения ПАВ на поверхности подложки был сформирован встречно-штыревой преобразователь, который на частоте $f = 693$ МГц возбуждает ПАВ с длиной волны $\Lambda = 4$ мкм. ПАВ распространяется со скоростью $V = f \times \Lambda = 2772$ м/с. Исследования были выполнены на источнике синхротронного излучения BESSY II в схеме двухкристального рентгеновского дифрактометр в диапазоне энергий рентгеновского излучения 9÷12 кэВ. Для дифракционных исследований было использовано отражение от плоскостей (200). Амплитуда ПАВ варьировались от 0 до нескольких Å за счет изменения амплитуды входного высокочастотного сигнала от 0 до 200 мВ на ВШП. На рис. 6 представлены зависимости интенсивности дифракционных сателлитов, измеренные в диапазоне энергий рентгеновского излучения 9800÷10000 эВ. В отсутствии акустической модуляции кристалла (рис. 6(a)) можно наблюдать,

что интенсивность брэгговского пика ($m=0$) после края поглощения Ga превышает интенсивность брэгговского пика до края поглощения. Возбуждение ПАВ приводит к изменению картины (рис. 6(б)). Так интенсивность брэгговского пика после края поглощения становится меньше интенсивности до края поглощения. А с интенсивностями дифракционных сателлитов наблюдается инверсионная картина. Интенсивность дифракционных сателлитов после края поглощения превышает интенсивность сателлитов до края поглощения. Суммарно это приводит к существенному различию дифракционных спектров до и после края поглощения дифракционных сателлитов, что связано как с изменением глубины проникновения рентгеновского излучения в кристалл, так и с влиянием распространения ПАВ на значения структурных факторов кристалла.

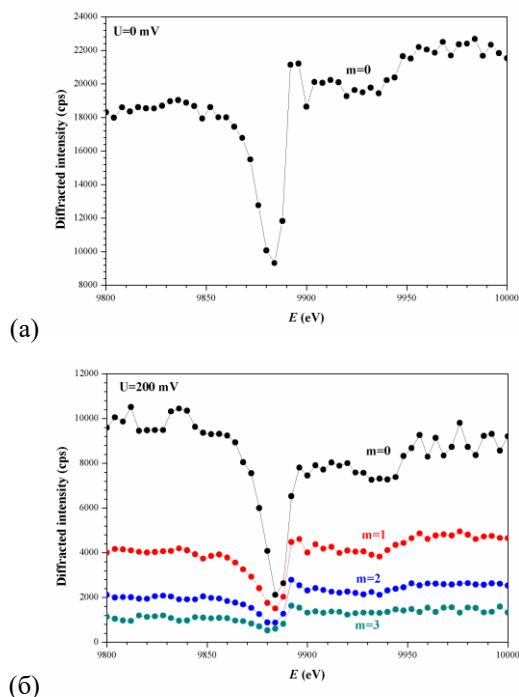


Рис. 6. Зависимости интенсивности дифракционных сателлитов от энергии рентгеновского излучения вблизи К-края Ga: (а) в отсутствии ПАВ, (б) возбуждения ПАВ при амплитуде входного сигнала на ВШП $U=200$ мВ. Отражение (200), длина волны ПАВ $\Lambda=4$ мкм.

На рис. 7 представлены кривые качания акустически промодулированного кристалла CTGS ($U=200$ мВ), измеренные при энергиях рентгеновского излучения $E=9800$ эВ (а) и $E=11000$ эВ (б). Как видно из рисунка, кривые качания имеют одинаковое количество дифракционных сателлитов, но различаются соотношением интенсивностей дифракционных сателлитов. Так при энергии рентгеновского излучения $E=11000$ эВ интенсивность первых дифракционных сателлитов существенно возрастает по

отношению к интенсивности нулевого порядка дифракции (брэгговский пик).

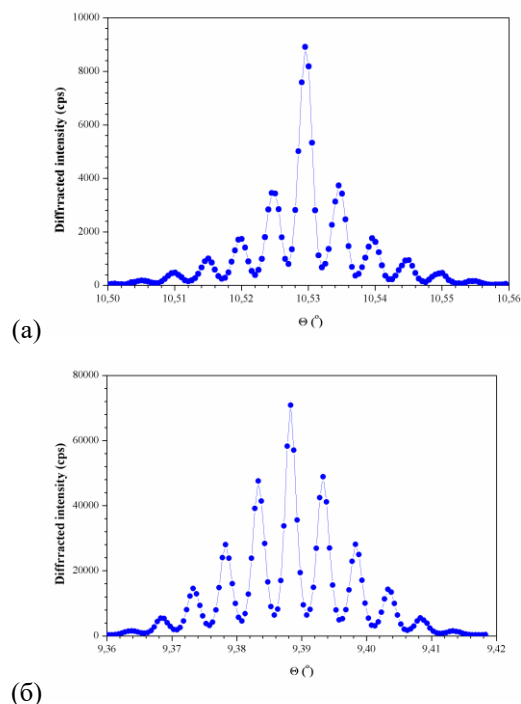


Рис. 7. Кривые качания кристалла CTGS, измеренные при амплитуде входного сигнала на ВШП $U=200$ мВ и энергии рентгеновского излучения $E=9800$ эВ (а) и $E=11000$ эВ (б). Отражение (200), длина волны ПАВ $\Lambda=4$ мкм.

Данная исследования была выполнена при поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований (гранты № 16-29-06306, 16-52-51041, 16-02-00519, 15-52-53101).

- [1] K. S. Novoselov, A. K. Geim, S. V. Morozov, D. Jiang, M. I. Katsnelson, I. V. Grigorieva, S. V. Dubonos, and A. A. Firsov, K. S. Novoselov, A. K. Geim, S. V. Morozov, D. Jiang, M. I. Katsnelson, I. V. Grigorieva, S. V. Dubonos, and A. A. Firsov, *Nature*, vol. 438, 2005, p. 197.
- [2] M. P. da Cunha and S. A. Fagundes, "Investigation on recent quartz-like materials for SAW applications," *IEEE Trans. Ultrason., Ferroelec., Freq. Contr.*, vol. 46, 1999, pp. 1583-1590.
- [3] R. Tucoulou, R. Pascal, M. Brunel, O. Mathon, D.V. Roshchupkin, I.A. Schelokov, E. Cattani, D. Remiens, X-ray diffraction from perfect silicon crystals distorted by surface acoustic waves, *Journal of Applied Crystallography*, vol. 33, 2000, pp. 1019-1022.
- [4] R. Tucoulou, F. de Bergevin, O. Mathon, D. Roshchupkin, X-ray Bragg diffraction of LiNbO_3 crystals excited by surface acoustic waves, *Physical Review B*, vol. 64, 2001, pp. 134108(11).
- [5] D.V. Roshchupkin, D.V. Irzhak, R. Tucoulou, O.A. Buzanov, X-ray Bragg diffraction from langasite crystal modulated by surface acoustic wave, *J. Appl. Phys.*, vol. 94, 2003, pp. 6692-6696.
- [6] D.V. Roshchupkin, A.I. Erko, L. Ortega, D.V. Irzhak, X-ray diffraction analysis of the surface acoustic wave propagation in langatate crystal, *Applied Physics A*, vol. 94, 2009, pp. 477-484.

Методы неразрушающей диагностики углеродных наноструктурных материалов

В.Н. Сивков¹, С.В. Некипелов^{1,2}, О.В. Петрова¹, А.Е. Мингалева¹, Н.Н. Шомысов¹.

¹ *Коми научный центр Уральского отделения РАН, Сыктывкар, Россия*

² *Сыктывкарский государственный университет, Сыктывкар, Россия*

e-mail: svn@dm.komisc.ru

Разработка неразрушающих методов диагностики наноструктурных материалов является актуальной проблемой для развития нанотехнологий. Наноструктурная диагностика подразумевает получение достоверной информации о физико-химических свойствах и строении наноструктурированных систем без их разрушения, включая электронную структуру занятых (валентных) и свободных (зона проводимости) состояний. Традиционный выбор таких методов основан на взаимодействии излучения с веществом.

В настоящей работе рассматривается применение методов используемых излучение разных спектральных диапазонов: рентгеновское, ультрамягкое рентгеновское (УМР) (синхротронное) и инфракрасное (ИК) для изучения углеродных наноструктурных материалов.

Дифракционные методы, характеризующие объемную структуру массивного образца являются не локальными и при переходе к наномасштабным объектам оказываются не информативными из-за размытия дифракционных пиков и требуют перехода к малоугловым измерениям и использования для обработки данных сложных теоретических расчетов. Однако не для всех наноразмерных систем применение малоугловых методов возможно. Например, тонкие металлические покрытия на поверхности нанотрубок и слой оксида кремния на поверхности нанопористого кремния. Поэтому при исследованиях объектов наноразмерного масштаба необходимо использовать методы электронной микроскопии (ЕМ), рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (XPS), спектроскопии фотопоглощения и полного электронного выхода (ТЕУ) в области ближней тонкой структуры рентгеновских спектров поглощения (NEXAFS), а также метод комбинационного (рамановского) рассеяния (RS) и ИК спектроскопии. То есть методы, которые позволяют получать информацию о состоянии вещества на основе размеров межатомных связей и предсказать его атомно-молекулярный состав и кристаллическую структуру. Применение упомянутых дифракционных и спектральных методов к одному объекту дают более полную информацию без разрушения

исследуемого образца.

Методы УМР абсорбционной спектроскопии позволяют получить данные об атомном и химическом составе вещества, длине и углах атомных связей, а также энергии, составу и симметрии свободных состояний [1]. Эта информация содержится в спектральных зависимостях сечений поглощения в области тонкой структуры вблизи порогов ионизации (NEXAFS) атомов, входящих в состав образца. Использование интенсивного с высокой степенью поляризации синхротронного излучения даёт дополнительные возможности при изучении планарных и линейных структур. Однако ограничения, связанные с небольшой глубиной выхода фотоэлектронов из поверхности образца при использовании метода полного электронного выхода (ТЕУ), ограничивают методы УМР - спектроскопии приповерхностным слоем толщиной в несколько нм и локализуют область исследования размерами пучка СИ (порядка 100 мкм).

Рамановское рассеяние представляет собой, с одной стороны, объемный метод из-за относительно большой глубины формирования сигнала на поверхности образца, с другой стороны характеризуются микронными размерами исследуемой поверхности. При этом Рамановское рассеяние характеризует вещество на молекулярном уровне.

В докладе обсуждается совместное применение методов рентгеновской дифракции, УМР-спектроскопии и Рамановского рассеяния к диагностике наноструктурных углеродных материалов высокоориентированного пиролитического графита, многостенных углеродных нанотрубок, фуллерита C₆₀ и наноккомпозитов на их основе.

Работа выполнена в рамках двухсторонней программы Русско-Германской лаборатории на BESSY-II, при финансовой поддержке Минфина РК, грантов РФФИ 16-32-00441 мол а, 16-42-110610 р-а, 16-43-110350 р-а и Программы фундаментальных исследований УрО РАН.

[1] J. Stohr, NEXAFS Spectroscopy (Springer, Berlin, 1992).

Подходы к расчету диффузного рассеяния рентгеновских лучей в кристаллах с квантовыми точками

Д. В. Сивков¹

¹Отдел математики КомиНЦ УрО РАН, Сыктывкар, Россия

e-mail: danjorno@yandex.ru

Полупроводниковые структуры с квантовыми точками (КТ) находят широкое применение в приборах нано- и оптоэлектроники [1]. Эффективность работы таких приборов напрямую зависит от размеров, формы, пространственного порядка КТ в кристаллической матрице, а также распределения упругих деформаций, внутри КТ и за ее границами. Наиболее перспективным методом исследования эпитаксиальных систем с КТ является высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия [2].

КТ представляют собой структурные дефекты [3], на которых происходит диффузное рассеяние (ДР). Его угловое распределение зависит от формы и размеров КТ, а так же связанных с ними упругих деформаций кристаллической структуры.

В работе проведены теоретические исследования ДР от скрытых КТ с учетом упругих полей деформаций в кристаллической матрице вокруг КТ. Проведен детальный анализ результатов расчетов карт ДР в обратном пространстве для кристаллических структур с массивом КТ с использованием аналитического подхода [4] и метода функции Грина [5].

Угловое распределение интенсивности рассеяния зависит от величины вектора $\mathbf{q}$, задающего отклонение вектора дифракции от узла обратной решетки. Выражение для интенсивности ДР имеет вид

$$I^d(\mathbf{q}) = K_D |D(\mathbf{q})|^2 / V_{QD}, \quad (1)$$

где K_D – постоянный коэффициент, зависящий от концентрации КТ и рассеивающей способности кристалла, V_{QD} – объем КТ. Амплитуда ДР $D(\mathbf{q})$ может быть представлена в виде суммы

$$D(\mathbf{q}) = D_{sw}(\mathbf{q}) + D_D(\mathbf{q}), \quad (2)$$

где первое слагаемое $D_{sw}(\mathbf{q})$ – амплитуда ДР от кристаллической матрицы без учета упругих деформаций вне КТ (рассеяние Стокса-Вильсона), для которой имеются известные аналитические решения [6]. Второе слагаемое $D_D(\mathbf{q})$ учитывает влияние полей атомных смещений вблизи КТ и может быть записано в виде

$$D_D(\mathbf{q}) = \int_{V_{QD}} [1 - \exp(i\mathbf{h}\mathbf{U})] \exp(i\mathbf{q}\mathbf{r}) d\mathbf{r}. \quad (3)$$

В рамках аналитического подхода, при использовании для расчета вектора упругих атомных

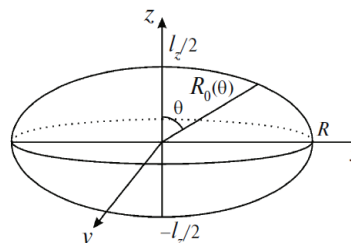


Рис. 1 Модель КТ в форме сфероида

смещений от сфероидальной КТ аналогии между задачами электростатики и теорией упругости [7], решение для амплитуды ДР на полях атомных смещений вблизи КТ можно представить в виде разложения

$$D_D(\mathbf{q}) = D_H(\mathbf{q}) + \sum_{n=1}^{\infty} D_n(\mathbf{q}), \quad (4)$$

где первое слагаемое $D_H(\mathbf{q})$, по аналогии с «кулоновскими» дефектами [3, 8] описывает хуанговское рассеяние. Оно имеет аналитическое решение [4] и зависит от геометрических параметров рассматриваемого сфероида R, l_z (рис. 1).

Следующие мультипольные поправки имеют вид

$$D_n(\mathbf{q}) = 2\pi(-1)^{n+1} C_n A[(l_z/2)^2 - R^2]^n \times \times \mathbf{h}\mathbf{q} q^{2n-2} \Phi_n(q, R, l_z), \quad (5)$$

где

$$\Phi_n(q, R, l_z) = \int_{-1}^1 dx P_{2n}(x) x^{2n} e^{iq\rho(x, R, l_z)x} f_n(iq\rho(x, R, l_z)x).$$

Здесь множитель $f_n(iq\rho(x, R, l_z)x)$ представляет собой рекуррентную функцию, первое значение которой определяется через интегральную экспоненту.

Для неограниченной кристаллической среды в рамках рассматриваемой модели поля атомных смещений от КТ стремятся к нулю на бесконечно большом расстоянии. Для плотноупакованных КТ, когда расстояния между наноструктурами сопоставимы с их размерами, условие дальних затуханий деформаций не будет выполняться. Поэтому чтобы учесть влияние соседних КТ на распределение упругих смещений, вводится понятие внешней границы затухания деформаций, которое определяется расстоянием, на котором поля атомных смещений спадают до нуля [8]. Выражение для

вектора упругих атомных смещений в этом случае будет иметь вид:

$$\mathbf{U}^{\text{lim}}(\mathbf{r}) = A \sum_{n=0}^{\infty} C_n \left((l_z/2)^2 - R^2 \right)^n P_n(\cos\theta) \times \left(1 - \frac{R_0^{2n+3}(\theta)}{R_1^{2n+3}(\theta)} \right)^{-1} \left(1 - \frac{r^{2n+3}}{R_1^{2n+3}(\theta)} \right) \frac{\mathbf{r}}{r^{2n+3}}, \quad (6)$$

где $R_0(\theta)$ – задает границу КТ (рис. 1), а $R_1(\theta)$ – задает расстояние от центра КТ, на котором величина упругого смещения спадает до нуля.

