



**Рабочее совещание**  
**«Рентгеновская оптика – 2010»**  
г. Черноголовка, 20 - 23 сентября 2010 г.

**Организаторы рабочего совещания:**

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

**При поддержке:**

Российская Академия Наук  
Российский Фонд Фундаментальных Исследований

**Комитет по проведению совещания**

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

**Программный комитет**

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

**Программа совещания**

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

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН  
142432 г. Черноголовка, ул. Институтская, д. 6, Московская область, Россия  
Тел.: (496) 5244058  
e-mail: [x-ray@iptm.ru](mailto:x-ray@iptm.ru)  
web: <http://purple.iptm.ru/xray>

## СОДЕРЖАНИЕ

**Рентгеновская кристаллооптика**

Д.В. Рощупкин, Д.В. Иржак, Р.Р. Фахртдинов, М.В. Князев, А.А. Свинцов, И.А. Щелоков <b>Брэгговская дифракция рентгеновских лучей на Si дифракционной решетке</b>	<b>11</b>
В.И. Пунегов, Д.В. Сивков, В.П. Кладько <b>Влияние деформаций массива квантовых точек на дифракцию рентгеновских лучей</b>	<b>13</b>
В.И. Пунегов, Я.И. Нестерец, Д.В. Рощупкин <b>Дифракция рентгеновских лучей на неидеальном кристалле, промодулированном поверхностной акустической волной</b>	<b>16</b>
Д.В. Казаков <b>Дифракция рентгеновских лучей на сверхрешетках с латеральным распределением компонентного состава</b>	<b>19</b>
Д.В. Иржак, Д.В. Рощупкин, А.А. Снигирев, И. Снигирева, Р.Р. Фахртдинов <b>Дифракция сфокусированного рентгеновского излучения на кристалле, промодулированном поверхностной акустической волной</b>	<b>21</b>
В.Р. Кочарян, А.Р. Мкртчян, А.Е. Мовсисян, З.Г. Амирханян <b>Интерференционный коэффициент поглощения рентгеновских лучей при наличии температурного градиента</b>	<b>23</b>
Д.В. Иржак, Д.В. Рощупкин, В.В. Старков, А.В. Тетерский, Р.Р. Фахртдинов <b>Исследование деформаций, возникающих в процессе формирования градиентно-пористой структуры кремния</b>	<b>25</b>
Д.В. Рощупкин, Д.В. Иржак, Р.Р. Фахртдинов, Б.С. Редькин, Е.В. Емелин <b>Исследование доменных структур в сегнетоэлектрических и сегнетоупругих кристаллах методом рентгеновской топографии</b>	<b>28</b>
Ю.О. Волков, И.В. Кожевников, А.А. Овчинников, Б.С. Роцин, А.А. Соколов, Е.О. Филатова, В. Е. Асадчиков <b>Исследование структуры плёнок оксида гафния на кремнии методом рентгеновской рефлектометрии</b>	<b>31</b>
Э.В. Суворов, И.А. Смирнова <b>К вопросу о физической природе «прямого изображения дефектов» в методах рентгеновской секционной топографии</b>	<b>34</b>
В.А. Ткаль <b>Количественный критерий оценки эффективности цифровой обработки изображений дефектов структуры монокристаллов</b>	<b>37</b>
А.Г. Сутырин, Р.М. Имамов <b>Метод совместной подгонки кривых рентгеновской дифрактометрии и рефлектометрии с использованием оптимизированного генетического алгоритма</b>	<b>40</b>
Е.Е. Одинцова, М.А. Андреева, Э.П. Домашевская, В.А. Терехов, С.Ю. Турищев <b>Моделирование квантового выхода вторичных электронов в области L<sub>23</sub> краев поглощения Si в условиях зеркального отражения от структуры SiO<sub>2</sub>/Si/SiO<sub>2</sub></b>	<b>41</b>

г. Черноголовка, 20-23 сентября 2010

А.Р. Мкртчян, В.Р. Кочарян, А.Е. Мовсисян <b>Модуляционная рентгеновская оптика. Часть I: Теория</b>	44
А.Р. Мкртчян, В.Р. Кочарян, А.Е. Мовсисян <b>Модуляционная рентгеновская оптика. Часть II: Эксперимент</b>	47
И.Л. Шульпина, И.А. Прохоров, И.Ж. Безбах <b>Новые возможности рентгеновской топографии в диагностике сильнолегированных монокристаллов</b>	50
В.И. Графутин, Д.К. Григорьев, Е.П. Прокопьев, Ал.С. Тимошенко, С.П. Тимошенко, Ю.В. Фунтиков <b>Определение методом УРАФ радиусов пор в пористом кремнии и кремнии, облученном протонами</b>	52
Шулаков Е.В., Аристов В.В. <b>Первичное брэгговское рассеяние с изменением длины волны</b>	57
В.А. Ткаль <b>Повышение быстродействия вейвлет-обработки при устранении фоновой неоднородности поляризационно-оптических и топографических изображений дефектов структуры монокристаллов</b>	60
А.А. Ломов, В.И. Пунегов, В.А. Караванский, А.Л. Васильев <b>Рассеяние рентгеновских лучей модулированными длиннопериодными структурами на подложках кремния</b>	63
Д.В. Рощупкин, Д.В. Иржак, А.И. Ерко, А.А. Снигирев, И. Снигирева, L. Ortega <b>Рентгеновская акустооптика: состояние и перспективы развития</b>	66
В.И. Пунегов, В.П. Кладько <b>Рентгеновская кристаллооптика латерально - квазипериодических систем SiGe</b>	69
А.Е. Мовсисян, А.Р. Мкртчян, В.Р. Кочарян <b>Связь уравнений Такаги и теплопроводности в условии полной переброски</b>	72
И.А. Смирнова, Э.В. Суворов, Е.В. Шулаков <b>Секционная топография однородно изогнутого кристалла</b>	75

## **Многослойная оптика для рентгеновского и экстремального ультрафиолетового диапазона**

А.А. Ахсахалян, А.Д. Ахсахалян, Ю.А. Вайнер, Д.Г. Волгунов, М.В. Зорина, Е.Б. Клюенков, А.И. Каськов, М.И. Кузнецов, Н.Н. Салашенко, А.И. Харитонов <b>Возможности коррекции формы рентгеновских зеркал методом реактивного ионно – лучевого травления</b>	81
Л.И. Горай, Д.Л. Воронов, Н. Padmore <b>2x эффективность высокочастотных многослойных решеток с блеском МР диапазона по сравнению с предсказаниями скалярной теории</b>	84
А.А. Егоров, И.С. Монахов, Е.Г. Новоселова, И.С. Смирнов <b>Диагностика параметров наноразмерных пленок в реальном времени их формирования методом рентгеновской рефлектометрии in-situ</b>	87
Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин <b>Измерение излучательной способности плёночных структур в температурном интервале 200-700°С</b>	90

М.А. Андреева, Е.Е. Одинцова, А.Г. Смехова, А. Рогалев <b>Исследования магнитной структуры мультислоев с помощью синхротронной рефлектометрии</b>	92
А.Д. Ахсахалян, И.М. Нефедов <b>Компьютерное моделирование процесса травления для получения поверхности заданной формы</b>	95
И.В. Кожевников, R. van der Meer, H.J.M. Bastiaens, K.-J. Boller, F. Bijkerk <b>Ламеллярная многослойная структура как рентгеновское зеркало с максимально возможным разрешением и отражением</b>	98
М.М. Барышева, Ю.А. Вайнер, М.В. Зорина, А.Е. Пестов, Д.Н. Рогачев, Н.Н. Салащенко, Н.И. Чхало <b>Развитие рентгенооптических методов измерения шероховатости супергладких поверхностей</b>	101
Е.А. Вишняков, М.С. Лугинин, А.С. Пирожков, Е.Н. Рагозин, С.А. Старцев <b>Разработка аперiodических многослойных зеркал нормального падения для диапазона <math>\lambda &lt; 13</math> нм</b>	104
А.Г. Алексеев, П.Н. Аруев, Б.Я. Бер, Н.В. Забродская, В.В. Забродский, Д.Ю.Казанцев, А.Е. Пестов, В.Н. Полковников, Д.Н. Рогачев, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало <b>Солнечно-слепые кремниевые детекторы для EUV диапазона</b>	107
С.А. Гусев, М.Н. Дроздов, Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Д.Е. Парьев, А.Е. Пестов, Н.Н. Салащенко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок <b>Термостабильность свободновисящих ЭУФ-фильтров в условиях длительного вакуумного отжига при температуре 600-1000°C</b>	109
М.Н. Дроздов, С.Ю. Зуев, В.Н. Полковников, Н.Н. Салащенко, С.Д. Стариков <b>Узкополосные многослойные зеркала для диапазона длин волн 25-40 нм</b>	112
М.М. Барышева, Ю.А. Вайнер, М.В. Зорина, А.Е. Пестов, Р.А. Храмов, Д.Н. Рогачев, Н.Н. Салащенко, Н.И. Чхало <b>Эволюция шероховатости супергладких поверхностей при травлении ионным пучком. Эффекты полировки</b>	114

## **Технология изготовления элементов рентгеновской оптики**

И.В. Кожевников, L. Peverini, E. Ziegler, A. Rommeveaux, N. Vaxelaire, P.V. Vaerenbergh, L. Claustre, S. Guillet, J.-Y. Massonnat, J. Susini <b>Ионное профилирование асферических зеркал для нанофокусировки пучков СИ</b>	119
Б.С. Роцин, В.Е. Асадчиков, А.Е. Благов, А.В. Буташии, Ю.О. Волков, М.В. Декапольцев, В.М. Каневский, И.В. Кожевников, А.Э. Муслимов, В.Л. Носик, Е.О. Тихонов <b>Перспективы использования лейкосапфира для создания рентгенооптических элементов</b>	122
С.В. Кузин, С.В. Шестов, А.А. Перцов, С.А. Богачев, А.С. Ульяинов, А.А. Рева <b>Проведение космического эксперимента ТЕСИС на спутнике КОРОНАС-ФОТОН</b>	124
Егоров Е.В., Егоров В.К., М.С. Афанасьев <b>Прогресс в развитии РФА ПВО спектрометров, построенных с использованием рентгеновских волноводов-резонаторов</b>	126

г. Черноголовка, 20-23 сентября 2010

Огнев Л.И. <b>Рентгеновская некогерентная оптика: фокусирующий и конфокальный коллиматоры</b>	129
Д.В. Иржак, М. Князев, Д.В. Рошупкин, А. А. Свинцов, Р.Р. Фахртдинов <b>Френелевская зонная пластинка для дифракции в условиях Брэгга</b>	132
В.Г. Кон <b>Численное моделирование оптических свойств рентгеновского билинзового интерферометра</b>	133
И.В. Якимчук, И.В. Кожевников, В.Е. Асадчиков, Ю.С. Скибина, В.Ю. Политов, Н.А. Пхайко, О.Н. Гилев <b>Эллиптические концентраторы для рентгеновского излучения: оптимизация и экспериментальные исследования</b>	136

## **Применение рентгеновской оптики для исследования микро- и наноструктур**

В.К. Егоров, Е.В. Егоров, М.С. Афанасьев <b>Особенности плоских рентгеноводов, образованных ферритовыми рефлекторами с поликристаллической структурой</b>	141
А.В. Митрофанов, П.Ю. Апель, О.М. Иванов, В.П. Назьмов, Ф.А. Пудонин <b>Световые ловушки на основе микро- и нано-структур</b>	145
И.Л. Бейгман, Е.А. Вишняков, М.С. Лугинин, Е.Н. Рагозин, И.Ю. Толстихина <b>Спектроскопия перезарядки ионов Li и F на атомах Ne с применением широкополосных многослойных зеркал (12.5 – 35 нм)</b>	147

## **Рентгеновская литография**

С.А. Булгакова, М.М. Джонс, Е.А. Киселева, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, А.Е. Пестов, Д.Н. Рогачев, Н.Н. Салашенко, А.С. Скрьль, М.Н. Торопов, Н.И. Чхало <b>Модифицированные резисты полиметакрилатного семейства в ЭУФ-литографии</b>	153
А.Н. Генцелев, Б.Г. Гольденберг, А.Г. Зелинский, С.А. Кузнецов, А.И. Маслий <b>Применение LIGA для создания селективных элементов ТГц-диапазона – металлических и псевдометаллических толстых сеточных структур</b>	156
Д.Г. Волгунов, С.А. Гусев, А.Ю. Климов, А.Я. Лопатин, А.Е. Пестов, А.С. Скрьль, Н.Н. Салашенко, М.Н. Торопов, Н.И. Чхало <b>Формирование наноструктур методом проекционной ЭУФ литографии. Первые результаты</b>	158

## **Рентгеновская микроскопия и томография**

М. Чукалина, Д. Николаев, Д. Иржак, М. Князев, Д. Рошупкин <b>К задаче об определении формы рентгеновского зонда</b>	163
Н.В. Цвигун, Е.В. Минеев, А.В. Бузмаков, А.С. Геранин, В.Е. Асадчиков, М.В. Ковальчук <b>Обработка сигналов в методе фазоконтрастной томографии на лабораторных источниках рентгеновского излучения</b>	166

А.В. Бузмаков, В.Е. Асадчиков, Д.А. Золотов, Р.А. Сенин, М.В. Чукалина <b>Обработка сигналов в томографии при использовании различных рентгенооптических схем</b>	168
A.V. Kuyumchyan, V.L. Arvanian, D.A. Kuyumchyan, V.V. Aristov, E.V. Shulakov <b>X-Ray and Ion Optics for Reconstruction 3-Dimension Images Biologic and Cristal Objects</b>	170
В.Е. Асадчиков <b>Рентгеновская микротомография биологических объектов в монохроматическом излучении на лабораторных источниках</b>	173
Д.А. Золотов, В.Е. Асадчиков, А.В. Бузмаков, А.Э. Волошин, А.А. Ширяев, И.С. Смирнов <b>Рентгеновская томография и топо-томография слабопоглощающих кристаллов на лабораторных источниках</b>	174
М. Чукалина, Д. Николаев, С. Емельянов, А. Симионовичи <b>Рентгенофлуоресцентная томография: особенности решения обратной задачи при учете формы зонда</b>	177
К.М. Подурец, А.Н. Торгашин, Д.К. Погорелый, С.С. Родионова <b>Рефракционная интроскопия на синхротронном излучении для визуализации перестройки костной ткани</b>	180

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

В.А. Бушуев, Л. Самойлова <b>Влияние статистических свойств фемтосекундных импульсов рентгеновского лазера на свободных электронах со случайной временной структурой на их прохождение через двукратный Лауэ-монохроматор</b>	185
В.Н. Сивков, С.В. Некипелов, Б.С. Каверин, А.М. Обьедков, В.А. Егоров, А.И. Кирилов, О.В. Петрова, Д.В. Вялых, С.Л. Молодцов <b>Исследования структурных особенностей и атомного состава нанокompозитных материалов с использованием синхротронного излучения</b>	188
В.В. Аристов, Е.В. Шулаков, С.А. Якунин, И.А. Субботин <b>К вопросу об антикомптоновском рассеянии</b>	191
А.Ю. Суворов, В.Г. Кон, Х. Охаши, С. Гото, К. Ямаучи, Т. Ишикава <b>Нанофокусировка жесткого рентгеновского излучения на SPring-8: последние достижения и новые перспективы</b>	193
А. Ерко, А. Фирсов <b>Параллельный спектрометр в диапазоне мягкого рентгеновского излучения с фемтосекундным временным разрешением</b>	195
С.А. Вершинский, В.Е. Сторижко, В.Л. Денисенко, М.В. Ильяшенко <b>Проект источника рентгеновского излучения на базе электростатического ускорителя</b>	200
В. Юнкин, С. Кузнецов, М. Григорьев, В. Кон, И. Снигирева, А. Снигирев <b>Развитие рентгеновских нанointерферометров на основе планарных кремниевых преломляющих линз</b>	202

г. Черноголовка, 20-23 сентября 2010

Голованов Д.Г., Прибора В.Н. <b>Современное рентгеновское аналитическое оборудование фирмы Bruker AXS</b>	<b>205</b>
А.Н. Митрофанов <b>Сравнение дифрактограмм при нормальном и наклонном освещении объектов когерентными пучками</b>	<b>206</b>
В.В. Аристов <b>Фундаментальные проблемы рассеяния жесткого рентгеновского излучения</b>	<b>208</b>
Р. Б. Губжоков, О. Шарф, З. Бжеумихова, Р. Веделл, Х. Зольтау, С.Илле, М. Радке, У. Райнхолц, Х. Риземайер, Н. Лангхофф <b>Первые изображения полученные с помощью «рентгеновской цветной камерой» – детектор с высоким пространственным и энергитическим разрешением</b>	<b>211</b>
А.У. Nikulin <b>X-ray diffractive imaging at the nanoscale: coherence and radiation damage</b>	<b>212</b>
<b>Список участников рабочего совещания</b>	<b>215</b>
<b>Авторский указатель</b>	<b>223</b>

# **РЕНТГЕНОВСКАЯ КРИСТАЛЛООПТИКА**



## Брэгговская дифракция рентгеновских лучей на Si дифракционной решетке

Д.В. Рощупкин, Д.В. Иржак, Р.Р. Фахртдинов, М.В. Князев, А.А. Свинцов,  
И.А. Щелоков

Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия  
e-mail: [rochtech@iptm.ru](mailto:rochtech@iptm.ru)

Дифракционные решетки обычно используются в качестве дисперсионных спектральных элементов и монохроматоров. В настоящем докладе рассмотрены вопросы изготовления кристаллических дифракционных решеток и исследование их рентгенооптических дифракционных свойств.

### 1. Технология изготовления решеток

Для изготовления дифракционных кристаллических решеток была использована планарная технология, представленная на рис. 1. На рис. 1(а) представлен технологический процесс изготовления дифракционной решетки на основе профилирования кристалла Si. В данной технологии используется процесс электроннолучевой литографии, который позволяет сформировать картину решетки в резисте. Далее методом магнетронного напыления наносится слой Al толщиной 10 нм. После операции “lift-off” на поверхности Si подложки остается структура будущей решетки в виде Al маски, которая в дальнейшем в процессе плазмохимического травления используется в качестве маскирующего покрытия. После процесс травления на поверхности кристалла Si сформирована глубокая дифракционная решетка.

Отдельный интерес представляет возможность формирования фазовых дифракционных решеток, технологический процесс формирования которых представлен на рис. 1(б). В данном случае планарная технология изготовления дифракционной решетки также основана на применении процесса электроннолучевой литографии, в ходе которого в резисте формируется картина будущей дифракционной решетки. Далее методом магнетронного напыления наносится фазосдвигающий слой металла (Au, W). Далее проводится операции взрывной литографии “lift-off”, в результате которой на поверхности кристалла Si сформирована дифракционная решетка из фазосдвигающего металлического слоя, которая в совокупности с исходной Si подложкой и представляет дифракционную кристаллическую решетку.

Определенный интерес представляет и возможность селективного химического травления Si через маскирующее покрытие, что позволяет

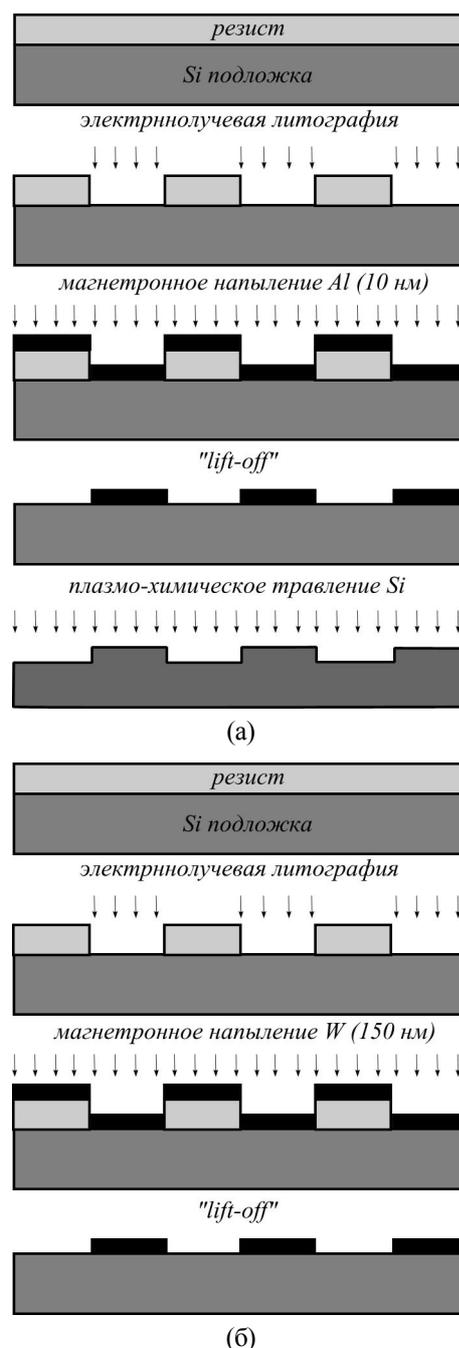


Рис. 1. Технология изготовления кристаллических дифракционных решеток: (а) профилирование Si; (б) создание фазосдвигающего слоя W.

формировать глубокие кристаллические дифракционные решетки.

## 2. Si дифракционная решетка

На рис. 2 представлена поперечное сечение кристаллической дифракционной решетки с периодом  $D = 2$  мкм. Дифракционная решетка была изготовлена на поверхности кристалла Si(111) с использованием планарной технологии, представленной на рис. 1(а). Высота штрихов дифракционной решетки составляет 500 мкм.

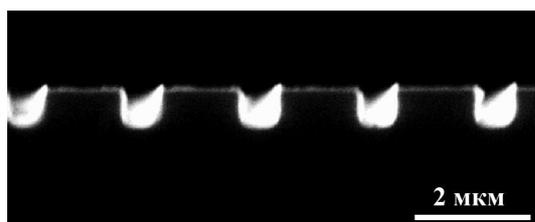


Рис. 2. Поперечное сечение дифракционной кристаллической решетки на базе Si(111) с периодом  $D = 2$  мкм.

## 3. Экспериментальная схема исследования оптических свойств Si дифракционной решетки

Исследование дифракционных свойств Si дифракционной решетки были выполнены в схеме трехкристального рентгеновского дифрактометра на установке Bruker D8 DISCOVER с вращающимся медным анодом ( $\lambda = 1.54$  мкм). Рентгеновское излучение коллимировалось входной 100 мкм щелью и монохроматизировалось с помощью двух с двукратным отражением кристаллов-монокроматоров Ge(220). Далее рентгеновское излучение под углом Брэгга  $\Theta_B = 14.665^\circ$  падает на Si(111) дифракционную решетку. Дифрагированное рентгеновское излучение регистрировалось с помощью сцинтилляционного детектора, перед которым расположен Ge(220) кристалл-анализатор с двукратным отражением. При измерении кривых качания угловая расходимость между дифракционными сателлитами определяется как

$$\Delta\Theta = d/D, \quad (1)$$

где  $d = 3.1354 \text{ \AA}$  - межплоскостное расстояние для плоскостей Si(111),  $D = 2$  мкм – период дифракционной решетки. Расчетное значение угловой расходимости между дифракционными сателлитами составляет  $\Delta\Theta = 0.0084^\circ$ .

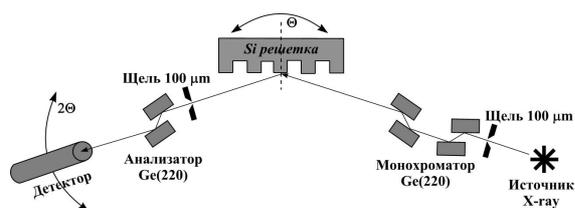
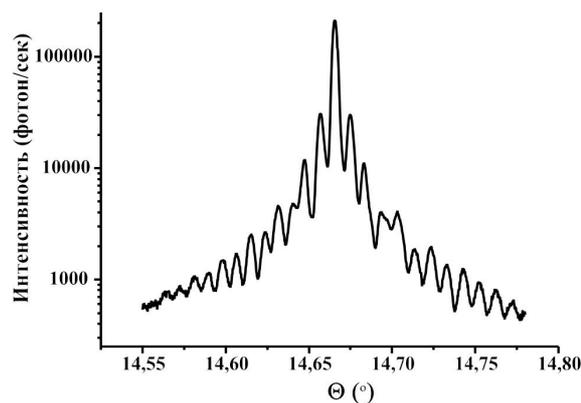
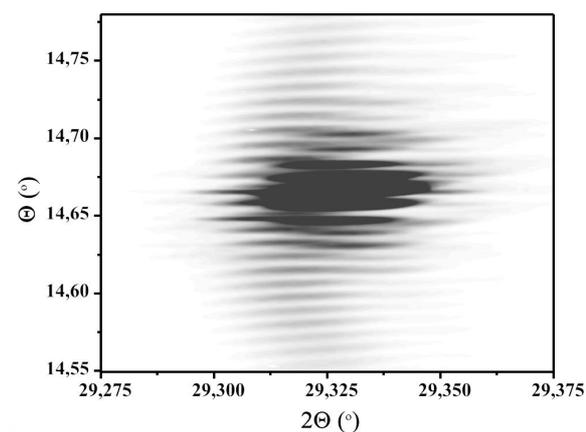


Рис. 3. Схема трехкристального рентгеновского дифрактометра.



(а)



(б)

Рис. 4. Si дифракционная решетка: (а) кривая качания кристаллической дифракционной решетки, (б) 2D карта распределения дифрагированной рентгеновской интенсивности. Отражение Si(111), угол Брэгга  $\Theta_B = 14.665^\circ$ , период решетки  $D = 2$  мкм.

## 4. Исследование дифракционных свойств Si решетки

На рис. 4 представлены результаты исследования дифракционных свойств Si решетки с периодом  $D = 2$  мкм. Кривая качания представлена на рис. 4(а), на котором вокруг интенсивного брэгговского пика можно наблюдать большое количество дифракционных сателлитов. Угловая расходимость между сателлитами составляет  $\Delta\Theta = 0.0084^\circ$ , что находится в соответствии с расчетным значением из выражения (1). На рис. 4(б) представлена двумерная карта распределения дифрагированной рентгеновской интенсивности, на которой можно наблюдать расщепление дифракционных сателлитов. Расщепление сателлитов связано с преломлением рентгеновского излучения на верхних и боковых границах штрихов дифракционной решетки.

Работа выполнена при поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований (проект № 09-02-01243-а)

## Влияние деформаций массива квантовых точек на дифракцию рентгеновских лучей

В.И. Пунегов<sup>1</sup>, Д.В. Сивков<sup>1</sup>, В.П. Кладько<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Коми Научный Центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия

<sup>2</sup> Институт физики полупроводников им. В.Е. Лашкарева НАН Украины, Киев, Украина  
e-mail: [vpunegov@dm.komisc.ru](mailto:vpunegov@dm.komisc.ru)

Распределению упругих деформаций вокруг квантовых точек (КТ) в последние годы уделяется пристальное внимание (см. [1] и приведенную в обзоре литературу). Вычисления упругих деформаций в основном проводится численными методами с использованием формализма функции Грина или метода конечных элементов. Данная проблема весьма сложная и, как правило, в редких случаях допускает аналитическое решение. С другой стороны, изучение систем с КТ методами высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии требует построение моделей с учетом распределения упругих деформаций. Такая проблема является еще более сложной, поскольку требует как вычисления упругих деформаций, так и расчета диффузного рассеяния рентгеновских лучей на искажениях кристаллической решетки, вызванных этими деформациями. По-видимому, из-за сложности таких исследований число работ по этой проблеме незначительно [2-4].

