

УДК 621.793.18

## МНОГОСЛОЙНЫЕ РЕНТГЕНОВСКИЕ ЗЕРКАЛА ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОЙ ОБЛАСТИ “ОКНА ПРОЗРАЧНОСТИ УГЛЕРОДА” 4.4–5 НМ

© 2013 г. **С. С. Андреев**, М. М. Барышева, Ю. А. Вайнер, П. К. Гайкович, Д. Е. Парьев, А. Е. Пестов, Н. Н. Салашенко, Н. И. Чхало

*Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород*  
E-mail: Pariev@ipmras.ru

Поступила в редакцию 17.04.2012 г.

Изготовлены и исследованы многослойные рентгеновские зеркала на основе Cr/C, предназначенные для отражения излучения в области “углеродного окна” ( $\lambda = 4.4\text{--}5$  нм). Структуры получены методом магнетронного распыления при различных параметрах осаждения. При нормальном падении достигнуты рекордные коэффициенты отражения более 15%. Методом рефлектометрии на длинах волн 0.154 и 4.47 нм изучены структурные параметры зеркал.

DOI: 10.7868/S002347611303003X

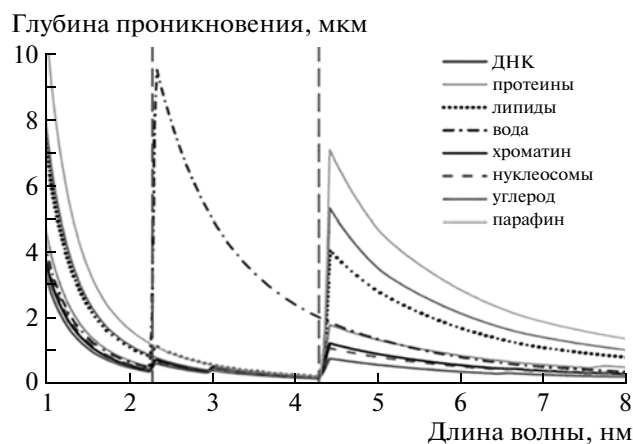
### ВВЕДЕНИЕ

“Углеродное окно”, лежащее в интервале от 4.4 нм (край поглощения углерода) до 5 нм, занимает особое место в диапазоне мягкого рентгеновского излучения. Это связано с тем, что углеродосодержащие материалы, к числу которых относятся биологические и медицинские объекты, полимеры, углеродные волокна, конгломераты нанотрубок и др., наиболее прозрачны для мягкого рентгеновского излучения в этой части спектра, что обусловлено  $K$ -скачком поглощения углерода на длине волны 4.37 нм. Как показано на рис. 1, разница в коэффициентах поглощения клеточных структур и веществ (органелл) в “углеродном окне” в 5–6 раз больше, чем в “водном окне” [1]. Такая разница в величине поглощения позволяет исследовать различные органические объекты, находящиеся в парафине, и получать рентгенооптические изображения веществ и биологических структур приемлемого контраста. Развитие рентгеновской микроскопии “углеродного окна” связано с созданием эффективной рентгенооптической системы, которая в наибольшей степени определяется пиковыми и интегральными коэффициентами отражения многослойных интерференционных структур (МИС). Для задач рентгеновской диагностики различных объектов важным является и спектральное разрешение многослойных дисперсионных элементов. В [2] изучались характеристики зеркал на основе Cr/C. Сообщается о достижении коэффициентов отражения в окрестности длины волны 4.47 нм до 14.8% при спектральном разрешении  $\lambda/\Delta\lambda \approx 217$ .

Величина коэффициента отражения многослойных зеркал особенно важна в случае применения их в многозеркальных схемах. Например, оптическая схема рентгеновского микроскопа да-

же в простейшем случае состоит из трех зеркал (два зеркала объектива и коллектор). При такой оптической схеме даже для рекордных значений коэффициента отражения зеркал,  $R \approx 0.15$ , энергетическая эффективность микроскопа составляет малые доли процента. В связи с этим поиск новых материалов для изготовления многослойных структур, которые обеспечат более высокие коэффициенты отражения зеркал нормального падения, является крайне актуальным.