Для описания границы между соседними КТ, где упругие поля деформаций обращаются в нуль, можно рассмотреть две геометрические фигуры: прямоугольный параллелепипед со сторонами $2d_x, 2d_y, 2d_z$ и сфероид с полуосями d_x, d_y, d_z . Здесь d_x, d_y, d_z – периоды трансляционного порядка КТ в соответствующих направлениях кристалла с кубической элементарной ячейкой

КТ, особенно в случае высокой плотности их расположения в ростовой плоскости, чаще всего образуют ближний порядок, характерный для латерального упорядочения, квадратную решетку с основными осями вдоль направлений $[100]$ и $[010]$. Поэтому предпочтение при выборе формы границы поля упругих деформаций, где атомные смещения полностью затухают, следует отдавать прямоугольному параллелепипеду. Кроме того как показали расчеты для случая малой объемной плотности (расстояние между КТ на порядок больше их характерного линейного размера) расположения КТ в кристалле, вид нулевой границы упругого смещения не оказывает заметного влияния на характер карт ДР в обратном пространстве.

Существенное ограничение предлагаемого подхода состоит в том, что он не применим для КТ, форма которой отлична от сфероидальной.

В подходе с использованием метода функции Грина использовался численный расчет ДР от кристалла со скрытыми КТ с учетом упругих атомных смещений. Решение для (3) в обобщенной сферической системе координат имеет вид:

$$D_D(\mathbf{q}) = -i8 \frac{\hbar \mathbf{q}}{q} \int_0^{\pi/4} d\phi \int_0^{\pi} d\theta \sin\theta \cos\theta \times \int_{r_0(\phi, \theta)}^{\infty} dr r^2 U_r(\phi, r, \theta) \cdot \exp(iqr \cos\theta), \quad (7)$$

где интегрирование по r ведется от поверхности КТ заданной функцией $r_0(\phi, \theta)$ по всему объему засвеченного рентгеновским пучком кристалла. Здесь

$$U_r(\mathbf{r}) = \int_{\in V_{\text{KD}}} e_{rr}(\mathbf{r}') d\mathbf{r}' + U_{r0} \quad (8)$$

- проекция поля упругих атомных смещений на выделенное направление.

В этом случае тензор деформации массива КТ e_{rr} может быть представлен в виде трехмерного ряда Фурье

$$e_{rr}(\mathbf{r}) = \frac{1}{d_x d_y d_z} \sum_{n_1, n_2, n_3} \tilde{e}_{rr}^s(\xi_n) \exp(i\xi_n \mathbf{r}), \quad (9)$$

где

$$\tilde{e}_{rr}^s(\xi) = \varepsilon_0 \tilde{\chi}_{\text{QD}}(\xi) \left\{ 1 - \frac{C_{11} + 2C_{12} (C_{44} \xi^2 / \xi_r^2 + C_{\text{an}})^{-1}}{1 + (C_{12} + C_{44}) \sum_{p=1}^3 \frac{\xi_p^2}{C_{44} \xi^2 + C_{\text{an}} \xi_p^2}} \right\} \quad (10)$$

– Фурье образ компоненты тензора деформации отдельной КТ внутри кубического кристалла [4]. Здесь C_{11}, C_{12}, C_{44} – упругие константы; коэффициент $C_{\text{an}} = C_{11} - C_{12} - 2C_{44}$; ε_0 – деформация несоответствия кристаллической решетки основной матрицы и КТ; $\tilde{\chi}_{\text{QD}}(\xi)$ – Фурье-образ характеристической функции КТ [4].

В рамках настоящей работы развит подход позволяющий рассчитывать ДР от эпитаксиальных систем с КТ имеющих форму сфероида, цилиндра, усеченного конуса и усеченной пирамиды. Представлен тщательный анализ влияния на характер ДР следующих параметров: объема и относительных размеров КТ, объемной плотности распределения КТ (рис. 2), величины рассогласования решетки КТ и матрицы (рис. 3).

На рис. 2, 3 представлены рассчитанные карты ДР в обратном пространстве для КТ в форме сфероида с характерными размерами $R = 10$ нм, $l_z = 5$ нм вблизи узла обратной решетки (004) для $\text{CuK}\alpha 1$ – излучения.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минфина РК грант РФФИ 16-43-110350 р-а и Программы фундаментальных исследований.

- [1] Wang Z. M. (Ed), *Self-Assembled Quantum Dots*, Springer, Berlin, 2008, 463 p.
- [2] Pietsch U., Holy V., Baumbach T. *High Resolution X-ray Scattering – from Thin Films to Lateral Nanostructures*. Springer-Verlag. New York. 2004. 408 p.
- [3] Krivoglaз M. A. *X-Ray and Neutron Diffraction in Nonideal Crystals*. Springer, Berlin. 1996. 467p.
- [4] Пунегов В.И., Сивков Д.В., Кристаллография, **60**(2), 199 (2015).
- [5] Andreev A.D. *et.al.*, J. Appl. Phys., **86**, 297 (1999).
- [6] Lazzari, R., Lect. Notes Phys. **770**, 283 (2009).
- [7] Darhuber A.A. *et.al.*, Phys. Rev. B, **55**, P.15652 (1997).
- [8] Пунегов В.И., Кристаллография, **54**(3), 423 (2009).

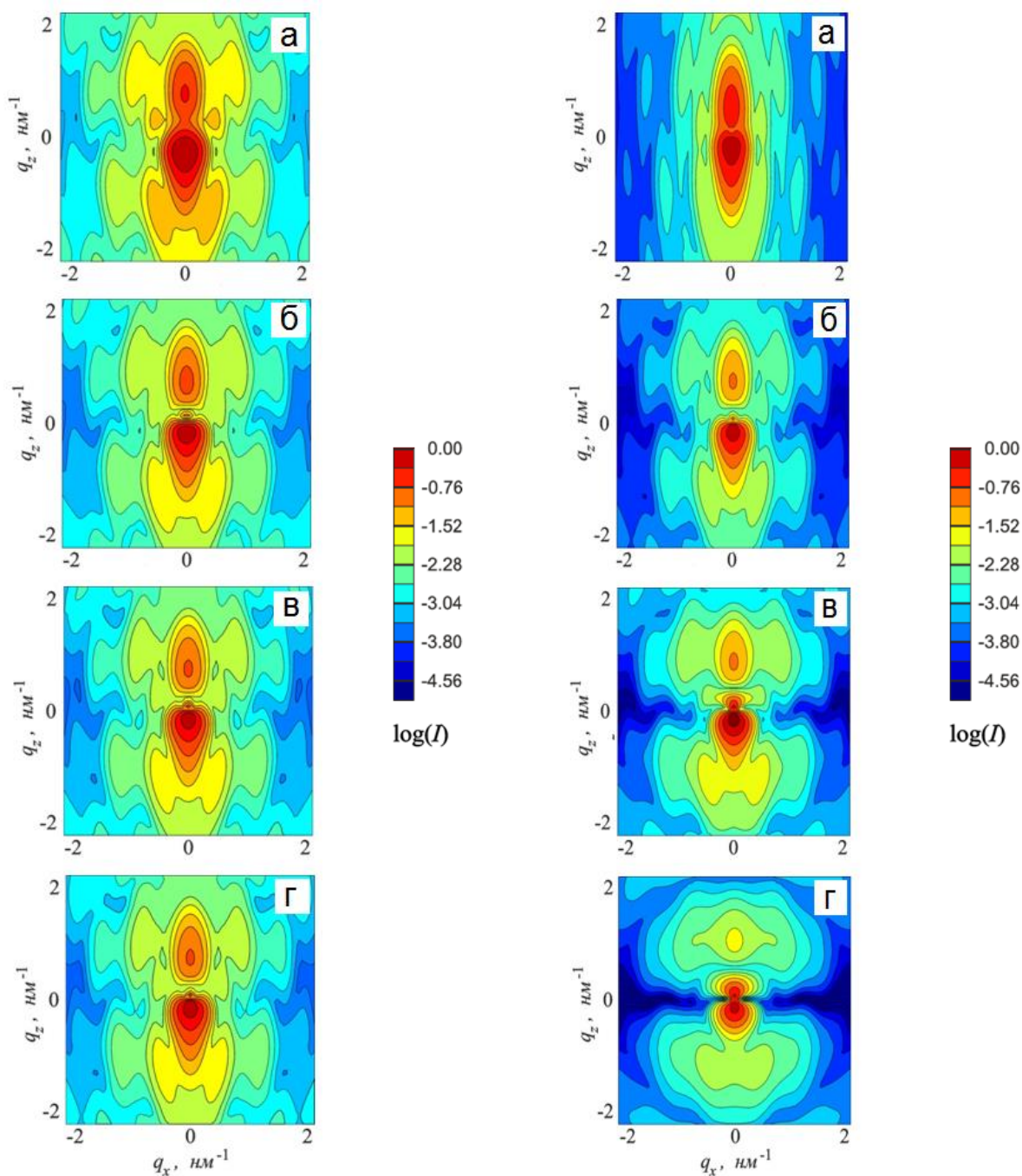


Рис. 2 Влияние изменения объемной плотности распределения КТ на характер ДР для сфероидальной КТ. Рассогласование решеток КТ и матрицы $e_0 = 0.003$; $d_x = d_y = d_z = 30$ нм (а), 90 нм (б), 150 нм (в), 250 нм (г).

Рис. 2 Влияние изменения величины рассогласования решеток КТ и матрицы e_0 на характер ДР для сфероидальной КТ. а) $e_0 = 0.001$, б) $e_0 = 0.003$, в) $e_0 = 0.009$, г) $e_0 = 0.016$; $d_x = d_y = d_z = 250$ нм.

Построения изображения краевой дислокации методом траекторий в Лауэ дифракции

И.А.Смирнова

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия

e-mail: irina@issp.ac.ru

Различные методы рентгеновской топографии широко используются для исследования реальной структуры полупроводниковых, ионных или металлических кристаллов. 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.

Как известно, точного аналитического решения системы уравнений Такаги с произвольным полем смещений получить не удастся, поэтому теория дифракционного контраста развивается в двух направлениях. Первый подход связан с использованием численных методов решения системы дифференциальных уравнений Такаги. Данным методом можно рассчитать любой дефект, и в любой геометрии дифракции, основное ограничение – это шаг интегрирования, для получения достаточной сходимости приходится сильно уменьшать шаг интегрирования и как следствие, при этом сильно растет время счета. Второй подход связан с приближенными методами решения системы уравнений и качественным анализом основных деталей изображения. На этом пути эффективным приемом расшифровки изображения является метод траекторий. Как было показано в работе [1] метод траекторий позволил не только качественно, но и количественно описать тонкие эффекты полного отражения в случае Лауэ дифракции в кристалле с изгибной деформацией и, в то же время резко сократил время расчетов на компьютере.

Основные уравнения метода траекторий в прямой аналогии с геометрической оптикой для света были получены в [2-4]. Вывод из уравнений Такаги был дан в [5-6]. Наиболее полно общая формулировка метода траекторий с выводом из уравнений Такаги изложена в [1].

Сначала рассмотрим критерии применимости метода траекторий. Критерий применимости [7] касается градиента деформации и в плоскости рассеяния имеет вид:

$$\left| \frac{\partial^2 u_h}{\partial s_o \partial s_h} \right| \ll K |\chi_h^e|^2. \quad \text{Для направления,}$$

перпендикулярного плоскости дифракции:

$$\left| \frac{\partial^2 u_i}{\partial \chi_i \partial \chi_i} \right| \ll K |\chi_h^e|.$$

Во-вторых, эквивалентное условие $L \approx \Lambda_0$, амплитуда отраженной волны должна быть почти постоянна на расстоянии L порядка экстинкционной длины Λ_0 . Следовательно, метод траекторий позволяет описать динамическую рентгеновскую дифракцию в кристаллах с медленно изменяющейся деформацией, например, температурный градиент, распределение примеси или действующие деформации полей дефектов, таких как дислокации.

Используя аналогию траектории рентгеновского луча с траекторией частицы, можно записать уравнение траектории в форме сходной с уравнением движения:

$$V = \frac{dX}{dZ} = \pm \frac{y}{(1+y^2)^{1/2}} \quad (1)$$

- уравнение траектории, V – скорость,

$y = \frac{P - a/2}{c}$ - безразмерный параметр.

$a = a_0 - \partial(\mathbf{hu}(\mathbf{r}))/\partial s_h$ - локальная деформация,

$$\frac{dy}{dZ} = \frac{1}{2c} \frac{\partial^2}{\partial s_o \partial s_h} (\mathbf{hu}(\mathbf{r})), \quad (2)$$

$$\frac{d\Phi_r}{dZ} = \mp c(1-V^2)^{1/2} - \frac{a}{2}(1-V), \quad (3)$$

$$\frac{d\Phi_i}{dZ} = \pm gc(1-V^2)^{1/2}, \quad (4)$$

Данные уравнения связывают каждую точку на входной поверхности кристалла (в которой определены начальная амплитуда, координата, скорость, фаза) с точкой на выходной поверхности кристалла. При этом амплитуды полей просто вычисляются по формулам:

$$E_o'' = \frac{1}{2} E_{oin}'' (1+V_o)^{1/2} (1+V_m)^{1/2}, \quad (5)$$

$$E_h'' = \pm \frac{1}{2} E_{oin}'' (1+V_o)^{1/2} (1-V_m)^{1/2}$$

В уравнениях (1-5) верхний знак (первый тип $k=1$) соответствует первой волне, которая сильно поглощается, нижний знак (второй тип $k=2$) – вторая слабо-поглощающая волна.

В данной работе метод траекторий применяется для детального изучения дифракции рентгеновского излучения в сильно-поглощающем кристалле с краевой дислокацией перпендикулярной поверхности кристалла. Написана программа для использования метода в численных расчетах. Результаты расчета по такой программе в случае сферической волны сравниваются с расчетами

прямого численного интегрирования уравнений Такаги и экспериментом [8].

Рассмотрим отражение рентгеновского излучения от кристалла Si. Отражение 220, излучение $\text{CuK}_{\alpha 1}$, толщина кристалла $t=1810 \text{ }\mu\text{m}$.

Линейный коэффициент поглощения состоит из двух частей нормального и интерференционного. Нормальный коэффициент поглощения в данном случае равен $\mu_0 T = 28.4$. Интерференционный коэффициент в центре треугольника рассеяния для траекторий первого типа равен $\mu_0 T + 2\Phi_{i1} = 55.8$, для второго типа $\mu_0 T + 2\Phi_{i1} = 1.0$. Поэтому, в данном случае сильно поглощающее поле не будет давать вклада в рентгеновское изображение дефектов.

Рассмотрим рассеяние на дислокации, перпендикулярной поверхности кристалла. В этом случае функция разориентации отражающих плоскостей для единичной дислокации и отражения Si(220) имеет вид:

$$\frac{\partial^2(\mathbf{h}(\mathbf{r}))}{\partial s_0 \partial s_h} = \frac{\sin^2 \theta_B}{\pi(1-\nu)} \frac{xy}{(x^2 + y^2)^2} \left(1.5 - \nu - \frac{2y^2}{x^2 + y^2} \right) \quad (14)$$

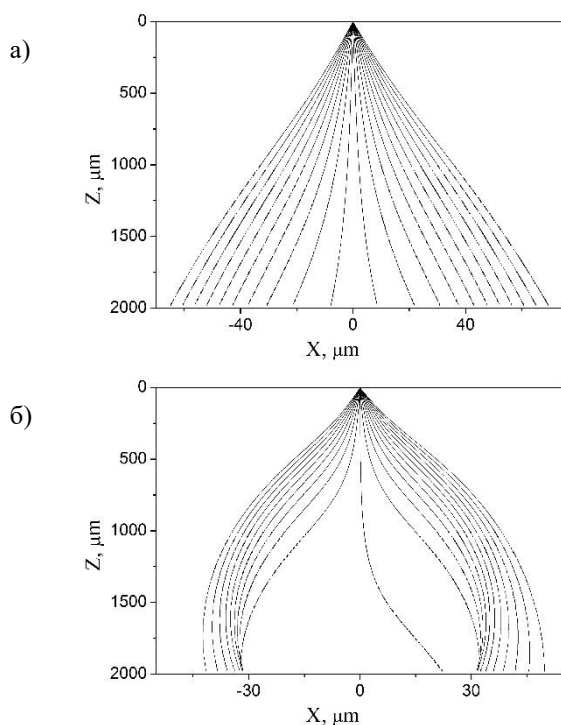


Рис.1 Траектории волн второго типа
а) $y=50 \text{ }\mu\text{m}$, б) $y=20 \text{ }\mu\text{m}$.

Сначала построим траектории волн второго типа для падающей сферической волны, рис. 1. Расстояние источник кристалл 10 сантиметров. На входной поверхности засвечена узкая область $0.1 \text{ }\mu\text{m}$. Заметим, что в этом случае для идеального кристалла траектории прямолинейны и приходят на выходную поверхность с постоянным шагом (постоянной плотностью). В случае с дислокацией на рис.1а видно, что

траектории перестают быть прямолинейными и изгибаются. Если смотреть вдоль оси Z, то на расстоянии $500 \text{ }\mu\text{m}$ плотность траекторий почти постоянна, а дальше при увеличении толщины кристалла плотность траекторий в центре распределения уменьшается, а ближе к краю увеличивается. На рис. 16 расстояние от центра дислокации $20 \text{ }\mu\text{m}$, траектории сильно изгибаются. Плотность траекторий в центре треугольника сильно уменьшается, и в тоже время траектории начинают пересекаться.