Можно сказать, что теория диффузного рассеяния полностью разработана для модели сферически симметричных КТ, однако такая форма самоорганизованных наноструктур практически не встречается. Как правило, латеральные размер квантовой точки КТ существенно превышает ее вертикальный размер. В [2-4] рассматривалась цилиндрическая форма КТ, учитывалась упругая деформация и релаксация напряжений на свободной поверхности. Для описания диффузного рассеяния требуется вычисление Фурье преобразования поля упругих смещений. Эта задача имеет простое аналитическое решение для точечного дефекта или включения сферически симметричной формы и получила название хуанговского рассеяния. В [2-3] решение для вычисления диффузного рассеяния представлено в виде произведения Фурье-образа поля смещений точечного дефекта и функции формы КТ. Такой подход не совсем корректен, поскольку пространственное изменение деформаций от включений сферической и цилиндрической формы отличается [5]. С другой стороны, это отличие не столь существенно для дефектов в виде эллипсоида вращения.

В недавней работе [6] для вычисления навесных деформаций от КТ использована аналогия между задачами электростатики и теории упругости. Вектор смещений, вызванный включением, может быть записан в виде

$$\delta \mathbf{u}(\mathbf{r}) = \frac{\varepsilon_0(1+\nu)}{4\pi(1-\nu)} \int_V \frac{\mathbf{r}-\mathbf{r}'}{|\mathbf{r}-\mathbf{r}'|^3} d\mathbf{r}' \quad (1)$$

где  $\varepsilon_0 = (a_{inclusion} - a_{matrix})/a_{matrix}$  - рассогласование решеток включения  $a_{inclusion}$  и матрицы  $a_{matrix}$ ,  $\nu$  - коэффициент Пуассона,  $V$  - объем включения. Если ввести понятие потенциала однородного включения

$$\varphi(\mathbf{r}) = \int_V \frac{d\mathbf{r}'}{|\mathbf{r}-\mathbf{r}'|}, \quad (2)$$

поле атомных смещений от КТ запишется  $\delta \mathbf{u}(\mathbf{r}) = -A \nabla \varphi(\mathbf{r})$ , где  $A = \varepsilon_0(1+\nu)/[4\pi(1-\nu)]$ .

Потенциал (2) может быть вычислен методом разложения по мультиполям:

$$\frac{1}{|\mathbf{r}-\mathbf{r}'|} = \frac{1}{\sqrt{r^2 - 2rr' \cos(\gamma) + r'^2}} = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{r'^n}{r^{n+1}} P_n(\cos(\gamma)) \quad (3)$$

где  $P_n(\cos(\gamma))$  - полиномы Лежандра. Таким образом, потенциал (2) и вектор смещений (1) могут быть записаны в виде ряда

$$\begin{aligned} \varphi(\mathbf{r}) &= \varphi_0(\mathbf{r}) + \varphi_1(\mathbf{r}) + \varphi_2(\mathbf{r}) \dots \varphi_n(\mathbf{r}) \dots, \\ \delta \mathbf{u}(\mathbf{r}) &= \delta \mathbf{u}_0(\mathbf{r}) + \delta \mathbf{u}_1(\mathbf{r}) + \delta \mathbf{u}_2(\mathbf{r}) + \dots \delta \mathbf{u}_n(\mathbf{r}) \dots \end{aligned}$$

где  $\varphi_n(\mathbf{r}) = \frac{P_n(\cos(\gamma))}{r^{n+1}} \Omega_n$ ,  $\delta \mathbf{u}_n(\mathbf{r}) = A(n+1) \frac{r P_n(\cos(\gamma))}{r^{n+3}} \Omega_n$ ,

$$\Omega_n = \int_V r'^n d\mathbf{r}'.$$

Как уже отмечалось выше, выражение (1) имеет аналитическое решение для включений сферической формы радиуса  $R_d$ :

$$\delta \mathbf{u}(\mathbf{r}) = \delta \mathbf{u}_0(\mathbf{r}) = \begin{cases} \text{random}, & |\mathbf{r}| \leq R_d \\ A \frac{4\pi R_d^3}{3} \frac{\mathbf{r}}{r^3}, & |\mathbf{r}| > R_d \end{cases} \quad (4)$$

В случае, если форма КТ отличается от сферической, требуется предварительный численный расчет поля упругих деформаций [1].

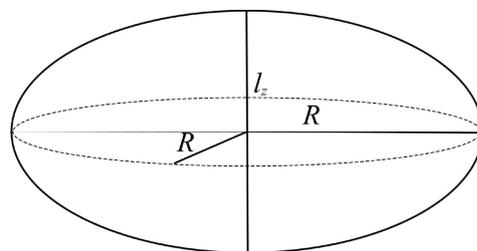


Рис. 1. Модель квантовой точки в форме эллипсоида вращения.

Для оценки размеров КТ и учета влияния поля упругих деформаций в настоящей работе рассмотрена модель КТ в форме эллипсоида вращения (рис.1). Здесь  $l_z$  - вертикальная эллиптическая ось,  $R$  - горизонтальный радиус ( $2R$  - латеральная эл-

липтическая ось). В рамках данной модели упругие смещения с точностью до квадрупольного члена разложения по мультиполям имеют вид

$$\delta u(\mathbf{r}) \approx \begin{cases} \text{random, } |z| \leq |l_z/2|, \sqrt{x^2 + y^2} \leq R \\ A \frac{\mathbf{r}}{r^3} + B \frac{\mathbf{r}(3\cos^2(\theta) - 1)}{r^5}, |z| > |l_z/2|, \sqrt{x^2 + y^2} > R \end{cases} \quad (5)$$

Здесь  $A = \Lambda V_{ell}$  - мощность КТ,

$$B = A \frac{3(R^2 - (l_z/2)^2)}{25}.$$

Интенсивность диффузного рассеяния может быть записана

$$I_h^d(\mathbf{q}) = K_D |D(\mathbf{q})|^2 \quad (6)$$

где  $K_D$  - постоянный коэффициент [7]. Амплитуда диффузного рассеяния имеет вид

$$D(\mathbf{q}) = D_{SW}(\mathbf{q}) + D_H(\mathbf{q}) + D_Q(\mathbf{q}). \quad (7)$$

В (7)  $D_{SW}(\mathbf{q})$  - амплитуда рассеяния для эллиптических включений без учета деформаций вне КТ (рассеяние Стокса-Вильсона);  $D_H(\mathbf{q})$  - амплитуда хуанговского рассеяния,  $D_Q(\mathbf{q})$  - поправка к амплитуде за счет учета квадрупольного члена поля деформаций.

Вычисление амплитуды рассеяния Стокса-Вильсона для эллиптического включения выполнено в сферической системе координат. Решение может быть представлено в виде

$$D_{SW}(\mathbf{q}) = 2\pi \int_{-l_z/2}^{l_z/2} \frac{R_z}{q_0} J_1(q_0 R_z) \exp(iq_z z) dz, \quad (8)$$

где  $J_1(q_0 R_z)$  - функция Бесселя первого порядка,

$$q_0 = \sqrt{q_x^2 + q_y^2}, \quad R_z = \sqrt{1 - z^2 / (l_z/2)^2}.$$

Второй член суммы (7) описывает хуанговское рассеяние. Вычисления выполнены в обобщенной сферической системе координат, получено решение

$$D_H(\mathbf{q}) = \frac{2\pi A h q}{q^2} \Phi_1(q, R, l_z), \quad (9)$$

где функция  $\Phi_1(q, R, l_z)$ , зависящая от параметров  $R, l_z$  эллипсоида вращения и переменного радиуса

$$R(x) = R \left( 1 + \left[ \frac{R^2}{(l_z/2)^2} - 1 \right] x^2 \right)^{-1/2}, \text{ имеет вид}$$

$$\Phi_1(q, R, l_z) = \int_{-1}^1 dx \exp(iqR(x)x).$$

Квадрупольная поправка при  $R \leq 8l_z$  существенно меньше двух первых слагаемых в (7) и может быть записана по аналогии с (9)

$$D_Q(\mathbf{q}) = 2\pi A \frac{[R^2 - (l_z/2)^2] h q}{25} \Phi_2(q, R, l_z), \quad (10)$$

где

$$\Phi_2(q, R, l_z) = \int_{-1}^1 dx (3x - 1) x^2 \left( \frac{e^{iqR(x)x}}{iqR(x)x} + E_1(-iqR(x)x) \right),$$

$$E_1(iR) = \int_R^\infty dz \frac{\exp(-iz)}{z} - \text{интегральная экспонента.}$$

На основе решений (6)-(10) проведено численное моделирование распределения интенсивности диффузного рассеяния от эпитаксиального слоя с КТ. Высота КТ во всех вычислениях составляла 10 нм. В случае, когда высота КТ  $l_z$  составляет половину радиуса  $R$  ( $l_z = R/2$ ), эллипс трансформируется в сферу с упругим полем смещений (4). Карта распределения интенсивности рассеяния от сферических КТ показана на рис. 2 (более подробно см. [7]). На этом и всех последующих рисунках с изображениями карт диффузного рассеяния отношение интенсивностей между соседними контурами дается в логарифмическом масштабе и равно 0.237. Результаты вычислений углового распределения интенсивности диффузного рассеяния от слоя с КТ эллиптической формы одного размера представлены на рис. 3 и 4..

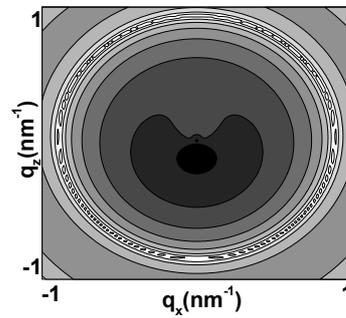


Рис.2. Карта распределения интенсивности рассеяния от системы со сферически-симметричными КТ одного размера. Высота КТ  $l_z=10$  nm, латеральный радиус  $R=5$  nm

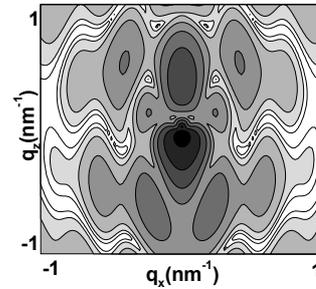


Рис.3. Карта распределения интенсивности рассеяния от системы с КТ одного размера. Высота КТ  $l_z=10$  nm, латеральный радиус  $R=20$  nm

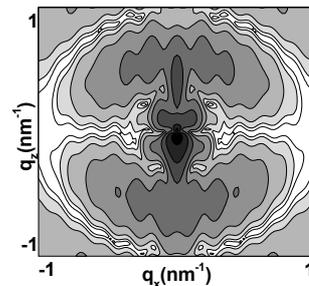


Рис.4. Карта распределения интенсивности рассеяния от системы с КТ одного размера. Высота КТ  $l_z=10$  nm, латеральный радиус  $R=40$  nm

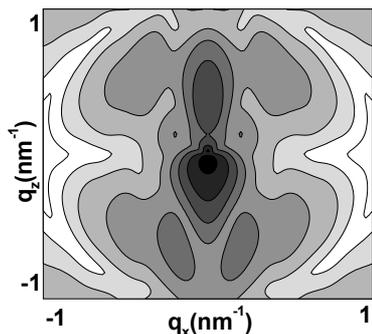


Рис.5. Карта распределения интенсивности рассеяния от системы с КТ разного размера. Средняя высота КТ  $l_z=10$  nm, латеральный радиус  $R=20$  nm, дисперсия флуктуаций размеров КТ в вертикальном и латеральном направлениях 30 %.

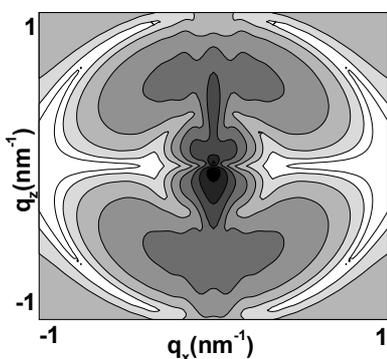


Рис.6. Карта распределения интенсивности рассеяния от системы с КТ разного размера. Средняя высота КТ  $l_z=10$  nm, латеральный радиус  $R=40$  nm, дисперсия флуктуаций размеров КТ в вертикальном и латеральном направлениях 30 %.

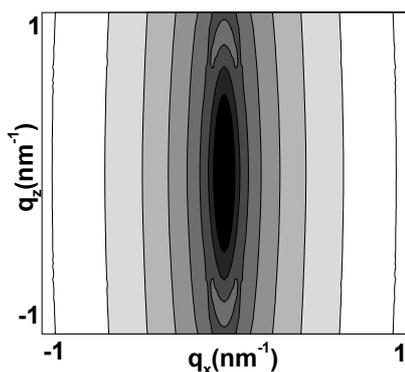


Рис.7. Карта распределения интенсивности рассеяния Стокса-Вильсона от системы с КТ разного размера. Средняя высота КТ  $l_z=10$  nm, латеральный радиус  $R=40$  nm, дисперсия флуктуаций размеров КТ в вертикальном и латеральном направлениях 30%.

Поскольку в процессе эпитаксиального роста невозможно создать совершенно одинаковые самоорганизованные КТ, то необходимо провести

процедуру усреднения по размерам включений. Результат такого усреднения показан на рис. 5 и 6. Распределение диффузного рассеяния от включений эллиптической формы без упругих деформаций вне КТ (рассеяние Стокса-Вильсона) изображено на рис. 7. Угловое распределение хуанговского рассеяния показано на рис. 8.

Формирование дифракционной картины (рис. 5 и 6) преимущественно определяется двумя первыми членами суммы (7). Вклад квадрупольного члена разложения упруго поля смещений крайне мал и по угловому распределению имеет сходство с хуанговским рассеянием. В заключение следует отметить, что для расчета упругих полей деформаций эллиптического включения существует аналитическое решение [8], однако вычисление его не менее сложно, чем, например, использование метода конечных элементов.

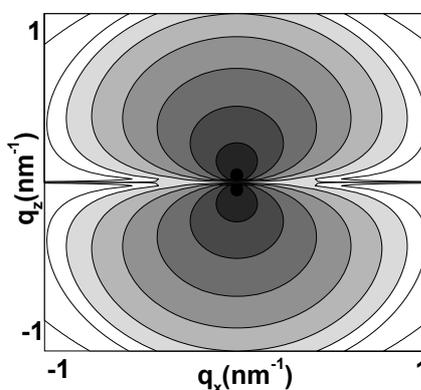


Рис.8. Карта распределения интенсивности хуанговского рассеяния от системы с КТ разного размера. Средняя высота КТ  $l_z=10$  nm, латеральный радиус  $R=40$  nm, дисперсия флуктуаций размеров КТ в вертикальном и латеральном направлениях 30 %

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 10-02-00445-а) и Программы развития вычислительных, телекоммуникационных и информационных ресурсов УрО РАН - РЦП-2010 (проект П1)

- [1] Maranganti R., Sharma P. *Handbook of Theoretical and Computational Nanotechnology*. N.Y.: Amer. Sci. Publishers. 1, P.1-44. (2005)
- [2] Darhuber A.A., Schittenhelm P., Holý V., Stangl J., Bauer G., Abstreiter G. *Phys. Rev. B* 55, 15652 (1997)
- [3] Holy V., Darhuber A.A., Stangl J., Zerlauth S., Schäffler F., Bauer G., Darowski N., Lübbert D., Pietsch U., Vávra I. *Phys. Rev. B*. 58, 7934 (1998)
- [4] Bauer G., Darhuber A.A., Holý V. *Cryst. Res. Technol.* 34,197 (1999)
- [5] Yang M. *Phys. Rev. B*. 56, 1973 (1997)
- [6] Nenashev A. V., Dvurechenskii A. V *J. Appl. Phys.* 107, 064322 (2010)
- [7] Пуногов В.И. *Кристаллография*. 54, 415 (2009)
- [8] Eshelby J.D. *Proc. R. Soc. London*. A252, 561 (1959)

## Дифракция рентгеновских лучей на неидеальном кристалле, промодулированном поверхностной акустической волной

В.И. Пунегов<sup>1</sup>, Я.И. Нестерец<sup>2</sup>, Д.В. Рошупкин<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Коми научный центр УрО РАН, ул. Коммунистическая 24, Сыктывкар, Россия

<sup>2</sup>CSIRO Manufacturing and Materials Technology, Victoria 3169, Australia

<sup>3</sup>Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,

Черноголовка, Россия

e-mail: [vpunegov@dm.komisc.ru](mailto:vpunegov@dm.komisc.ru)

Явление поверхностной акустической волны впервые рассмотрено Рэлеем в 1885 году [1]. Поскольку при любых деформациях напряжение на свободной границе твердого тела равно нулю, а при удалении от границы оно возрастает до некоторой определенной величины, определяемой законом Гука, то характер упругих возмущений вблизи границы будет отличаться от возмущений в объеме упругой среды. Пусть граница кристалла лежит в плоскости  $xу$ , а ось  $z$  является ее внутренней нормалью, то есть среда занимает полупространство со значениями  $z > 0$ . Общее волновое уравнение для принятой модели среды можно представить в виде  $\Delta u = (1/c^2) \partial^2 u / \partial t^2$ , понимая под  $u$  любые продольные или сдвиговые смещения. Под  $c$  понимаются соответствующие скорости распространения продольной  $c_l$  или поперечной (сдвиговой)  $c_t$  упругой волны. Учитывая наличие свободной границы, решение для поверхностной волны Рэлея может быть записано в виде

$$u(x, z) = u_0 \exp(-\mu_{ac} z) \exp(i(\kappa_s x - \omega_s t)) \quad (1)$$

где  $u_0$  - некоторая константа, не зависящая от координат и времени,  $\omega_s$  - частота акустической волны,  $\kappa_s = 2\pi / \Lambda = \omega / c_s$  и  $c_s$  - волновое число и скорость волны Рэлея,  $\Lambda$  - длина ультразвуковой волны или период поверхностной модуляции. Коэффициент  $\mu_{ac} = \kappa_s (1 - (c_s^2 / c_t^2))^{1/2}$  зависит от величины скоростей рэлеевской и сдвиговой волны. Поскольку скорость света существенно превышает скорости упругих волн в кристалле, то в рамках рентгеноакустического взаимодействия рассматривается дифракция на мгновенной поверхностной решетке, при этом поле атомных смещений удобно записать в виде

$$u(x, z) = u_s(z) \sin(\kappa_s x), \quad (2)$$

где  $u_s(z) = u_0 \exp(-\mu_{ac} z)$  - характеризует затухание акустической волны вглубь кристалла. Это решение является достаточно простым, поэтому чаще всего используется при анализе дифракции на кристаллах, подвергнутых воздействию ПАВ [1]. В действительности, вертикальные атомные смещения зависят также от скорости продольной волны  $c_l$ . В рамках потенциальной теории [3] для амплитуды атомных смещений можно записать следующее решение

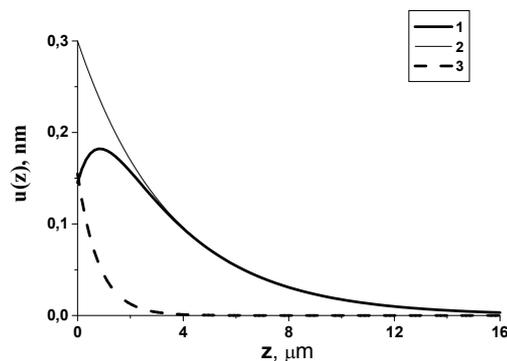
$$u_s(z) = u_1(z) - u_2(z) \quad (3)$$

где  $u_1(z) = u_0 \exp(-\mu_1 z)$ ,

$$u_2(z) = u_0 (1 - (c_s^2 / 2c_t^2)) \exp(-\mu_2 z),$$

$$\mu_1 = \kappa_s (1 - (c_s^2 / c_l^2))^{1/2} \text{ и } \mu_2 = \kappa_s (1 - (c_s^2 / c_t^2))^{1/2}.$$

Проведем анализ рентгеновской дифракции на кристалле с периодической латеральной деформацией решетки с гармонической модуляцией среды под воздействием ПАВ. Распространение поверхностной волны Рэлея достаточно адекватно описывается формулой (2) с амплитудой модуляции (3). На рис. 1 показан профиль затухания амплитуды ПАВ (жирная линия) и поведение соответствующих компонент для  $127^\circ$   $Y'$ -среза кристалла  $\text{LiNbO}_3$  с  $u_0 = 0.3 \text{ nm}$  и длиной волны ультразвука  $\Lambda = 4 \mu\text{m}$ .



Р  
рис.1 Профили затухания амплитуды поверхностной волны Рэлея (кривая 1), поперечной составляющей (кривая 2) и продольной составляющей (кривая 3)

Основы теории когерентного и диффузного рассеяния рентгеновских лучей изложены в [4]. В качестве иллюстрации этой теории приведем результаты численных расчетов. Все расчеты выполнены для [104] отражения от  $127^\circ$   $Y'$ -среза кристалла  $\text{LiNbO}_3$   $\sigma$ -поляризованного синхротронного излучения с длиной волны  $\lambda = 0.954 \text{ \AA}$ , что соответствует энергии рентгеновских квантов 13 keV. В основе численного моделирования лежала модель поверхностных волн Рэлея (3), представленная на рис. 1. До сих пор теории рентгеновской дифракции на кристалле с ПАВ преимущественно рассматривались для идеального кристалла. В реальной же ситуации все кристаллы в той или иной степени содержат струк-

турные дефекты, что, несомненно, сказывается на характере рассеяния рентгеновских лучей. Известно, что нарушения кристаллической структуры вызывают появление диффузного рассеяния, которое имеет свои характерные особенности в случае возникновения периодических деформаций в идеально мозаичном кристалле [5]. Данная модель в определенных пределах описывает дислокационную структуру кристаллической решетки и предполагает наличие кристаллических блоков одного фиксированного размера. Строго говоря, кристаллы с идеальной мозаичностью в природе не встречаются, поэтому необходимо учесть флуктуации размеров мозаики относительно их среднего размера. Для этой цели было проведено статистическое усреднение по размерам блоков с использованием логарифмического нормального распределения.

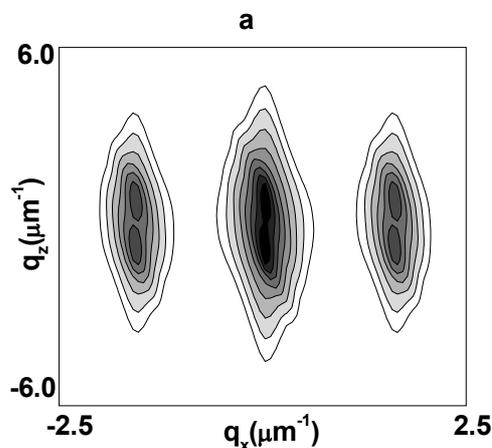


Рис.2. Расчетная с учетом инструментальных искажений карта распределения интенсивности рассеяния от  $127^\circ$  Y'-среза кристалла  $\text{LiNbO}_3$

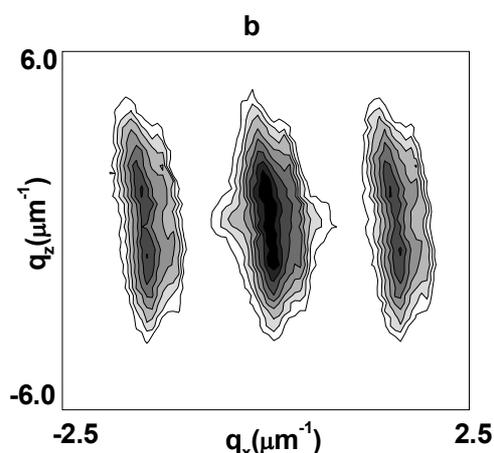


Рис.3. Экспериментальная карта распределения интенсивности рассеяния от  $127^\circ$  Y'-среза кристалла  $\text{LiNbO}_3$

На рис.2 показан результат численного расчета карты интенсивности полного (когерентно-

го и диффузного) рассеяния от промодулированного ПАВ мозаичного кристалла с учетом флуктуаций размеров блоков мозаичной структуры.

Контуры равной интенсивности представлены в логарифмическом масштабе, отношение интенсивностей между соседними линиями составляет 0.6.

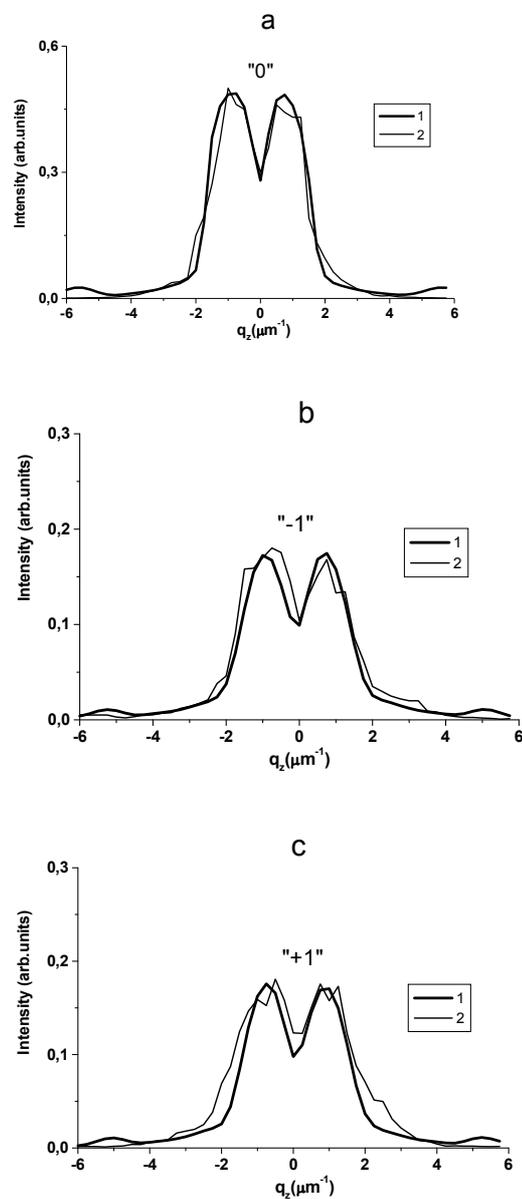


Рис.4. Теоретические (кривая 1) и экспериментальные (кривая 2)  $q_z$ -сечения для: а) - основного пика; б) - (-1) дифракционного порядка; в) - (+1) дифракционного порядка

Соотношение вкладов когерентного и диффузного рассеяния в статистической динамической теории дифракции регулируется статическим фактором Дебая-Валлера, который в наших расчетах был равен  $f=0.85$ . В рассматриваемой модели корреляционные длины составляли  $9 \mu\text{m}$

и  $1 \mu\text{m}$  в латеральном и вертикальном направлениях, соответственно. Расчеты соответствовали профилю затухания ультразвуковой волны вглубь кристалла, показанного на рис.1. При значении  $u_0 = 0.34 \text{ nm}$  максимальная амплитуда ультразвуковой модуляции составляла  $u_{s,\text{max}} = 0.21 \text{ nm}$ . При таких условиях возникает расщепление основного и сателлитных максимумов. Этот эффект проявился на карте углового распределения полной интенсивности рассеяния в виде двух симметричных пиковых пятен в вертикальном направлении.

В отсутствие флуктуаций размеров мозаики расчеты давали эллиптическую форму изодиффузных линий в угловой области основного и первых двух дифракционных сателлитов. Это соответствует контурам диффузного рассеяния от идеально-мозаичной структуры. Учет флуктуаций размеров блоков видоизменяет картину углового распределения интенсивности диффузного рассеяния.