На рис. 2 приведены расчетные спектральные зависимости коэффициентов отражения наиболее перспективных материалов в окрестности длины волны 4.7 нм. Оптические константы материалов брались из [3]. Из рисунка видно, что близкими по расчетному пиковому коэффициенту



**Рис. 1.** Спектральная зависимость глубины проникновения мягкого рентгеновского излучения для различных органических соединений и воды [1].

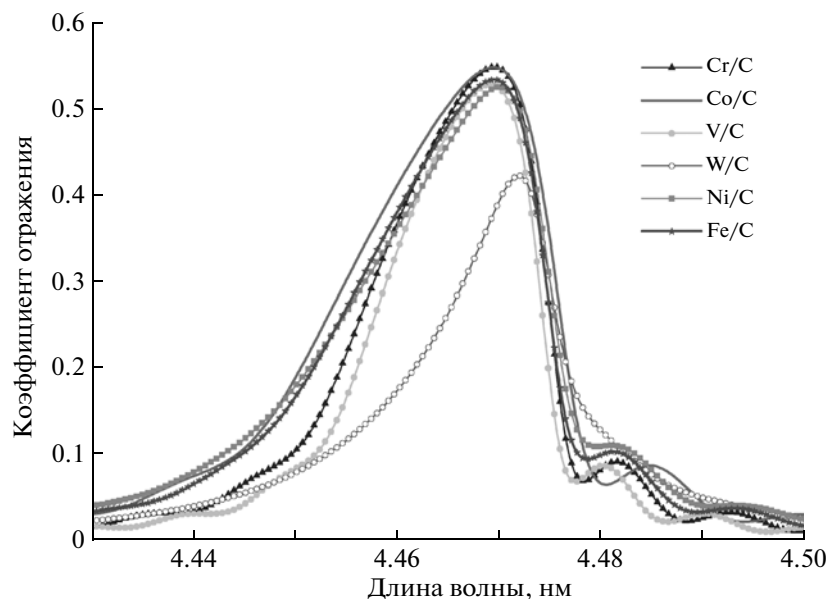


Рис. 2. Теоретически рассчитанный коэффициент отражения структур Cr/C, Co/C, V/C, W/C, Ni/C, Fe/C.

ту отражения к наиболее оптимальным Co/C зеркалам являются многослойные зеркала на основе Ni/C и Cr/C. Как правило, для нанесения подобных многослойных покрытий применяется технология магнетронного распыления. Поэтому, учитывая, что хром в отличие от кобальта и никеля является немагнитным материалом, с точки зрения технологичности наиболее предпочтительной парой материалов является Cr/C. Ранее отмечалось [4, 5], что многослойные структуры на основе Cr/C отличаются высоким качеством межслойных границ. В настоящей работе исследованы Cr/C МИС нормального падения.

#### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Изготовление многослойных рентгеновских зеркал проводилось на установке магнетронного типа. Два магнетрона с соответствующими плоскими мишенями из различных материалов позволяют напылять двухкомпонентные структуры на подложки диаметром до 100 мм. Распыление мишеней осуществляется в среде аргона при давлении  $\sim 0.1$  Па. Давление остаточных газов в рабочем объеме перед началом процесса было не более  $10^{-4}$  Па. Структурные параметры (величина

Таблица 1. Рентгеновские характеристики Cr/C многослойного зеркала, образец D10

$\lambda$ , нм	$R$ , %	$\theta$ , град	$\Delta\theta$ , град	$S$
0.154	45.6	1.963	0.013	151
4.47	15.4	81.62	2.5	157

периода, соотношение толщин слоев в периоде) образцов определялись методом малоугловой рентгеновской дифрактометрии с использованием дифрактометра Philips X'Pert PRO по измеренным угловым зависимостям коэффициентов отражения МИС на длине волны  $\lambda = 0.154$  нм. Измерения в мягком рентгеновском диапазоне проводились на длине волны  $\lambda = 4.47$  нм на рефлектометре с решеточным спектрометром-монохроматором [4, 6]. Спектральная ширина зондового пучка измерялась по методу, описанному в [7], и составляла 0.02 нм.