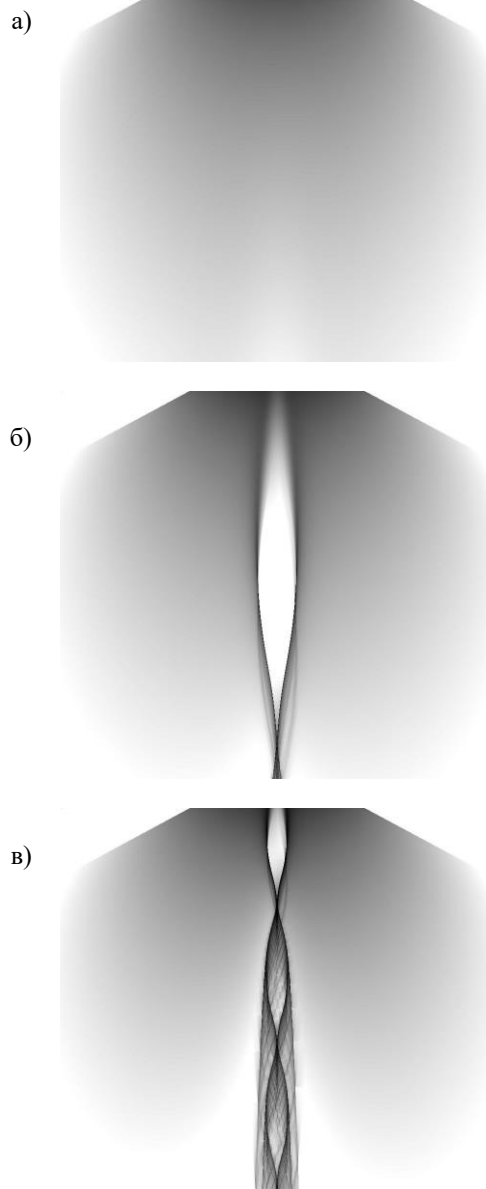


Рис.2 Распределение интенсивности в объеме кристалла а) $y=50 \text{ }\mu\text{m}$, б) $y=10 \text{ }\mu\text{m}$, в) $y=5 \text{ }\mu\text{m}$. Размеры фрагментов $361.45 \times 1610 \text{ }\mu\text{m}^2$. Толщ. кр. $1810 \text{ }\mu\text{m}$.

Теперь, когда построены траектории, можно рассчитать интенсивность, т.е. амплитуду с учетом плотности траекторий, мнимую часть фазы, отвечающую за поглощение, а также действи-

тельную часть фазы. Интенсивность отраженной волны на выходной поверхности кристалла в точке с координатами (x_b, z) равна

$$I_h(x_b, t) = I_1 + I_2 + I_3 \quad (6)$$

$$I_1(x_b, t) = E_{h1}^2 \exp(-\mu_0 T - 2\Phi_{i1})$$

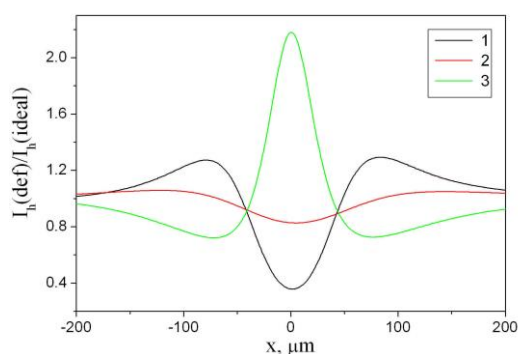
$$I_2(x_b, t) = E_{h2}^2 \exp(-\mu_0 T - 2\Phi_{i2})$$

$$I_3(x_b, t) = 2E_{h1}^2 E_{h2}^2 \exp(-\mu_0 T - \Phi_{i1} - \Phi_{i2}) \cos(\Phi_{r1} - \Phi_{r2})$$

где $\mu_0 = K|\chi_{0i}|$, $T = z / \cos\theta_B$.

На рис. 2 представлено распределение интенсивности рентгеновского излучения I_2 для второго типа траекторий в объеме кристалла. При удалении от центра дислокации на 50 μm видно формирование минимума в центре распределения, связанное с уменьшением плотности траекторий. При увеличении градиента деформации (5 μm от центра дислокации) в центре треугольника Бормана траектории пересекаются, и формируется волноводное распространение излучения.

а)



б)

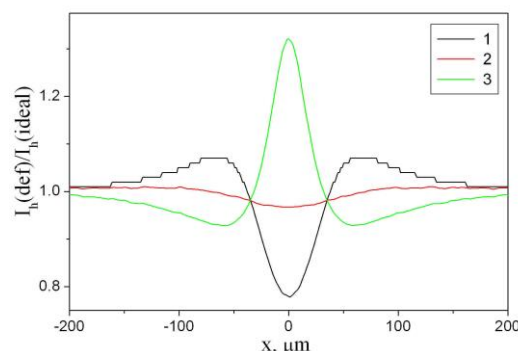


Рис.3 Распределение интенсивности на выходной поверхности кристалла: а) числ. модел. по уравнениям Такаги. б) метод траекторий.

1) $y=50 \mu\text{m}$; 2) $y=100 \mu\text{m}$; 3) $y=-50 \mu\text{m}$

На рис. 3б представлены графики для полной интенсивности при разных значениях y , рассчитанные по формуле (6), расстояние источник-кристалл 40 сантиметров. При этом максимальный вклад в интенсивность дает амплитуда траекторий второго типа (с учетом плотности траекторий) и мнимая часть фазы для этих волн. На рис. 3а по уравнениям Такаги, точечный источник на поверхности кристалла, шаг интегрирования 0.1 μm . Хорошо видно, что результаты обоих расчетов качественно согласуются друг с другом, как при изменении знака функции разориента-

ции, так и при удалении от центра дефекта. Количественное отличие – это само значение относительно интенсивности. При расчете методом траекторий в максимуме интенсивность занижена, в минимуме завышена.

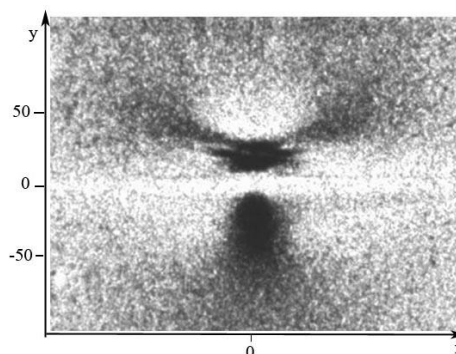


Рис.4 Секционная топограмма, $360 \times 280 \mu\text{m}^2$.

Для сравнения с экспериментом на рис. 4 представлено изображение единичной краевой дислокации, полученной методом секционная топография. Видно, что на расстоянии 50 μm со стороны лишней полуплоскости в центре треугольника рассеяния наблюдается минимум интенсивности и далее справа и слева максимумы; со стороны отсутствующей полуплоскости в центре треугольника рассеяния максимум интенсивности. Наблюдаемое изображение полностью соответствует моделированию дифракционного эксперимента.

Таким образом, применение метода траекторий для расчета дифракционного изображения дефектов в дальнем поле в случае эффекта Бормана показало только качественное согласие с экспериментом и стандартным численным интегрированием по уравнениям Такаги. При этом существенно сокращается время расчета.

- [1] Кон В.Г., Кристаллография, Т.52, №4, 625, (2007), Т.53, №2, 203, (2008).
- [2] P. Penning and D. Polder, Phillips Res. Rep. 16, 419 (1961).
- [3] N. Kato, J. Phys. Soc. Jpn. 18, 1785 (1963).
- [4] N. Kato, J. Phys. Soc. Jpn. 19, 67 (1964). (1961).
- [5] Инденбом В.Л., Чуховский Ф.Н. УФН т.107, вып.2, 229-265 (1972).
- [6] Чуховский Ф. Н. Динамическая теория рентгеновской и электронной кристаллооптики дисс. д. ф.-м. наук: 01.04.07. – М., 1984. – 389 с.
- [7] J. Hartwig, J. Phys. D: Appl. Phys. A 34, 70–77 (2001).
- [8] Смирнова И.А., Суворов Э.В., Шулаков Е.В. ФТТ, 49, 6, 1050, (2007).
- [9] Суворов Э.В., Смирнова И.А. УФН, т.185, №9, 897 (2015).

Рентгеновская преломляющая оптика «20 лет спустя»: статус и новые возможности для источников 3-го и 4-го поколения

А. Снигирев

БФУ им. Канта, Калининград, Россия

e-mail: anatoly.snigirev@gmail.com

После первой успешной экспериментальной демонстрации 20 лет назад [1], преломляющая рентгеновская оптика прочно вошла в инструментальный арсенал всех современных источников синхротронного излучения (СИ), получив прописку в 10 странах. Новые рентгеновские источники – лазеры на свободных электронах, также успешно используют и планируют использовать преломляющую оптику в различных экспериментальных схемах. Более половины станций на синхротронах PETRA-III, DESY (Гамбург, Германия) и ESRF (Гренобль, Франция) оснащены преломляющими линзами.

Успех применения рефракционной оптики непосредственно связан с появлением источников СИ 3-го поколения, которые производят узко направленные пучки с миллиметровым размером пятна на расстоянии нескольких десятков метров от источника. Эта особенность существенно снижает требования к апертуре оптических элементов.

Следует отметить, что преломляющая оптика по гибкости использования и области применимости легко оставила позади своих соперников – зеркальную и дифракционную оптику, обеспечивая рабочие расстояния от миллиметров до сотен метров во всем диапазоне жесткого излучения от единиц кэВ до сотен кэВ – вплоть до гамма-излучения. Преломляющие линзы не меняют направление пучка, так как работают на просвет в так называемой «in-line» геометрии, что позволяет осуществить вставку линз в любом месте оптической схемы экспериментальных станций начиная с канала выхода излучения (Front-End) и оптической кабины и, кончая, экспериментальной схемой микроскопии в непосредственной близости к образцу.

Важным этапом в развитии рефракционной оптики стало внедрение трансфокаторов – устройств с возможностью плавного варьирования фокусного расстояния посредством механического изменения количества линз в наборе [2,3]. За короткий срок было предложено большое разнообразие трансфокаторов для использования как в монохроматических так и в белых пучках.

Они, как правило, устанавливаются в оптических кабинах для коллимации и фокусировки излучения. Компактные трансфокаторы используются непосредственно в экспериментальной кабине в качестве микрофокусирующей оптики или в качестве объектива для увеличения изображения. В настоящее время ведутся интенсивные работы по разработке мини-трансфокаторов для новых методов микроскопии.

Наличие двух и более трансфокаторов в схеме, открывает совершенно новые возможности по спектральной обработке пучка СИ, позволяя осуществлять его монохроматизацию [2] и подавление высоких гармоник [4]. С применением зомм-оптики сама концепция станции кардинально меняется, с одной стороны, значительно упрощая оптическую схему, с другой стороны, расширяя ее функциональные возможности [5-7].

Применение рефракционной оптики не ограничивается только транспортом и обработкой пучка, а может быть закономерно распространено в область когерентной оптики для создания новых методов дифракции и микроскопии. Одним из свежих примеров является недавно предложенная темнопольная рентгеновская микроскопия для визуализации напряжений в индивидуальных зернах поликристаллов [8]. Преломляющая оптика может быть эффективно использована для изучения материалов в условиях высоких давлений, где линзы используются как для создания микропучка [9], так и для *in situ* формирования увеличенного изображения образца [10].

Используя такую функцию линзы, как преобразование Фурье, когерентная высокоразрешающая дифрактометрия [11,12] и микроскопия [13,14] была реализована для изучения трехмерных фотонных кристаллов. Предложенный микроскоп является полным аналогом высокоразрешающего электронного микроскопа, где дифракция и изображение наблюдаются в одной оптической схеме.

Рентгеновская интерферометрия – это еще одно перспективное направление, где преломляющая оптика должна сыграть свою важную роль. Недавно предложенный двух-

линзовый интерферометр [15], основанный на планарной оптике, позволяет создавать интерференционное поле с переменным периодом от десятков нанометров до десятков микрометров. Для увеличения апертуры интерферометра, а также расширения функциональных возможностей была предложена много-линзовая система, в которой используется более двух планарных параллельных «массивов». В сравнении с би-линзой, где механизм формирования волнового фронта довольно прост, много-линзовая система формирует более сложную и контрастную интерференционную картину, которая может формально аналогична эффекту Тальбота [16]. Новые методы интерферометрии затрагивают широкий спектр применений, таких как, фазово-контрастная микроскопия, метрология оптики, диагностика когерентности пучка [17,18].

Следует отметить, что развитие источников СИ не стоит на месте, и уже предложены новые проекты машин 4-го поколения с предельно уменьшенным горизонтальным эмиттансом, которые позволяют генерировать коаксиально симметричные пучки с расходимостью ~ 10 микро-радиан и размером источника ~ 10 микрон. Параметры пучка в этом случае будут идеально совпадать с апертурой преломляющей оптики, обеспечивая транспорт и преобразования пучка практически без потерь. Это, очевидно, означает, что роль преломляющей оптики в ближайшем будущем неизбежно возрастет.

Автор благодарен Министерству Образования и Науки Российской Федерации за поддержку (грант № 14.Y26.31.0002, грант № 02.G25.31.0086).

1. Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Lengeler B., *Nature*, **384**, 49-51 (1996).
2. Vaughan G.B.M., Wright J.P., Bytchkov A., Rossat M., Gleyzolle H., Snigireva I., Snigirev A., *J. of Synchrotron Radiation*, **18**, 125-133 (2011).
3. Zozulya A.V., Bondarenko S., Schavkan A., Westermeier F., Grübel G., Sprung M., *Optics express*, **20**, 18967-76 (2012).
4. Polikarpov M., Snigireva I., Snigirev A., *J. Synchrotron Rad.*, **21**, 484-487 (2014).
5. Theveneau P., Baker R., Barrett R., Beteva A., et al, *Journal of Physics: Conference Series* **425**, 012001 (2013).
6. Santoro G., Buffet A., Döhrmann R., Körstgens S. Yu, V., Müller-Buschbaum P., Gedde U., Hedenqvist M., and Roth S. V., *Rev. Sci. Instrum.*, **86**, 106104 (2012).
7. Bowler M. W., Nurizzo D., Barrett R. et al, *J. Synchrotron. Rad.*, **22**, 1540 (2015).
8. Simons H., King A., Ludwig W., Detlefs C., Pantleon W., Schmidt S., Snigireva I., Snigirev A. & Poulsen H. F., *Nature Communications*, **6**, 6098 (2015).
9. Wilhelm F., Garbarino G., Jacobs J., Vitoux H., Steinmann R., Guillou F., Snigirev A., Snigireva I., Voisin P., Braithwaite D., Aoki D., Brison J.-P., Kantor I., Lyatun I., Rogalev A., *High Pressure Research*, doi: 10.1080/08957959.1206092 (2016).
10. Dubrovinskaia N., Dubrovinsky L., Solopova N. A., Abakumov A., Turner S., Hanfland M., Bykova E., Bykov M., Prescher C., Prakapenka V. B., Petitgirard S., Chuvashova I., Gasharova B., Mathis Y-L., Ershov P., Snigireva I., Snigirev A., *Science Advances*, **2**, e1600341, (2016).
11. Ershov P., Kuznetsov S., Snigireva I., Yunkin V., Goikhman A., Snigirev A., *J. of Appl. Cryst.*, **46**, 1475-1480 (2013).
12. Roshchupkin D., Ortega L., Snigirev A., Snigireva I., *Appl. Phys. Lett.*, **103**, 154101 (2013).
13. Bosak A., Snigireva I., Napolskii K., Snigirev A., *Adv. Mater.*, **22**, 3256-3259 (2010).
14. Byelov D. V., Meijer J.-M., Snigireva I., Snigirev A., Rossi L., Esther van den Pol, Kuijk A., Philipse A., Imhof A., van Blaaderen A., Jan Vroege G., Petukhov A. V., *RSC Advances*, **36(3)**, 15670-15677 (2013).
15. Snigirev A., Snigireva I., Kohn V., Yunkin V., Kuznetsov S., Grigoriev M., Roth T., Vaughan G., Detlefs C., *Phys. Rev. Letters*, **103**, 064801, (2009).
16. Snigirev A., Snigireva I., Lyubomirskiy M., Kohn V., Kuznetsov S., Yunkin V., *Optics express*, **22(21)**, 25842 (2014).
17. Lyubomirskiy M., Snigireva I., Kohn V., Kuznetsov S., Yunkin V., Vaughan G., and Snigirev A., *J. Synchrotron Rad.*, **23**, doi:10.1107/S160057751601153X (2016).
18. Lyubomirskiy M., Snigireva I., Snigirev A., *Optics express*, **24**, 13679 (2016).