Численные расчеты позволяют найти интенсивность рассеяния на поверхности кристалла, если известна амплитуда падающей монохроматической волны на той же поверхности. Ничего другого, например наличие кристалла-монохроматора, кристалла-анализатора и т.п., на этом этапе не предполагается. Для того чтобы решить задачу, например, двухкристальной дифрактометрии, нужно учесть, что она состоит из источника, имеющего конечный размер и характеризуемый спектром излучения конечной ширины, кристалла-монохроматора со своим амплитудным коэффициентом отражения, кристалла-образца, и детектора, который регистрирует суммарную интенсивность отраженного от образца излучения при каждом положении последнего. В трехкристальной дифрактометрии между кристаллом-образцом и детектором устанавливается кристалл-анализатор. Следуя [6], было учтено влияние аппаратных искажений на формирование карты интенсивности рассеяния в обратном пространстве. В отличие от общего выражения для регистрируемой интенсивности рассеяния в [6], в наших расчетах мы пренебрегли спектральным распределением излучения от источника.

Проведенное выше численное моделирование служило инструментом для анализа экспериментальной карты распределения интенсивности рассеяния от  $127^\circ$  Y'-среза кристалла  $\text{LiNbO}_3$  (рис.3). Измерения проведены на источнике синхротронного излучения (СИ) ESRF с энергией рентгеновских квантов  $13 \text{ keV}$ . Использовалась схема высоко разрешающего трехкристального рентгеновского дифрактометра. Рентгеновское излучение от источника СИ проходило через первичную щель и падало на двойной кристалл монохроматор  $\text{Si}(111)$ . От этого монохроматора излучение попадало на вторую щель и после

коллимации отражалось от второго монохроматора. Этот высокомонохроматизированный рентгеновский пучок падал на образец. Дифракционно отразившись от образца, излучение попадало на кристалл-анализатор и далее регистрировалось детектором. В образце  $127^\circ$  Y'-среза кристалла  $\text{LiNbO}_3$  возбуждалась ПАВ с длиной ультразвуковой волны  $\Lambda = 4 \mu\text{m}$ .

Структурные характеристики кристалла были определены в ходе численного моделирования, при этом аппаратная расходимость рентгеновского пучка, которая в переводе на угловые единицы обратного пространства приблизительно составляла  $0.2 \mu\text{m}^{-1}$ . Расчетная инструментальная функция соответствовала трехкратному отражению от совершенного кристалла кремния с параметрами экспериментальной установки, что существенно уменьшало влияние псевдопика монохроматора. С другой стороны, экспериментальная дифракционная картина содержит детали, связанные с влиянием псевдопика анализатора. Поэтому в расчетах учитывалось однократное отражение от кремневого кристалла-анализатора. Такой учет на теоретических картах привел к малым разворотам раздвоенных контуров пиковой интенсивности когерентного рассеяния (рис.2). Среднестатистический размер блоков  $\langle \tau \rangle$  отвечал вышеуказанным корреляционным длинам для идеально-мозаичной модели, дисперсия, как в латеральном, так и вертикальном направлениях была равна  $\sigma_\tau = \langle \tau \rangle / 3$ . Отметим, что разброс размеров блоков мозаичной структуры не влияет на когерентную составляющую интенсивности рассеяния. Экспериментальные и теоретические  $q_z$ -сечения для основного пика и первых двух ближайших дифракционных порядков приведены на рис. 4.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 10-02-00445-а), Программы развития вычислительных, телекоммуникационных и информационных ресурсов УрО РАН - РЦП-2010 (проект П) и Министерства образования и науки Российской Федерации (проект № 02.527.12.0006)*

- [1] Rayleigh L. Proc. London Math. Soc. 7, 4 (1885)
- [2] Tucoulou R., de Bergevin F., Mathon O. & Roshchupkin D., Phys. Rev. B, 64, 134108 (2001)
- [3] Auld B.A. *Acoustic Fields and Waves in Solids*. 2 ed., 1, Malabar, Florida (1990)
- [4] Punegov V.I., Nesterets Ya.I., Roshchupkin D.V., J. Appl. Cryst. 43, 520 (2010)
- [5] Пунегов В.И., Казаков Д.В., Иржак Д.В., Пунегов Д.В., Рошупкин Д.В., Нестерец Я.И., Письма в ЖТФ, 33, N 6, 33 (2007)
- [6] Nesterets Ya.I., Gureyev T.E. & Wilkins S.W., J. Phys.D: Appl. Phys. 38, 4259 (2005)

## Дифракция рентгеновских лучей на сверхрешетках с латеральным распределением компонентного состава

Д.В. Казаков

Отдел математики Коми НЦ УрО РАН, Сыктывкар, Россия

e-mail: [kazakovdimv@mail.ru](mailto:kazakovdimv@mail.ru)

Гетероструктуры с квантовыми ямами играют важную роль в современной электронике. Благодаря широкому оптическим возможностям и высокой термостабильности, их используют в качестве активных элементов фотоэмиссионных приборов, в том числе и в лазерах. Сегодня технологии эпитаксиального роста позволяют создавать полупроводниковые системы, толщина активного слоя в которых измеряется несколькими монослоями, поэтому важную роль в их оптических свойствах будет играть как структура самого слоя, так и качество его границ. Чтобы максимально эффективно реализовать возможности таких приборов, важно развивать методы эпитаксиального роста, а также способы диагностики получаемых материалов. В ходе эпитаксиального роста полупроводниковых пленок в их объеме параллельно поверхности могут спонтанно образоваться области с латеральной модуляцией компонентного состава (ЛМКС). Доказано, что наличие такой модуляции в сверхрешетках может существенным образом менять физические свойства полупроводниковых приборов. В частности, лазеры выполненные с применением сверхрешеток с ЛМКС активными зонами имеют более высокие показатели в сравнении лазерами, произведенными из обычных сверхрешеток [1].

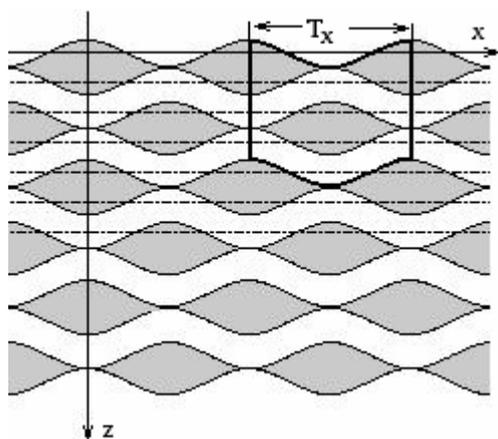


Рис. 1 Схема сверхрешетки с латеральным распределением компонент.

Рассмотрим дифракцию на сверхрешетке с ЛМКС. Сделаем это на примере сверхрешетки *InAs / GaSb* выращенной на подложке *GaSb* (001). Схематическое изображение такой структуры приведено на рис. 1. Темным цветом

на рисунке обозначены слои *GaSb*, светлым – *InAs*; штрихпунктирными линиями показаны границы слоев в сверхрешетке без ЛМКС. Введем декартову систему координат (*XYZ*) таким образом, чтобы плоскость (*XOY*) совпадала с поверхностью сверхрешетки, а ось *OZ* направим в глубь кристалла. Поскольку верхняя и нижняя границы любого слоя в такой структуре имеют периодическое распределение в направлениях *x* и *y*, то координаты произвольной *n*-ой границы могут быть представлены виде суммы среднего и осциллирующего членов. Поэтому координаты произвольной *n*-границы можно представить в следующем виде

$$z_n(x,y) = \bar{z}_n + \varphi_n(x,y), \quad (1)$$

где  $\bar{z}_n$  - «среднее» положение границы, оно отвечает положению границы в сверхрешетке без ЛМКС, а слагаемое  $\varphi_n(x,y)$  учитывает осцилляции. Конкретный вид функции  $\varphi_n(x,y)$  будет зависеть от формы распределения модуляции. Для количественного описания дифракции удобно представить функцию  $\varphi_n(x,y)$  в виде комбинации косинусов:

$$\varphi_n(x,y) = A \cdot \cos\left(\frac{2\pi}{T_x} x + \alpha_n\right) \cos\left(\frac{2\pi}{T_y} y + \beta_n\right), \quad (2)$$

где  $T_x$  и  $T_y$  - характеризуют периоды осцилляций в направлениях *x* и *y* соответственно, а коэффициенты  $\alpha_n$  и  $\beta_n$  - определяют сдвиги фаз между слоями. Коэффициенты  $\alpha_n$  и  $\beta_n$  выберем таким образом, чтобы любые два последовательно расположенных одноименных слоя (*InAs* или *GaSb*) были смещены относительно друг друга на половину периода в направлении *x* ( $T_x/2$ ) в направлении *y* ( $T_y/2$ ). Рис.1 демонстрирует, что такое смещение границ в латеральных направлениях приводит к формированию дополнительной периодической структуры в вертикальном направлении. Последовательность слоев *InAs / GaSb / InAs / GaSb*, формирующих период сверхрешетки с ЛМКС, выделена на рисунке жирной линией. Такого же вида ячейки формируются в плоскости (*YOZ*).

Если на поверхность сверхрешетки падает плоская монохроматическая рентгеновская волна так, что плоскость дифракции совпадает с плоскостью (*XOZ*), то, согласно статистической кинематической теории дифракции [2], когерентная

компонента амплитуды волны отраженной деформированным слоем вычисляется по формуле:

$$E_h^c(q_x, q_y, q_z) = \frac{i}{2\pi} \int_0^l dz \int_{-\infty}^{+\infty} dx \int_{-\infty}^{+\infty} dy \sigma_h(\vec{r}) \times f(\vec{r}) \Phi(\vec{r}) e^{-i(\vec{q}\vec{r} + \vec{h}(\vec{u}(\vec{r})))} E_0(x - \text{ctg}\theta_1 z, y, 0) \quad (3)$$

$f(r)$  - фактор Дебая-Валлера,  $l$  - толщина деформированного слоя,  $\sigma_h(\mathbf{r}) = \pi \chi_h(\mathbf{r}) C / (\lambda \gamma_h)$ ,  $\gamma_h = \sin(\theta_2)$ ,  $\theta_{1,2}$  - углы падения и отражения рентгеновского излучения,  $\lambda$  - длина волны. В случае, когда рентгеновское излучение засвечивает на поверхности образца полосу шириной  $L_x$  вдоль оси  $OX$  и  $L_y$  вдоль оси  $OY$ , то амплитуда когерентно рассеянной волны на поверхности кристалла будет равна:

$$E_h^c(q_x, q_z) = \frac{PT_x T_y}{8\pi^2} e^{-\frac{q_x T_x (2N-3)}{4}} \frac{\sin\left(\frac{q_x T_x N}{2}\right)}{\sin\left(\frac{q_x T_x}{2}\right)} \times \quad (4)$$

$$e^{i(M-1)S(q_z)} \frac{\sin(M \cdot S(q_z))}{\sin(S(q_z))} R(q_x, q_z),$$

$$R(q_x, q_z) = Q_1(q_z) \left( J_v^2\left(\frac{q_z A}{2}\right) + J_v^2\left(-\frac{q_z A}{2}\right) \right) +$$

$$Q_2(q_z) \left( J_v^2\left(\frac{(q_z - 2B_1)A}{2}\right) + J_v^2\left(-\frac{(q_z - 2B_1)A}{2}\right) \right),$$

$$S(q_z) = B_1 \bar{l}_1 + B_2 \bar{l}_2 - q_z (\bar{l}_1 + \bar{l}_2),$$

$$B_{1,2} = (1+b)\sigma_0^{1,2} + h\varepsilon_{1,2}, \sigma_0^{1,2} = \frac{\pi\chi_0^{1,2}}{\lambda\gamma_0}, b = \frac{\gamma_0}{\gamma_h}.$$

В выражении (4) коэффициенты с индексами 1 соответствуют слоям  $InAs$ , с индексом 2 - слоям  $GaSb$ . Функция  $J_\nu(q_z)$  - функции Бесселя первого рода, порядка  $\nu = |q_x|T_x/(4\pi)$ ; величина  $M$  равна полному числу периодов сверхрешетки в направлении  $z$ ; коэффициенты  $N$  и  $P$  равны числу латеральных периодов засвечиваемых рентгеновским излучением на поверхности сверхрешетки в направлениях  $x$  и  $y$  соответственно. Уравнение (4) получено для частного случая плоской дифракции Брэгга, при которой плоскость дифракции полностью лежит в плоскости (XOZ), а проекция вектора  $\vec{q}$  (отклонение вектора рассеяния от узла обратной решетки) в направлении  $q_y$  равна нулю.

С помощью выражения (4) выполнено численное моделирование распределения когерентной компоненты интенсивности рассеяния вблизи узла обратной решетки (004) от сверхрешетки  $InAs/GaSb$  с ЛМКС выращенной на подложке  $GaSb$  (001). Для расчетов выбраны следующие параметры модуляции:  $l_1=40 \text{ \AA}$ ,  $l_2=40 \text{ \AA}$ ,  $M=70$ ,  $T_x=540 \text{ \AA}$ ,  $T_y=540 \text{ \AA}$ . Результаты численного моделирования представлены на рисунках рис. 2, рис. 3. Расчеты, проведенные с различными значениями амплитуды осцилляции  $A$ , показывают,

что присутствие в сверхрешетках ЛМКС приводит к появлению в спектрах углового распределения интенсивности рассеяния дополнительных пиков (рис. 2), по сравнению с аналогичными графиками обычных сверхрешеток. Интенсивность этих пиков растет с увеличением амплитуды осцилляций  $A$  и падает, если  $A \rightarrow 0$ . При очень малых значениях  $A$  дополнительные пики полностью исчезают, а графики углового распределения интенсивности рассеяния совпадают с графиками обычных сверхрешеток.

Таким образом, численные расчеты показывают, что ЛМКС дает дополнительную осцилляционную структуру в профиле углового распределения интенсивности рассеяния. Интенсивность дополнительных пиков растет с ростом амплитуды осцилляций ЛМКС.

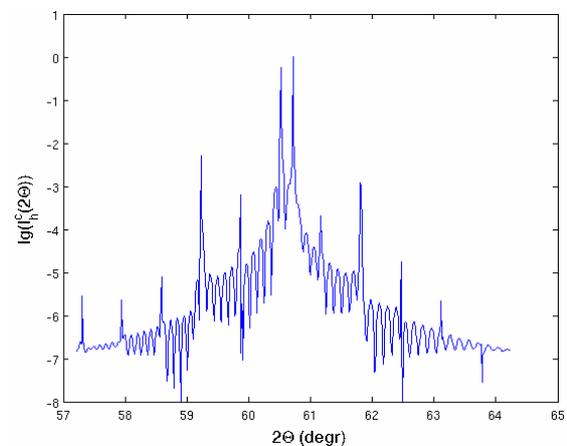


Рис. 2 Когерентная компонента углового распределения интенсивности рассеяния,  $A=20 \text{ \AA}$ .

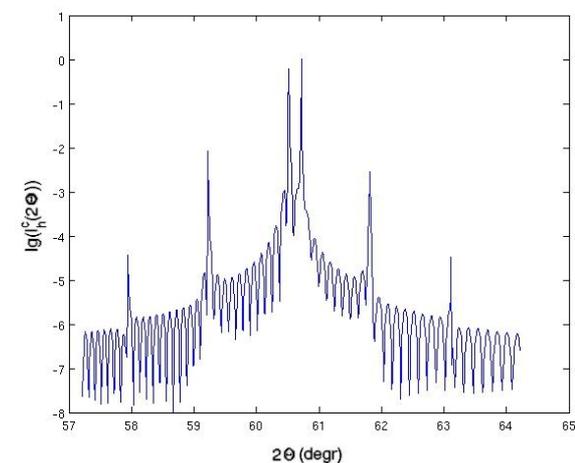


Рис. 3 Когерентная компонента углового распределения интенсивности рассеяния,  $A \rightarrow 0$ .

- [1] Stokes D.W., Forrest R.L., Li J.H., Moss S.C., J. Appl. Phys., Vol. 93, No. 1, 311 - 315 (2003).  
 [2] Nesterets Y.I., Punegov V.I., Acta Cryst., A56, 540 - 548, (2000).

## Дифракция сфокусированного рентгеновского излучения на кристалле, промодулированном поверхностной акустической волной

Д.В. Иржак, Д.В. Рощупкин, А.А. Снигирев, И. Снигирева, Р.Р. Фахртдинов  
 Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особых чистых материалов РАН, Черноголовка, Россия  
 e-mail: [irzhak@iptm.ru](mailto:irzhak@iptm.ru)

В данной работе представлены результаты исследования дифракции рентгеновского излучения на кристалле  $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$  (LGS), промодулированном поверхностной акустической волной (ПАВ). В отличие от предыдущей работы [1], где так же исследовалось данное явление, здесь представлены экспериментальные результаты для случая, когда плоскость дифракции перпендикулярна волновому вектору поверхностной акустической волны (саггитальная геометрия). Исследования проводились в схеме двухкристального дифрактометра на источнике синхротронного излучения; в качестве объекта исследования был выбран кристалл LGS, промодулированный ПАВ с длиной волны  $\Lambda = 10$  мкм. Схема эксперимента представлена на рисунке 1.

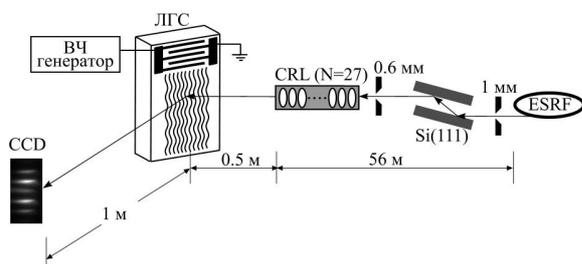
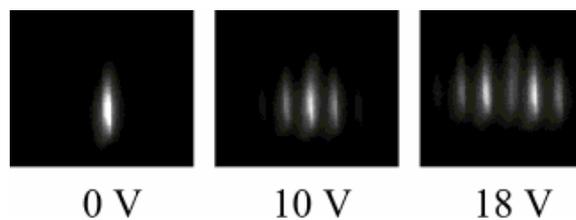


Рис. 1. Экспериментальная схема дифракции рентгеновского излучения на ПАВ в саггитальной геометрии.

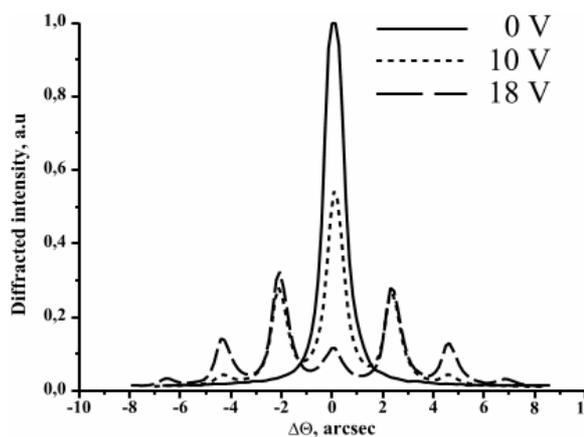
После двойного кристалла-монохроматора при помощи которого осуществляется выбор энергии рентгеновского излучения ( $E=12$  кэВ) был расположен набор из  $N=27$  круглых Ве преломляющих линз, которые фокусируют рентгеновское излучение на расстоянии 1,5 м. Диаметр преломляющей линзы составляет 600 мкм. Для коллимации рентгеновского излучения перед набором преломляющих линз была установлена входная щель  $600 \times 600$  мкм<sup>2</sup>. Размер фокуса в вертикальном направлении составлял  $\sim 1$  мкм. По горизонтали размер фокуса существенно больше из-за большой расходимости рентгеновского излучения в горизонтальной плоскости. На расстоянии 0,5 м от преломляющей линзы располагался кристалл LGS (Y-срез, отражение (100)) промодулированный ПАВ. Для регистрации

дифрагированного излучения была использована CCD камера с размером пикселя 0,645 мкм, расположенная на расстоянии 1 м от исследуемого кристалла.

В описанной выше геометрии эксперимента ПАВ выступает в качестве дифракционной решетки. Угловая расходимость между дифракционными сателлитами определяется как  $\Delta\Theta = \lambda/\Lambda$ , где  $\lambda$  - длина волны рентгеновского излучения,  $\Lambda$  - длина волны ПАВ. На расстоянии 1 м от кристалла расходимость между сателлитами составляет  $\sim 10$  мкм. На рисунке 2 представлено изображение, зарегистрированное CCD камерой при различных амплитудах электрического сигнала, подаваемого на встречно-штыревой преобразователь для возбуждения ПАВ.



(а)



(б)

Рис. 2. Дифракция рентгеновского излучения на ПАВ в саггитальной геометрии: (а) дифракционная картина, (б) угловое распределение дифрагированной рентгеновской интенсивности.

Распределение интенсивности излучения дифрагированного на кристалле, промодулированном ПАВ может быть описано следующим выражением:

$$I(x) \cong \left| \exp\left(-\frac{i\pi x^2}{\lambda r}\right) \cdot \sum_{-\infty}^{\infty} J_n(a) \cdot \delta\left(\frac{x}{r} + n \frac{\lambda}{\Lambda}\right) \right|^2,$$

где  $\lambda$  – длина волны рентгеновского излучения;  $x$  – координата в плоскости наблюдения;  $r$  – расстояние от кристалла до плоскости наблюдения;  $n$  – номер дифракционного сателлита;  $\Lambda$  – длина волны ПАВ;  $J_n$  – функция Бесселя порядка  $n$ . Амплитуда фазовой модуляции  $a$  без учета затухания ПАВ вглубь кристалла описывается следующим выражением:

$$a = \frac{2\pi}{d} \cdot amp,$$

где  $d$  – межплоскостное расстояние для данного отражения кристалла,  $amp$  – амплитуда ПАВ. Однако, учет затухания дает более сложную зависимость амплитуды фазовой модуляции от амплитуды ПАВ. На рисунке 3 представлена зависимость амплитуды вертикальной компоненты смещения от глубины проникновения ПАВ, рассчитанная для Y- среза кристалла LGS.

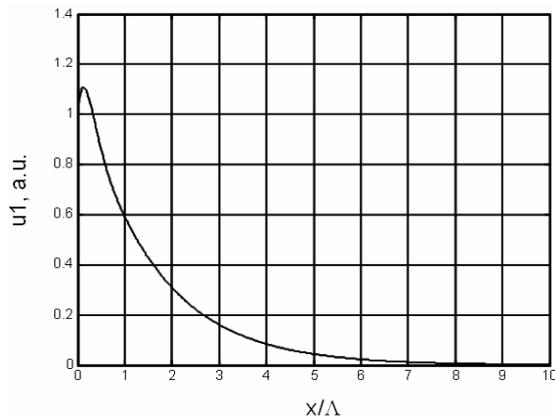


Рис. 3. Зависимость амплитуды вертикальной компоненты смещения от глубины проникновения ПАВ

Сравнение зависимостей амплитуд фазовой модуляции от амплитуды ПАВ без учета и с учетом затухания деформации вглубь кристалла представлено на рисунке 4. Из рисунка видно, что при малых амплитудах ПАВ различие в величине фазового сдвига не столь значительно. Однако оно растет с ростом амплитуды ПАВ.

На рисунке 5 представлены зависимости интенсивности излучения дифрагированного в различные дифракционные порядки от величины

сигнала, подаваемого на встречно-штыревой преобразователь (точки). Так же на данном рисунке представлены результаты расчета (сплошные линии), которые находятся в хорошем соответствии с экспериментальными данными.

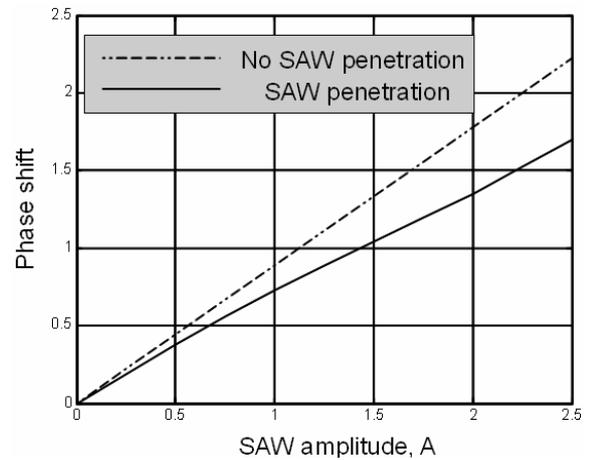


Рис. 4. Сравнение зависимостей амплитуд фазовой модуляции от амплитуды ПАВ без учета и с учетом затухания деформации вглубь кристалла

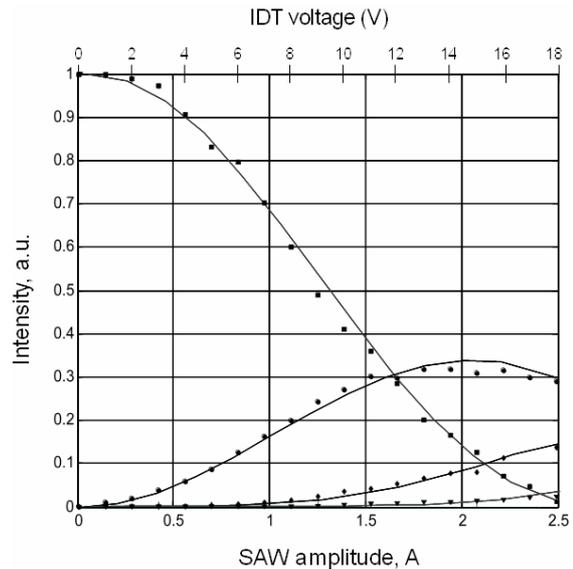


Рис. 5. Зависимости интенсивности излучения дифрагированного в различные дифракционные порядки от величины сигнала, подаваемого на встречно-штыревой преобразователь

Работа поддержана грантом Президента Российской Федерации для молодых ученых МК- 1055.2009.2.

1. Roshchupkin D.V., Erko A.I., Ortega L., Irzhak D.V., Applied Physics A - Materials 94 (2009) 477

## Интерференционный коэффициент поглощения рентгеновских лучей при наличии температурного градиента

В.Р. Кочарян, А.Р. Мкртчян, А.Е. Мовсисян, З.Г. Амирханян

Институт прикладных проблем физики НАН Армения, Ереван

e-mail: [vahan2@yandex.ru](mailto:vahan2@yandex.ru)

Исследования в области взаимодействия излучений ангстремных длин волн с искаженными монокристаллами имеет большое значение для современной физики твердого тела и научного приборостроения. Открытие явление полной переборки рентгеновского излучения от направления прохождения в направление отражения в геометрии Лауэ [1] при  $\mu t \approx 1$  (где  $t$  - толщина кристалла,  $\mu$  - линейный коэффициент поглощения) явилось весомым вкладом в развитии этой области. В работе [2] экспериментально исследовано поведение поглощения рентгеновских лучей в монокристаллах по геометрии Лауэ и показано, что наличие температурного градиента и ультразвуковых колебаний приводит к существенному уменьшению поглощения рентгеновских лучей (при ультразвуковых колебаниях до нуля).

В настоящей работе проведены экспериментальные и теоретические исследования данного процесса, при наличии температурного градиента.

Экспериментальные исследования проводились по схемам с двумя и тремя кристаллами. В качестве источника излучения использовалась характеристическая линия  $MoK_{\alpha_1}$  рентгеновской трубки Мо БСВ-27.

Эксперименты проводились для разных отражающих атомных плоскостей монокристаллов кварца разной толщины при наличии температурного градиента. Для исследования отмеченного явления кристалл качался в области угла Брэгга и с помощью сцинтилляционного счетчика одновременно регистрировался суммарная интенсивность проходящего и дифрагированного рентгеновского излучения.

На рис.1 приведена зависимость суммарной интенсивности рентгеновского излучения от отклонения от точного угла Брэгга при разных значениях температурного градиента примененного на кристалл.

Из рисунка видно, что с увеличением температурного градиента примененного перпендикулярно к отражающим атомным плоскостям кристалла интерференционный коэффициент поглощения рентгеновского излучения уменьшается во всей области дифракции и достигает своего минимального

значения при определенном значении температурного градиента.

Для объяснения экспериментальных результатов были решены уравнений Такаги, описывающие распространение волнового поля в деформированном кристалле.