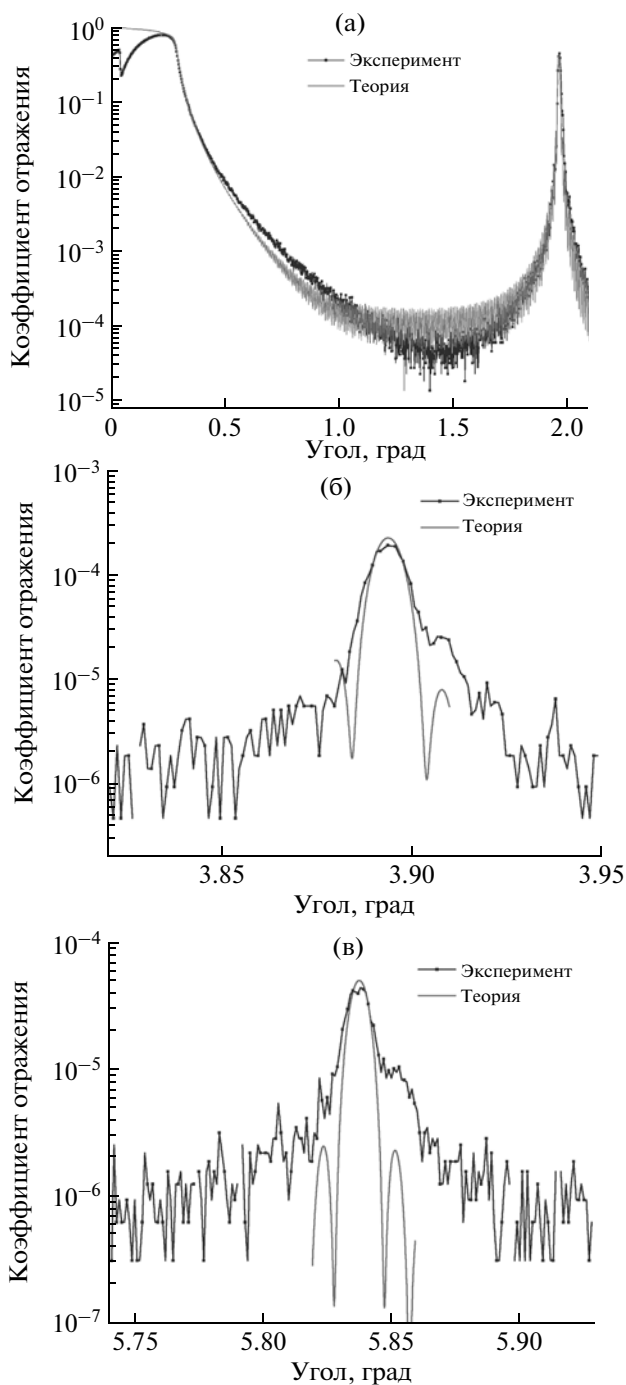
#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

С целью определения оптимальных параметров для достижения лучших отражательных характеристик проведено моделирование отражательных характеристик Cr/C МИС нормального падения  $\theta = 85^\circ$  для длины волны 4.47 нм. Получены следующие параметры для “идеальной структуры” (без межслойных шероховатостей): число периодов  $N = 378$  (коэффициент отражения равен 0.95 от максимального), период  $d = 2.248$  нм, доля хрома в периоде  $\beta = d_{Cr}/d = 0.25$ , коэффициент отражения  $R_t = 54.5\%$ , спектральная селективность  $S = 249$ , интегральный коэффициент отражения  $R_{in} = 0.0115$  нм.