Роль фазы и амплитуды при фурье-обработке топографических и оптических изображений дефектов структуры монокристаллов

¹В.А. Ткаль, ²В.А. Бушуев, ¹И.А. Жуковская, ¹Н.Н. Водолазова

¹Филиал Санкт-Петербургского государственного экономического университета в г. Великом Новгороде, 173000, Великий Новгород, ул. Б. Московская, д. 8/7, Россия

²Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 119991 ГСП-1, Ленинские горы, Москва, Россия

E-mail: Valery.Tkal@yandex.ru

Рентгеновская топография и поляризационно-оптический анализ относятся к наиболее применяемым диагностическим методам оценки качества монокристаллических материалов и идентификации дефектов структуры. Используя компьютерное моделирование изображений основных типов дефектов по уравнениям Такаги и Инденбома-Чамрова, удается повысить надежность расшифровки экспериментального контраста и идентификации дефектов. Идентификация дефектов структуры проводится визуально, следовательно, ее результат несет элемент субъективизма, а надежность идентификации существенно зависит от опыта и квалификации специалиста [1].

Цифровые методы обработки экспериментального контраста позволяют устранить зашумляющие факторы и ввести специальные количественные критерии оценки качества изображений. Цифровые методы основываются на анализе яркостных и частотных характеристик контраста. Частотный анализ изображений, основанный на Фурье- и вейвлет-анализе, оказался наиболее перспективным, информативным и надежным при цифровой обработке экспериментального контраста, полученного методами на основе эффекта Бормана (РТБ) и фотоупругости [1, 2]. Контраст, формируемый дефектами структуры, имеет вид розеток интенсивности, форма и количество лепестков которых зависят от типа дефекта и его расположения в объеме, а размеры – от типа монокристалла.

В работе [1] показано, что обработка экспериментального топографического и оптического контрастов на основе вейвлет-анализа дает более качественный результат по сравнению с Фурье-анализом.

В работе [2] приводятся результаты Фурье-обработки тестовых объектов, топографического теоретического (зашумленного) и экспериментального контрастов монокристалла 6H-SiC, содержащих изображения основных типов дефектов структуры. В этих работах оценивалась роль фазы при реконструкции (восстановлении) контраста и показана ее определяющая роль при

расшифровке контраста и идентификации дефектов. Результаты Фурье-анализа тестовых объектов представлены на рис. 1, а топографического контраста на рис. 2 и 3. Основным результатом работ является следующее:

- основная информация о структуре изображения дефектов заложена в аргументах коэффициентов ДПФ (фазе);

- предложена методика Фурье-анализа, основанная на комбинации модулей коэффициентов ДПФ теоретического контраста и аргументов коэффициентов ДПФ экспериментального контраста при реконструкции изображения;

- при идентификации дефектов структуры, основанной на моделировании на теоретическом контрасте зашумляющих факторов и сопоставлении его с экспериментальным с последующей цифровой обработкой, можно использовать Фурье-анализ, взяв аргументы ДПФ экспериментального контраста (фазу), а модули коэффициентов теоретического контраста (амплитуду), близкого к анализируемому (рис. 2), таким образом отпадает необходимость подгонки теоретического контраста под экспериментальный (рис. 3), что существенно упрощает методику и повышает ее экспрессность [2].

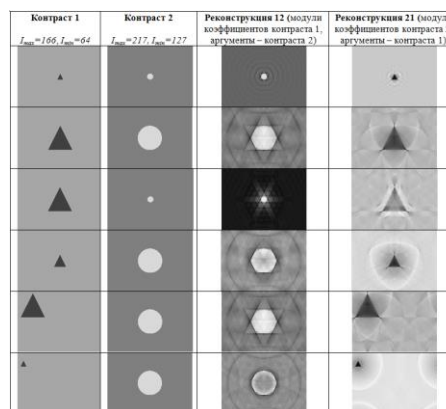


Рис. 1. Результат Фурье-обработки тестовых объектов разной формы

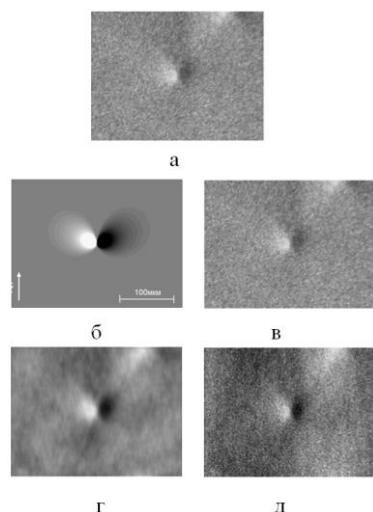


Рис. 2 Изображения винтовой дислокации в монокристалле 6H-SiC: **а** – экспериментальное; **б** – теоретическое; **в** – зашумленное теоретическое; **г** – реконструкция с модулями коэффициентов ДПФ изображения **б** и с аргументами коэффициентов ДПФ изображения **а**; **д** – реконструкция с модулями коэффициентов ДПФ изображения **в** и с аргументами коэффициентов ДПФ изображения **а**

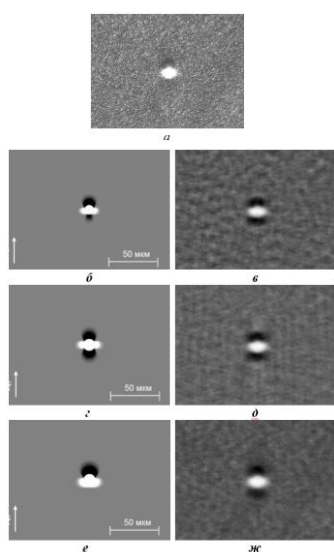


Рис. 3. Изображения микродефекта типа «внедрение» в монокристалле 6H-SiC: экспериментальное (**а**), теоретическое с $z = 0,2 \cdot r_0$ (**б**); $z = 0$ (**г**), $z = 0,4 \cdot r_0$ (**д**); реконструкция с модулями коэффициентов ДПФ изображений **б**, **г**, **д** и с аргументами коэффициентов ДПФ изображения **а** (**в**, **д**, **ж**), соответственно

Попробуем оценить влияние на результат Фурье-обработки модулей коэффициентов различных тестовых изображений, взяв аргументы ДПФ контраста, содержащего изображения дефектов структуры: рис. 4 – для микродефекта, рис. 5 и 6 – для винтовой дислокации.

В качестве тестового контраста возьмем

изображения с равномерным и плавно изменяющимся фоном, а также изображения различных геометрических фигур на различном фоне.

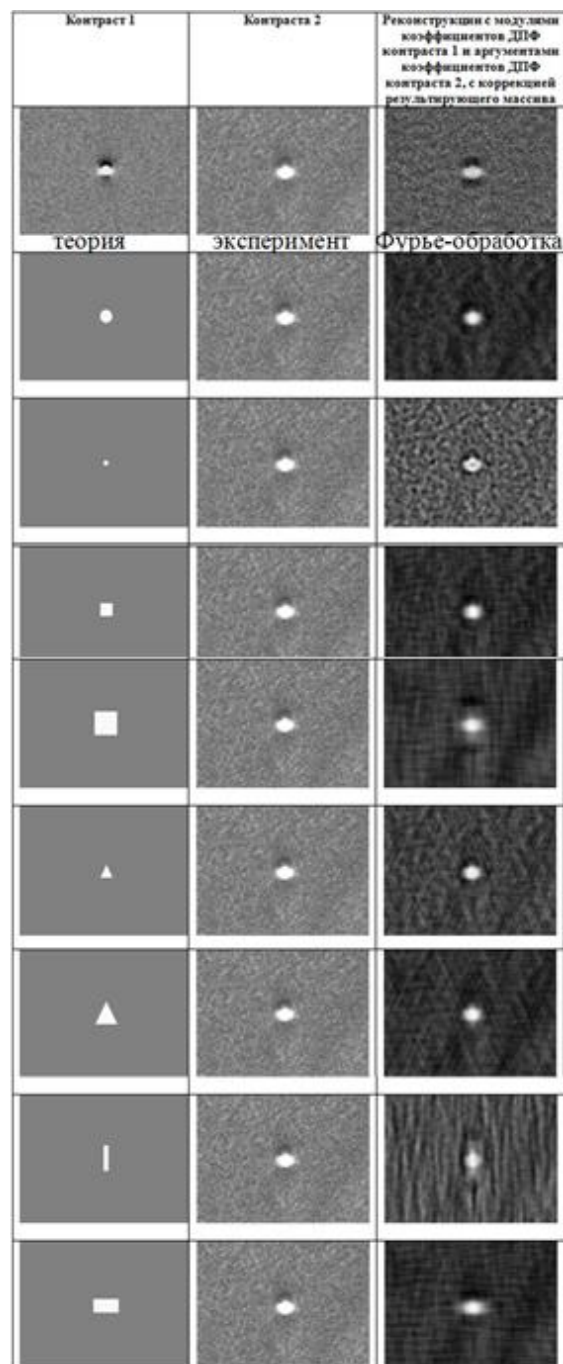
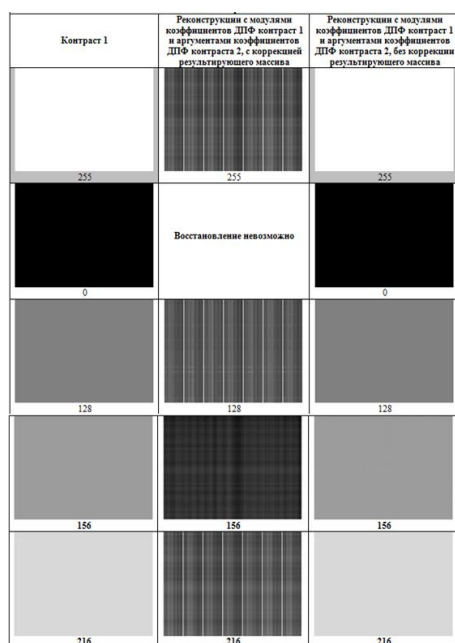


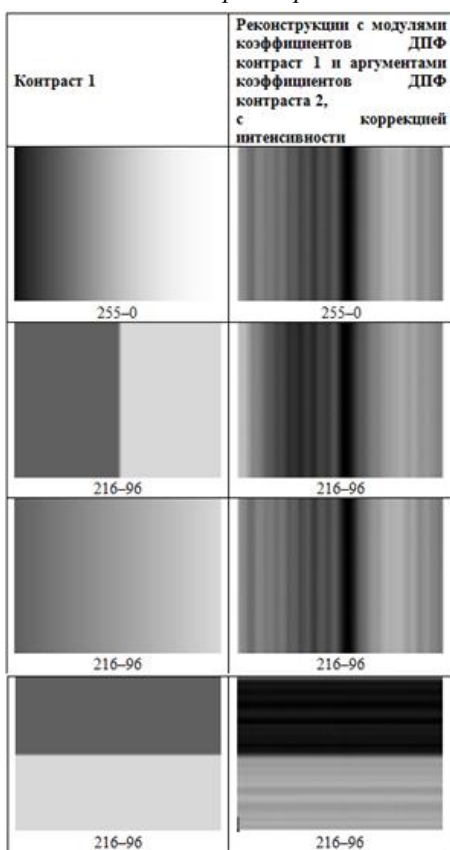
Рис. 4. Реконструированные изображения микродефекта в монокристалле 6H-SiC: 1 строка слева направо – зашумленное теоретическое, экспериментальное и реконструированное изображения; последующие строки – тестовый контраст 1 на равномерном фоне и экспериментальный контраст 2; крайний столбец – результат реконструкции

При реконструкции изображения дефекта имеет место появление сильных артефактов, затрудняющих его надежную идентификацию.

Если контраст 1 имеет только равномерный или неравномерный фон любой интенсивности, восстановления изображения микродефекта при реконструкции не происходит (рис.5).



Равномерный фон



Неравномерный фон

Рис. 5. Реконструированные изображения винтовой дислокации в монокристалле 6H-SiC для равномерного и неравномерного фона. Интенсивность изменяется в диапазоне 0–255

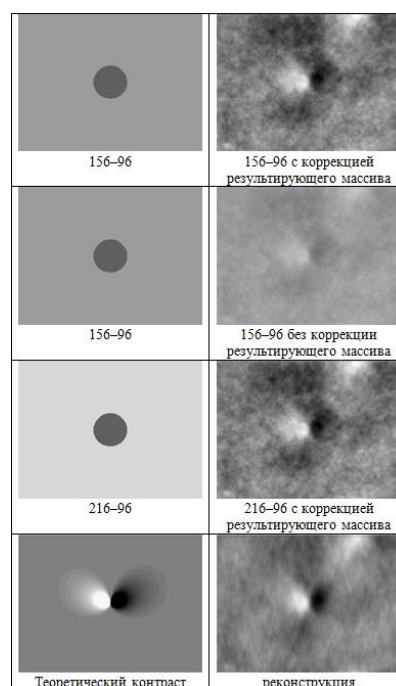


Рис. 6. Реконструированные изображения винтовой дислокации в монокристалле 6H-SiC: контраст 1 – изображения с резкими границами. Цифрами указан диапазон изменения интенсивности в градациях серого цвета (0–255)

Таким образом, положительный результат реконструкции контраста, содержащего изображения дефектов при Фурье-анализе, получается в том случае, когда берутся его аргументы ДПФ (фаза), а модули коэффициентов теоретического контраста (амплитуда) взяты для произвольного контраста 1, имеющего элементы, схожие с изображением дефекта. В этом случае при Фурье-анализе топографических и оптических изображений дефектов структуры удастся выделить необходимые особенности для их надежной идентификации и локализации в объеме монокристалла. Фон контраста 1 и модули его коэффициентов в значительной степени ответственны за появляющиеся артефакты.

Работа выполнена в Совместной с ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН научно-учебной лаборатории "Компьютерные технологии в дифракционной диагностике материалов" Филиала СПбГЭУ в г. Великом Новгороде и на кафедре ФТТ физического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова.

[1] Ткаль В.А., Окунев А.О., Жуковская И.А. Яркий и частотный анализ изображений дефектов структуры. LAP LAMBERT Academic Publishing Germany, 385 с., (2012)

[2] Жуковская И.А., Бушуев А.В., Ткаль В.А. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, № 2, с.76-85. (2016)

Проекционный объектив для стенда ЭУФ нанолитографа на 13,5 нм

М.В. Зорина, С.Ю. Зуев, И.В. Малышев, В.Н. Полковников, А.Е. Пестов, Н.Н. Салащенко, Д.С. Сидоров, М.Н. Торопов, Н.И. Чхало

Институт физики микроструктур РАН – филиал Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный исследовательский центр Институт прикладной физики Российской академии наук», Нижний Новгород, Россия

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

Проекционная фотолитография глубокого ультрафиолетового излучения (DUV) с длиной волны 193 нм является ключевой технологией при производстве элементов микроэлектроники, с помощью которой осуществляется "запись" топологического рисунка объекта на фоточувствительном слое с последующим проявлением этого рисунка. Основными преимуществами этой технологии являются высокая производительность, низкая дефектность рисунка и возможность формирования рисунков на больших, десятки на десятки сантиметров, площадях. Минимальный размер топологического элемента рисунка главным образом ограничен пространственным разрешением проекционного объектива. Благодаря применению различных методов улучшения изображений разрешение современных литографических установок уже превзошло дифракционный предел и достигает 16 нм. Продемонстрировано рекордное разрешение 8 нм на единичных топологических элементах типа «линия». Ценой этого является ограниченный набор топологий (форм), сложность и дороговизна литографического процесса. Продвижение в сторону еще меньших топологических норм уже не просматривается.

Кардинальным решением этой проблемы является переход в области экстремального ультрафиолетового (EUV). Область длин волн в окрестности 10 нм является оптимальной для фотолитографии, так как на этих длинах волн можно сформировать в фоторезисте минимально возможные элементы. Поскольку в этом диапазоне длин волн может применяться только зеркальная интерференционная оптика, то критерием выбора оптимальной длины волны стало наличие высокоотражающих многослойных интерференционных зеркал. Наивысшим отражением при нормальном падении в EUV диапазоне обладают многослойные структуры (МС) Mo/Si на длине волны 13.5 нм.

Исследования в области проекционной EUV литографии были начаты в США, и быстро подхвачены в Европе и Японии с середины 90-х годов прошлого столетия. Первые успехи ЭУФ-литографии на длине волны 13.5 нм были продемонстрированы уже в 2002 г., когда с

четырёхзеркальным объективом с числовой апертурой $NA=0.1$ был достигнут дифракционный предел разрешения 70 нм [1]. Уже в 2006 г. компания ASML на реальном прототипе промышленной установки проекционной EUV-литографии с шестизеркальным объективом с $NA=0.15-0.25$ получили минимальную ширину линий 30-32 нм.