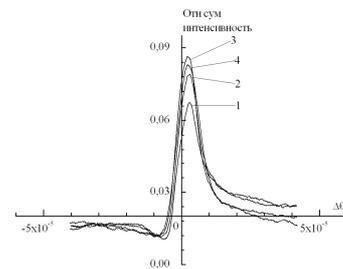


Рис.2 Зависимости суммарной интенсивности рентгеновского излучения от отклонения от угла Брэгга, при разных значениях температурного градиента для толщины кристалла  $t = 3.5$  мм.

В плоскости рассеяния  $XOZ$ , исходя из экспериментальных условий, на определенном расстоянии от нагреваемой грани кристалла функцию смещения  $U_x$  можно представить в виде:

$$U_x = \frac{t^2 - (t - 2z)^2}{8R}, \quad (1)$$

где  $t$  - толщина кристалла,  $R$  - радиус кривизны отражающих атомных плоскостей.

Пусть, в симметричной геометрии Лауэ, на кристалл падает плоская монохроматическая рентгеновская волна. В этом случае с учетом (1) для решений уравнений Такаги  $D_0$  и  $D_h$  окончательно получим:

$$D_h(z) = \frac{C_h D_{ins}}{2\sqrt{W(0)W(z)}} \left( \exp\left(\frac{2A - C_i}{C_r} f(z) - \frac{K\chi_{0i}}{2\cos(\theta)} z\right) \exp(i[\varphi(z) + \psi_1(z) + f(z)]) \right. \\ \left. - \exp\left(\frac{C_i - 2A}{C_r} f(z) - \frac{K\chi_{0i}}{2\cos(\theta)} z\right) \exp(-i[\varphi(z) + \psi_2(z) + f(z)]) \right) \quad (2)$$

$$D_0(z) = \frac{D_{ins}}{2\sqrt{W(0)W(z)}} \left( \left( i(W(z) - \eta - \frac{\partial \alpha}{\partial z}) - \frac{1}{2W(z)} \frac{\partial W(z)}{\partial z} \right) \exp\left(\frac{2A - C_i}{C_r} f(z) - \frac{K\chi_{0i}}{2\cos(\theta)} z\right) \exp(i[\varphi(z) + \psi_1(z) + f(z)]) + \right.$$

$$\left( i(W(z) + \eta + \frac{\partial \alpha}{\partial z}) + \frac{1}{2W(z)} \frac{\partial W(z)}{\partial z} \right) \exp \left( \frac{C_i - 2A}{C_r} f(z) - \frac{K \chi_{0i}}{2 \cos \theta} z \right) \exp(-i[\varphi(z) + \psi_2(z) + f(z)]) \quad (3),$$

где

$$f(z) = \frac{2Az + \eta - At + \sqrt{(2Az + \eta - At)^2 + C_r}}{\eta - At + \sqrt{(\eta - At)^2 + C_r}},$$

$$\varphi(z) = \frac{(2Az + \eta - At) \sqrt{(2Az + \eta - At)^2 + C_r} - (\eta - At) \sqrt{(\eta - At)^2 + C_r}}{4A},$$

$$\psi_{1,2}(z) = \pm \left( \frac{K \operatorname{Re} \chi_0}{2 \cos \theta} + 2\eta \right) z \pm A(zt - z^2)$$

$$C_r = \operatorname{Re}(C_h C_h^-), \quad C_i = \operatorname{Im}(C_h C_h^-), \quad A = \frac{h}{2R}.$$

$$\eta = \frac{bK}{4 \cos \theta}, \quad \alpha = \frac{1}{2} \frac{\partial \bar{h} \bar{u}}{\partial z}, \quad C_h = \frac{C \chi_h K}{2 \cos \theta}, \quad C_h^- = \frac{C \chi_h^- K}{2 \cos \theta},$$

$$W^2(z) = C_h C_h^- + (\eta - \alpha)^2 - i \frac{\partial \alpha}{\partial z}$$

Анализ выражений (2) и (3) показывает, что с углублением в кристалл наличие кривизны приводит к увеличению амплитуды дифрагированного слабопоглощаемого поля (первое слагаемое (2)) за счет одновременного уменьшения амплитуды дифрагированного сильнопоглощаемого поля (второе слагаемое (2)) и амплитуды проходящего поля (3), где оба слагаемых уменьшаются. С увеличением кривизны отражающих атомных плоскостей, возрастает энергия, перебрасываемая в дифрагированное слабопоглощаемое поле, а при определенном значении кривизны вся энергия перебрасывается в это поле, т.е. остальные поля зануляются. В следствие этого значительно уменьшается коэффициент поглощения кристалла. Последующее увеличение кривизны, приводит к уменьшению энергии перебрасываемой в дифрагированное слабопоглощаемое поле (коэффициент поглощения снова уменьшается).

Для пояснения вышеуказанных процессов поглощения анализированы суммарные интенсивности проходящих и дифрагированных пучков. На рис.2 приведены распределения суммарной интенсивности от деформационного параметра  $A$ , который обратно пропорционален радиусу кривизны отражающих плоскостей, для различных толщин кристалла. Как видно из этих рисунков, с уменьшением радиуса кривизны суммарная интенсивность увеличивается, т.е. уменьшается коэффициент поглощения.

На рис. 3 представлены суммарные интенсивности в зависимости от отклонения от угла Брэгга, в области столика Дарвина, при разных кривизнах отражающих атомных плоскостей. Видно, что с уменьшением радиуса

кривизны, коэффициент поглощения существенно уменьшается по всей области столика Дарвина. Теоретические расчеты были проведены для монокристалла кварца для нескольких семейств отражающих атомных плоскостей, однако вышеуказанный эффект наиболее ярко наблюдался для отражающих плоскостей  $(10\bar{1}1)$ .

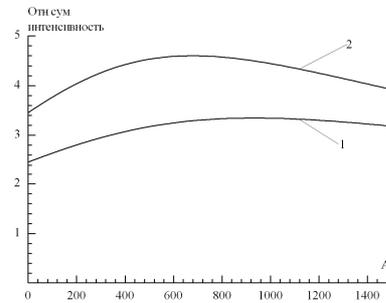


Рис.3 Зависимости относительной интенсивности от параметра деформации  $A$ , при разных толщинах кристалла: 1.  $t = 4.28$  мм, 2.  $t = 3.5$  мм.

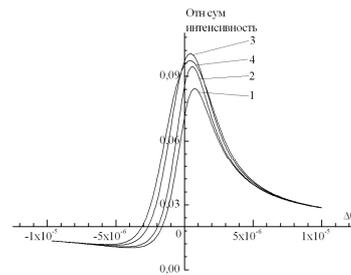


Рис.4. Относительные суммарные интенсивности в зависимости от отклонения от угла Брэгга, при разных кривизнах отражающих атомных плоскостей  $(10\bar{1}1)$  монокристалла кварца с толщиной  $t = 3.5$  мм, 1.  $A = 0$ , 2.  $A = 300$ , 3.  $A = 900$ , 4.  $A = 1230$ .

Таким образом, было показано, что с увеличением температурного градиента примененного перпендикулярно к отражающим атомным плоскостям монокристалла кварца интерференционный коэффициент поглощения рентгеновского излучения резко уменьшается во всей области дифракции и достигает своего минимального значения при определенном значении температурного градиента.

[1] Мкртчян А.Р., Навасардян М. А., Мирзоян В. К. Письма в ЖТФ, т.8, в. 11, стр. 677-680, 1982.  
 [2].К. Мирзоян, А.Р. Мкртчян, и др. Тезисы докладов "V Национальная конференция РСНЭ-2005", Москва, 14-19 ноября, с. 286 (2005).

## Исследование деформаций, возникающих в процессе формирования градиентно-пористой структуры кремния

Д.В. Иржак, Д.В. Рощупкин, В.В. Старков, А.В. Тетерский, Р.Р. Фахртдинов  
 Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия  
 e-mail: [irzhak@iptm.ru](mailto:irzhak@iptm.ru)

В связи с созданием электродов и мембран для микротопливных элементов проявился особый интерес к процессам формирования пористых мембран на основе кремния. Для обеспечения прочности пористые электроды микротопливных элементов должны обладать необходимой толщиной. Однако, при формировании пористых слоев с глубиной травления более 100 мкм наблюдается самопроизвольное отслаивание пористого слоя от подложки.

При травлении кремния р-типа проводимости не требуется дополнительной генерации дырок путем подсветки и поэтому удаётся более просто получить однородное распределение по площади пластины тока травления, который в данном случае задается внешним генератором тока. Поэтому применение кремния р-типа проводимости позволяет создавать мембраны в более широком диапазоне диаметров и толщины пластин, а также параметров пористости и размера пор. Тем не менее, даже близкий к идеальному процесс анодного травления не позволяет устранить явления отслаивания пористого слоя от подложки. Одним из объяснений этого явления, которого придерживаются как зарубежные [2], так и некоторые отечественные исследователи [3], является истощение электролита по глубине каналов травления, что проявляется в виде нарушения пассивации стенок, приводящее к грушевидной форме нижней части пор или появлению боковых ответвлений и каналов.

Такая неоднородность распределения электролита в процессе травления по глубине пор должна была бы сильно зависеть от диаметра пор и их аспектного отношения. Но это не наблюдается в эксперименте. Пористые слои также самопроизвольно отслаиваются от подложки после достижения определенной глубины, как и пористые слои, с порами меньшего диаметра. Отслаивание наблюдается даже при строгом соблюдении постоянства параметров процесса травления. Кроме того, оптимизация составов электролита, и в частности дополнительное введение в травящий раствор поверхностно активных веществ, существенно увеличивающих смачиваемость поверхности, устраняют нежелательную неоднородность электролита по глубине пор.

При формировании пористой структуры на границе раздела пористый слой монокристалл возникают механические напряжения [4,5], негативным проявлением которых в рассмотренных случаях является разрушение границы и отслаивание пористого слоя от монокристаллической подложки кремния. С другой стороны, возникновение напряжений на границе в процессе травления существенно влияет на изменение морфологии пор по глубине. В работе [6] было продемонстрировано, что в процессе глубокого анодного травления кремния происходит формирование градиентно-пористой кремниевой (ГПК-var) структуры, внешний слой которой представляет собой нанопористый слой толщиной в несколько микрон. В процессе последующего травления этот слой трансформируется в губчатую макропористую структуру, которая после достижения определенной глубины самоорганизуется в гексагонально упорядоченную структуру макропор (ГПК-var структура). Эти экспериментальные результаты являются дополнительным подтверждением теоретических результатов работы [5], в которой продемонстрировано, что в процессе развивающихся при анодном травлении напряжений формируется квазигексагональный порядок в расположении пор.

В данной работе исследуется изменение кривизны пластин, непосредственно в ходе процесса глубокого анодного травления кремниевых пластин.

Для формирования ГПК-var структуры использовались пластины монокристаллического кремния КДБ-60, ориентация поверхности (100). Глубокое анодное травление осуществлялось со стороны шлифованной поверхности. Полированная поверхность пластины использовалась для проведения исследований методом рентгеновской дифрактометрии. Процесс травления осуществлялся в растворе  $\text{HF}(49\%) : \text{C}_2\text{H}_5\text{OH}(96\%) = 4:1$  при постоянной плотности анодного тока ( $J = 21 \text{ мА/см}^2$ ). С целью улучшения смачиваемости поверхности кремния в раствор добавлялся хлорид цетилтриметиламмония  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}$ , ( $10^{-3}\text{М}$ ).

На рисунке 1 представлена фотография установки для исследования деформаций,

возникающих непосредственно в процессе травления кремния. Для проведения исследований in-situ была разработана и собрана специальная ячейка (1). Исследуемый образец закреплялся в данной ячейке таким образом, чтобы с одной стороны, обеспечить минимальное механическое воздействие со стороны крепежа на образец, а с другой стороны, обеспечивала отсутствие протекания раствора, применяемого при травлении во внешнее пространство.

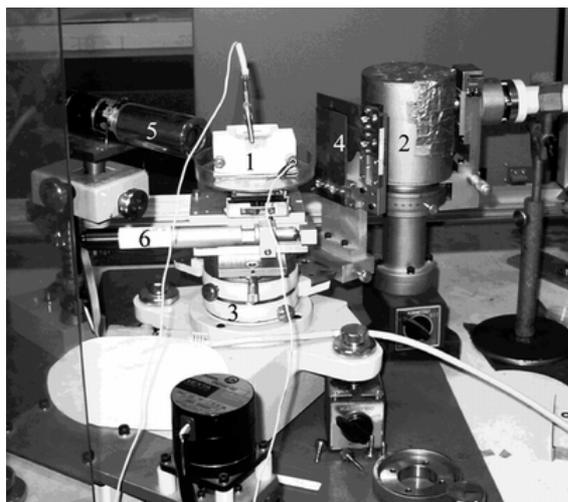


Рис. 1. Фотография установки для исследования деформаций, возникающих в процессе формирования пористой структуры кремния.

Изменение деформации в процессе формирования пористой структуры исследовалось на пластине кремния толщиной 480 мкм размером 26x26 мм<sup>2</sup>. Перед анодным травлением определялась исходная деформация образца. Измерения деформации проводились с использованием генератора рентгеновского излучения Rotaflex RU200 с вращающимся медным анодом (излучение CuK<sub>α</sub>, λ=154 Å). Размер источника рентгеновского излучения составлял 50 мкм в горизонтальном и 10 мм в вертикальном направлениях, соответственно. Рентгеновское излучение монохроматизировалось с помощью кристалла монохроматора Si (111) (2) и падало на образец под углом Брэгга. Измерение отклонения от точного угла Брэгга проводилось на однокружном гониометре (3). Падающее рентгеновское излучение коллимировалось щелями 100 мкм в горизонтальном и 500 мкм в вертикальном направлениях (4). Дифрагированная интенсивность рентгеновского излучения регистрировалась сцинтилляционным детектором NaI (5), при этом для определения знака и величины деформации кривые качания снимались вдоль поверхности кристалла с шагом

1 мм. Мотор для продольного перемещения образца обозначен на рисунке 1 цифрой 6.

На рисунке 2 представлены результаты измерения углового положения брэгговского пика в зависимости от места падения пучка рентгеновского излучения на исследуемый образец при различной длительности травления.

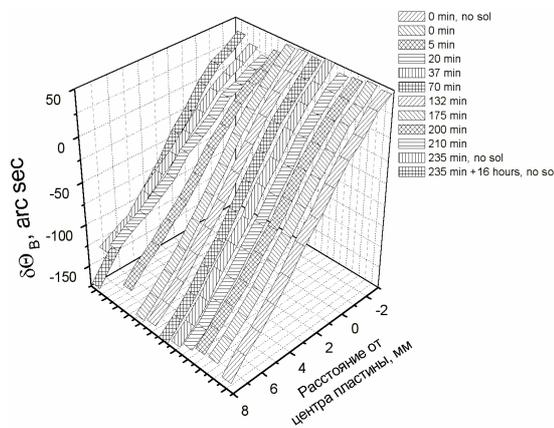


Рис. 2. Изменение отклонения углового положения брэгговского максимума вдоль поверхности пластины в зависимости от времени травления.

Из данного рисунка следует, что формирование пористого слоя в течение ~200 минут протекает без значительных скачков деформации кремниевой пластины, после чего начинается резкое увеличение радиуса изгиба образца. После остановки процесса травления и удаления раствора из ячейки деформация возвращается в начальное состояние. Изменение радиуса кривизны кремниевой пластины в зависимости от времени травления (рисунке 3) более наглядно демонстрирует этот процесс.

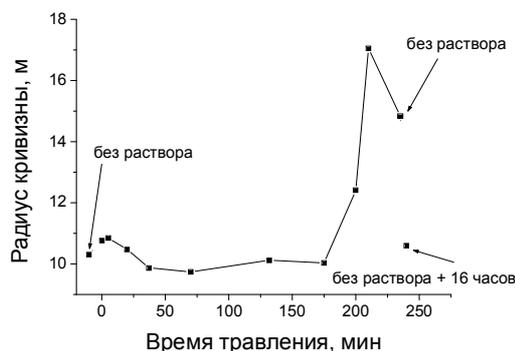


Рис. 3. изменение радиуса кривизны кремниевой пластины в зависимости от времени травления

Резкий рост радиуса кривизны пластины связан с началом отслаивания пористого слоя. Фотография пластины кремния после процесса травления представлена на рисунке 4. Темный круг на данной фотографии соответствует

сформировавшемся пористому слою, а светлые области внутри темного круга – отслоившимся участкам. Началу разрушения пористого слоя так же соответствует резкое увеличение напряжения между электродами в ячейке, использовавшейся для травления кремния. Зависимость значения напряжения между электродами в ячейке от времени травления представлена на рисунке 5.

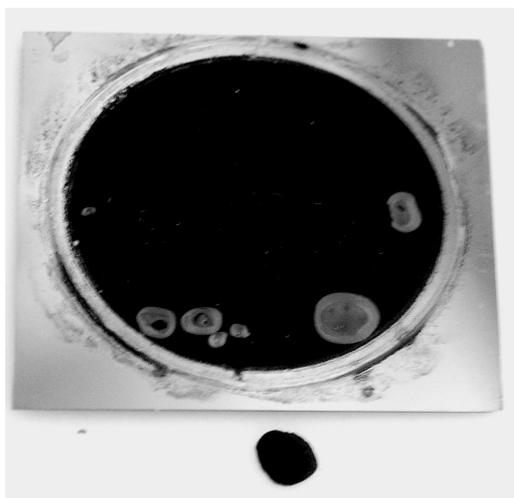


Рис. 4. Локальное отслаивание пористой структуры от кремниевой подложки после процесса травления.

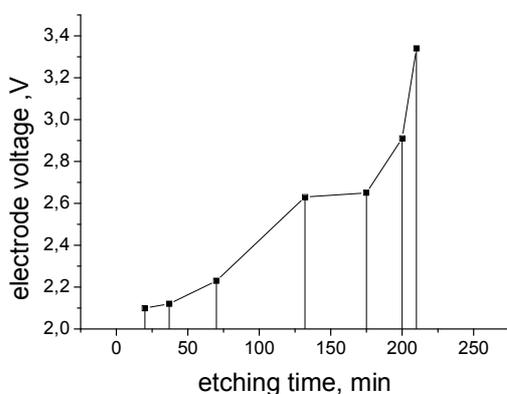


Рис. 5. Зависимость напряжения между электродами в ячейке от времени травления.

Сравнение полученных результатов с результатами исследования деформации кремниевых пластин при формировании в них пористой структуры, представленными в работе [7], показывает, что вплоть до начала разрушения пластины радиус ее изгиба изменяется незначительно, в отличие от [9] ( $R_{\text{мин}} = 4,07$  м и  $R_{\text{макс}} = 14,63$  м). Это, по-видимому, связано с тем, что исследованная пластина все же была механически зажата. Тем не менее, изменение деформации пластины в процессе формирования пористого слоя, обнаруженное в данной работе, сходно с результатами,

представленными в [7]. Отличие состоит в том, что пластины, исследовавшиеся на различных стадиях травления, обладали дополнительной деформацией, возникающей вследствие отжига при хранении на воздухе.

Таким образом, в представленной работе экспериментально определена динамика изменения деформаций в процессе формирования ГПК-ваг структуры; обнаружена корреляция между изменением деформации пластины и значением напряжения между электродами в ячейке в зависимости от стадии травления.

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

1. Старков В.В., Конли И., Престинг Х., Кениг У., Вяткин А.Ф., Цейтлин В.М. Микросистемная техника, **2** (2002) 34.
2. Lemman V. Electrochemistry of silicon. Wiley-VCH Verlag GmbH, 2002.
3. Астрова Е.В., Нечитайлов А.А., Забродский А.Г. Альтернативная энергетика и экология (АЭЭ) **46** (2007), 60.
4. Емельянов В.И., Игумнов В.В., Старков В.В. Письма в ЖТФ, **30**, вып. 10, (2004), 83.
5. Емельянов В.И., Старков В.В. Поверхность. Рентгеновские, Синхротронные и нейтронные исследования, **6** (2006) 116.
6. Старков В.В., Феклисова О.В., Пустовит А.Н., Гаврилин Е.Ю. Материалы конференции «Физические проблемы водородной энергетики» С. Петербург. (2006) 97.
7. Старков В.В., Иржак Д.В., Рошупкин Д.В., "Исследование деформаций, возникающих при формировании градиентно-пористой структуры кремния", Деформация и разрушение материалов, V, N10, с.6, 2008г

## Исследование доменных структур в сегнетоэлектрических и сегнетоупругих кристаллах методом рентгеновской топографии

Д.В. Рошупкин, Д.В. Иржак, Р.Р. Фахртдинов, Б.С. Редькин, Е.В. Емелин  
Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия  
e-mail: [rochtch@iptm.ru](mailto:rochtch@iptm.ru)

Сегнетоэлектрические и сегнетоупругие кристаллы активно используются в опто- и акустоэлектронике. Кристаллы в основном получают в процессе синтеза из расплавов методом Чохральского. Большое значение для применений имеет структурное совершенство кристаллов. Доменные структуры в кристаллах могут быть использованы в оптике для удвоения частоты оптического излучения и нелинейнооптических взаимодействий. В акустоэлектронике доменные структуры применяют для прямой генерации акустических волн. В работе рассмотрены вопросы формирования доменных структур в сегнетоэлектрических кристаллах  $\text{LiNbO}_3$  и сегнетоупругом кристалле  $\text{Gd}_2(\text{MoO}_4)_3$  как в процессе роста, так и в процесс послеростового физического воздействия на кристалл.

Синтез кристаллов  $\text{LiNbO}_3$  и  $\text{Gd}_2(\text{MoO}_4)_3$  был осуществлен методом Чохральского на установке «Ника-3», фотография которой представлена на рис. 1. Доменные структуры в были сформированы в кристалле  $\text{LiNbO}_3$  в процессе роста при использовании в исходной шихте примеси Gd и послеростовым методом прямой электронно-лучевой переполаризации. В кристалле  $\text{Gd}_2(\text{MoO}_4)_3$  домены были сформированы путем направленного механического воздействия.



Рис. 1. Установка синтеза оксидных кристаллов методом Чохральского «Ника-3».

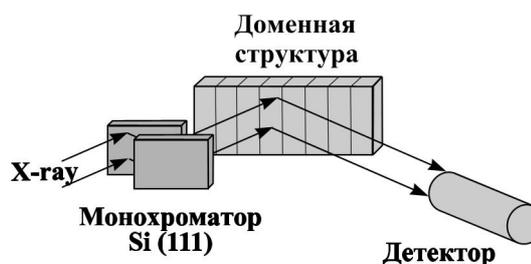
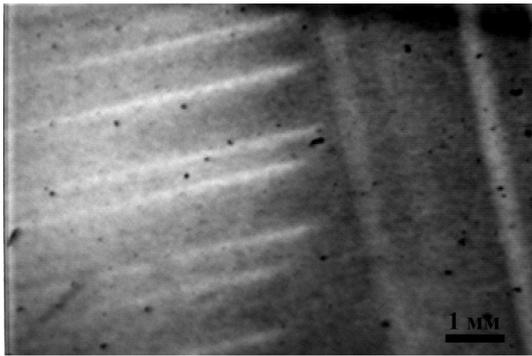


Рис. 2. Схема двухкристальной рентгеновской топографии для исследования доменных структур в кристаллах  $\text{LiNbO}_3$  и  $\text{Gd}_2(\text{MoO}_4)_3$ .

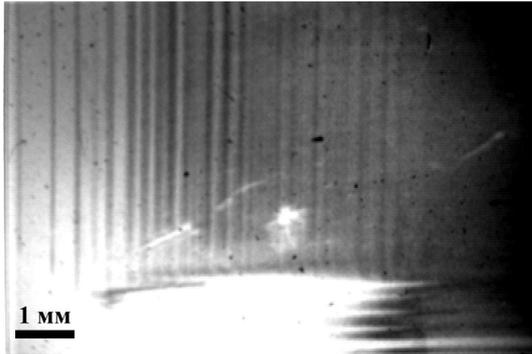
Для исследования доменных структур был использован метод двухкристальной рентгеновской топографии на установке Rigaku Rotaflex с вращающимся медным анодом. Экспериментальная схема схематично представлена на рис. 2. Рентгеновское излучение монохроматизировалось с помощью двойного кристалла анализатора. После анализатора излучение под углом Брэгга падает на исследуемую доменную структуру. Дифрагированное рентгеновское излучение регистрировалось с помощью сцинтилляционного детектора или рентгеновской пленки.

### 1. Исследование доменных структур в кристалле $\text{Gd}_2(\text{MoO}_4)_3$

Сегнетоупругий кристалл  $\text{Gd}_2(\text{MoO}_4)_3$  был синтезирован методом Чохральского из расплава. Доменные структуры в данном кристалла могут быть получены путем приложения внешнего механического напряжения или в условиях приложения к кристаллу внешнего электрического поля. Можно получить четыре различные ориентации доменных структур. В настоящей работе доменные структуры в Z-срезе кристалла были сформированы в условиях приложения внешнего механического напряжения. Для исследования доменных структур было использовано отражение от плоскостей (003) при значении угла Брэгга  $\Theta_B = 14.542^\circ$ . На рис. 3 представлены рентгеновские топограммы Z-среза кристалла  $\text{Gd}_2(\text{MoO}_4)_3$  с  $90^\circ$  доменной структурой. На рис. 3(а) приведена топограмма  $90^\circ$  доменной структурой в случае, когда две группы доменов не пересекаются, а на рис. 3(б) приведена топограмма



(a)



(б)

Рис. 3. Рентгеновские топограммы  $90^\circ$  доменной структуры в Z-срезе кристалла  $Gd_2(MoO_4)_3$ . Отражение (003),  $\Theta_B = 14.542^\circ$ .

пересекающихся доменных структур, когда две группы доменов взаимно пристраиваются друг к другу под углом  $90^\circ$ .

## 2. Исследование доменных структур в кристалле $LiNbO_3$

В кристалле  $LiNbO_3$  были исследованы  $180^\circ$  доменные структуры, сформированные в процессе роста и в процессе послеростовой переполаризации под воздействием электронного пучка.

В процесс роста доменные структуры в кристалле  $LiNbO_3$  были сформированы путем использования примеси  $Gd_2O_3$ , которая позволяет компенсировать зарядовые состояния на доменных границах. Кристаллы были выращены вдоль полярной оси Z. Сформированная доменная структура перпендикулярна оси Z. Соседние доменные границы обладают разными зарядовыми состояниями. Положительные ионы Gd садятся на отрицательно заряженные доменные границы, компенсируют зарядовое состояние границы, что позволяет скомпенсировать механические напряжения на доменных границах. На рис. 4 представлена рентгеновская топограмма Y-среза кристалла  $LiNbO_3$  с доменной структурой. Хорошо видно, что доменные границы имеют сферическую форму, повторяющего профиль

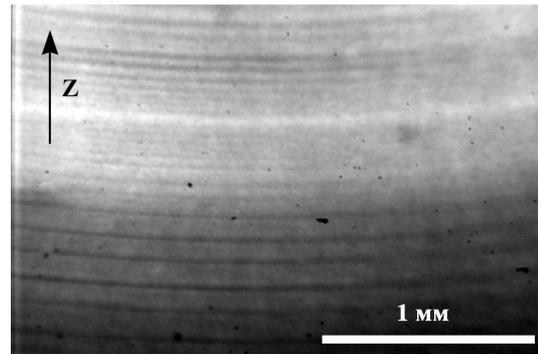


Рис. 4. Рентгеновская топограмма доменной структуры, сформированной ростовым методом. Y-срез кристалла  $LiNbO_3$ , отражение (300),  $\Theta_B = 19.486^\circ$ .

фронта кристаллизации на границе кристалл-расплав. В данном случае параметры доменной структуры определяются скоростью вытягивания кристалла из расплава.