Для исследований были изготовлены образцы Cr/C МИС с периодом  $d = 2.27$  нм и числом слоев  $N = 200$ . В табл. 1 приведены типичные отражательные характеристики изготовленных структур (образец D10). Как видно, коэффициент отражения на длине волны  $\lambda = 4.47$  нм при угле

**Таблица 2.** Сравнение изготовленных многослойных зеркал для “углеродного окна” с лучшими аналогами

Структура	$d$ , нм	Угол, град	$\lambda$ , нм	$R$ , %	Место изготовления
Cr/C	2.23	81.6	4.47	15.4	ИФМ РАН (2011 г.)
Co/C	2.29	85	4.56	14.8	ФИАН/Харьковский политехнический институт [9]
Cr/C	2.25	85	4.47	11.5	ИФМ РАН [8]
V/C	2.3	80	4.6	7.9	Osmic, Inc. [8]
Cr/C	2.4	85	4.8	7	LBNL [8]
W/C	2.3	87	4.5	5.9	Paul Scherrer Institut [8]



скольжения  $\theta = 81.6^\circ$  и спектральной селективности  $S = 157$  составил  $R = 15.4\%$ .

Сравнение отражательных характеристик изготовленных зеркал с лучшими аналогами показано в табл. 2. Данные по коэффициентам отражения взяты из [8, 9]. Из таблицы видно, что изготовленные в настоящей работе Cr/C зеркала имеют рекордные коэффициенты отражения. Более корректное сравнение коэффициентов отражения Co/C- и Cr/C-зеркал с учетом некоторого (до ~3%) различия величины периодов показывает, что коэффициент отражения Cr/C МИС, изготовленной в данной работе, примерно на 10% выше, что при применении в трехзеркальной оптической системе дает выигрыш в эффективности на ~30%.

Экспериментальные значения коэффициентов отражения оказались существенно меньше теоретических. Результаты подгонки (рис. 3) указывают на то, что последнее можно объяснить как отличием плотности слоев от табличных значений, так и влиянием межслойных шероховатостей, оказывающих заметное действие именно в короткопериодных структурах. Подгонка выполнялась со следующими параметрами МИС: период  $d = 2.2737$  нм, доля толщины слоя хрома в периоде  $d_{Cr}/d = 0.475$ , шероховатость границы Cr–C  $\sigma_{Cr-C} = 0.301$  нм, шероховатость границы C–Cr  $\sigma_{C-Cr} = 0.312$  нм,  $\rho_{Cr} = 0.87\rho_{bulk}$ ,  $\rho_C = 1.03\rho_{bulk}$ , где  $\rho_{bulk}$  – плотность массивного материала,  $N = 199$ . Для лучшей подгонки в верхнем периоде вместо чистого хрома включен оксид хрома  $Cr_2O_3$ . Хорошая подгонка экспериментальной кривой к теоретической в широком диапазоне углов указывает на высокую степень периодичности структур. Уширение высших брэгговских пиков свидетельствует о том, что флуктуации и детерминированный уход периода не превышают 0.1%.

**Рис. 3.** Экспериментальный и вычисленный коэффициенты отражения Cr/C-зеркала в области: критического угла и первого брэгговского пика (а), второго брэгговского пика (б) и третьего брэгговского пика при  $\lambda = 0.154$  нм (в).



Рис. 4. Экспериментальный и вычисленный коэффициенты отражения Cr/C-зеркала при  $\lambda = 4.478$  нм.