Несмотря на впечатляющие успехи, на пути к коммерческому конкурентоспособному сканеру для литографии в спектральном 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 на уровне 5 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. Современные методы аттестации гарантируют точность измерений по параметру RMS на уровне 0.1-0.2 нм только в малых, менее 0.1, числовых апертурах. Аттестация светосильных объективов проводится методом «сшивки» малых участков объектива, что приводит к дополнительным ошибкам аттестации объективов. Поэтому к настоящему времени объектива, требуемого для промышленного применения, с числовой апертурой $NA>0.3$ еще не создано.

Несмотря на отсутствие в нашей стране государственной программы по развитию проекционной нанолитографии, в рамках программ Российской академии наук и грантов Российского фонда фундаментальных исследований в ИФМ РАН ведутся поисковые работы в области проекционной литографии на длине волны 13.5 нм. В 2011г. в ИФМ РАН, впервые в России, был разработан и запущен в работу стенд ЭУФ нанолитографа с рабочей длиной волны 13.5 нм и расчетным пространственным разрешением 30 нм [2]. Были получены первые результаты по формированию микроструктур в виде полос, отлажены механизмы работы всех систем. Удалось разрешить полосы шириной не менее 1 мкм. Таким образом, разрешение оказалось примерно в 30 раз хуже, чем обеспечивают аберрации проекционного объектива

[3]. Анализ экспериментальных результатов показал, что aberrации проекционного объектива обеспечивают искажение изображения по полю зрения менее 100 нм. Основной причиной столь низкого пространственного разрешения проекционной схемы является появление больших шероховатостей зеркал в области средних пространственных частот ($10^{-3} - 1 \text{ мкм}^{-1}$) на этапе изготовления, которые приводят к размытию изображения. Учтя данный опыт, в ИФМ РАН начаты работы по изготовлению нового проекционного объектива Шварцшильда с двумя асферическими зеркалами (см. рис. 1) для станда ЭУФ нанолитографа. Была разработана и изготовлена новая установка прецизионной ионно-пучковой коррекции оптических элементов, которая позволяет производить коррекцию при нормальном падении ионов на деталь, при котором шероховатость зеркал не развивается [4].

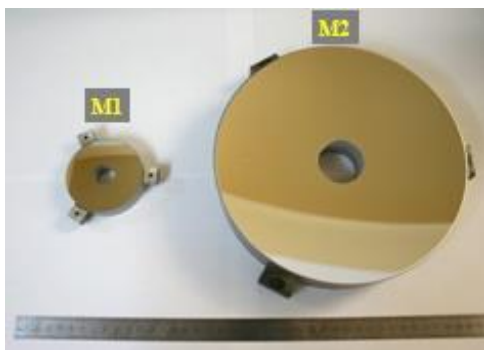


Рис. 1. Асферические зеркала М1(выпуклое) и М2(вогнутое) для проекционного объектива.

Для измерения формы поверхности зеркал и волновых aberrаций проекционного объектива для станда ЭУФ нанолитографа применяется интерферометр с дифракционной волной сравнения (ИДВС) на основе одномодового оптического волокна с субволновой выходной апертурой [5]. Поскольку зеркала объектива имеют асферическую форму поверхности с отклонением от ближайшей сферы в несколько мкм, для их измерений необходимо применять дополнительные оптические элементы – корректоры волнового фронта, преобразующие сферический эталонный фронт в асферический по форме близкий к исследуемой асферике. Для учета деформаций фронта, обусловленных погрешностями самого корректора, его поверхности должны быть только сферическими, для того чтобы их можно было измерить с субнанометровой точностью с помощью ИДВС, что и было реализовано при производстве первого проекционного объектива [3]. Однако этот метод приводит к дополнительным неконтролируемым ошибкам, который к тому же не учитывает отклонение толщины (расстояние между вершинами поверхностей) корректора от номинального значения, неоднородности стекла и качество юстировки волнового корректора в

оптической системе.

Для решения данной проблемы и увеличения точности измерений асферических поверхностей была разработана новая математическая модель, принцип работы которой заключается в следующем [6]. В измеренной карте aberrаций волнового фронта присутствуют как ошибки формы поверхности зеркала, так и ошибки корректора волнового фронта. Для определения вкладов каждой ошибки необходимо как минимум еще одно уравнение. Его можно задать минимум при одном повороте исследуемого зеркала при неподвижном корректоре. В данной работе зеркало удобно было поворачивать на 120° и 240° , поэтому систему уравнений можно представить в следующем виде:

$$\begin{cases} M_{i,j} + C_{i,j} = F_{i,j} \\ M_{l,m} + C_{l,m} = F_{l,m} \\ M_{r,p} + C_{r,p} = F_{r,p} \end{cases} \quad \begin{cases} M_{i,j} + C_{i,j} = F'_{i,j} \\ M_{r,p} + C_{l,m} = F'_{l,m} \\ M_{l,j} + C_{r,p} = F'_{r,p} \end{cases} \quad \begin{cases} M_{r,p} + C_{i,j} = F''_{i,j} \\ M_{i,j} + C_{l,m} = F''_{l,m} \\ M_{l,m} + C_{r,p} = F''_{r,p} \end{cases}$$

где неизвестное «М» – это ошибка поверхности зеркала, «С» – aberrации корректора, «F» – суммарные (измеряемые) aberrации волнового фронта. Индексы (i,j), (l,m), (r,p) соответствуют разным секторам по 120° на зеркале, корректоре и волновом фронте (рис. 2). «F, F', F''» – фронты для различных положений зеркала: не повернуто, повернуто на 120° , на 240° . Расстановка индексов при «М», «С» и «F» в первой системе соответствует рис. 2. Отличие индексов при «М» во второй системе от индексов при «М» первой системы связано с поворотом зеркала на 120° по часовой стрелке.

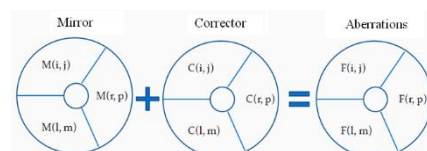


Рис. 2. Сегменты зеркала, корректора и aberrаций фронта, использующиеся в расчётах.

Совместное решение систем уравнений для «F» и «F'» позволяет найти ошибку поверхности М2 и aberrации корректора волнового фронта. Совместное решение систем уравнений для «F» и «F''», «F'» и «F''» и усреднение с результатом для «F» и «F'» позволяет определить ошибку измерений и повысить точность метода.

В данном случае, aberrации корректора волнового фронта включают в себя также ошибки настройки оптической схемы, наблюдательной системы и др. Недостатком данного метода является невозможность точно разделить симметричные ошибки в системе, что приводит к необходимости использования дополнительной информации о корректоре, позволяющей оценить их вклад.

С использованием данного метода было изготовлено вогнутое асферическое зеркало М2 для ЭУФ нанолитографа. На рис.3 приведены

результаты измерений формы поверхности до ($PV = 177\text{нм}$, $RMS = 21\text{нм}$) и после 16-ти коррекций ($PV = 26\text{нм}$, $RMS = 4.5\text{нм}$) с абберациями корректора. После каждого процесса коррекции формы поверхности делалась математическая обработка результатов измерений. Были получены карты формы поверхности зеркала и аббераций корректора волнового фронта.

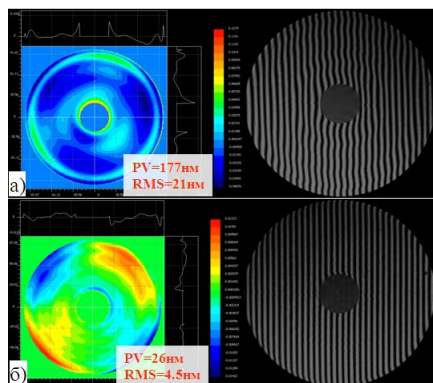


Рис.3. Карта поверхности вогнутого асферического зеркала M2 проекционного объектива с абберацией корректора: а) – до коррекции; б) – после 16-й коррекции.

На рис.4 приведены результаты математической обработки после 16-й коррекции. Ошибки формы поверхности зеркала M2 были исправлены до параметров: $PV=5.3\text{нм}$ и $RMS=0.8\text{нм}$, а абберации корректора волнового фронта составили: $PV=19.8\text{нм}$ и $RMS=3.7\text{нм}$. Видно, что на последней стадии коррекций, ошибки вносимые корректором в процессе измерений превосходят ошибки формы поверхности исследуемого зеркала. Абсолютная среднеквадратическая ошибка измерений составила $\sim 0.6\text{нм}$.

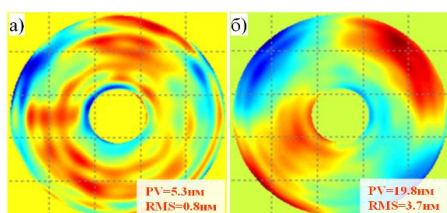


Рис.4. Результаты математической обработки после 16 коррекций: а) карта ошибок формы поверхности M2; б) абберации корректора волнового фронта.

В настоящее время начаты работы по измерению и коррекции формы выпуклой асферической поверхности M1 непосредственно в схеме проекционного объектива, где зеркало M2 выступает в роли зеркального волнового корректора, см. рис. 5. На рис. 6 представлены результаты измерений волновых аббераций проекционного объектива до ($PV = 534\text{нм}$, $RMS = 49\text{нм}$) и после 6-ти коррекций выпуклого асферического зеркала M1 ($PV = 207\text{нм}$, $RMS = 15\text{нм}$).

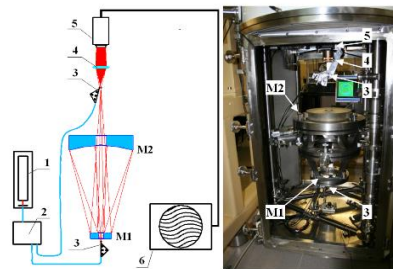


Рис.5.Измерения волновых аббераций проекционного объектива с помощью ИДВС.

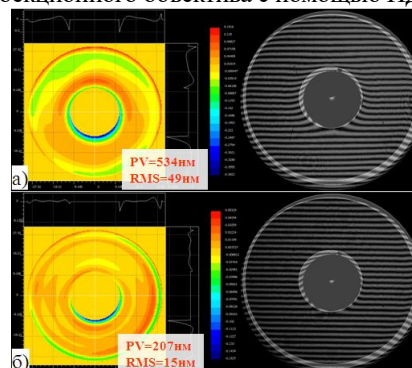


Рис.6.Результаты измерения волновых аббераций проекционного объектива с помощью ИДВС: а) – до коррекции M1; б) – после 6-ти коррекций M1.

К основным результатам можно отнести следующее. Было изготовлено и скорректировано до субнанометрового уровня асферическое вогнутое зеркало M2. Новая математическая модель восстановления формы поверхности показала свою применимость при изучении сверхточной оптики. Начаты работы по коррекции выпуклого асферического зеркала M1 для минимизации волновых аббераций проекционного объектива до субнанометрового уровня. На завершающем этапе изготовления проекционного объектива на асферические зеркала M1 и M2 будут напылены бесстрессовые высокоотражающие многослойные структуры на основе Mo/Si с максимумом коэффициента отражения на длине волны 13.5нм .

Работа поддержана грантом РФФИ 16-07-00306.

- [1] Naulleau P., Golberg K.A., Anderson E.H. et. al., *Jorn.Vac. Sci. Technol. B*, 20, 2829 (2002).
- [2] Д.Г. Волгунов и др. // *Известия РАН. Сер. физ.* Том 77. №1. 2013. С. 4-8.
- [3] С.Ю. Зуев и др. // *Известия РАН. Серия физическая.* Том 75. №1. 2011. С. 61-64.
- [4] М.М. Барышева и др. // *Изв. РАН. Серия физическая.* Том 76. № 2. 2012. С. 190
- [5] Е.Б. Клюенков и др. // *Российские нанотехнологии.* 2008. Т. 3. № 9–10. С. 90.
- [6] И.В. Малышев, М.Н. Торопов, Н.И. Чхало. // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования.* 2015. № 7. С. 87–92.

К задаче рентгеновской флуоресцентной томографии: оценка восстанавливаемой функции

М.В. Чукалина^{1,2}, А.В. Бузмаков¹, Д.П. Николаев³, А.С. Ингачева¹, Д.А. Золотов¹,
Б.С. Роцин¹, А. Гладков³, В.Е. Прун⁴, В.Е. Асадчиков^{1,5}

¹Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова, РАН, Москва, Ленинский проспект, 59, Россия

²Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов, РАН, Черноголовка, пр.
ак. Осипьяна, 9, Россия

³Институт проблем передачи информации им. А.А. Харкевича, РАН, Москва, Большой каретный пер., д.
19, стр.1, Россия

⁴Московский физико-технический институт, Долгопрудный, Россия

⁵Московский государственный университет им.М.В.Ломоносова, Москва, Ленинские горы, д.1
email: chukalinamarina@mail.ru

В работе представлен подход к оценке качества реконструкции изображения по набору томографических рентгено-флуоресцентных проекций, который базируется на связи источников формирования ошибки в методе томографии.

Рентгеновская флуоресцентная томография это томографический метод, который позволяет получить оценку распределения элементного состава во внутреннем объеме образца без его физического разрушения. Существует несколько принципиальных измерительных схем для сбора флуоресцентного сигнала. Для каждой из схем получено выражение, которое связывает погрешность измерения с используемой схемой сбора сигнала. Также суммарная оценка ошибки включает неточность математической модели формирования проекции в части описания геометрии эксперимента. Ошибки калибровки регистрирующего оборудования образуют отдельную группу ошибок. Говоря о математической модели, следует выделить источники формирования ошибки при переходе от аналитической формы преобразования Радона [1] к дискретной, ошибки, возникающие при переходе от декартовой системы координат к полярной и обратно. Выбор алгоритма реконструкции и его численная реализация, включая используемые методы оптимизации и способы регуляризации формирует свою группу ошибок. Завершают эту процедуру ошибки выбранного метода интерпретации результатов. В докладе сделана попытка формализовать каждый из перечисленных типов ошибок и проследить их взаимосвязи.

В заключении будет рассмотрен вопрос применения матрицы Якоби [2] для оценки достоверности результатов реконструкции, проиллюстрирована связь результатов реконструкции с якобианом, предложен ряд способов визуализации матрицы Якоби.

Метод математического моделирования был использован для иллюстрации рассматриваемых положений.

Работа выполняется при поддержке 16-32-00498 мол_а. Обсуждение источников возникающих ошибок проводилось на встречах в рамках программы EXTREMA COST Action MP1207.

[1] J. Radon. Berichte Sächsische Akademie der Wissenschaften, 29, 262 (1917).

[2] D. Nikolaev, M. Chukalina. X-ray fluorescence tomography: Jacobin matrix and confidence of the reconstructed images. Proc. SPIE 9445, Seventh International Conference on Machine Vision (ICMV 2014), 94451M (2015).

Аппаратная функция в рентгеновской дифракции наночастиц

А.И. Шишаков¹, И.Н. Мищенко², М.А. Чуев²

¹Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия;

²Физико-технологический институт РАН, Москва, Россия
e-mail: Shishakov@iptm.ru

Начиная с первой четверти XX века и вплоть до настоящего времени рентгеновские методы определения размеров наночастиц основываются на формуле Шеррера для анализа кривых дифракционного отражения (КДО) [1, 2]:

$$D = \frac{K\lambda}{\sigma \cos \theta}, \quad (1)$$

где D – средний размер частиц, K – постоянная Шеррера, λ – длина волны рентгеновского излучения, σ – ширина рефлекса, θ – его угол Брэгга.

Исключительная элегантность формулы Шеррера обеспечивает ей непреходящую популярность уже на протяжении столетия. Однако её простота обманчива: попытка непосредственно применить формулу (1) к разным рефлексам КДО практически всегда приводит к различным оценкам размеров частиц. Одна из причин подобного расхождения кроется в исходно приближённом характере соотношения (1), где точное значение коэффициента K зависит как от кристаллической структуры, так и от формы рассеивающих частиц, а ширина рефлекса σ имеет различные определения в зависимости от выбора той или иной формы усреднения по хаотической ориентации зёрен [1]. Но существует и иная, не столь фундаментальная, но, по всей вероятности, более серьёзная проблема: изменение угловой расходимости падающего на образец излучения при сканировании в широком диапазоне углов из-за наличия в спектре трубки помимо основной характеристической линии дополнительных компонент и зависимости их относительного углового положения от выбранного порядка отражения.