Другим способом формирования доменных структур является возможность прямой электронно-лучевой переполаризации. В данном случае можно сформировать доменные структуры с идеальным профилем границ. На рис. 5 представлена РЭМ-микрофотография протравленной регулярной доменной структуры, сформированной в Z-срезе кристалла  $LiTaO_3$  методом электронно-лучевой литографии. Особенностью процесса формирования доменных структур в Z-срезе кристалла  $LiTaO_3$  является то, что домены начинают формироваться на верхней поверхности, подвергаемой электронно-лучевой обработке. В кристаллах  $LiNbO_3$  доменная структура начинает формироваться на нижней поверхности кристалла, постепенно прорастая к верхней грани кристалла. Для выявления доменной структуры был использован метод селективного химического травления в плавиковой кислоте HF. Соседние домены обладают разными

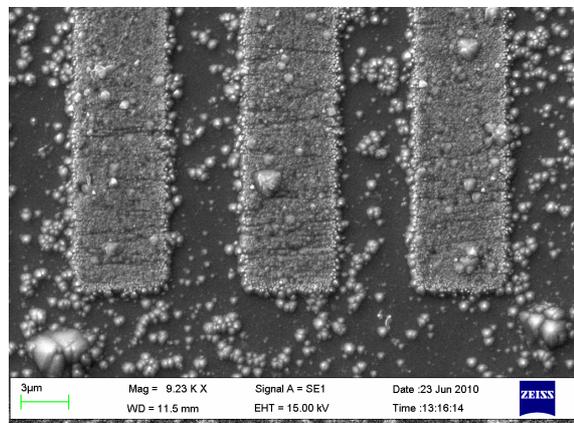


Рис. 5. Доменная структура с шириной доменей 5 мкм, сформированная в кристалле  $LiTaO_3$  методом электронно-лучевой литографии.

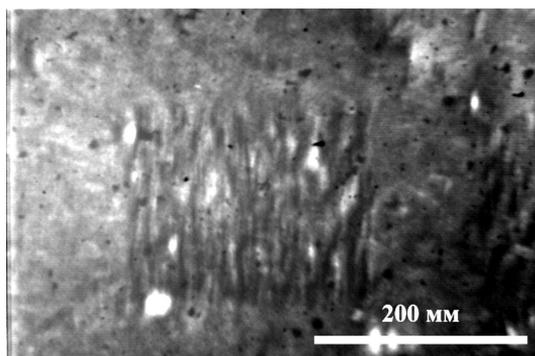


Рис. 6. Рентгеновские топограммы доменной структуры в Z-срезе кристалла  $\text{LiNbO}_3$ . Отражение (006),  $\Theta_B = 19.486^\circ$ .

скоростями травления.

Для исследования доменных структур можно использовать и методы рентгеновской топографии и дифрактометрии. К сожалению визуализация короткопериодных доменных структур ограничена пространственным разрешением рентгеновской пленки и рентгеновских CCD-камер. Так на рис. 6 представлена рентгеновская топограмма Z-среза кристалла  $\text{LiNbO}_3$  с доменной структурой. Область на поверхности кристалла, на которой были сформирована доменная структура, составляет  $200 \times 200 \text{ мкм}^2$  при ширине доменов 2 мкм. На топограмме можно наблюдать только область доменной структуры. В данном случае перспективным является возможность исследования доменных структур методом высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии.

Работа выполнена при поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований (проект № 10-02-00117-а).

## Исследование структуры плёнок оксида гафния на кремнии методом рентгеновской рефлектометрии

Ю. О. Волков<sup>1</sup>, И. В. Кожевников<sup>1</sup>, А. А. Овчинников<sup>2</sup>, Б. С. Рошин<sup>1</sup>, А. А. Соколов<sup>2</sup>,  
Е. О. Филатова<sup>2</sup>, В. Е. Асадчиков<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт Кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН, Москва, Россия

<sup>2</sup> Институт Физики СПбГУ, Санкт-Петербург, Россия

e-mail: [neko.crys@gmail.com](mailto:neko.crys@gmail.com)

Уменьшение размеров структур металл-окисел-полупроводник (MOS), составляющих основу современных интегральных схем, накладывает ряд принципиальных ограничений на выбор материала для их изготовления. В частности, для подзатворных диэлектриков требуются материалы с высокой диэлектрической проницаемостью относительно диоксида кремния ("high-k" диэлектрики) [1], высокой термодинамической стойкостью и структурной стабильностью.

Одним из наиболее перспективных high-k диэлектриков является оксид гафния HfO<sub>2</sub>. Однако при выращивании тонких слоёв оксида гафния физические и химические параметры получаемой плёнки могут заметно зависеть от состава, строения и протяжённости интерфейса на границе плёнка-подложка.

Методом рентгеновской рефлектометрии в мягком и жёстком рентгеновских диапазонах были исследованы два образца плёнки HfO<sub>2</sub> толщиной 5 нм, синтезированных на кремниевой подложке методами молекулярного наслаивания (ALD) и гидридной эпитаксии (MOCVD). Оба метода позволяют контролировать толщину выращиваемых плёнок с точностью до моноатомного слоя. Однако они существенно различаются процессом синтеза: метод ALD характеризуется послойным осаждением материала на подложку, в то время как для метода MOCVD характерен островковый механизм роста. Исследования структуры и состава плёнок оксида гафния на кремнии методами эллипсометрии, фотоэлектронной спектроскопии и сканирующей электронной микроскопии [2] также показали, что между плёнкой и подложкой в процессе выращивания методом MOCVD формируется аморфный переходной слой состава HfSiO<sub>4</sub>.

Существенное преимущество метода рентгеновской рефлектометрии заключается в неразрушающем исследовании структуры приповерхностного слоя образца. С другой стороны, в рефлектометрических экспериментах возможно измерить лишь интегральный коэффициент отражения, поэтому решение обратной задачи сводится к подгонке модельной угловой зависимости коэффициента отражения к экспериментальным данным по набору

параметров задаваемой модели. В данной работе был использован алгоритм, описанный в [3].

Амплитуда отражения рентгеновского излучения от многослойной структуры складывается из многократных отражений от каждой из границ раздела слоёв. Суммарный коэффициент отражения выражается как  $R(\theta) = |r_0(\theta)|^2$ , где величина  $r_0(\theta)$  вычисляется по рекуррентной формуле [4]:

$$r_j^F = \frac{r_j^F + r_{j+1}^F e^{2i\chi_{j+1}d_{j+1}}}{1 + r_j^F r_{j+1}^F e^{2i\chi_{j+1}d_{j+1}}}; \quad r_{n+1} = 0; \quad j = 0, 1, \dots, n,$$

$$r_j^F = \frac{\chi_j/\eta_j - \chi_{j+1}/\eta_{j+1}}{\chi_j/\eta_j + \chi_{j+1}/\eta_{j+1}}; \quad \chi_j = k\sqrt{\varepsilon_j - \cos^2\theta},$$

где  $d_j$  — толщина  $j$ -го слоя;  $\theta_0$  — угол скольжения пучка на границе вакуум-плёнка;  $k$  — волновое число;  $\varepsilon_j = 1 - \delta_j + i\gamma_j$  — диэлектрическая проницаемость материала  $j$ -го слоя;  $n$  — число слоёв в структуре.

Влияние шероховатостей и переходных слоёв на границах раздела было учтено введением поправочного фактора Нево-Кроса [5] для коэффициентов отражения от каждой границы раздела:

$$r_j^F = r_0^F \exp\left[-\left(\frac{4\pi\sigma}{\lambda}\right)^2 \sin\theta \operatorname{Re}\sqrt{\varepsilon_j - \cos^2\theta}\right]$$

Выбор фактора Нево-Кроса оправдан тем, что в ходе экспериментов вместе с отражённым излучением детектировалось и излучение, рассеянное на длинных шероховатостях. Таким образом, поправочный фактор эквивалентен введению на каждой границе раздела переходного слоя, описываемого плавной функцией  $1 + \operatorname{erf}(\sqrt{2}z/\sigma)$

На рис. 1 (а, б) представлены угловые зависимости коэффициента отражения, измеренные в мягком диапазоне рентгеновского излучения ( $\lambda = 1,38\text{--}2,4$  нм) на нескольких длинах волн в области скачков спектрального поглощения химических элементов структуры. Одновременная подгонка этих кривых проводилась по простой модели, предполагающей наличие на поверхности подложки Si трёх плёнок: окисного слоя SiO<sub>2</sub>, осаждённого слоя HfO<sub>2</sub> и адгезионного слоя С.

Подгоночные параметры — плотность и толщина слоёв, а также шероховатость границ раздела.

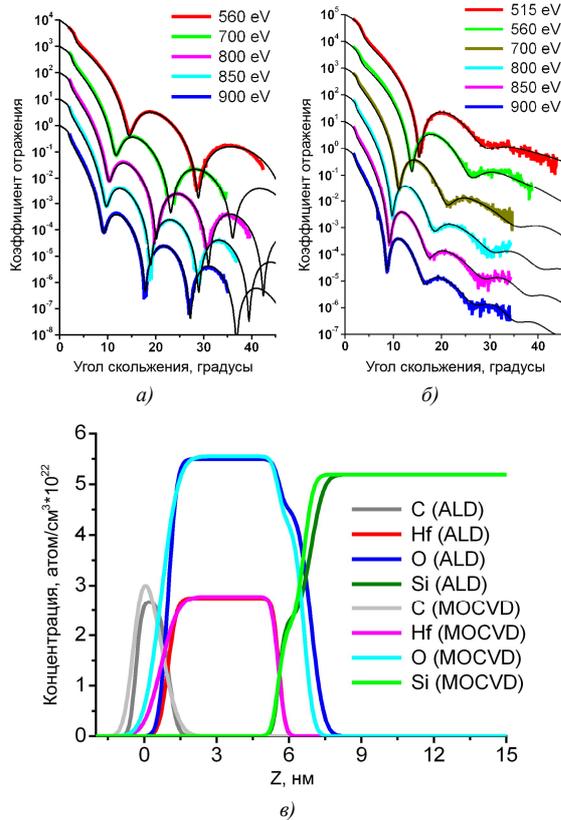


Рис. 2. Кривые отражения для плёнок ALD (а) и MOCVD (б) в МР диапазоне, а также профили распределения элементов (в), восстановленные по этим кривым.

Повышение точности подгонки с увеличением количества слоёв в модели показано на примере одной из кривых отражения для плёнки ALD (рис. 2). Как видим, уже трёхплёночная модель достаточно адекватно описывает любую из экспериментальных кривых для обоих образцов.

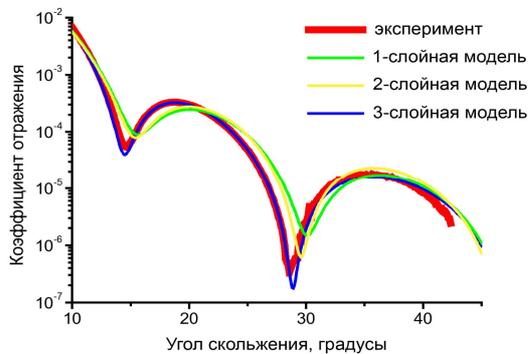


Рис. 2. Сопоставление расчётных кривых отражения для плёнки ALD на излучении  $\lambda = 2,2$  нм по различным моделям структуры.

Профили распределения концентраций элементов по глубине, восстановленные в

результате подгонки, приведены на рис. 1 (в). Распределения очень схожи, для обоих методов выращивания наблюдается переходной слой на границе раздела  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ , описанный в [2]. Единственное существенное различие — значительно большая шероховатость внешней поверхности плёнки, осаждённой методом MOCVD. Однако подгоночная плотность плёнки  $\text{HfO}_2$  при этом оказывается аномально большой ( $10,8 \text{ г/см}^3$ ), превосходя плотность массивного оксида гафния ( $9,68 \text{ г/см}^3$ ). В то же время предварительная оценка показывает, что коэффициент отражения в мягком рентгеновском диапазоне наиболее чувствителен именно к изменению плотности  $\text{HfO}_2$ .

Одной из возможных причин, приводящих к расхождению значений плотности, может являться неточность в значениях фактора атомного рассеяния Hf в мягком рентгеновском диапазоне. Действительно, при увеличении этого фактора на 5% модельный коэффициент отражения для фиксированной плотности возрастает в 1,1 раза.

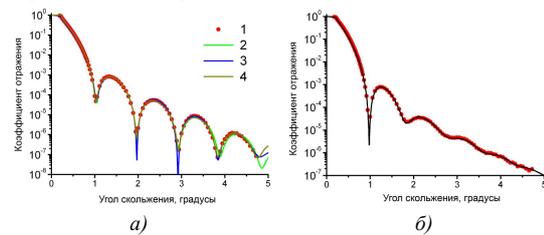


Рис. 3. Кривые отражения для плёнок ALD (а) и MOCVD (б) в ЖРП диапазоне.

Для уточнения полученных результатов были проведены аналогичные измерения угловой зависимости коэффициента отражения в жёстком рентгеновском диапазоне на длине волны  $\lambda = 0,154$  нм. Из полученных кривых (рис. 3) нельзя извлечь информацию о распределении химических элементов, однако можно

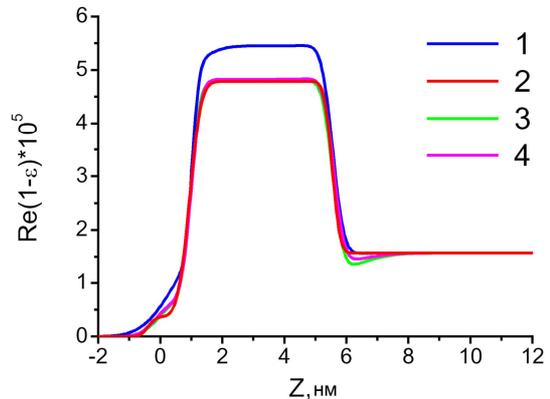


Рис. 1. Профили плотности для плёнки ALD, восстановленные: 1 — по исходным кривым отражения в МР, 2 — по кривой отражения в ЖРП, 3 — по кривой отражения в МР с поправкой к фактору рассеяния, 4 — совместной подгонкой по всем кривым отражения одновременно.

восстановить профиль распределения объёмной плотности структуры по глубине.

На рис. 4 приведено сопоставление профилей плотности для плёнки ALD, восстановленных по результатам измерений в различных рентгеновских диапазонах. При этом для кривой отражения в жёстком рентгене подгоночная плотность слоя  $\text{HfO}_2$  равна  $9,6 \text{ г/см}^3$ , что не превышает плотность массива. Отметим, что при введении поправки в 5% к фактору атомного рассеяния Hf в мягком рентгене итоговые профили плотности, рассчитанные по измерениям в совершенно разных спектральных диапазонах, практически совпадают. Это даёт убедительное основание считать найденные профили корректными.

При сопоставлении распределений плотности, извлечённых из кривых отражения в жёстком рентгене (рис. 5), следует отметить, что переходной слой на границе раздела плёнка–подложка для методов ALD и MOCVD

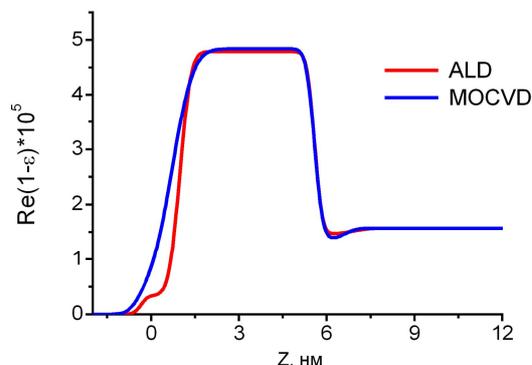


Рис. 4. Сравнение профилей плотности, восстановленных из кривых отражения в ЖР.

практически совпадает. В то же время шероховатость внешней поверхности плёнки, полученной методом MOCVD, почти вдвое превышает шероховатость поверхности плёнки для метода ALD.

Таким образом, проведённые исследования показывают, что оба рассмотренных метода выращивания слоёв  $\text{HfO}_2$  на Si позволяют получать плёнки, близкие друг к другу по структурному совершенству. Переходной слой, формирующийся на границе раздела между плёнкой и подложкой, не зависит существенно от метода выращивания. В то же время метод молекулярного наслаивания позволяет получить плёнку с более качественной внешней поверхностью.

[1] G. D. Wilk, R. M. Wallace, and J. M. Anthony. J. Appl. Phys., 2001, vol. 89, p. 5243.

[2] Т. П. Смирнова, В. В. Каичев, Л. В. Яковкина. Неорганические материалы, т. 44 (2008), №9, с. 1086–1092.

[3] I. V. Kozhevnikov. Nucl. Instr. and Methods in Phys. Res. A, 508 (2003), pp. 519–541.

[4] L. G. Parratt. Phys. Rev., 1954, vol. 95 no.2, pp.359–369.

[5] L. Névot and P. Crose. Revue de Physique Appliquee, 1980, vol. 15 no.3, pp. 761–779.

## К вопросу о физической природе «прямого изображения дефектов» в методах рентгеновской секционной топографии

Э.В.Суворов, И.А.Смирнова

Институт физики твердого тела РАН, Черногловка, Россия

e-mail: [suvorov@issp.ac.ru](mailto:suvorov@issp.ac.ru)

В работе изучены закономерности рассеяния рентгеновского излучения в наиболее искаженной области кристалла, где локальные разориентации решетки, связанные с деформационным полем дефекта, максимальны. Высказано предположение о том, что одним из возможных механизмов образования прямого изображения является рассеяние волнового поля на псевдогранице в области локальных разориентаций, где кристалл выходит из отражающего положения вблизи оси дефекта, например ядра дислокации. На примерах численного моделирования секционных топограмм модельных дефектов продемонстрировано образование прямого изображения. В качестве модельного образца использовался совершенный монокристалл внутри, которого в определенном кристаллографическом направлении располагается тонкая трубка, заполненная тем же монокристаллическим материалом с ориентацией отличной от основного кристалла. Следовательно, если модельный кристалл установлен в отражающее положение, то для области внутри трубки условия Брега не выполняются.

Прямое изображение дефекта эта та часть дифракционного изображения, которое возникает в области пересечения пучка падающего излучения с осью дефекта. Как правило, прямое изображение - это яркое пятно на секционной топограмме сформированное в наиболее сильно искаженной области кристалла вблизи ядра дислокации и спроектированное в направлении дифрагированного пучка. Этот термин был предложен А.Отье [1] для классификации деталей дифракционного изображения дефектов на секционных топограммах. Однако до настоящего времени нет полной ясности относительно физической природы прямого изображения. С одной стороны в области сильных разориентаций решетки вблизи оси дефекта рентгеновский пучок даже при незначительной расходимости будет формировать в интеграле более яркое отражение от этой области дефекта. С другой стороны сильно искаженная область уже не является идеальной решеткой и должна отражать по "кинематическим" законам. Отсюда прямое изображение часто называют кинематическим.

Суть предлагаемой модели состоит в следующем. Функция эффективных отклонений от условий Брега вблизи ядра дислокаций очень быстро меняется при приближении к оси дислокации, выходит за пределы кривой отражения и локальная область вблизи ядра для падающей рентгеновской волны становится просто поглощающим материалом. Т.е. вокруг оси дислокации существует область, в которой рентгеновское волновое поле не взаимодействует с кристаллической решеткой. Возникает псевдограница, на которой должно происходить рассеяние рентгеновской волны, также как это происходит в случае ограниченного кристалла, т.е. будет возникать отражение, как на зеркальной поверхности, с той лишь разницей, что каждый раз образуются нормальная и аномальная волны. Возникновение новых волн при взаимодействии проходящей волны с границей раздела получило в литературе название межветвевое рассеяние [1-3].

На рис.1 приведен пример экспериментальной секционной топограммы с изображением прямолинейной винтовой дислокации.

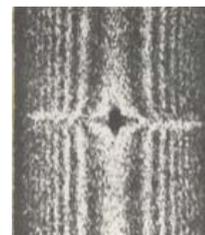


Рис.1

Ось дислокации параллельна вектору дифракции [220] и располагается на половине толщины кристалла. На фоне интерференционных полос хорошо просматривается прямое изображение дислокации в виде яркого пятна в центре топограммы. На экспериментальной топограмме наблюдается изгиб интерференционных полос вблизи оси дислокации. Этот изгиб полос, как было показано ранее [4] связан с убывающим упругим полем дислокации ( $\sim 1/r$ ).

Что бы подробнее рассмотреть изображение, приведенное выше, выполним численное моделирование рассеяния рентгеновской волны в кристаллической решетке, находящейся в отражающем

положении, используя уравнения Такаги [5]. Пусть внутри этой решетки расположен дефект в виде тонкой прямолинейной трубочки диаметром порядка  $1\ \mu\text{m}$ , материал которой полностью вышел из отражающего положения и все взаимодействие его с рентгеновской волной сводится к фотоэлектрическому поглощению. Предлагаемая модель позволяет полностью исключить влияние убывающего упругого поля дислокации ( $\sim 1/r$ ) на формирование изображения и исследовать в чистом виде физику образования прямого изображения дефекта. Рассмотрим три особых случая геометрии для такой модели, о которых говорилось ранее во введении. На рисунках 2-5 представлены результаты численного моделирования - численная модель рентгеновского волнового поля в треугольнике рассеяния и соответствующая численная секционная топограмма. Толщина кристалла составляет  $1000\ \mu\text{m}$ , в расчетах использовалось отражение от кристаллографических плоскостей (220), излучение  $\text{MoK}_{\alpha 1}$ . В отличие от экспериментальной топограммы, на численных топограммах (рис. 2-5) полностью отсутствуют новые и изгиб старых интерференционных полос вблизи оси дефекта т.к. в рассматриваемой модели отсутствует убывающее поле локальных разориентаций кристаллической решетки связанное с деформационным полем дефекта.

Геометрия 1. Пусть ось дефекта параллельна вектору дифракции и лежит на половине толщины кристалла.

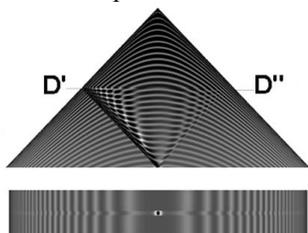


Рис.2

Анализ приведенных результатов показывает, что прямое изображение трубки-модели в плоскости рассеяния формируется в результате дифракционного взаимодействия новых и старых волновых полей на границе раздела. Рождение новых волновых полей происходит точно так же, как это происходит на любой границе раздела [6, 7]. Таким образом, прямое изображение формируемое в данной геометрии есть результат суперпозиции всех волновых полей рожденных в точках поверхности раздела трубки. Похожее явление наблюдается, например, на дефектах упаковки или на двухкристалльном рентгеновском интерферометре. В литературе этот эффект получил название дифракционной фокусировки рентгеновских лучей [8, 9]. Именно этот результат мы и фиксируем в виде прямого изображения дефекта на секционной

топограмме.

Следует подчеркнуть, что это не единственный механизм образования прямого изображения. Как уже упоминалось во введении, образование прямого изображения является, по-видимому, суперпозицией нескольких причин. Это вклады за счет локальной разориентации решетки вблизи ядра дислокации, за счет размеров источника, за счет немонахроматичности падающего излучения. Однако обсуждение этих эффектов выходит за рамки данного рассмотрения.

Геометрия 2. Рассмотрим случай, когда его ось лежит в плоскости рассеяния и перпендикулярна вектору дифракции. Здесь ось дефекта расположена вертикально в плоскости рассеяния. Рассмотрим два случая – когда ось дефекта пересекает направление падающего пучка примерно на середине по толщине кристалла и когда она располагается вдоль биссектрисы верхнего угла треугольника рассеяния. Результаты моделирования первого случая представлены на рис.3.

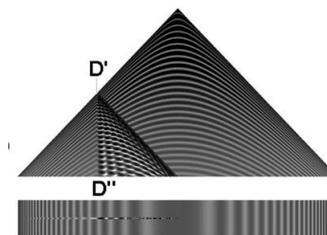


Рис.3

Из области пресечения с первичным пучком наблюдается яркий узкий "прожектор" в направлении дифрагированного луча. Он образуется в результате дифракционного отражения падающей волны от стенок трубки. Этот "прожектор" и есть прямое изображение. Такие же отраженные волны возникают и во всех других точках дефекта. Отраженные волны интерферируют между собой и первичной волной в треугольнике рассеяния, образуя осциллирующий хвост. Однако эти рассеянные волны имеют существенно меньшие амплитуды, по сравнению с "прожектором", т.к. они образуются за счет отражения вторичных волн. Как видно из рисунка амплитуды этих волн осциллируют по всей площади треугольника рассеяния. Кроме того амплитуды вторичных волн убывают по мере удаления от оси первичного пучка к центру треугольника рассеяния. На секционной топограмме отчетливо наблюдается формирование прямого изображения дефекта и динамического осциллирующего хвоста расположенного между прямым изображением и направлением падающей волны. Таким образом, также как и в геометрии 1, образование прямого изображения здесь связано с дифракционным отражением

падающей волны на стенках трубки, материал которой локально выходит из отражающего положения.

Во втором случае ось дефекта располагается вдоль биссектрисы верхнего угла треугольника рассеяния (рис.4).

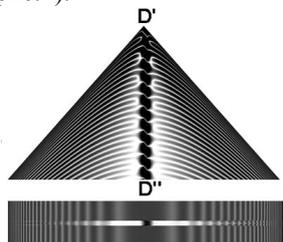


Рис.4

Волновое поле в треугольнике рассеяния фактически захватывается трубкой и образуется, своеобразный волноводный канал, по которому волна распространяется, отражаясь то от одной, то от другой стенки трубки. Рентгеновская волна распространяется в этом канале примерно так же как в кристаллических коллиматорах Кора-Кикута [10]. По обе стороны от канала интенсивность волнового поля ослабляется за счет того, что часть поля концентрируется внутри волноводной трубки. Образование изображения в центре топограммы здесь также как и в предыдущих случаях, обусловлено рассеянием на границах трубки и идеального кристалла. Это случай хорошо известен в рентгеновской топографии, когда формируется изображения дислокаций перпендикулярных поверхности кристалла в виде многолепестковых розеток. Обсуждаемые результаты хорошо согласуются с многочисленными экспериментальными исследованиями [11-12].

*Геометрия 3.* Рассмотрим, наконец, третий случай, когда ось дефекта перпендикулярна плоскости дифракции (см. рис.5). Это наиболее простой случай т.к. область взаимодействия волнового поля в треугольнике рассеяния локализована и ограничивается областью сечения трубки-модели с плоскостью дифракции.

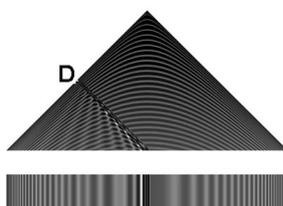


Рис.5

Все процессы рассеяния здесь протекают на линии сечения трубки-модели плоскостью рассеяния. Из этой области от стенок трубки возникает яркий прожектор в направлении дифрагированного пучка. Этот луч и является в данном случае прямым изображением нашей

модели дефекта. Он образуется за счет рассеяния на стенках трубки [6, 7]. Естественно, что внутри треугольника образованного направлением падающего пучка и лучом, формирующим прямое изображение, происходит интерференция старого волнового поля с новым.

Таким образом можно утверждать, что одним из факторов определяющих образование прямого изображения в методах рентгеновской дифракционной топографии является рассеяние рентгеновской волны на псевдогранице в области локальных разориентаций решетки вблизи оси дислокаций, где сильно искаженная область решетки выходит из отражающего положения. Именно эта локальная переходная область, а не сама сильно искаженная часть кристалла вблизи оси дислокации, является источником вторичных волн формирующих прямое изображение.