На длине волны  $\lambda = 4.478$  нм (рис. 4) наблюдается довольно сильное расхождение эксперимента и теории, что можно объяснить недостаточно точным знанием оптических констант углерода в области аномальной дисперсии вблизи собственного края поглощения.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Получены и детально изучены короткопериодные Cr/C МИС, представляющие значительный интерес для применения в высокоразрешающей рентгеновской микроскопии в “углеродном окне прозрачности” ( $\lambda = 4.4\text{--}5$  нм). Угловые зависимости коэффициентов отражения жесткого рентгеновского излучения ( $\lambda = 0.154$  нм) показали высокую степень структурного совершенства МИС. Случайные флуктуации и систематические изменения периода зеркал не превышают 0.1%. По результатам этих измерений удалось достаточно точно определить параметры “элементарной” ячейки (толщина слоев хрома  $1.080 \pm 0.001$  нм, толщина слоев углерода  $1.194 \pm 0.001$  нм, шероховатость границы Cr–C составляет 0.301 нм, шероховатость границы C–Cr 0.312 нм) и плотность пленок:  $\rho_{Cr} = 0.87\rho_{bulk}$ ,  $\rho_C = 1.03\rho_{bulk}$ . Отметим, что пленки Cr толщиной  $\sim 1$  нм имеют плотность, близкую к плотности массивного материала. Коэффициент отражения в первом брэгговском пике на длине волны  $\lambda = 0.154$  нм составил 68% от теоретического предела.

В мягком рентгеновском диапазоне, в окрестности  $\lambda = 4.7$  нм, измеренные коэффициенты отражения превышают полученные ранее на Co/C

МИС рекордные значения примерно на 10%, что особенно важно в случае применения МИС в многослойных системах.

Таким образом, показано, что в настоящее время наилучшей парой материалов для “углеродного окна” является Cr/C.

Экспериментальные коэффициенты отражения на длине волны 4.7 нм оказались в 3.6 раза ниже, чем максимально возможные. Существенная часть наблюдаемого падения коэффициента отражения объясняется влиянием межслоевой шероховатости и меньшей, чем для массивного материала, плотностью хрома (0.87 от массива). Однако почти 30% падения (рис. 4) не могут быть объяснены какими-либо структурными дефектами. По-видимому, это связано с неточностью определения оптических констант углерода в области K-края поглощения.

Важным результатом данной работы является демонстрация высокой степени периодичности структуры Cr/C МИС, что позволяет использовать их в качестве фазовращателей в данном спектральном диапазоне, так как фазосдвигающие свойства многослойных структур “на просвет” очень чувствительны к флуктуациям толщин пленок [10].

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (гранты № 09-02-00912, № 11-02-00961, № 10-02-00957, № 11-02-00597, № 11-02-97109-р) и Федеральной Целевой Программы “Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009–2013 годы”.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Artyukov L.A., Vinogradov A.V., Kas'yanov Yu.S. et al. // Quantum Electronics. 2004. V. 34(8). P. 691.
2. Бузаев Е.А. // PSE. 2009. V. 7. № 1–2. P. 69.
3. Henke B.L., Gullikson E.M., Davis J.C. // Atomic Data and Nuclear Data Tables. 1993. V. 54. № 2. P. 181.
4. Andreev S.S., Akhsakhalyan A.D., Bibishkin M.S. et al. // Central Eur. J. Phys. 2003. V. 1. P. 191.
5. Carraro L., Puiatti M.E., Scarin P. et al. // Rev. Sci. Instrum. 1997. V. 68. № 1. P. 1043.
6. Bibishkin M.S., Chekhonadskih D.P., Chkhalo N.I. et al. // Proc. SPIE. 2004. V. 5401. P. 8.
7. Чхало Н.И. // LAP LAMBERT Academic Publishing GmbH & Co. KG. 2011. P. 406.
8. <http://henke.lbl.gov/multilayer/survey.html>
9. Artyukov I.A., Bugayev Ye.A., Devizenko O.Yu. et al. // Proc. SPIE. 2005. V. 5919. P. 94.
10. Барышева М.М., Сатанин А.М., Чхало Н.И. // Поверхность. Рентген., синхротрон. нейтрон. исследования. 2006. № 2. С. 96.