Очевидно, этот чисто геометрический эффект может быть легко учтён аккуратным заданием конфигурации щелей и монохроматоров в конкретной схеме измерения. Несмотря на это, в стандартных пакетах анализа дифрактограмм, в том числе поставляемых производителями диагностического рентгеновского оборудования, для описания асимметричной формы дифракционных пиков предлагается использовать лишённое физического смысла псевдо-распределение Фойта с формально введённым параметром асимметрии [3]. Влияние же аппаратной функции (АФ) на форму КДО описывается в терминах уширения пиков и

корректируется вычитанием из их интегральных ширин аналогичных характеристик для крупнодисперсного тестового образца [3]. Даже если при таком подходе и удастся добиться удовлетворительного математического описания отдельных рефлексов, то согласованность и достоверность получаемых для разных пиков оценок физических величин должны вызывать серьёзные сомнения.

Данная работа посвящена корректному учёту влияния АФ на форму КДО в широком угловом диапазоне с целью согласованного определения размера наночастиц по полному набору дифракционных пиков.

В статьях [4, 5] проведён теоретический анализ формы АФ и представлены экспериментальные исследования КДО для случая точно подобранных углов Брэгга образца и монохроматора. На рис. 1 приведена стандартная схема эксперимента.

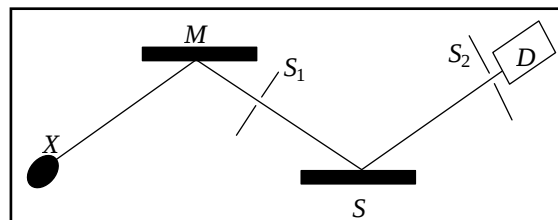


Рис.1 Схема измерения КДО. X – рентгеновская трубка, M – монохроматор, S – образец, D – детектор, S_1 и S_2 – щели.

В работе [4] показано, что интегральная интенсивность дифракционного отражения для бездисперсионной схемы измерения может быть представлена в виде свёртки:

$$A_{hm}^{(\eta)}(\theta_i, \mathbf{p}) = \int_{-\infty}^{\infty} d\theta G_m^{(\eta)}(\theta) P_h^{(\eta)}(\theta + \theta_i, \mathbf{p}) \quad (2)$$

где θ_i – угол падения излучения на образец, $\mathbf{p}$ – вектор параметров, η – заданная поляризация,

$$G_m^{(\eta)}(\theta) = P_m^{(\eta)}(\theta) P_{S\omega}(\theta) \quad (3)$$

– аппаратная функция дифрактометра,

$$P_{S\omega}(\theta) = \int_{-\theta_1}^{\theta_2} d\theta' g_S(\theta') g_{\omega}(\theta - \theta') \quad (4)$$

– свёртка функции распределения интенсивности падающего излучения по частоте $g_\omega(\theta)$ и угловой расходимости в системе щелей $g_s(\theta)$ в интервале $[-\theta_1, \theta_2]$, $P_m(\theta)$ и $P_h(\theta)$ – коэффициенты отражения от кристалла-монокроматора и исследуемого образца, соответственно.

В отличие от бездисперсионной схемы в нашем случае величины брэгговских углов монокроматора θ_{Bm} и образца θ_{Bh} могут сильно различаться, что приводит к следующему выражению для аппаратной функции:

$$G_m^{(\eta)}(\theta) = \int_{-\theta_1}^{\theta_2} d\theta' g_s(\theta') g_\omega(\theta - \theta') P_m^{(\eta)}(\alpha_{mh}\theta + (1 - \alpha_{mh})\theta'), \quad (5)$$

где

$$\alpha_{mh} = \tan \theta_{Bm}(\omega_0) / \tan \theta_{Bh}(\omega_0), \quad (6)$$

ω_0 – частота характеристического излучения, на которую настроена система щелей S.

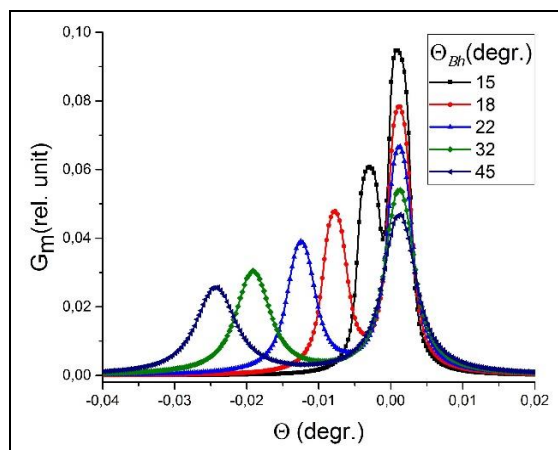


Рис.2 АФ рентгеновского дифрактометра в схеме с дисперсией с кристаллом-монокроматором из графита C(002), $\theta_{Bm} = 13.3^\circ$, для σ -поляризации K_α -излучения медного анода. В верхнем правом углу показаны обозначения кривых G_m для различных углов θ_{Bh} образца.

На рис. 2 показан вид аппаратной функции в схеме с дисперсией. Если в случае бездисперсионной схемы [4], когда брэгговские углы θ_{Bm} и θ_{Bh} практически равны, сателлит основного пика имеет определённую фиксированную координату, а его относительная интенсивность составляет величину порядка 10^{-5} , то здесь картина совершенно иная: интенсивность сателлита сравнима с интенсивностью главного пика, а расстояние между ними увеличивается с увеличением разности углов θ_{Bm} и θ_{Bh} . Ясно, что такая нетривиальная трансформация АФ должна приводить к заметным вариациям формы и ширины пиков (2) для разных порядков отражения и не может игнорироваться при

аккуратных оценках размера частиц по формуле (1).

В работе использовались образцы порошка наночастиц на основе оксида железа $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$.

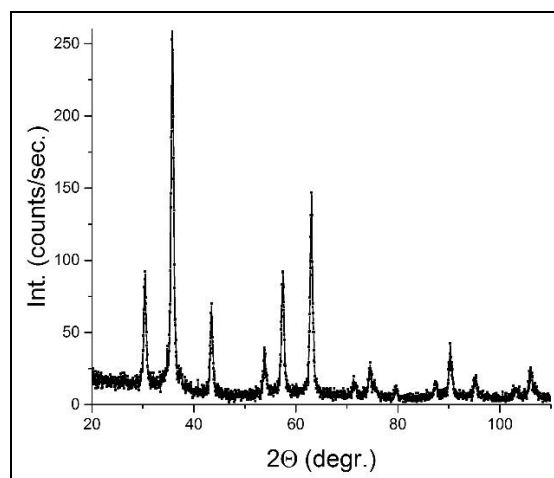


Рис.3 КДО образца.

На рис. 3 показана кривая дифракционного отражения образца, снятая в геометрии $\theta - 2\theta$ на медном аноде, кристалл-монокроматор C(002) графит, щели S_1 (0.6 мм) и S_2 (1 мм), расстояние между щелями 360 мм.

На первом этапе работы проводилось моделирование отдельных наиболее выраженных пиков по представленной выше схеме с использованием формул (2, 5, 6), после чего решалась обратная задача восстановления параметров функции отражения от образца $P_h(\theta, \mathbf{p})$ в процессе подгонки теоретической кривой $A_{hm}(\theta, \mathbf{p})$ (2) и расчёта аппаратной функции $G_m(\theta, \mathbf{p})$ (5).

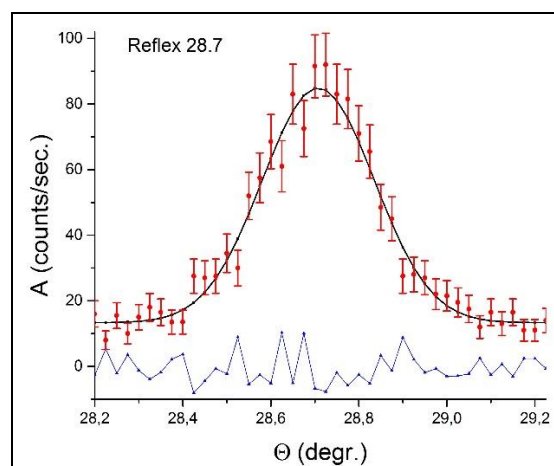


Рис. 4 Участок КДО с ошибками измерения и теоретическая кривая $A_{hm}(\theta, \mathbf{p})$ (сплошная линия).

На рис. 4 приведена теоретическая кривая $A_{hm}(\theta, \mathbf{p})$, полученная в результате обработки одного из рефлексов КДО, изображённой на рис. 3. В формуле (2) функция отражения от образца

$P_h(\theta, \mathbf{p})$ моделировалась функцией распределения Гаусса в соответствии с классической записью формулы Шеррера (1) [2], и найденные значения гауссовых ширин использовались для оценки среднего диаметра наночастиц.

Таб. 1.

Рефлекс (°)	θ_B (°)	σ (°)	D (нм)
15.2	15.201(2)	0.122(1)	15.0(3)
17.9	17.887(1)	0.130(2)	13.5(3)
21.7	21.722(2)	0.140(1)	13.5(2)
28.7	28.703(2)	0.141(1)	15.2(3)
31.5	31.513(1)	0.150(2)	14.5(4)
45.2	45.160(3)	0.171(3)	14.5(5)

В таб. 1 приведены наиболее важные результаты раздельного анализа: среднее положение θ_B и среднеквадратичное отклонение σ функции $P_h(\theta, \mathbf{p})$ и средний диаметр частиц D . Отметим, что градусные меры углов здесь соответствуют θ , а не 2θ , как на рис. 3, и что корректное определение параметров интенсивности и фона мы оставляем за рамками этого краткого сообщения. Основной результат раздельного анализа отражён в четвёртой колонке – размеры частиц по всем представленным рефлексам имеют не слишком большой разброс.

Второй этап работы состоял в уточнении найденного решения при проведении совместного анализа совокупности тех же дифракционных пиков в соответствии с требованием единого размера частиц для всех рефлексов КДО.

Таб. 2.

Рефлекс (°)	θ_B (°)	σ (°)	D (нм)
15.2	15.199(4)	0.126(3)	14.4(1)
17.9	17.886(2)	0.128(1)	
21.7	21.721(4)	0.131(3)	
28.7	28.701(3)	0.139(2)	
31.5	31.513(3)	0.143(2)	
45.2	45.154(7)	0.173(5)	

В таб. 2 показаны основные результаты совместного анализа: параметры функции отражения от образца $P_h(\theta, \mathbf{p})$ и оценка размера частиц материала образца.

Таким образом, учёт АФ при анализе КДО порошковых материалов в дисперсионной схеме имеет решающее значение для адекватной оценки размера частиц при любом качестве экспериментальных данных. В этом состоит ключевое отличие рассмотренной ситуации от бездисперсионной схемы, когда точный расчёт АФ приводит лишь к малым поправкам формы КДО, которые могут быть обнаружены только в прецизионных экспериментах [4].

Представленное исследование продолжает серию работ [4, 5], посвящённых роли аппаратной функции в рентгеновской дифракции, и закладывает методические основы полноценной диагностики наноматериалов на основе их КДО. Применение одновременного анализа ко всей совокупности дифракционных пиков должно позволить не только точно восстанавливать средние значения, но и оценивать характерные величины разброса частиц по размерам. Для повышения достоверности описания возможен более детальный анализ кривой отражения от наночастиц с учётом их наиболее вероятной формы [1]. Ещё одно направление дальнейшего развития – включение в рассмотрение физических механизмов формирования диффузионного фона, что необходимо для самосогласованного анализа всей КДО без выделения на ней отдельных дифракционных пиков. Наконец, предложенный в этой работе подход к анализу кривых порошковой дифракции может быть эффективно использован в рентгеноструктурном анализе произвольных материалов; в частности, аккуратный учёт аппаратной функции неминуемо скорректирует результаты современного анализа этих кривых в рамках метода Ритвельда [3].

Авторы выражают благодарность сотрудникам НИЦ КИ М.А. Поликарпову за экспериментальные образцы и И.А. Субботину и Э.М. Пашаеву за проведение измерений КДО.

- [1] Patterson A. L., Phys. Rev. **56** (10), 972–977, 978–982 (1939).
- [2] Zachariasen W.H.: Theory of X-ray Diffraction in Crystals. Wiley, New York (1945).
- [3] Rigaky Corporation. Integrated X-ray Powder Diffraction Software. PDXL Rietveld Analysis. User's Manual No ME13452A01, First Edition (2008); No ME13451B02, Second Edition (2012).
- [4] Чуев М. А., Пашаев Э. М., Квардаков В. В., и др., Кристаллография т. 53, № 5, с. 780-787 (2008).
- [5] Пашаев Э. М., Субботин И. А., Чуев М. А., и др., Приборы и техника эксперимента, № 5, с. 1-9 (2009).

Аномальная зависимость интенсивности рентгеновских рефлексов от формы нанокристаллитов Cs_2SO_4

Шмытько И.М., Кедров В.В.

*Институт физики твердого тела РАН, 142432, г. Черноголовка, Московская обл.,
e-mail: shim@issp.ac.ru*

В настоящее время большое внимание уделяется изучению структурного состояния и фазовых трансформаций наноскопических систем при изменении размера кристаллитов. При этом используются стандартные методы рентгеноструктурного анализа поликристаллических материалов, основанные на кинематической теории дифракции, которые по определению предполагают падающую на объект исследования рентгеновскую волну плоской. Влияние сферичности волны обычно не учитывается. Она учитывается при исследовании высокосоввершенных монокристаллов в динамической теории дифракции, основанной на многократном рассеянии одной и той же волны внутри кристалла. В этом случае в экспериментах наблюдаются многочисленные эффекты, неизвестные для кинематического приближения. Это и эффект Боррмана, и эффект маятниковых осцилляций (эффект Пенделезунга) и многие другие. Однако наш опыт определения структуры нанопорошков и нанокерамик показал, что часто распределение интенсивности рентгеновских рефлексов для данного фазового состава не соответствует вычисленному для известной пространственной группы симметрии. Более того, если проанализировать данные базы PDF-2 для одного и того же вещества, то оказывается, что распределения интенсивностей $I(\text{HKL})$ сильно изменяются от карточки к карточке. Самым простым объяснением такого расхождения могло бы быть влияние текстуры образцов в разных экспериментах. Однако нижеприведенные сравнительные результаты исследования образцов Cs_2SO_4 (S.G. Pmcp (62); Crystal system: orthorhombic; $a=6.264 \text{ \AA}$ $b=10.95 \text{ \AA}$ $c=8.242 \text{ \AA}$; $Z=4$), имеющих сферическую форму кристаллитов и форму тонких пластинок, показывают, что основной причиной в перераспределении интенсивности $I(hkl)$ является сферичность рентгеновских волн, используемых в обычных дифрактометрах.

Исследовались два типа образцов, приготовленные по разной методике из одного и того же исходного порошка сульфата цезия.

Образец I. 2,5 г порошка сульфата цезия поместили в 20 мл глицерина и нагревали суспензию при перемешивании до полного растворения соли. При этом температура раствора не превышала 150°C . В горячий глицериновый

раствор соли быстро влили 150 мл этилового спирта. Выпавшие кристаллы Cs_2SO_4 выделили фильтрованием через двойной бумажный фильтр, промыли этиловым спиртом и сушили на воздухе при 150°C в течение 2 часов.

Образец II. 2,5 г порошка сульфата цезия поместили в 30 мл этиленгликоля и нагревали суспензию при перемешивании до полного растворения соли. При этом температура раствора не превышала 160°C . В горячий раствор соли быстро влили 50 мл диметилсульфоксида. Выпавшие кристаллы Cs_2SO_4 выделили фильтрованием через двойной бумажный фильтр, промыли этиловым спиртом и сушили на воздухе при 150°C в течение 2 часов.

SEM изображения полученных порошков, зарегистрированные на сканирующем электронном микроскопе SUPRA II показаны на рис. 1(a) и рис.1(b), соответственно. На рис.2 показаны экспериментальные дифрактограммы полученных образцов, зарегистрированные на дифрактометре D-500 (Siemens) с использованием монохроматического $\text{Co-K}\alpha$ излучения. Обращает на себя внимание резкое увеличение относительной интенсивности отражений (103), (004), (104), (105), видимых на рис.2(б), и отражений (006), (116), (206), (107), (017) и других (HKL), содержащих индекс L, при регистрации спектра в более широком интервале углов дифракции.