Предложенная модель образования прямого изображения дефектов хорошо согласуется с уже существующим экспериментальным материалом. Она, во-первых, показывает, что прямое изображение будет возникать только тогда, когда какая либо локальная область решетки выходит из отражающего положения. Поэтому становится, понятно, почему слабые дефекты не дают прямого изображения как, например, в работе [13].

1. A. Authier. Dynamical Theory of X-Ray Diffraction. Oxford: Science Publications. (2001). 734 P.
2. D.K. Bowen, B.K. Tanner. High Resolution X-Ray Diffractometry and Topography. London: Taylor & Francis Group, (1998). 273 P
3. L.V. Azaroff. X-rays diffraction. New York, McGraw-Hill Book Company. (1974). 617 P.
4. Э.В. Суворов, И.Л. Шульпина. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. **7**, 3 (2001).
5. S. Takagi. J. Phys.Soc.Japan **V26**, 1239 (1969).
6. G. Borrmann, K. Lehmann. Z.Crystallogr. **V125**, 234 (1967)
7. Е.В. Шулаков, И.А. Смирнова, Э.В. Суворов. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. **7**, 32 (1996)
8. В.Л.Инденбом, И.Ш.Слободецкий, К.Г.Труни. ЖЭТФ **66**, 1110 (1974)
9. В.Л.Инденбом, Э.В.Суворов, И.Ш.Слободецкий. ЖЭТФ **71**, 359 (1976)
10. К. Kohra. J.Phys. Soc.Japan. **17**, 589 (1962)
11. Э.В. Суворов, И.А. Смирнова. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. **10**, 1 (2008)
12. И.А. Смирнова, Э.В. Суворов, Е.В. Шулаков. ФТТ **49**, 1050 (2007)
13. М.Г. Мильвидский, Ю.А. Осипьян, И.А. Смирнова, Э.В. Суворов, Е.В. Шулаков. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. **6**, 5 (2001)

## Количественный критерий оценки эффективности цифровой обработки изображений дефектов структуры монокристаллов

В.А. Ткаль

Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия  
e-mail: [Valery.Tkal@novsu.ru](mailto:Valery.Tkal@novsu.ru)

Надежная идентификация дефектов структуры кристаллов, получение полной качественной и количественной информации достигается при максимальном выявлении особенностей экспериментального контраста, формируемого дефектами. Это возможно при устранении основных «зашумляющих» факторов: слабой контрастности, фоновой неоднородности и зернистости изображений. Цифровая обработка помогает в решении этой задачи и используется для повышения качества изображений, а также для устранения основных «зашумляющих» факторов [1].

В рентгеновской топографии на основе эффекта Бормана (метод РТБ) контраст от дефекта имеет вид розетки интенсивности, форма и количество лепестков которой зависят от типа дефекта и его расположения в объёме монокристалла. Наличие «зашумляющих» факторов приводит к тому, что ряд особенностей лепестков розетки визуально не выявляется. Изображения микродефектов часто соизмеримы с зерном фотоэмульсии и, следовательно, не учитываются при анализе и принимаются за естественную зернистость топографического контраста. Для поляризационно-оптических изображений наиболее существенным является фоновая неоднородность [1].

В некоторых случаях даже после цифровой обработки не удаётся правильно оценить угол, под которым дислокации расположены в монокристалле или глубину залегания микродефекта. Эту информацию можно получить, совершенствуя цифровые методики, например, применив при анализе моделирование на теоретическом контрасте «зашумляющих» факторов. Варьируя в широких пределах параметрами моделирования и «зашумления» дефекта, можно получить теоретический контраст, максимально приближенный к экспериментальному. Если после цифровой обработки «зашумленное» теоретическое и экспериментальное изображения получают одинаковыми по виду, то заложенные при моделировании параметры являются оптимальными. Зная параметры, заложенные при моделировании, можно надёжно расшифровать практически любой экспериментальный контраст и идентифицировать дефекты структуры, а также определить их расположение в объёме монокристалла [2].

Наложение шума основано на использовании функции генерирования чисел случайным образом и его суммирования с теоретически рассчитанным изображением. Применяя небольшое гаусс-размытие (радиус размытия составляет 1–2 пикселя), максимально приближаем полученное изображение к экспериментальному.

Математическая модель шума выглядит следующим образом:

$$s_2 := s_1 + ((\text{Random}(10)/10) - (5/10))$$

где  $s_1$  – исходное изображение без шума,  $s_2$  – исходное изображение с шумом,  $(\text{Random}(10)/10) - (5/10)$  – функция генерирования шума, в которой  $(\text{Random}(10)/10)$  – функция генерирования чисел в диапазоне от 0 до 10 и поделённая на 10, а  $(5/10)$  – слагаемое, позволяющее сместить сгенерированный шум в отрицательную область для симметричного его наложения. Шум, сгенерированный со случайным распределением, симметрично накладывается на изображение как в положительную, так и в отрицательную области, т.е. в сторону затемнения и осветления изображения. Можно быстро подобрать параметры генерирования шума  $(\text{Random}(10)/10)$  и  $(5/10)$ , и получить разную степень зашумлённости, приближенную к эксперименту.

На практике качество изображений и эффективность цифровой обработки оцениваются визуально и в значительной степени зависят от квалификации специалиста и особенностей его зрения. Специалисты, анализируя один и тот же обработанный контраст, зачастую по-разному оценивают результат цифровой обработки и оптимальность выбора того или иного вейвлет-базиса. Для однозначной идентификации дефектов целесообразно выбрать количественные критерии, позволяющие объективно оценить качество и эффективность цифровой обработки.

В данной работе объектом исследования выбран фрагмент топограммы монокристалла 6H-SiC, содержащий скопление краевых дислокаций, и теоретические изображения основных типов дефектов, рассчитанные для монокристалла 6H-SiC по модифицированным уравнениям Инденбома-Чамрова и являющиеся тестовыми. На них накладываются «зашумляющие» факторы по методике, детально описанной в работе [2].

Экспериментальный топографический и «зашумленный» теоретический контрасты подвергаются в математическом программном пакете MATLAB цифровой обработке, основанной на дискретном вейвлет-анализе, по алгоритму, апробированному в работе [1].

В данной работе для сравнения приводятся результаты обработки вейвлет-базисами **sym 8** и **dmey**, которые, по мнению большинства специалистов, давали лучшее и примерно одинаковое качество обработанных топографических изображений дефектов. Результат обработки представлен на рис. 1.

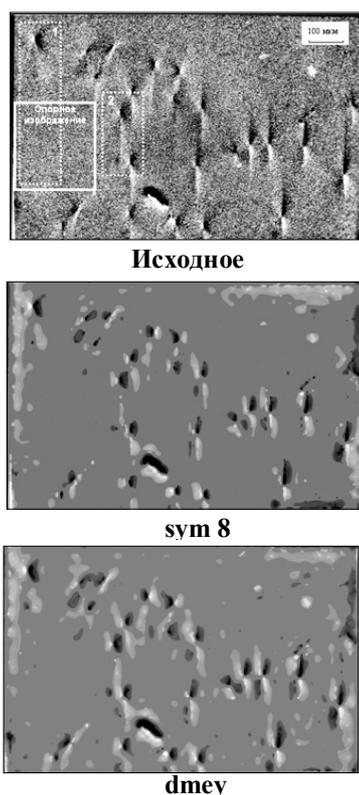


Рис.1. Фрагмент топограммы монокристалла 6H-SiC со скоплением краевых дислокаций и результат его цифровой обработки вейвлет-базисами **sym 8** и **dmey**

Выделить визуально преимущество того или иного вейвлет-базиса достаточно сложно.

Покажем на примере тестового объекта – теоретического контраста винтовой дислокации, имеющего 64 градации серого цвета, суть предлагаемой методики количественной оценки эффективности цифровой обработки.

Смоделируем на изображениях зернистость и проведем цифровую обработку при использовании вейвлетов **sym 8** и **dmey**. Результат обработки представлен на рис. 2.

Аналогичный результат можно получить для других типов дефектов, а также и при наложении на смоделированную зернистость фоновой неоднородности. Как и в случае

обработки топограммы монокристалла 6H-SiC получаем практически визуально неразличимые обработанные вейвлетами изображения винтовой дислокации. Отдать предпочтение одному из вейвлет-базисов также затруднительно.

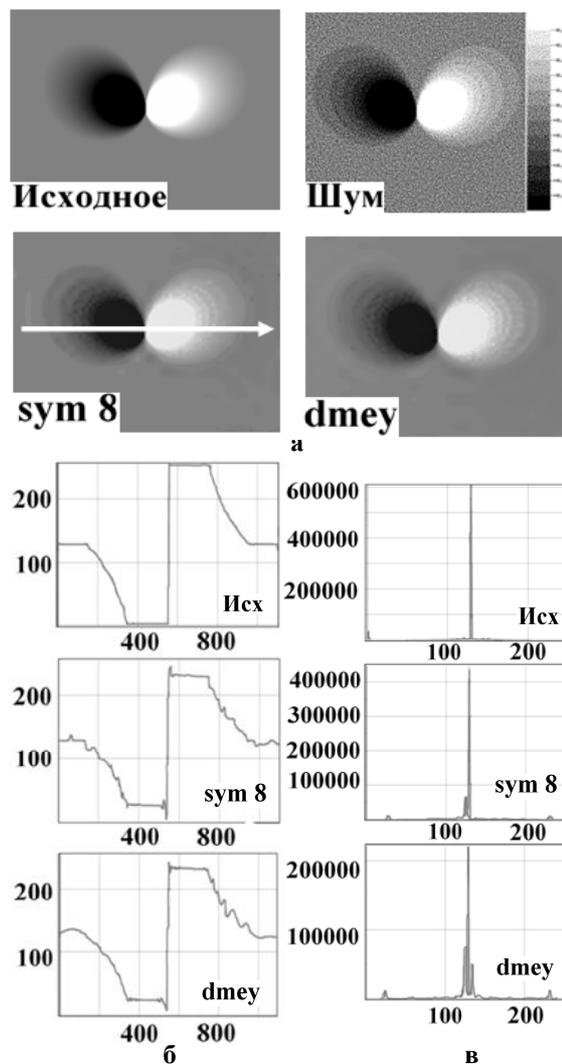


Рис.2. Теоретический контраст винтовой дислокации, результат моделирования зернистости и цифровой обработки вейвлет-базисами **sym 8** и **dmey** (а); ПИ (б), снятые в направлении, показанном стрелкой и ЯХ (в) для исходного и обработанного контраста

В программе «Image-Pro Plus 6.0» строились профили интенсивности (ПИ) и яркие характеристики (ЯХ). ПИ показывают изменение интенсивности в направлении, указанном на рис. 2,а стрелкой. По оси ординат отложена интенсивность в градациях серого цвета от 0 до 255, а по оси абсцисс – расстояние в пикселях. ЯХ представляют собой гистограмму анализируемого изображения. По оси абсцисс отложена интенсивность в градациях серого цвета (0–255), а по оси ординат – количество пикселей, имеющих соответствующую интенсивность.

Сравнив ПИ для исходного и обработанного теоретического контраста, получаем, что при обработке вейвлетом **dmey** имеет место большая флуктуация интенсивности, чем для вейвлета **sym 8**, но не позволяющая уверенно говорить о преимуществе того или иного вейвлет-базиса (не приводятся).

Максимум ЯХ исходного теоретического контраста – 600000, а для обработанных вейвлетами **sym 8** – 450000 и **dmey** – 200000. Видно, что максимум ЯХ для вейвлета **sym 8** ближе к исходному изображению, следовательно, он и является наиболее оптимальным. Количественным критерием эффективности вейвлет-обработки можно использовать ЯХ. Чем ближе «зашумленное» и обработанное различными вейвлет-базисами изображения к исходному теоретическому, тем выше качество цифровой обработки.

Построим разностный контраст между обработанными и исходным изображениями, рис. 3. Если после вейвлет-обработки «зашумленный» контраст полностью (идеально) соответствует теоретическому, то получаем нулевой разностный контраст, представляющий собой однородный фон по всей площади изображения. Анализируя РК для «**sym 8 – исходное**», «**dmey – исходное**» и «**sym 8 – dmey**» видим, что он не является нулевым. Визуальное сравнение РК и ПИ для «**sym 8 – исходное**» и «**dmey – исходное**» не позволяет отдать предпочтение какому-либо вейвлет-базису. Что касается ЯХ, то для них наблюдается резкое различие, соответственно, для «**sym 8 – исходное**» – 400000 и «**dmey – исходное**» – 200000. Разностный контраст для «**sym 8 – dmey**», несмотря на визуальную схожесть, также не является нулевым. Следовательно, результат цифровой обработки различными вейвлет-базисами различен. При таком представлении анализируемого контраста в нашем случае оптимальным является вейвлет **sym 8**.

Проверим результат, полученный выше на тестовом изображении, на фрагменте топограммы монокристалла 6H-SiC, представленном на рис. 1. И в этом случае для экспериментального контраста был получен аналогичный результат, рис. 4. Максимумы ЯХ в случае обработки топограммы вейвлетами **sym 8** (а) **dmey** (б) отличаются и составляют, соответственно, 700000 и 640000. Разностный контраст «**sym 8 – dmey**» также не является нулевым (в).

Таким образом, одним из возможных на практике критериев количественной оценки эффективности цифровой обработки изображений дефектов структуры кристаллов можно использовать яркостные характеристики и разностный контраст.

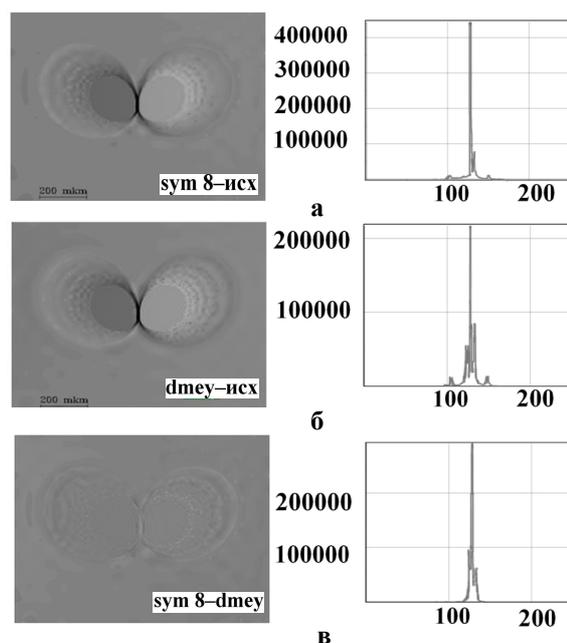


Рис. 3. Разностный контраст и ЯХ между двумя изображениями «**sym 8-исходное**» (а), «**dmey-исходное**» (б) и ПИ (в) и «**sym 8-dmey**» (в)

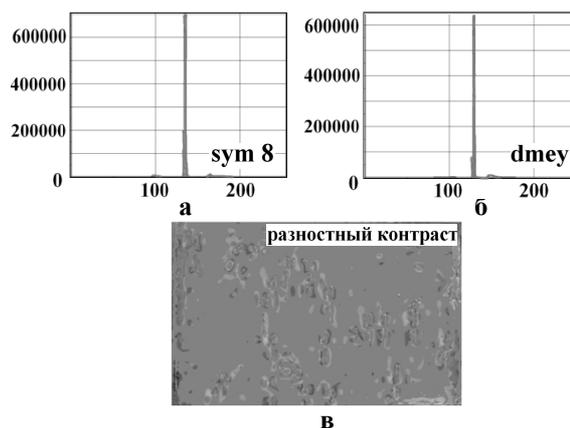


Рис.4. Количественная оценка эффективности цифровой обработки различными вейвлет-базисами на примере фрагмента топограммы монокристалла 6H-SiC: ЯХ – (а, б), РК – (в)

Работа выполнена в Совместной с ФТИ им. А. Ф. Иоффе РАН научно-учебной лаборатории рентгенотопографических методов исследования материалов электронной техники.

[1] Ткаль В.А., Окунев А.О., Емельянов Г.М., и др. Вейвлет-анализ топографических и поляризационно-оптических изображений дефектов структуры монокристаллов. Великий Новгород: НовГУ им. Ярослава Мудрого, 397 с. (2006).

[2] Ткаль В.А., Дзюба И.В., Данильчук Л.Н. Поверхность. Рентген. синхротр. и нейтр. исслед. № 10. С. 59 (2009).

## Метод совместной подгонки кривых рентгеновской дифрактометрии и рефлектометрии с использованием оптимизированного генетического алгоритма

А. Г. Сутырин, Р. М. Иمامов  
Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия  
e-mail: asutyrin@mail.ru

Развит метод совместной обработки данных рентгеновского рассеяния различного типа. Показано, что путем оптимизации генетического алгоритма совместного решения обратной задачи методов рентгеновской дифрактометрии и рефлектометрии можно достичь уменьшения объема вычислений и надежно определить параметры слоев в исследуемой структуре даже в условиях ограниченной априорной информации о них.

Для диагностики полупроводниковых гетероструктур наряду с другими методами эффективно используется комплекс рентгеновских методов: двухкристалльная рентгеновская дифрактометрия (ДРД) и высокоразрешающая рентгеновская рефлектометрия (ВРР). Совместная подгонка ряда различных кривых позволяет увеличить точность и однозначность решения обратной задачи за счет возрастания объема экспериментальной информации на один искомый параметр. Генетические алгоритмы представляют значительный потенциал для решения обратной задачи рентгеновских методов. Они используют общий концептуальный базис моделирования эволюции параметров в процессе повторяющихся циклов мутации, репродукции и селекции. В настоящей работе к решению обратной задачи восстановления параметров слоев в гетероструктуре привлечен метод «Дифференциальной эволюции» (ДЭ). Использование вероятностных процедур позволяет данному методу избегать локальных минимумов в процессе глобальной минимизации оценочной функции. Выполнена оптимизация генетического алгоритма, позволившая сократить вычислительное время.

Оптимизация генетического алгоритма может быть основана на перегруппировке порядка вычислений слагаемых в целевой функции  $\chi^2$ , заданных значениями угла  $\theta$  падения излучения. Тестирование оптимизации генетического алгоритма при подгонке кривых ВРР было выполнено с использованием двухслойной структуры. Вычисления проводились отдельно с линейным и логарифмическим (кривые 1, 2 соответственно на рис.) учетом интенсивностей  $I$  в выражении для  $\chi^2$ . Кроме того, рассматривался дополнительный режим оптимизации с предварительным перемешиванием массива

экспериментальной кривой ВРР. В этом режиме слагаемые по значению угла  $\theta$  в выражении для  $\chi^2$  добавляются в случайном порядке, что позволяет накапливать значение  $\chi^2$  в более равномерном режиме. Для случая логарифмического учета интенсивностей это приводит к дополнительному уменьшению объема вычислений (штриховая кривая и кривая 2 на рис. (б)).

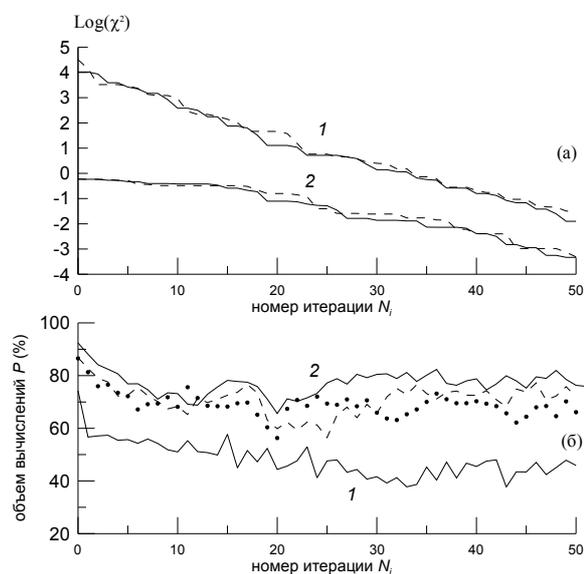


Рис. Зависимости  $\chi^2$  от номера итерации  $N_i$  процедуры подгонки для многослойной структуры (сплошные кривые); тоже самое с перемешиванием массива экспериментальной кривой (штриховые кривые) (а). Зависимости объема вычислений  $P$  (%) от объема без оптимизации генетического алгоритма от  $N_i$  (сплошные кривые 1, 2 – без перемешивания, точки и штриховая кривая – то же, что и для кривых 1, 2, но с перемешиванием массива) (б). Обозначения кривых 1, 2 – линейный и логарифмический учет интенсивностей в выражении для  $\chi^2$ .

Работа выполнена при поддержке Программы Президиума РАН «Основы фундаментальных исследований нанотехнологий и наноматериалов» (Постановление №21).

## Моделирование квантового выхода вторичных электронов в области $L_{23}$ краев поглощения Si в условиях зеркального отражения от структуры $\text{SiO}_2/\text{Si}/\text{SiO}_2$

Е.Е. Одинцова<sup>1</sup>, М.А. Андреева<sup>1</sup>, Э.П. Домашевская<sup>2</sup>, В.А. Терехов<sup>2</sup>, С.Ю. Турищев<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия

<sup>2</sup>Воронежский государственный университет, Воронеж, Россия

e-mail: [katya.iney@gmail.com](mailto:katya.iney@gmail.com)

Влияние стоячих волн на угловые зависимости выхода вторичного излучения при углах скольжения вблизи критического угла полного внешнего отражения рентгеновского излучения исследовалось во многих работах [1-3]. Существенные изменения формы резонансных энергетических спектров выхода вторичных электронов в условиях зеркального отражения наблюдались впервые в рентгеновской оптике в работе [4]. Заметим, что в мёссбауровской оптике эти эффекты наблюдались в [5,6]. В работе [4] исследовался выход фотоэлектронов из многослойной пленки  $\text{SiO}_2/\text{Si}/\text{SiO}_2$  в области  $L_{23}$  краев поглощения кремния.

Целью нашей работы являлось моделирование наблюдаемых вариаций формы спектров. Выход фотоэлектронов (ФЭ) рассчитывали по формуле [8,9]

$$Y = \int_0^{\infty} T(z, \lambda_{el}) A(z) dz \quad (1)$$

где  $A(z)$  – число фотоэлектронов, образовавшихся в слое  $dz$  на глубине  $z$ ,  $T(z, \lambda_{el})$  – функция выхода фотоэлектронов с глубиной выхода  $\lambda_{el}$ .

Число образовавшихся на глубине  $z$  фотоэлектронов пропорционально поглощению излучения в слое  $dz$  и квадрату амплитуды полного поля излучения  $|E(z)|^2$  на этой глубине [8,9]:

$$A(z) \sim \text{Im}(\chi(z)) |E(z)|^2, \quad (2)$$

В условиях зеркального отражения поле излучения  $E(z)$  является суммой волн в прямом и обратном направлениях (стоячая волна). Для вычисления  $E(z)$  сначала вычисляют отраженную волну и суммарное поле на поверхности  $E(0)$ , а затем с помощью матриц распространения в изотропной среде последовательно находят  $E(z)$  [8]. Отметим, что мнимая часть восприимчивости  $\chi(z)$  связана с линейным коэффициентом поглощения излучения  $\mu(z)$ :

$$\mu = \frac{2\pi}{\lambda} \text{Im}(\chi).$$

Функцию выхода фотоэлектронов  $T(z, \lambda_{el})$  мы определяем в соответствии с работой [10]. Дифференциальный выход фотоэлектронов из слоя  $dz$  равен:

$$dS = \exp\left(-\frac{z}{\lambda_{el} \cos \theta}\right) \sin \theta dz d\theta d\varphi, \quad (3)$$

где  $\theta$  – угол скольжения,  $\varphi$  – азимутальный угол. После интегрирования (3) по углам получаем функцию выхода фотоэлектронов в виде:

$$T(z) = 2\pi \left\{ \exp\left(-\frac{z}{\lambda_{el}}\right) - \frac{z}{\lambda_{el}} \int_1^{\infty} \frac{\exp\left(-\frac{z}{\lambda_{el} t}\right)}{t} dt \right\} \quad (4)$$

Интеграл в (4) не вычисляется аналитически, а является специальной функцией («экспоненциальный интеграл»). Мы находим его значения численно.

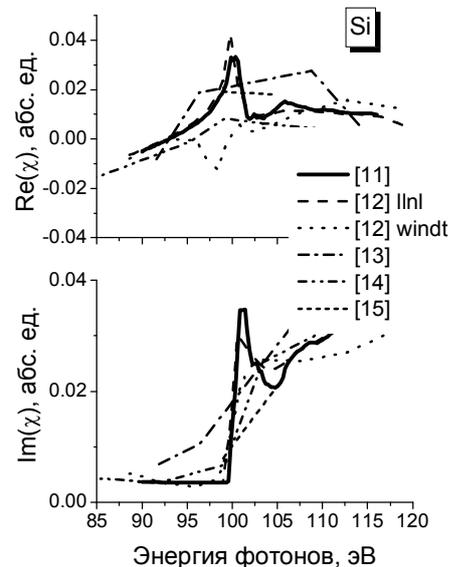


Рис. 1. Спектральные зависимости реальной и мнимой частей восприимчивости Si вблизи  $L_{2,3}$  краев поглощения кремния. Жирной линией выделены зависимости, использованные при численном моделировании.

Главной сложностью в моделировании был выбор абсолютных значений резонансных зависимостей оптических констант кремния и его оксида. На Рис.1,2 приведены данные из различных источников для восприимчивостей Si и SiO<sub>2</sub> в области L<sub>23</sub> краев поглощения кремния. Ввиду большого разброса табличных данных, в программе расчета вводились варьируемые множители (независимые для действительной и мнимой частей) для спектральных зависимостей восприимчивости Si и SiO<sub>2</sub>.

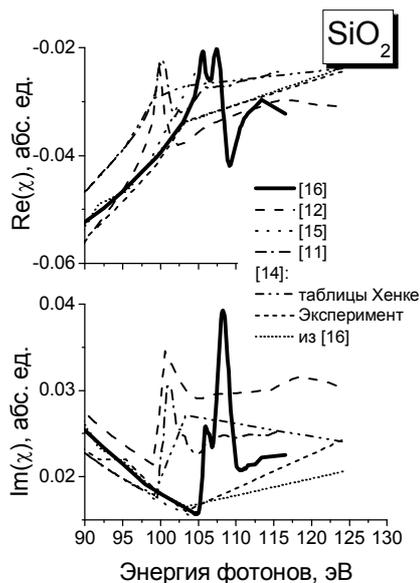


Рис. 2. Спектральные зависимости реальной и мнимой частей восприимчивости SiO<sub>2</sub> вблизи L<sub>2,3</sub> краев поглощения кремния. Жирной линией выделены зависимости, использованные при численном моделировании.

При подгонке экспериментальных спектров (Рис.3) варьировались также толщины слоев и глубины выхода фотоэлектронов. К сожалению, в эксперименте не были измерены соответствующие спектры отражения, подгонка которых обычно является начальным этапом обработки угловых или энергетических зависимостей выхода вторичных излучений. Тем не менее было получено удовлетворительное качественное согласие теории с экспериментом.

Первоначально мы предполагали, что наблюдаемые противофазные изменения формы спектров при изменении угла скольжения на 2° объясняются возникновением волноводного режима в слое кремния. Действительно, на спектрах, измеренных в области энергий L<sub>23</sub> краев поглощения Si, наиболее яркие изменения происходят для энергии фотонов ~100 эВ, то есть в крае поглощения Si в монокристаллическом кремнии («кювик» - вверх, «кювик» - вниз на спектрах).

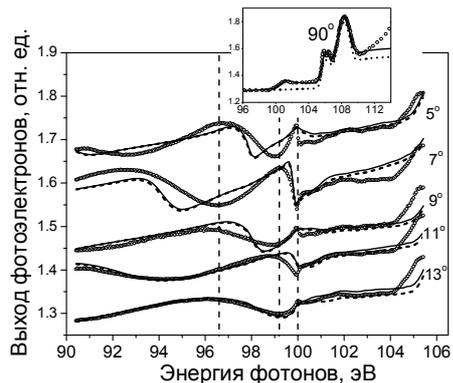


Рис. 3. Экспериментальные спектры выхода фотоэлектронов для углов скольжения 5, 7, 9, 11 и 13 градусов (символы) из работы [4] и результат нашей подгонки (вплошные линии). На вставке спектр ФЭ, измеренный при нормальном падении. Пунктирные кривые представляют выход ФЭ из первого слоя.