Были проведены электронномикроскопические исследования полученных пластинчатых образцов и было показано, что нормали к развитой поверхности пластинчатых кристаллитов могут совпадать со следующими направлениями [112], [132], [012] и [001]. Таким образом только плоскость (00L) могли бы быть ответственными за текстурное изменение относительной интенсивности рефлексов. Однако несоответствие расчетной интенсивности отражений (004) и (006) для пространственной группы Pmcp, равной $I(004)/I(006) \approx 5$, и измеренной интенсивностью этих рефлексов для пластинчатых кристаллитов, равной ≈ 2.9 , указывает, что и плоскости (00L) не могут обеспечить текстурного перераспределения относительных интенсивностей для почти сферических и пластинчатых кристаллитов. Возможной причиной такого перераспределения может

быть сферичность используемого

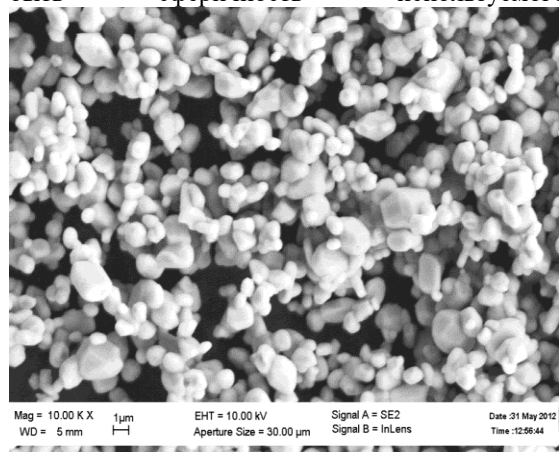


Рис.1(а) – SEM изображение порошка, полученного по методике I;

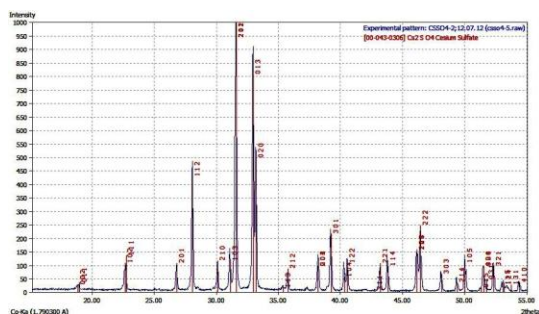


Рис.2(а) – Дифракционный спектр порошка, полученного по методике I;

Теоретический анализ в кинематическом приближении вопроса о влиянии сферичности рентгеновских волн в дифракционном эксперименте рассмотрены в книге В.И. Ивероной и Г.П. Ревкевич «Теория рассеяния рентгеновских лучей» [1]. По аналогии с обычной оптикой вводятся такие понятия как зоны Френеля, спираль Корню и т.д. На рис.3 представлена схема, позволяющая определить некоторые параметры геометрической оптики, необходимые для вычисления количества перекрытых зон Френеля, необходимых для расчета интенсивности рассеяния. Согласно рисунку разность хода ΔR между центральным лучом, прошедшим путь *фокус трубки – кристалл – точка наблюдения*, и лучом, рассеянным точкой *B* атомной плоскости равна

(1)

Граница первой зоны Френеля определяется условием $\Delta R = \lambda/2$. Тогда из вышеприведенного уравнения получим уравнение границы первой зоны Френеля

рентгеновского излучения.

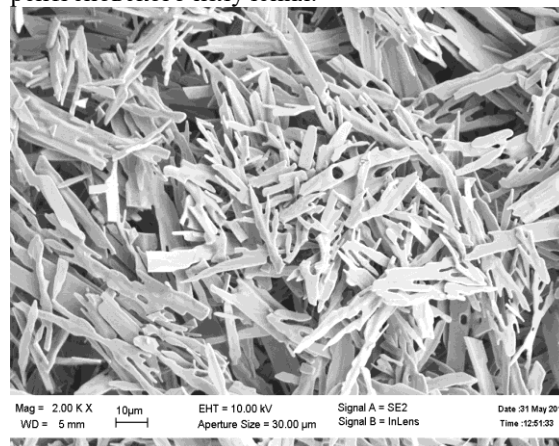


Рис.1(b) – SEM изображение порошка, полученного по методике II.

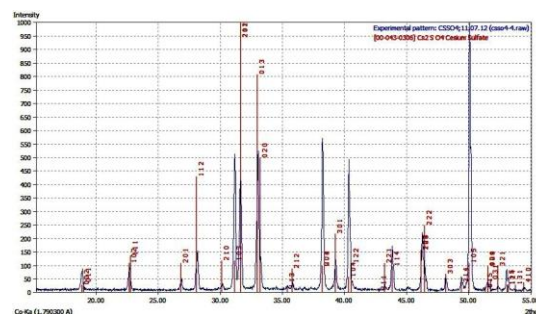


Рис.2(б) – Дифракционный спектр порошка, полученного по методике II.

(2).

Это уравнение показывает, что первая зона Френеля представляет собой эллипс, вытянутый вдоль оси «х». Величины полуосей «а» и «б» равны

(3),

соответственно.

Учитывая, что в традиционно используемой схеме съемки Брегга-Брентано $R_1=R_2$ и в большинстве рентгеновских дифрактометров равно 18 - 20 см, мы получаем диаметр первой зоны Френеля равный ~ 3 мкм. При переходе во вторую зону Френеля рассеяние рентгеновской волны происходит в противофазе рассеяния на первой зоне Френеля и, следовательно, суммарная интенсивность должна уменьшаться. Изменение амплитуды рассеяния OA_1 результирующей волны в зависимости от того, сколько зон Френеля открыто, описывается спиралью Корню, см. рис. 4. Согласно оценке, полученной по формуле (3), для размеров частиц меньших 3 мкм интенсивность рассеяния согласно рис. 2 будет расти с увеличением размера, а при

превышении этого размера интенсивность отражений начнет уменьшаться. Кроме того из формы спирали Корню можно заключить, что для размера кристаллитов, перекрывающих ~10-12 зон Френеля, интенсивность рефлексов

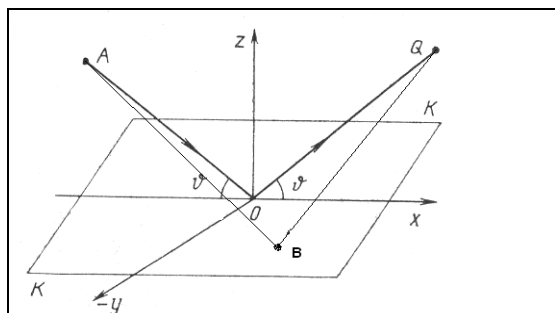


Рис. 3. Схема хода рентгеновских лучей, для вычисления геометрии зон Френеля.

Исходя из вида спирали Корню и того факта, что интенсивность отражений (103), (104), (105), (116), (206), (107), (017) выросла аномально по отношению к расчетной, совпадающей с интенсивностью для сферических кристаллитов, можно предположить, что размер пластинчатых кристаллитов, в направлении перечисленных

выйдет на асимптотику и не будет больше влиять на перераспределение интенсивности рефлексов независимо от их формы. Для используемой нами геометрии Брегга-Брентано этот размер оценивается в ~15-20 мкм.



Рис. 4. Зависимость величины результирующей амплитуды рассеяния OA_1 от числа открытых зон Френеля

плоскостей находится внутри первой зоны Френеля.

[1] В.И.Иверонова, Г.П. Ревкевич. Теория рассеяния рентгеновских лучей. Издательство МГУ (1972). 246 с.

Контактный микроскоп в мягком рентгеновском диапазоне с цифровой регистрацией изображений.

А.Е. Пестов, Н.И. Чхало, Н.Н. Салащенко, А.В. Щербаков.

Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия

e-mail: sherbakovav@ipmras.ru

Излучение мягкого рентгеновского диапазона (МРИ) привлекает интерес в области микроскопии, особенно биологических объектов, благодаря короткой длине волны, слабому рассеянию, относительно большой глубине проникновения и резонансному взаимодействию с атомами легких элементов (О, N, С) [1]. Обычно, зонные пластинки Френеля (ЗПФ) применяются в качестве изображающего элемента, а малолушьящие ПЗС камеры применяются в качестве детектора в большинстве рентгеновских микроскопов последних лет [2]. Главным преимуществом такого подхода является высокое разрешение и высокая эффективность детектирования. Основные же недостатки подхода заключаются в том, что из-за большого размера пикселя ПЗС требуется большого увеличения изображающей схемы ($\times 1000$ и больше) для получения разрешения на уровне 10 нм, а низкая энергетическая эффективность ЗПФ и большие хроматические aberrации накладывают жесткие ограничения на источник излучения. Это приводит к тому, что разрешение на уровне десятков нанометров удастся получить только используя синхротрон в качестве источника.

Поэтому, актуальной задачей является разработка недорогих, простых в эксплуатации, с легко перестраиваемой рабочей длиной волны микроскопов, предназначенных для работы в мягком рентгеновском диапазоне. Сравнение характеристик различных схем рентгеновских микроскопов, проведенное в [3] показало, что в наибольшей степени этим требованиям удовлетворяет контактный микроскоп, когда исследуемый образец устанавливается в непосредственной близости от детектора и на входе детектора формируется теневое изображение образца. Как правило, в качестве 2D детектора используются рентгеновские пленки [4]. Это является основным недостатком этого типа микроскопа, так как этот метод регистрации требует больших доз облучения, а долговременные процедуры проявления изображений исключают оперативность в работе.

В данной работе описывается разработанный авторами контактный микроскоп с цифровой регистрацией изображений.

Оптическая схема и фотография микроскопа приведены на рис.1. Основными

элементами микроскопа являются: лазерно-плазменный источник (ЛПИ) МРИ, объектив Шварцшильда (ОШ), стол для исследуемых образцов (СО) и высокоразрешающий детектор (ВРД). Работа прибора происходит следующим образом. Изображение лазерно-плазменного источника с помощью объектива Шварцшильда (ОШ) с десятикратным увеличением переносится на исследуемый образец, установленный на столе (СО). Сразу за исследуемым образцом устанавливается высокоразрешающий 2D детектор (ВРД). На входе детектора формируется теневое изображение образца, которое после конвертации в видимый свет регистрируется с помощью CCD камеры.

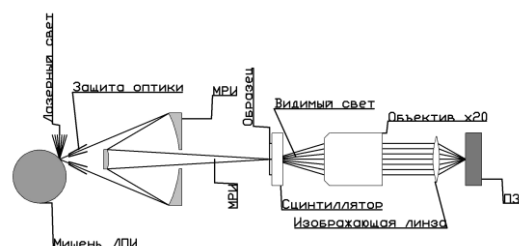


Рис. 1. Принципиальная схема микроскопа.

Для определения разрешения прибора был изготовлен тест объект, представляющий из себя металлическое напыление непосредственно на поверхности сцинтиллятора, в котором были протравлены наборы полос с периодами 1.4, 2, 3 и 4 мкм. Было получено изображение этих полос с помощью электронного микроскопа и описываемого микроскопа в видимом свете и на длине волны 13.5 нм (рис. 2). Сечения изображений в видимом свете и мягком рентгеновском диапазоне приведены на рис. 3. Как можно видеть, микроскоп позволяет разрешать полосы с периодом 1.4 мкм по критерию Рэлея. Ухудшение качества изображения связано с шумами не охлаждаемой ПЗС, работающей в вакууме.

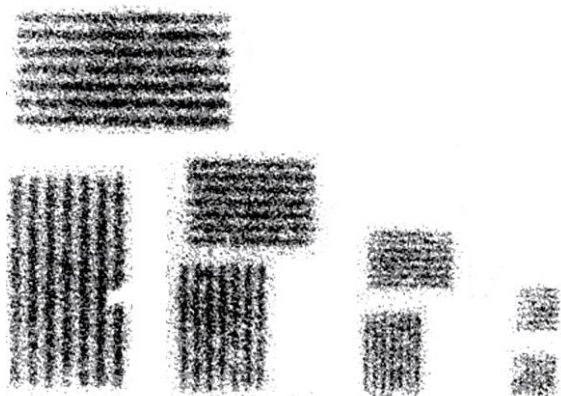


Рис. 2. Изображение тестового образца, полученное на длине волны 13.5 нм.

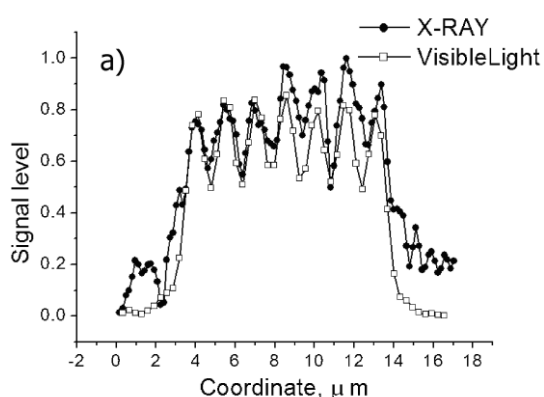


Рис. 3. Сечение полос шириной 0.7 мкм (период 1.4 мкм) полученное в видимом свете и на длине волны 13.5

Помимо этого было получено изображение пористого майлара с фоторезистом в качестве детектора. Полученное на фоторезисте изображение позволяет говорить о 30нм разрешение микроскопа при работе в таком режиме. (рис. 4)

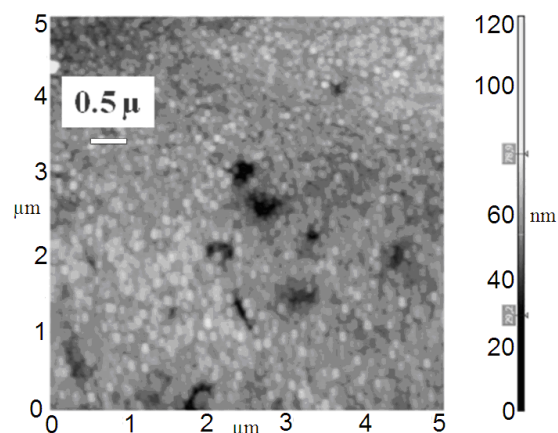


Рис. 4. Изображение пористого Майлара, полученное на фоторезисте

В данной работе предложен и изучен малогабаритный лабораторный рентгеновский контактный микроскоп, обеспечивающий цифровую регистрацию изображений с разрешением не хуже 0.6 мкм.

Данный прибор можно использовать и для изучения образцов с лучшим разрешением, вплоть до десятков нм. Для этого вместо разработанного цифрового детектора можно использовать фоторезисты.

Литература

- [1] Kirz, J., and Howells, Q., Rev. Biophys. 28 (1995), 130.
- [2] Chao W., Kim J., Rekawa S., Fischer P., and Anderson E.H. Optics Express, Vol. 17, Issue 20, pp. 17669-17677 (2009)
- [3] Barysheva, M., Pestov, A., Salashchenko, N., Toropov, M., Chkhalo, N. Physics-Uspekhi 55(7) (2012) 681.
- [4] I. A. Artioukov and A. V. Vinogradov Vol. 20, No. 24 / OPTICS LETTERS 2451.

Современные подходы при формировании кремниевой планарной преломляющей оптики

В. Юнкин¹, С. Кузнецов¹, И. Снигирева², А. Снигирев³

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

²Европейский центр синхротронного излучения, Гренобль, Франция

³Балтийский Федеральный Университет им. И. Канта, Калининград, Россия

e-mail: yunkin@iptm.ru

Кремниевые планарные преломляющие линзы являются одним из наиболее успешных современных направлений развития рентгеновской преломляющей оптики [1]. Предложенная в ИПТМ РАН концепция планарных линз в комплексе с кремниевой технологией [2] получила мировое признание и широко востребована [3].

Линзы на основе Si имеют ряд преимуществ для фокусирования жесткого рентгеновского излучения. Кремний имеет высокие показатели радиационной и температурной стабильности. Совершенство структуры монокристаллов Si препятствует появлению диффузного рассеяния в толще материала. А хорошо развитые планарные технологии микроstructuring кремния позволяют проектировать и изготавливать разнообразные линзы и системы на одной Si пластине [4].

Кремниевые планарные параболические линзы и линзы с минимизированным поглощением позволили существенно расширить диапазон применения преломляющей оптики как по энергетическому спектру (до 100 кэВ и выше), так и по пространственному разрешению (до 100 нм и менее). Однако их реальные характеристики пока еще не достигли расчетных, в том числе не достигнут их дифракционный предел.

Современные задачи, стоящие перед синхротронными источниками 3-го поколения, а также новыми синхротронными источниками и рентгеновскими лазерами на свободных электронах, требуют для своего решения более совершенной кремниевой преломляющей оптики.

Все Si рентгеновские преломляющие линзы изготавливаются с использованием Bosch процесса [5]. Это циклический двухстадийный процесс, в котором травление кремния в плазме SF₆ чередуется с осаждением полимера в плазме C₄F₈, необходимого для пассивации боковых стенок травимых структур. Благодаря этому возможно направленное травление кремния на глубину более 500 микрон. Однако у процесса есть две особенности, критичные для оптических приложений.

Во-первых, это волнообразная шероховатость, возникающая на боковых стенках травимых структур (на поверхности преломляющего профиля линзы). Ее амплитуду и период удается минимизировать, но полностью избавиться от нее невозможно [6]. Вторая особенность – зависимость характеристик травления структур от их размеров и аспектного отношения (Рис. 1).