Однако, полученные при подгонке зависимости функции выхода фотоэлектронов и суммарного поля излучения от глубины (Рис.4) свидетельствовали, что основной вклад в экспериментальные спектры дает только верхний слой оксида (пунктирные линии на Рис.3).

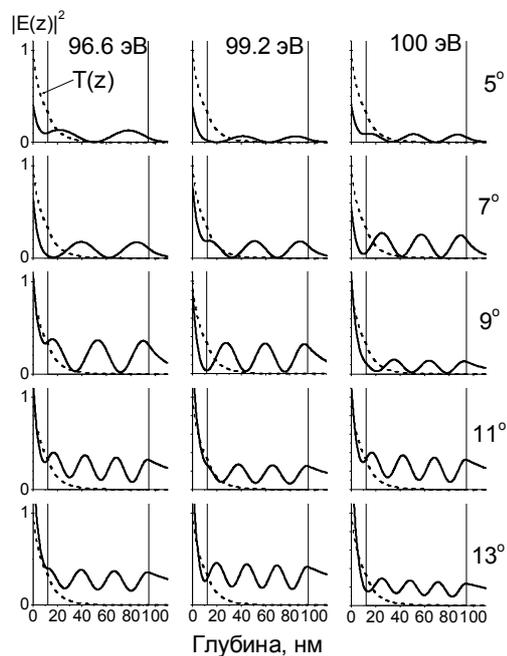


Рис. 4. Моделирование функции выхода ФЭ (пунктирные кривые) и изменения квадрата амплитуды суммарного поля (сплошные кривые) по глубине пленки для энергий излучения 96.6, 99.2 и 100 эВ (отмеченных пунктиром на рис. 3) и в тех же углах, для которых измерялись спектры выхода ФЭ (Рис. 3). Границы слоев SiO<sub>2</sub>/Si/SiO<sub>2</sub> отмечены такими линиями.

Из рис.4 следует, что максимумы и минимумы на спектрах выхода электронов соответствуют формированию пучностей и узлов на границе  $\text{SiO}_2/\text{Si}$ .

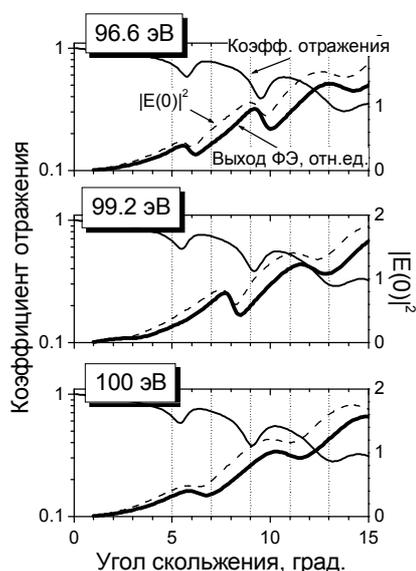


Рис. 5. Расчитанные угловые зависимости коэффициента отражения, поля на поверхности пленки, а также полного выхода ФЭ для энергий, отмеченных пунктиром на рис. 3. Пунктиром отмечены углы, для которых измерены энергетические спектры выхода ФЭ.

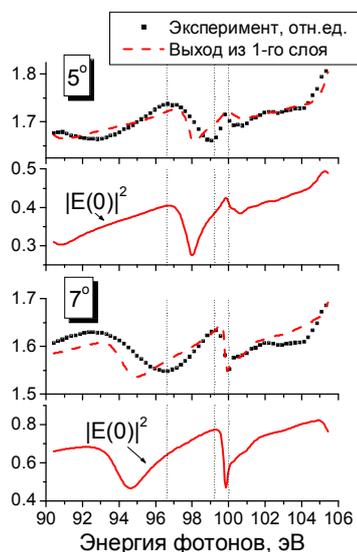


Рис. 6. Моделирование выхода ФЭ из первого слоя (пунктир) и поля на поверхности пленки (сплошная линия) для  $5^\circ$  и  $7^\circ$ . Точки – эксперимент.

При сравнении угловых зависимостей коэффициента отражения и поля на поверхности

$|E(0)|^2$  с расчетными угловыми зависимостями выхода электронов становится ясно (Рис.5), что выход электронов из слоя Si, в котором формируется волноводный режим, практически отсутствует, а угловые зависимости выхода электронов следуют изменениям поля, сформированного этим слоем на поверхности. Этот же вывод следует при анализе энергетических зависимостей (Рис.6).

Таким образом, с помощью модельных расчетов мы показали, что в эксперименте регистрируются фотоэлектроны, образовавшиеся при поглощении излучения в верхнем слое  $\text{SiO}_2$ , но энергетические зависимости выхода электронов определяются энергетическими зависимостями восприимчивости нижележащего слоя монокристаллического кремния через посредство поля на поверхности, сформированного этим волноводным слоем.

Работа выполнена при поддержке грантов 09-02-12207-офи\_м, 09-02-01293-а, 10-02-00768-а

- [1] Henke B.L., Phys. Rev. A., 6, 94 (1972).
- [2] Чумаков А. И., Смирнов Г.В., ЖЭТФ, 89, 1810 (1985).
- [3] Круглов М.В., Соломин И.К., ФТТ, 28, 2560 (1986).
- [4] Домашевская Э.П., Терехов В.А., Турищев С.Ю., тезисы докладов конференции РСНЭ-НБИК, с.119 (2009).
- [5] Andreeva M.A., Belozerskii G.N., et.al., Phys. Stat. Sol. (a), 127, 455 (1991).
- [6] Andreeva M.A., S.M. Irkaev, et.al., Journal of Alloys and Compounds, 286, 322 (1999).
- [7] Андреева М.А., Гитцович В.А., и др., Изв АН, сер.физическая, 62, 406 (1998).
- [8] Бушуев В.А., Кузьмин Р.Н. // Вторичные процессы в рентгеновской оптике. М.: Изд-во Моск.ун-та. 1990. 112 с.
- [9] Андреева М.А., Кузьмин Р.Н. // Мессбауэровская и рентгеновская оптика поверхности. М.: Издание общенациональной академии знаний. 1996. 128с.
- [10] Karsai M., Lennard W.N., et.al., Appl.Surf.Sci., 99, 303 (1996).
- [11] [http://henke.lbl.gov/optical\\_constants/getdb2.html](http://henke.lbl.gov/optical_constants/getdb2.html).
- [12] <http://www.esrf.eu/computing/scientific/xop2.0>.
- [13] Windt D.L., Appl.Opt., 30, 15 (1991).
- [14] Pragma Tripathi, Lodha G.S., et.al., Opt.Comm., 211, 215 (2002).
- [15] Filatova E., Stepanov A., et.al., J. Phys.: Condens. Matter, 7, 2731 (1995).
- [16] Filatova E., Lukyanov V., et.al., J. Phys.: Condens. Matter, 11, 3355 (1999).

## Модуляционная рентгеновская оптика Часть I: Теория

А.Р. Мкртчян, В.Р. Кочарян, А.Е. Мовсисян  
Институт прикладных проблем физики НАН Армении, Ереван,  
e-mail: [malpic@sci.am](mailto:malpic@sci.am)

Создание новых более чувствительных и универсальных методов для проведения исследований в различных областях науки и техники, как например, определение реальных структур совершенных кристаллов и наносистем, томография биологических объектов, элементы микро и нано электроники и т.д., является актуальной задачей. Для решения этой задачи одним из необходимых факторов является создание альтернативных монохроматических, без гармоник, источников 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 сформированных при наличии внешних возмущений.

В последние годы в научной литературе появилось много работ в этом направлении. В особенности, надо отметить теоретические и экспериментальные работы, проведенные в области управления пучками рентгеновского диапазона энергий в пространстве и во времени под воздействием внешних полей [1-6]. В этих работах показано, что наличие внешних акустических полей или температурного градиента, может резко изменить сечение процесса рассеяния в конкретном образце и таким образом может стать рычагом управления параметрами дифрагированного рентгеновского излучения в пространстве и во времени. В свою очередь это явление открывает новые возможности для формирования пучков с заданными параметрами, тем самым широкого применения рентгеновской дифрактометрии в науке и технике.

Исследование вышеупомянутых областей приводит к возможности создания элементов гамма оптики и управления параметрами пучков (изменение электронной плотности, т.е. изменение коэффициента поглощения гамма квантов, фокусировка и т.д.).

Для объяснения поведения дифрагированного излучения при наличии внешних воздействий решены уравнения Такаги [7], описывающие дифракцию рентгеновского излучения (РИ), для следующего класса внешних деформаций:

$$\vec{h}\vec{U}(s_0, s_h) = u(s_0, s_h) = u_0(s_0) + u_h(s_h),$$

который, представляется интересным, так как

описывает реальную экспериментальную ситуацию. Рассмотрение такого поля искажений и эквивалентно изменению граничных условий при решении уравнений Такаги. Для решения будем иметь

$$D_h(x, z) = e^{-iu_h(x, z)} \int_{x+z\text{tg}\theta}^{x-z\text{tg}\theta} f(x') e^{iu_h(x', 0)} J_0\left(\frac{\pi}{\Lambda} \sqrt{z^2 - \left(\frac{x-x'}{\text{tg}\theta}\right)^2}\right) dx'$$

где  $f(x)$  - фронт волны,  $J_0$  - функция Бесселя.

Рассмотрим разные случаи внешних воздействий.

### 1. Случай акустических колебаний.

Мера воздействия акустических колебаний на кристалл можно представить так:

$$u(x, z) = a \cos \bar{q}s_0 + a \cos \bar{q}s_h = 2a \cos qz \cdot \cos q \frac{x}{\text{tg}\theta} \quad (1)$$

где  $a$  - параметр, прямо пропорциональный амплитуде акустических колебаний,  $q$  - волновое число акустической волны,  $\bar{q} = 2q \cos \theta$ .

Рассмотрим два случая фокусировки в зависимости от местоположения фокуса.

#### а) Фокусировка внутри кристалла.

Так как случай плоской волны является частным случаем сферической волны, то сначала рассмотрим фокусировку слабо поглощающейся внутри кристалла сферической волны.

В случае сферической волны с фронтом

$$f(x) = \frac{\exp(iKL_1)}{L_1} \exp\left\{i \frac{K}{2L_1} x^2 \cos^2(\theta)\right\},$$

дифрагированное поле в кристалле, согласно (1), имеет вид

$$D_h(x, z) = i \frac{\sigma z}{2L_1 \gamma} \exp[i(KL_1 - a \cos B(z \cdot \text{tg}\theta - x))] \times \int_{-1}^1 \exp\left[i \frac{K}{2L_1} \gamma^2 (z \cdot \tau \cdot \text{tg}\theta - x)^2 + ia \cos B(z \cdot \tau \cdot \text{tg}\theta - x)\right] J_0\left(\frac{\pi z}{\Lambda} \sqrt{1 - \tau^2} d\tau\right)$$

где  $L_1$  - расстояние от источника до образца,  $\gamma = \cos \theta$ ,  $B = q / \text{tg}\theta$ ,  $\tau = (x - x') / z \cdot \text{tg}\theta$ .

Методом стационарной фазы для местоположения фокуса внутри кристалла получено

$$x_{\Phi} = 0, \quad z_{\Phi} = \frac{z_0}{1 - \beta L_1} \quad (2),$$

где  $z_{\Phi}$  и  $x_{\Phi}$  - координаты фокуса вдоль и поперек толщины,

$$z_0 = \frac{\pi L_1}{K \Lambda \sin^2 \theta} = \frac{L_1}{\Gamma}, \quad \beta = \frac{aq^2}{K \sin^2 \theta},$$

$$\Gamma = \frac{K \sin^2 \theta}{\pi} \Lambda$$

В частном случае  $\beta = 0$  получается известный результат для идеального кристалла.

Из выражения (2) следует, что по мере увеличения амплитуды акустической волны фокус удаляется от входной поверхности кристалла при  $\beta > 0$  ( $\vec{h} \uparrow \vec{A}$ ) и приближается к ней при  $\beta < 0$  ( $\vec{h} \downarrow \vec{A}$ ). В случае, когда на кристалл падает не сферическая, а плоская волна ( $L \rightarrow \infty$ ), при  $\beta < 0$  она фокусируется в кристалле, т.е. волна в кристалле становится сферической.

Таким образом, из вышеизложенного следует, что, во-первых, фокусным расстоянием внутри кристалла можно управлять с помощью внешнего воздействия и, во-вторых, можно фокусировать плоскую волну, что принципиально невозможно осуществить с помощью идеальных кристаллов.

б) Фокусировка вне кристалла.

Согласно принципу Френеля поле вне кристалла с учетом дополнительной фазы, возникающей при распространении волны в вакууме, имеет вид (после интегрирования по  $y$ )

$$D_h(\xi, \eta, L_2) = \frac{K \sigma t}{8\pi L_1 L_2 t g \theta} \sqrt{\frac{2\pi L_2}{K}} \exp[iK(L_1 + L_2 + t g \theta)]$$

$$\int_{-\infty}^{+\infty} dx \int_{-1}^1 d\tau \times J_0\left(\frac{\pi t}{\Lambda} \sqrt{1 - \tau^2}\right) \exp\left[i \frac{K}{2L_1} \gamma^2 (x - t \cdot t g \theta \tau)^2\right]$$

$$+ i \frac{K}{2L_2} (x \cos \theta - \xi)^2 + i a \cos B(x + t \cdot t g \theta)$$

$$+ i a \cos B(x - t \cdot t g \theta \tau)] \quad (3)$$

Когда в кристалле помещается полупростое число длин волн, из условий  $\phi_+''(\tau) = \phi_+'(\tau) = 0$  (где  $\phi_+(\tau)$  фаза слабопоглощающей меди) находим каустическую поверхность, на которой собирается рентгеновские лучи и, следовательно, координаты фокуса, находящегося на острие этой поверхности:

$$\xi_{\Phi} = 0, \quad L_{2\Phi} = \frac{\Gamma t(1 - \beta L_1) - L_1}{1 - \beta \Gamma t} \quad (4)$$

Из выражения (4) следует, что при  $\beta < 0$  ( $\vec{h} \uparrow \vec{A}$ ) с ростом  $\beta$  фокус приближается, начиная с некоторого значения  $\beta$  и  $L_2$  падает по закону  $1/\beta$ . В обратном случае, когда  $\beta > 0$  ( $\vec{h} \downarrow \vec{A}$ ), фокусное расстояние

увеличивается по закону  $\Gamma t/(1 - \beta \Gamma t)$ , и при  $\beta \approx 1/\Gamma t$ ,  $L_2 \rightarrow \infty$ , т.е. сферическая волна преобразуется в плоскую. При дальнейшем увеличении  $\beta$ ,  $L_2$  становится отрицательным, что эквивалентно появлению мнимого фокуса перед кристаллом, т.е. имеется явление дефокусировки. Из выражения (4) видно также, что фокусируется и дефокусируется и плоская волна в зависимости от знака и величины  $\beta$ .

На рис.4 приведены рельефы интенсивностей дифрагированного рентгеновского пучка для трех значений  $\beta$  на расстояниях  $L_2 = 45 - 65 \text{ см}$ ,  $L_2 = 35 - 55 \text{ см}$ ,  $L_2 = 16 - 36 \text{ см}$  от кристалла. Как видно из этот рисунка, с увеличением  $\beta$  фокусное расстояние  $L_2$  уменьшается.

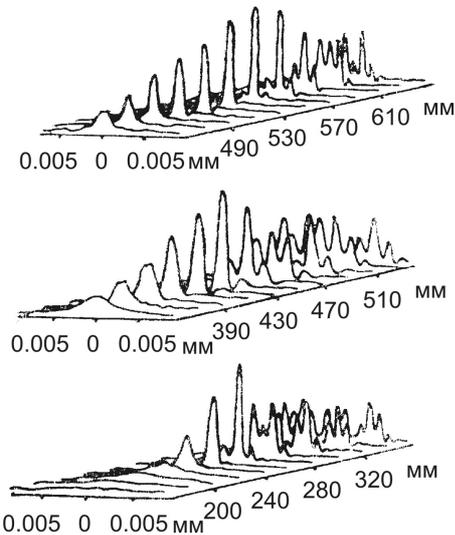


Рис.1 распределение волнового фронта дифрагированного пучка за кристаллом при трех значениях параметра  $\beta$ :

- а)  $1.79 \cdot 10^{-2} \text{ см}^{-1}$ ;
- б)  $2.24 \cdot 10^{-2} \text{ см}^{-1}$ ;
- в)  $3.59 \cdot 10^{-2} \text{ см}^{-1}$ .

2. Случай температурного градиента

Мера воздействия температурного градиента на кристалл имеет следующий вид

$$u(x, z) = az^2 t g^2 \theta + ax^2.$$

В этом случае фокус получается внутри кристалла с координатами

$$x_{\Phi} = 0, \quad z_{\Phi} = \frac{z_0}{1 + \beta L_1},$$

где  $\beta = a / K \gamma^2$ .

Вне кристалла дифрагированное поле фокусируется в точке с координатами

$$\xi_{\Phi} = \beta L^2 t \sin \theta, \quad L_{2\Phi} = \frac{\Gamma t - \frac{L_1}{1 + \beta L_1}}{1 - \beta \left( \Gamma t - \frac{L_1}{1 + \beta L_1} \right)}$$

Основные выводы сделанные при акустических колебаниях, справедливы и здесь.

**Частотная двойная модуляция.**

Для объяснения поведения дифрагированного излучения во времени в поле ультразвуковой волны, которая, в свою очередь, модулирована низкочастотными акустическими колебаниями разной формы меру воздействия акустических колебаний на кристалл можно представить так:

$$u(x, z) = a(1 + m \sin \Omega t)(\cos \bar{q}s_0 + \cos \bar{q}s_h),$$

где  $m$  - глубина модуляции,  $\Omega$  - модулирующая частота,  $t$  - момент времени.

На рис. 2 приведены распределение интенсивности дифрагированного рентгеновского пучка во времени с амплитудой колебаний  $a = 2,5 \cdot 10^{-6}$  см при разных глубинах модуляции.

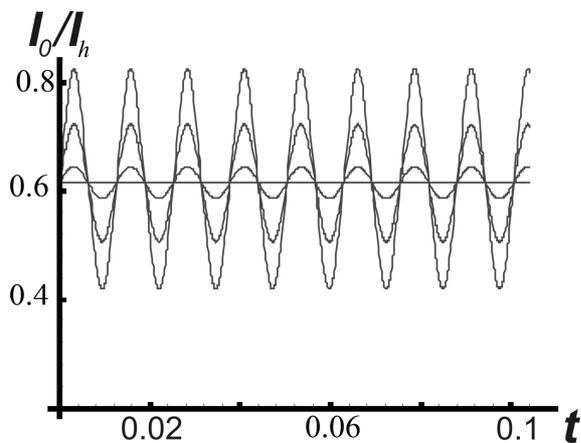


Рис. 2 распределение интенсивности дифрагированных рентгеновских пучков во времени при амплитуде колебаний  $a = 2,5 \cdot 10^{-6}$  см и при  $m = 0; 0.1; 0.5; 1$ .

Легко видеть что, аналогичная картина получается для низкочастотных колебаний произвольной формы

**Полная переборка сферической и плоской волн.**

Для исследования явления полной переборки рентгеновского излучения рассматривался общий случай сферической волны, мера деформации принималась вида (1). На рис. 3 приведены зависимости интенсивности от координаты на выходной поверхности для разных значений  $a$ . Значения параметров принимались следующими:  $L_1 = 25$  см,

$\lambda = 0,71 \text{ \AA}$ , толщина кристалл -  $t = 1$  мм. Как видно по мере увеличения  $a$  площадь под кривыми резко возрастает. На рис. 3 г) приведена зависимость относительной интенсивности от амплитуды колебаний. По мере увеличения амплитуды колебаний наблюдается десятикратное увеличение интенсивности.

В частном случае плоской волны, анализируя выражение (3), с учетом поглощения получается, что интенсивность падающей волны

больше суммарной интенсивности проходящей и отраженной волн, но при условиях полной переборки интенсивность отраженной волны получается равной интенсивности падающей, т.е. поглощение в кристалле зануляется (**эффект прозрачности**). Это явление наблюдается и для сферической волны во всей области отражения углов.

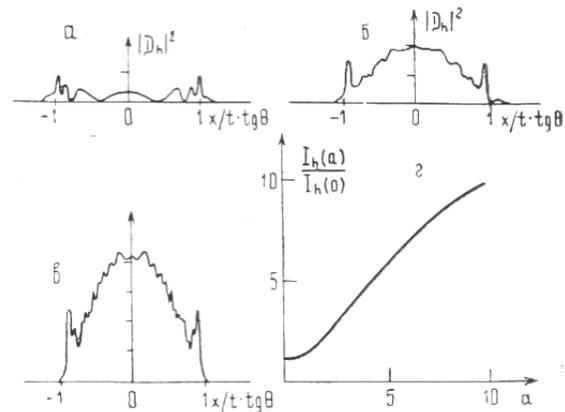


Рис.3 распределение дифрагированного излучения в относительных единицах на выходной поверхности кристалла в случае идеального кристалла:  $a = 0$  а), и деформированного кристалла:  $a = 4$  б),  $a = 10$  в); зависимость относительной интенсивности дифрагированного излучения от амплитуды (коэффициента  $a$  пропорционального амплитуде) ультразвуковых колебаний г).

Таким образом, с помощью индуцированных в кристалле акустических колебаний можно десятикратно увеличивать интенсивность дифрагированного пучка, управлять интенсивностью во времени, можно фокусировать или дефокусировать рентгеновское излучение, управлять фокусным расстоянием, преобразовывать плоскую волну в сферическую и наоборот. Т.е. фактически создана непоглощающая, управляющая во времени и в пространстве «линза» для рентгеновского излучения.

[1] Мкртчян А.Р., Навасардян М.А., Мирзоян В.К.. Письма в ЖТФ, 1982, Т.8, В.11, С.677-680.  
 [2] Мкртчян А.Р., Навасардян М.А., Габриелян Р.Г. и др.. Письма в ЖТФ, 1983, Т.9, В.11, С.1181.  
 [3] Gabrielyan R.G., Mkrtychyan A.R., Aslanyan H.A. and Kotandyan Kh.V. Phys. Stat. Sol.-1985.-V.92(a) -P.361-368  
 [4] Габриелян Р.Г., Асланян А.А.. Изв. АН Арм. ССР. Физика.-1986.-Т.21.-В.6.-337-339.  
 [5] Gabrielyan R.G., Aslanyan K.A. Phys. Stat. Sol. (b), 123, K97 (1984).  
 [6] Mkrtychyan A.R., Navasardian M.A., Gabrielyan R.G., Kocharian L.A. and Kuzmin R.N.. Solid State Communications, 1986, v.59, p.147-149.  
 [7] Takagi S., Akta Cryst., 15, 1211 (1962).

## Модуляционная рентгеновская оптика

### Часть II: Эксперимент

А.Р. Мкртчян, В.Р. Кочарян, А.Е. Мовсисян

Институт прикладных проблем физики НАН Армении, Ереван,

e-mail: [malpic@sci.am](mailto:malpic@sci.am)

Целью настоящей работы является, обобщать возможность [1-6] создания базовых элементов рентгеновской оптики с помощью внешних воздействий.

#### Фокусировка - Дефокусировка

Первоначально изложим результаты экспериментальных исследований, когда внешним воздействием является температурный градиент (ТГ). Схема эксперимента описана в работе [1]. В качестве рассеивателя был использован монокристалл кварца х-среза с толщиной  $t \approx 1/\mu$ , где  $\mu$  - линейный коэффициент поглощения. Сферическая рентгеновская волна от источника с молибденовым анодом, находящегося на расстоянии 70см от рабочего кристалла, коллимированная щелями 20мкм на расстоянии 5 см от источника и 0.1мм непосредственно у рассеивателя, падала на кристалл. Такая геометрия была выбрана с целью выделения с хорошим разрешением дифрагированной линии  $K_{\alpha 1}$  из белого пучка. Результаты экспериментальных исследований положения фокусного расстояния от рассеивателя в зависимости от величины и направления температурного градиента приведены на рис.1.

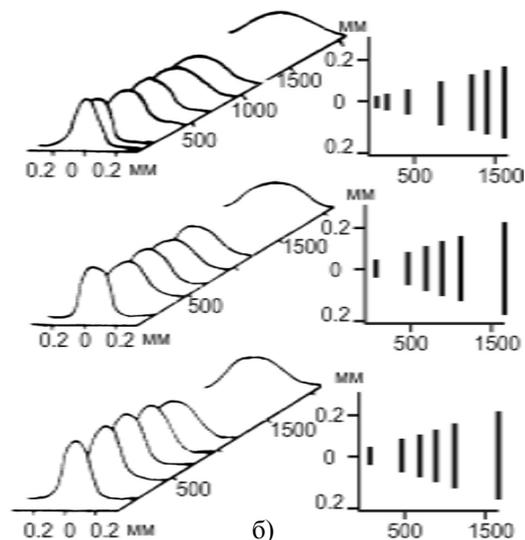
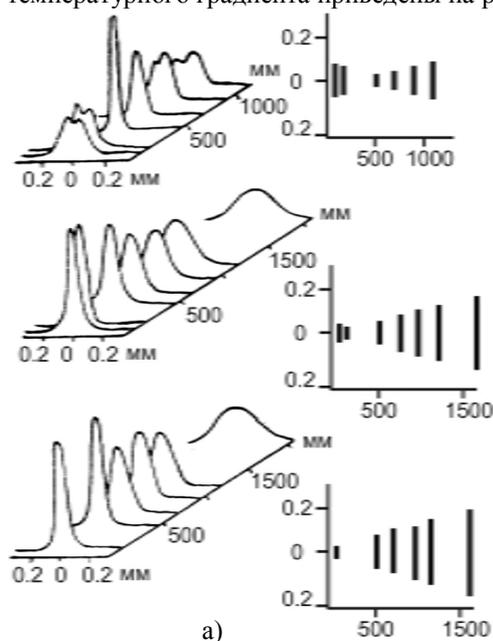


Рис.1 Распределение волнового фронта и ширины дифрагированного рентгеновского пучка для трех значений ТГ. а) ТГ антипараллелен вектору дифракции (случай фокусировки); б) ТГ параллелен вектору дифракции (случай дефокусировки).

Из рис. 1 а) следует, что по сравнению с фокусным расстоянием для идеального кристалла  $L_2 \approx 18.6$  м, с увеличением ТГ, когда вектор градиента антипараллелен вектору дифракции, положение фокуса дифрагированного излучения приближается к кристаллу до расстояний  $L_2 \approx 35$  см,  $L_2 \approx 15$  см и  $L_2 \approx 0$ , а поперечное сечение фокусных пятен сужается в 6, 4 и 3 раза по сравнению с размерами бормановской палатки.

На рис. 1 б) приведены результаты экспериментальных исследований в случае, когда вектор градиента параллелен вектору дифракции, при тех же значениях ТГ и  $L_2$ . Размеры фокусных пятен в этом случае больше, причем они растут по мере удаления от рассеивателя. Фактически мы имеем дело с дефокусировкой.

Аналогичные результаты получаются в случае, когда в качестве внешнего воздействия используются акустические колебания.

Таким образом, внешним воздействием (ТГ и акустические поля) можно управлять местоположением фокуса и, что особенно важно

отметить, что сферическую волну можно преобразовать в плоскую и наоборот.