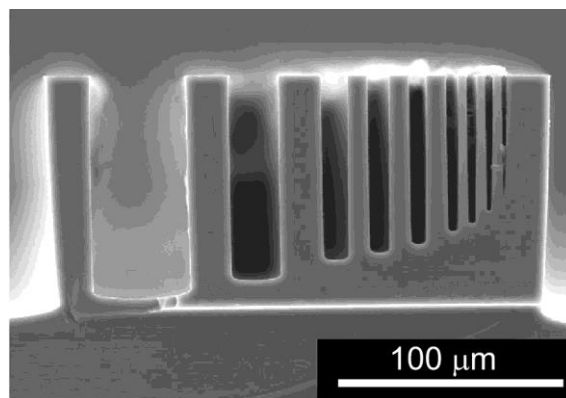


Рис. 1. СЭМ фото поперечного сечения тестовой структуры после травления в Bosch процессе.

Из фотографии (Рис.1) видно, что широкие (миллиметровые) канавки (слева и справа) являются самыми глубокими, а их стенки слегка изогнуты и имеют отрицательный наклон. С сокращением ширины глубина канавок уменьшается, а их стенки становятся более вертикальными. Канавки шириной около 20 мкм имеют почти вертикальные и ровные стенки. Более узкие канавки становятся V-образными. Было показано [7], что параболические линзы с малым радиусом кривизны в апексе и большой длиной имеют неоднородную линейную фокальную линию, которая частично расщепляется. Более выраженное расщепление наблюдали у линз с апертурой около 1 мм и глубиной травления преломляющего профиля более 100 мкм (Рис. 2а). Причиной этого были неоптимальные (с точки зрения технологии плазменного травления Si) топологии линз (Рис. 3а). На разной длине этих параболических линз их преломляющие профили имели разный наклон: от положительного (вблизи апекса) до

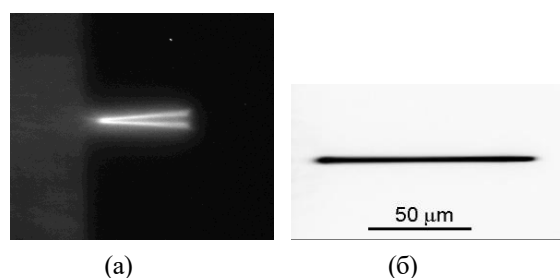


Рис. 2. Фокальные пятна параболических линз.

отрицательного. Линзы с минимизированным поглощением претерпевали более существенные искажения в процессе их изготовления.

Для уменьшения негативного влияния эффектов травления был предложен [7] удобный подход к оптимизации топологий преломляющих параболических линз и линз с минимальным поглощением (Рис. 3). Простые и компактные топологии линз (Рис. 3а) были заменены на более сложные и менее компактные (Рис. 3б). При этом оптимизированные топологии (Рис. 3б) позволили значительно сузить диапазон размеров травимых структур, тем самым, ограничивая разброс результатов травления. В последующем на параболических линзах с новыми топологиями экспериментально наблюдали однородные фокальные линии (Рис. 2б). Следует отметить, что топологии этих линз стали приближаться к цилиндрическим линзам. Такой подход стал доминирующим при разработке рентгеновских нанофокусирующих линз [3, 7], у которых физическая апертура, длина и глубина травления примерно одного порядка величины. Структуры с такими параметрами удастся изготовить без значительных искажений лишь за счет оптимизации процессов плазменного травления.

Для изготовления линз с разным соотношением геометрических параметров и глубиной более 100 мкм был предложен и разработан новый подход [8]. Он основан на понимании того факта, что одинаковые микронные структуры (канавки) можно травить на разные глубины, контролируя вертикальность их стенок. Главное условие для этого – сохранение неизменным соотношение потоков травящих частиц на дно канавки при ее травлении. Это условие реализуется (фирма STS Ltd, UK) с помощью специального метода изменения параметров плазмы в процессе травления, получившего название *parameter ramping* [9]. Его применение позволяет создавать в пластине кремния узкие вертикальные канавки с большим аспектным отношением.

Следующий шаг в реализации нового подхода состоит в замене обычных топологий преломляющих линз на топологии, включающие наборы канавок одной ширины. Как видно из рис. 4, к топологии параболической линзы могут

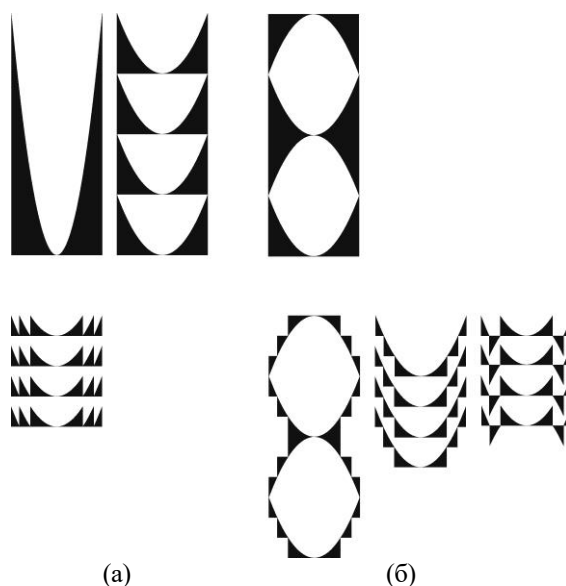


Рис. 3. Возможные топологии преломляющих линз.

быть добавлены единичные (Рис. 4б) или множественные дополнительные элементы (Рис. 4в), образующие рядом с параболическим профилем открытые области в виде канавок. После травления таких линз внутри остаются стенки канавок (Рис. 5а), которые удаются (Рис. 5б) с помощью дополнительных технологических операций.

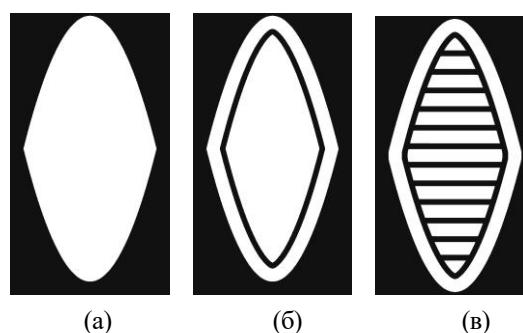


Рис. 4. Топологии параболической линзы.

В нашем случае, при достижении необходимой глубины травление канавок прекращается. За ним следует процесс осаждения толстого слоя полимера на поверхность канавок из плазмы C_4F_8 . Затем снова выполняется процесс травления в плазме SF_6 в условиях, при которых слой полимера на дне канавок удаляется за счет активной ионной бомбардировки. Далее условия меняются для того, чтобы реализовать изотропное травление канавок вблизи их дна. За счет встречного латерального травления вблизи дна стенки между канавками подтравливаются, а их остатки удаляются. Результат этого представлен на рис. 5б. Видно, что стенки полученной структуры внизу частично растравлены, а его дно недостаточно гладкое из-за присутствия остатков стенок. В большинстве случаев это не критично, поскольку в

экспериментальных схемах апертура линзы часто ограничивается щелями для «вырезания» наиболее однородной части из ее линейного фокального пятна.

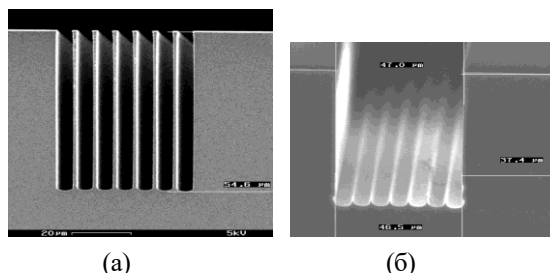
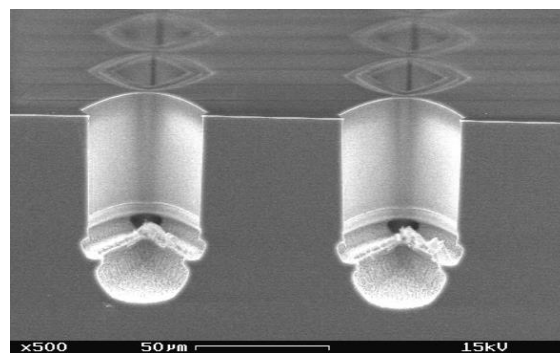


Рис. 5. СЭМ фото сечений структуры: (а) до и (б) после удаления стенок канавок.

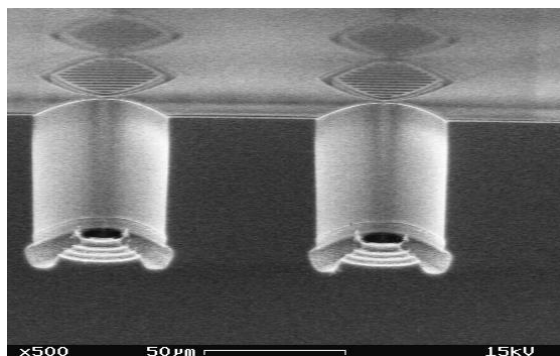
На рисунке 6 приведены фотографии параболических линз, изготовленных с использованием модифицированных топологий, представленных на рисунках 4б и 4в. Остатки стенок канавок в них удалялись согласно процессам, описанным выше. Отметим, что в случае одиночной канавки, формирующей и контролирующей параболический профиль линзы (Рис. 6а), для подтравки стенки канавки требуется дополнительное время, поскольку встречное латеральное из более широкой центральной области не является оптимальным.

В последнее время предложено несколько аналогичных подходов к изготовлению Si планарных преломляющих линз, отличающихся топологиями, числом используемых технологических процессов, а также исходными материалами подложек [10,11]. В частности, в работе [10] свободную часть топологии линзы, ограниченную единичной канавкой (Рис. 4б), заполняли массивом квадратов или кружков диаметром до 5 мкм. После травления на необходимую глубину стенки канавок и образовавшиеся столбики удаляли за счет процессов термического окисления кремниевой линзы и последующего удаления окисла в буферном растворе HF. В результате многократного повторения этих процессов стенки и столбики полностью растворялись. Для изготовления параболических линз с очень протяженным фокальным пятном было предложено выполнить травление пластины насквозь [11]. Для этого часть топологии линзы, ограниченную единичной канавкой (Рис. 4б), делали непрозрачной, а рабочую пластину наклевали через фоторезист на пластину-носитель. В результате сквозного травления пластины линзы «вырезались» канавками одинаковой ширины, а ненужные фрагменты удалялись при растворении резиста в процессе разделения пластин.

Для формирования линз с более гладкими поверхностями преломляющих профилей предлагается криогенное травление кремния



(а)



(б)

Рис. 6. СЭМ фото параболических линз с разными топологиями.

в качестве альтернативы Bosch процессу [12].

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (грант № 14.Y26.31.0002, грант № 02.G25.31.0086).

- [1] Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Lengeler B., *Nature*, **384**, 49 (1996).
- [2] Aristov V.V., Grigoriev M.V., Kuznetsov S.M., Shabelnikov L.G., Yunkin V.A., Hoffmann M., Voges E., *Opt. Comm.*, **177**, 33 (2000).
- [3] Kurapova O., Lengeler B., Schroer C. G. et al., *Vac. Sci. Technol. B*, **25**, 1626 (2007).
- [4] Snigirev A., Snigireva I., Kohn V., Yunkin V., Kuznetsov S. et al., *Phys. Rev. Lett.*, **103**, 064801_1 (2009).
- [5] Laermer F. and A. Schilp, U.S. Patent No. 5,501,893, (1996).
- [6] Snigirev A., Snigireva I., Grigoriev M., Yunkin V., Di Michiel M., Kuznetsov S., Vaughan G., *Proc. of SPIE*, **6705**, 670506-1 (2007).
- [7] Yunkin V., Grigoriev M., Kuznetsov S., Snigirev A., Snigireva I., *Proc. of SPIE*, **5539**, 226 (2004).
- [8] Yunkin V., Report at TU Ilmenau (2006).
- [9] McAuley S.A. et al., *J. Phys. D*, **34**, 2769 (2001).
- [10] Stohr F. et al, *J. Vac. Sci. Technol. B* **33**, 062001- (2015).
- [11] Stohr F. et al, *J. Micromech. Microeng.*, **25**, 125013 (2015)
- [12] Miakonkikh A. et al, PESM-2016, Grenoble, France (2016).

УКАЗАТЕЛЬ АВТОРОВ

- | | | | |
|--------------------|---------------------|-------------------|----------------------|
| Андреева М.А. | 6, 13. | Колесников А.О. | 34. |
| Андриенко И.Н. | 9. | Кон В.Г. | 37, 40. |
| Асадчиков В.Е. | 12, 15, 24, 99. | Кононенко О.В. | 80. |
| Бабанов Ю.А. | 13. | Коханчик Л.С. | 29. |
| Баженов В.В. | 67. | Кочарян В.Р. | 50. |
| Баранников А. | 43 | Кузнецов С. | 40, 43, 53, 108. |
| Баулин Р.А. | 6, 13. | Лукичев В. | 53. |
| Божко С.И. | 29. | Любомирский М. | 40. |
| Большаков А.П. | 74. | Лятун И. | 43. |
| Борисов М.М. | 6. | Малышев И.В. | 46, 96. |
| Бузмаков А.В. | 12, 15, 24, 99. | Мингалева А.Е. | 49, 84. |
| Бушуев В.А. | 16, 93. | Михайленко М.С. | 26, 64. |
| Вайнер Ю.А. | 26, 61, 64, 71. | Мищенко И.Н. | 100. |
| Вишняков Е.А. | 19, 34. | Мурадян Т.Р. | 50. |
| Воган Г. | 40. | Мухамеджанов Э.Х. | 6. |
| Водолазова Н.Н. | 93. | Мяконьких А. | 53. |
| Волошин А.Э. | 74. | Некипелов С.В. | 49, 56, 67, 84. |
| Гладков А.С. | 15, 99. | Нечай А.Н. | 58, 61. |
| Голобородский Б.Ю. | 13. | Николаев Д.П. | 15, 99. |
| Девятериков Д.И. | 13 | Парьев Д.Е. | 19, 61. |
| Дымшиц Ю.М. | 12. | Пестов А.Е. | 19, 26, 64, 96, 106. |
| Дышеков А.А. | 21. | Петров И.А. | 16. |
| Елфимов Д.А. | 24. | Петрова О.В. | 49, 56, 67, 76. |
| Емелин Е.В. | 29. | Петухов Б.В. | 74. |
| Ершов П. | 43. | Подурец К.М. | 69. |
| Жуковская И.А. | 93. | Поликарпов М. | 43. |
| Забродин И.Г. | 58. | Полковников В.Н. | 19, 61, 64, 71, 96. |
| Зверев Д. | 40. | Пономарев Д.А. | 13. |
| Золотов Д.А. | 12, 15, 24, 99. | Прохоров И.А. | 74. |
| Зорина М.В. | 26, 64, 96. | Прун В.Е. | 15, 99. |
| Зуев С.Ю. | 58, 61, 64, 71, 96. | Пунегов В.И. | 31, 77. |
| Ингачева А.С. | 12, 15, 99. | Рагозин Е.Н. | 34. |
| Ионов А.М. | 29. | Ральченко В.Г. | 74. |
| Иржак А.В. | 29. | Репченко Ю.Л. | 6. |
| Иржак Д.В. | 29, 80. | Рогожин А. | 53. |
| Ичалова Д.Е. | 12. | Романов Д.А. | 74. |
| Казаков Д.В. | 31. | Ромашев Л.Н. | 13. |
| Калоян А.А. | 69. | Рощин Б.С. | 99. |
| Карпов А.В. | 31. | Рощупкин Д.В. | 29, 80. |
| Каськов, И.А. | 58. | Руденко К. | 53. |
| Кедров В.В. | 103. | Рюффер Р. | 13. |
| Коваленко Е.С. | 69. | Салащенко Н.Н. | 58, 61, 96, 106. |

Свечников М.В.	61, 71.	Чурин С.А.	64.
Сивков В.Н.	49, 56, 67, 84.	Чуховский Ф.Н.	24.
Сивков Д.В.	67, 85.	Чхало Н.И.	19, 26, 46, 58, 61, 64, 96, 106.
Сидоров Д.С.	96.	Шапошников Р.А.	71.
Смирнов Г.В.	13.	Шатохин А.Н.	34.
Смирнова И.А.	88.	Шишаков А.И.	100.
Снигирев А.А.	40, 43, 53, 91, 108.	Шмытько И.М.	103.
Снигирева И.	40, 43, 53, 108.	Шомысов Н.Н.	49, 56, 84.
Соловьёв А.В.	9.	Шустова Е.Н.	56.
Стрельченко С.С.	74.	Щербаков А.В.	19, 58, 106.
Струля И.Л.	26, 64.	Юнкин В.	40, 43, 53, 108.
Ткаль В.А.	93.	Якимчук И.В.	15.
Торопов М.Н.	46, 96.	Balzer M.	12.
Устинов В.В.	13.	Baumbach T.	12.
Хомич А.А.	74.	Caselle M.	12.
Чуев М.А.	100.	Chilingaryan S.	12.
Чукалина М.В.	12, 15, 99.	Ehrlich H.	67.
Чумаков А.И.	13.		