**Частотная двойная модуляция – передача информации.**

Для исследования поведения интенсивности дифрагированного рентгеновского излучения во времени в поле ультразвуковой волны, в кристалле возбуждено акустическое колебание по закону  $U(\tau) = U_0(1 + m \sin \Omega \tau) \sin \omega \tau$ , где  $m$  - глубина модуляции. Модуляция низкочастотными колебаниями осуществлялась не только синусоидально.

Эксперименты проводились в геометрии Лауэ по той же схемой. В качестве рассеивателя был использован монокристалл кварца х-среза с толщиной  $t \approx 1/\mu$ . Дифрагированное рентгеновское излучение регистрировалось сцинтилляционным детектором и анализировалось многоканальным анализатором импульсов, работающим в режиме накопления.

Результаты экспериментальных исследований приведены на рис. 2 и 3. На рис. 2 а показано характерное поведение распределения интенсивности во времени дифрагированных квантов в зависимости от глубины вторичной модуляции низкочастотными акустическими колебаниями с частотой  $\Omega = 500$  Гц. Верхнее распределение соответствует случаю, когда амплитуда вторичной модуляции равно нулю ( $m = 0$ ). Следующие кривые на этом рисунке соответствуют случаю, когда на пьезопреобразователь подано напряжение и глубина амплитудной модуляции принимает значения  $m=0.25, 0.5$  и  $1$ . Из этих распределений следует, что, во-первых, наблюдаются временные осцилляции рентгеновского излучения, а, во-вторых, с ростом глубины модуляции амплитуда осцилляций увеличивается. Период повторения осцилляций всех трех спектров  $T = 2 \cdot 10^{-3}$  совпадает с периодом низкочастотных колебаний  $T = 1/\Omega$ . На рис. 2 б) приведено распределение интенсивности дифрагированных рентгеновских квантов во времени при разных амплитудах колебаний  $V$  при глубине модуляции  $m=1$ . Идентичная картина получается также для низкочастотных колебаниях прямоугольной формы (рис 3). Таким образом, на основании полученных экспериментальных результатов можно заключить, что интенсивность дифрагированных пучков осциллирует, практически повторяя характерную форму низкочастотного возбуждения. Именуемые отличия обусловлены, во-первых механическими свойствами кристалла (которые в теоретических расчетов не учитывался) и во-вторых, особенностью метода анализа регистрируемых рентгеновских квантов.

Очевидно, что с увеличением частоты эти отличия должны стать более существенными, что и наблюдается экспериментально.

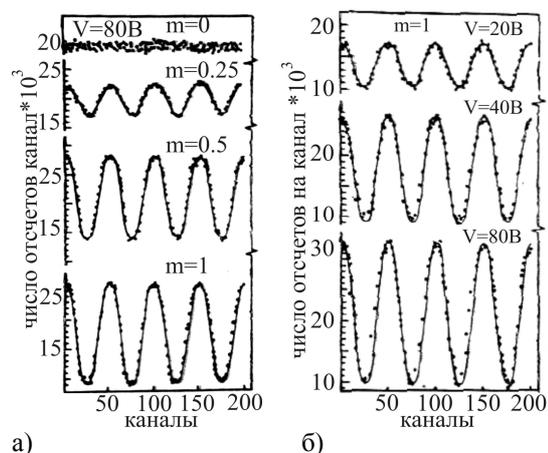


Рис. 2. Зависимость числа отсчетов от времени при разных значениях амплитуд модуляции а) при разных значениях амплитуды колебаний б) (1 канал = 40 мкс).

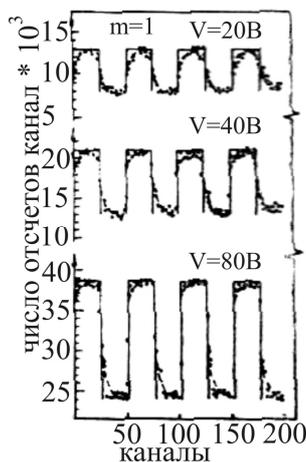


Рис. 3. Зависимость числа отсчетов от времени при разных значениях напряжений  $V$  низкочастотных прямоугольных колебаниях (1 канал = 40 мкс).

Сплошные кривые в вышеприведенных изображениях соответствуют результатам расчета проведенного на основе численного расчета уравнения Такаги.

**Полная переборка рентгеновского излучения и эффект прозрачности.**

В эксперименте использовалось излучение  $Mo K\alpha_1$ . Падающее на образец излучение имеет следующие параметры  $\Delta E/E \approx 10^{-4}$ ,  $\Delta \theta \approx 10''$ . В экспериментах в качестве образцов исследования использовались дискообразные пластины кварца X-среза с толщиной 0.8 мм и диаметром 30 мм, покрытых металлическими электродами с обеих сторонах. Акустические колебания в образцах возбуждались с помощью высокочастотного генератора на резонансной

частоте  $\omega = 3,6$  МГц, а напряжение на кристалле варьировалось в интервале  $0 \div 45$  В. Исследовалась дифракция рентгеновских лучей в геометрии Лауэ от отражающих атомных плоскостей  $(10\bar{1}1)$  и  $(20\bar{2}3)$ .

Кривые качания дифрагированного и проходящего пучков были сняты независимо друг от друга одним и тем же детектором. Интенсивность падающего на кристалл пучка в течении всего эксперимента была постоянной (18000 фотон/сек).

Характерные кривые качания в зависимости от амплитуды ультразвуковых колебаний приведены на рисунке 4 левая сторона.

Как видно из кривых качания в отсутствие и присутствии акустических колебаний интенсивности существенно отличаются. При возбуждении в образце высокочастотных колебаний с напряжением 35В наблюдается резкое увеличение интенсивности дифрагированного излучения.

В экспериментах измерены также интенсивности отраженного и проходящего пучков, в отсутствие и присутствии акустического поля (рис. 4 правая сторона).

Как видно из рисунков, с увеличением амплитуды акустических колебаний наблюдается не только увеличение интенсивности дифрагированного излучения, но и увеличение суммарной интенсивности проходящего и дифрагированного пучков.

В отсутствие акустического возбуждения при дифракции поглощается 31,3 % падающего излучения, а при возбуждении в образце акустического поля ( $V=35$  В) поглощение становится порядка 3,5%.

Из вышеперечисленных экспериментальных результатов видно, что при плоской волне интенсивность падающего излучения больше суммарной интенсивности проходящей и отраженной волн  $I_0 > I_{np} + I_{диф}$ , но при условии полной переброски  $I_0 = I_{диф}$ , т.е. поглощение в кристалле зануляется (**эффект прозрачности**).

Такое поведение величины интенсивности по-видимому означает, что вынужденные колебания атомов приводят к подавлению поглощения рентгеновского излучения или, под влиянием вынужденного колебания создается единая электронная система на которой имеет место когерентное рассеяние рентгеновского излучения. Фактически формируется среда с жестко связанной электронной системой или двустенная акустическая нано-трубка с одинаковыми стенками.

Здесь важно отметить, что явление полной переброски наблюдается только по оси X, при котором тепловые фононы удовлетворяют условию стоячей волны.

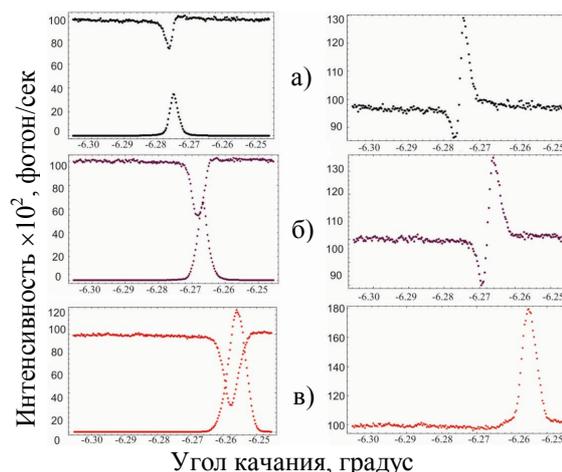


Рис. 4. Кривые качания монокристаллического образца кварца от отражающих атомных плоскостей  $(10\bar{1}1)$ : отраженного и проходящего пучков в зависимости от амплитуды ультразвука левая сторона и суммарные правая сторона: а)  $U=0$ В, б)  $U=25$ В, в)  $U=35$ В.

Таким образом, с помощью внешних воздействий можно максимально увеличивать интенсивность дифрагированного рентгеновского излучения, управлять интенсивностью во времени, можно фокусировать или дефокусировать рентгеновское излучение, управлять фокусным расстоянием, преобразовывать плоскую волну в сферическую и наоборот. Т.е. фактически создана непоглощающая, управляющая во времени и в пространстве «линза» для рентгеновского излучения.

- [1] Мкртчян А.Р., Навасардян М.А., Мирзоян В.К.. Письма в ЖТФ, 1982, Т.8, В.11, С.677-680.
- [2] Мкртчян А.Р., Навасардян М.А., Габриелян Р.Г. и др.//Письма в ЖТФ, 1983, Т.9, В.11, С.1181.
- [3] Gabrielyan R.G., Aslanyan H.A.. Phys. Stat. sol.(b), 1984, V123, p.K97-K99.
- [4] Мкртчян А.Р., Навасардян М.А., Кочарян Л.А., Мирзоян В.К., Унанян О.А., Айрапетян К.Т. Известия АН Арм. ССР физика, 1986, т. 21, вып.6, ст 326-330.
- [5] Мкртчян А.Р., Мирзоян В.К., Норян С.Н. Изв. АН Арм. ССР. Физика. 1990. Т.25. В.1. С.47-51.
- [6] Мкртчян А.Р., Навасардян М.А., Мирзоян В.К.. Изв. АН Арм. ССР. Физика. 1986, Т.21, В.6, С.340-344.

## Новые возможности рентгеновской топографии в диагностике сильнолегированных монокристаллов

И. Л. Шульпина<sup>1</sup>, И. А. Прохоров<sup>2</sup>, И. Ж. Безбах<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Физико-технический институт имени А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup>Филиал Учреждения Российской академии наук Института кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН  
НИЦ "Космическое материаловедение", Калуга, Россия

e-mail: [iren.shulpina@mail.ioffe.ru](mailto:iren.shulpina@mail.ioffe.ru)

Рентгеновская дифракционная топография давно успешно используется для диагностики (характеризации реальной структуры) монокристаллов. Сильнолегированные кристаллы имеют особенности, заключающиеся в том, что основными дефектами в них являются микродефекты. Из-за упрочняющего действия легирования в них не наблюдаются или наблюдаются в небольшом количестве дислокации, но уже в процессе выращивания возможна начальная стадия распада твердого раствора примеси в виде образования кластеров точечных дефектов. При последующих технологических отжигах этот процесс развивается с образованием вторичных дефектов в виде выделений и/или дислокационных петель. Образующиеся дефекты определяют деградационные свойства приборов на основе этих кристаллов. Поэтому диагностика для них необходима как на стадии послеростовых обработок, так и до них, в as-grown состоянии.

Обычно после отжигов дефекты в кристаллах хорошо выявляются практически всеми методами топографии. До отжигов, в as-grown состоянии, когда дефектов мало и/или они очень мелкие и слабо деформируют кристаллическую решетку, применение этих методов оказывается неэффективным. В этом случае необходимо использовать методы с повышенной чувствительностью к слабым нарушениям решетки, основанные на интерференционных эффектах взаимодействия излучения с веществом. В топографии это секционный метод Ланга и АПРЛ – аномального прохождения рентгеновских лучей.

Особенностью секционного метода является наличие на топограммах интерференционных полос Като. Однако эти полосы наблюдаются только в очень совершенных и слабопоглощающих кристаллах, по оценкам таких, в которых макроскопическая деформация решетки находится на уровне  $\Delta d/d \sim 10^{-6}$  [1], а поглощение ограничено  $\mu t / \cos \theta < 3$  [2]. Присутствие полос Като на секционных топограммах является признанным тестом на структурное совершенство кристаллов.

В [3,4] было показано, что в as-grown состоянии кристаллов кремния, сильно легированных мышьяком, интерференционные

полосы на секционных топограммах наблюдаются с пониженным контрастом, а в отдельных областях кристаллов пропадают совсем. В этих областях методом рентгеновской дифрактометрии обнаружено подавление эффекта Бормана, соответствующее значению статического фактора Дебая-Валлера 0,02. Эти данные интерпретированы как свидетельство ухудшения структуры кристаллов в результате образования кластеров точечных дефектов. Впоследствии было показано, что в кремнии, сильно легированном фосфором и бором, также наблюдается этот процесс во время выращивания кристаллов, но выражен слабее и зависит от концентрации и вида примеси. Таким образом, было показано, что контраст полос Като на секционных топограммах может стать основой диагностики кристаллов в as-grown состоянии, а мерой ее чувствительности к нарушениям средней решетки может быть значение статического фактора Дебая-Валлера 0,02. Важно отметить, что присутствие в нелегированных кристаллах кремния дислокаций с плотностью  $5 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$ , тоже приводящее к исчезновению полос Като на секционных топограммах, отвечает значению этого фактора  $10^{-2} - 10^{-3}$  [5], а наличие макродефектов в виде стабильных флуктуаций концентрации микродефектов в отожженном нелегированном кремнии – 0,03 [2]. Эти данные могут служить количественной мерой нарушения средней решетки кристаллов за счет кластеров точечных дефектов и дислокаций и одновременно оценкой чувствительности контраста полос Като к наличию в кристаллах этих дефектов.

После высокотемпературного отжига этих кристаллов интерференционные полосы на секционных топограммах могут вновь возникнуть, сосуществуя с изображениями вторичных дефектов. Это связано с перераспределением напряжений кристаллической решетки как в целом, так и вокруг отдельных дефектов. Такая ситуация наблюдалась в ряде работ, посвященных исследованию распада твердого раствора основной ростовой примеси в кремнии – кислорода [6,7]. Согласно имеющейся теории, статистически распределенные микродефекты влияют на интерференционные полосы двойным

образом. При их присутствии структурный фактор  $F_h$  должен быть заменен на  $F_h E_h$ , где  $E_h = \exp(-L_h)$  – статический фактор Дебая-Валлера,  $L_h = \frac{1}{2} \langle (H \cdot U)^2 \rangle$ ,  $U$  – средний измененный вектор решетки, зависящий от рода дефектов и их концентрации. Соответственно, интенсивность когерентно дифрагирующих рентгеновских лучей в сравнении с совершенным кристаллом умножается на  $E_h^2$ . Период полос Като уменьшается как  $1/E_h$ , поскольку аргумент соответствующей функции Бесселя умножается на  $E_h$ .

Исследование сильно поглощающих кристаллов практически невозможно секционным методом Ланга из-за высокого уровня поглощения рентгеновских лучей. Однако эти кристаллы могут быть эффективно исследованы методом АПРЛ на основе правила, заключающегося в том, что зависимость контраста изображения микросегрегационных полос роста от отражения указывает на отсутствие в них выделений второй фазы и нахождение примеси в состоянии твердого раствора. Если в полосах имеются выделения, изображения полос должны присутствовать во всех отражениях, включая те, дифракционный вектор которых перпендикулярен направлению роста кристалла. В отсутствие выделений прямолинейные полосы роста в этих отражениях практически не выявляются, поскольку изменения межплоскостных расстояний для плоскостей, параллельных направлению роста, близки к нулю по аналогии с эпитаксиальными системами. Однако это правило требует подтверждения, поскольку не выяснено, действует ли оно в случае, когда выделения второй фазы еще полностью не сформировались и когерентны с матрицей. Так как данных о состоянии возможных выделений в кристаллах GaSb(Si) нет, топографические исследования в [8,9] были дополнены другими методами и в частности цифровой обработкой изображений полос роста. Исследования проводились на кристалле GaSb(Si), в котором отсутствие изображений полос роста в условиях перпендикулярности дифракционного вектора направлению роста кристалла наблюдалось на топограммах локально, и из измерений методом Холла было известно, что концентрация носителей заряда (дырок) в нем изменялась в 2 раза в процессе выращивания.

Цифровая обработка заключалась в представлении яркости изображения полос роста в виде функциональной зависимости, в выделении и спектральном Фурье-анализе полезного сигнала изображения полос роста, что позволяет при определенных условиях получать информацию о частотных характеристиках возмущений процесса кристаллизации. Этот подход выявил ряд особенностей в распределении Si в двух частях кристалла, в частности, периодичность наиболее

высокочастотной составляющей сигнала составлял  $\sim 43$  мкм, что соответствовало периоду полос роста, определенному по топограммам. Она практически не менялась при перемещении вдоль длины кристалла и характеризовала хорошо известный, связанный с вращением механизм сегрегации, типичный для выращивания кристаллов методом Чохральского. Кроме того, спектральный анализ выявил вариации интенсивности с периодами  $\sim 125$  мкм,  $\sim 200$  мкм и  $\sim 525$  мкм, явно не обнаруживаемые на топограммах. Это свидетельствует о сложности процесса и действии нескольких механизмов формирования концентрационных микронеоднородностей при выращивании кристаллов методом Чохральского. Низкочастотная часть спектра с несколькими периодами, дополнительными к доминирующей частоте, сильно менялась при перемещении по длине только одной области кристалла. Она характеризовала локальные изменения условий роста кристалла и состояния примеси.

Возможно, этот подход станет основой нового метода характеристики состояния примеси в полосах роста легированных кристаллов.

Таким образом, обнаружены новые возможности топографии в диагностике сильнолегированных кристаллов. Они могут использоваться для характеристики состояния примеси в этих кристаллах как после технологических отжигов, так и в as-grown состоянии.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ и Правительства Калужской области (проекты № 06-02-16244 и № 09-02-97516).

- [1] Barushel J., Hartwig J. Basic courses of X-TOP 2002, Grenoble, France, 1–38 (2002).
- [2] Мильвидский М.Г., Осипьян Ю.А., Смирнова И.А. и др., Поверхность, 6, 5 (2001)
- [3] Кютт Р.Н., Рувимов С.С., Шульпина И.Л., Письма в ЖТФ, 32, 4, 9 (2006).
- [4] Шульпина И.Л., Рувимов С.С., Кютт Р.Н., Поверхность, 1, 38 (2010).
- [5] Даценко Л.И., Молодкин В.Б., Осинский М.Е. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами. Киев: Наукова думка. 199 с. (1988).
- [6] Lefeld-Sosnowska M., Grokowski J., Kowalski G., J. Phys. D: Appl. Phys., 28, A42 (1995).
- [7] Боуэн Д.К., Таннер Б.Л. Высокорастворимая рентгеновская дифрактометрия и топография. Перевод англ. Санкт-Петербург: Наука. 274 с. (2002).
- [8] Прохоров И.А., Серебряков Ю.А., Безбах И.Ж. и др., Поверхность, 12, 43 (2009).
- [9] Шульпина И.Л., Кютт Р.Н., Ратников В.В. и др., ЖТФ, 80, 4, 105 (2010).

## Определение методом УРАФ радиусов пор в пористом кремнии и кремнии, облученном протонами

В.И.Графутин, Д.К.Григорьев, Е.П.Прокопьев Е.П., Ал.С.Тимошенко,  
С.П.Тимошенко, Фунтиков Ю.В.

<sup>1</sup>ФГУП ГНЦ РФ Институт теоретической и экспериментальной физики (ИТЭФ)  
e-mail: [epprokopiev@mail.ru](mailto:epprokopiev@mail.ru)

<sup>2</sup>Московский государственный институт электронной техники (МИЭТ)

По методу углового распределения аннигиляционных фотонов (УРАФ) определены химический состав среды в месте аннигиляции: на внешних валентных электронах атомов кремния «стенки» поры, средние значения размеров и концентраций нанодфектов в пористом кремнии, в монокристаллических пластинах кремнии, облученных протонами.

### Введение

Свойства наноматериалов во многом определяются совместным действием связанного между собой каркаса наночастиц, объема атмосферы пустого пространства, состоящего из различных объектов нанопустоты (вакансии, поры, пустоты, и т.д.), и поверхности раздела (интерфейсов), между каркасом наночастиц и пустотой [1-5].

Ниже рассматриваются методы определения размеров нанобъектов, их концентраций и химического состава среды, окружающей нанобъекты, по экспериментально измеряемым параметрам временных (ВРАФ) и угловых спектров (УРАФ) для позитронов, аннигилирующих в пористых системах и пластинах кремния, облученных протонами, на основе теоретических представлений, развитых в [6-28] и различные примеры их применений.

### Определение средних значений размеров свободных объемов вакансий, пор, пустот по данным метода ПАС

Для расчетов размера пор используем простую модель, в которой полость моделируется сферической ямой радиуса  $R_0$  с бесконечным потенциальным барьером. Позитрон и позитроний находятся в этой полости и аннигилируют в ней. При этом парапозитроний ( $p-Ps$ ) аннигилирует в основном на собственном электроны, а ортопозитроний ( $o-Ps$ ) и позитрон аннигилирует на электронах среды, окружающей полость. Аннигиляция позитрона, входящего в состав ортопозитрония на чужом электроны носит название *pick-off* аннигиляции. Чтобы обеспечить возможность *pick-off* аннигиляции постулируется, что в пограничной области размером  $\Delta R$  происходит перекрытие волновых функций позитрона и позитрона, входящего в состав  $o-Ps$ , с волновыми функциями электронов среды. При

этом радиус свободного объема поры  $R$  будет равен  $R = R_0 - \Delta R$ .

Простые квантово-механические расчеты позволяют связать время жизни ортопозитрония  $\tau$  в полости с параметрами полости  $R_0$  и  $\Delta R$  [13]

$$\tau = \tau_b \left[ \frac{\Delta R}{R_0} - \frac{\sin(2\pi\Delta R / R_0)}{2\pi} \right]^{-1} \quad (1)$$

В этой формуле  $\tau_b$  имеет смысл времени жизни позитрона или спинусредненного времени жизни позитрония в бездефектном объеме среды [8]. Анализ аннигиляции  $o-Ps$  в материалах с известными значениями радиусов пор в молекулярных твердых телах и цеолитах на основе уравнения (1) показал [13], что величина  $\Delta R = R_0 - R = 1,66 \text{ \AA}$ .

Применим ту же самую квантовую модель  $Ps$  с целью получения связи между экспериментальными значениями  $\theta_{1/2}$  (*FWHM* (full width half-maximum)) узкой компоненты спектра УРАФ, характеризующего аннигиляцию парапозитрония, и радиусом свободного объема  $R$  поры. В этом случае соотношение между  $R$  и  $\theta_{1/2}$  имеет вид [6,13]

$$R = \frac{16,6}{\theta_{1/2}} - \Delta R, \quad (2)$$

где  $R$ ,  $\Delta R$  и  $\theta_{1/2}$  выражаются в  $\text{\AA}$  и мрад соответственно. Используя уравнения (1), (2), можем оценивать радиусы свободных объемов в пористых системах, дефектных материалах и в ряде наноматериалов по измерению величин времен жизни  $\tau$  и ширины узкой компоненты  $\theta_{1/2}$  методами ВРАФ и УРАФ.

### Определение радиусов пор и их концентраций в пористом кремнии

Данные табл.1 и сравнение рис.1,2 работ [9,10,14] говорят о наличии пара -  $Ps$  в

пористом кремнии (см., например, образец пористого кремния PR86 (табл.1) и рис.2 в этих работах). Экспериментальные спектры УРАФ этого образца пористого кремния хорошо аппроксимируются параболой ( $I_p$ ) и двумя гауссианами ( $I_{g1}$ ,  $I_{g2}$ ). В бездефектных же кристаллах кремния (рис.1) и ряде пористых образцов [12] эти спектры представляются суперпозицией параболы и гаусса. Аннигиляция позитронов, характеризуемая параболической компонентой, может быть объяснена аннигиляцией позитронов на электронах валентной зоны кремния. В свою очередь широкая гауссова компонента  $I_{g1}$  обусловлена аннигиляцией позитронов и ортопозитрония по различным каналам в бездефектной части кристалла, объеме и на поверхности пор, а узкая гауссова компонента  $I_{g2}$  – аннигиляционным распадом парапозитрония в объеме пор. Полная ширина этой компоненты на полувысоте  $FWHM$  составляет величину порядка  $(\theta_{1/2})_{g2} = 0,8$  мрад, что соответствует кинетической энергии аннигилирующей электрон-позитронной пары 0,044 эВ, а ее интенсивность порядка 1,5 %; а общий выход позитрония при этом в пористом кремнии достигает величины 6 %.

Для определения радиусов  $R_{tr}$  ловушек (пор) по ширине  $(\theta_{1/2})_{g2}$  использовали, формулу (2). Для экспериментального значения  $(\theta_{1/2})_{g2} = 0,8$  мрад (см. выше) получили среднее значение радиуса ловушек (пор)  $R_{tr} \approx 19,09 \text{ \AA} \approx 2 \text{ нм}$ .

Рассмотрение кинетической схемы аннигиляционных распадов и превращения  $p-Ps$  в пористом слое дает возможность получить связь между константой захвата  $k_{tr}$  и интенсивностью компоненты  $I_{g2}$  [16]

$$k_{tr} \cong I_{g2} \lambda_{cr}, \text{ c}^{-1} \quad (3)$$

Здесь  $\lambda_{cr} \approx \lambda_s = 0,8 \cdot 10^9 \text{ c}^{-1}$  - скорость аннигиляционного распада пара- $Ps$ . В свою очередь скорость аннигиляции позитрона может быть принята равной  $\lambda_{cr} \approx (\lambda_1 = 1/\tau_1) \text{ c}^{-1}$  [18], где  $\tau_1$  - короткое время жизни позитрона в кристалле, а  $\lambda_1$  - соответствующая скорость аннигиляции. Здесь приняли  $\lambda_{cr} \approx 0,8 \cdot 10^{10} \text{ c}^{-1}$  - скорость аннигиляции  $p-Ps$  в объеме кристалла. Таким образом, константа скорости захвата  $p-Ps$ , оцененная на основе данных

табл.1 из работ [9,10,14] и формулы (3) составила величину  $k_{tr} \approx 1,2 \cdot 10^8 \text{ c}^{-1}$ .

С другой стороны величина скорости захвата  $k_{tr}$  в свою очередь может быть определена на основе известного выражения

$$k_{tr} = \sigma_{tr} \nu N_{tr}, \text{ c}^{-1} \quad (4)$$

Здесь  $\sigma_{tr} = \pi R_{tr}^2$  - сечения захвата ловушками позитрония или позитрона; принятое равным площади геометрическому сечению ловушки,  $\nu$  - скорость термализованного позитрония или позитрона;  $N_{tr}$  - средняя концентрация ловушек. Таким образом, из приведенных выражений можно определить величины  $N_{tr}$ , если известны такие параметры, как  $\sigma_{tr}$  и  $\nu$ . Средняя тепловая скорость позитрония или позитрона при комнатной температуре  $T = 293 \text{ K}$  оценивалась по формуле  $\nu = (8k_B T / \pi m_+^*)^{1/2} \text{ см/с}$ , где  $k_B$  – постоянная Больцмана,  $m_+^* \approx 2m_0$  - эффективная масса парапозитрония,  $m_0$  - масса свободного позитрона. Из этой формулы для позитрона при  $m_+^* \approx m_0$  получили  $\nu \approx 1,06 \cdot 10^7 \text{ см/с}$ , а для  $p-Ps$  при  $m_+^* \approx 2m_0$  -  $\nu \approx 7,52 \cdot 10^6 \text{ см/с}$ . Отсюда следует, что при из формулы (4)  $N_{tr} = k_{tr} / \sigma_{tr} \nu \approx 1,27 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$ . Согласно этим данным можно полагать, что эффективными центрами захвата захвата (ловушками) позитрония служат скорее всего ультрамикропоры и микропоры закрытого и открытого типа с размерами  $\leq 2 \text{ нм}$ .

Таким образом, полученные результаты позволяют надеяться, что дальнейшие исследования дадут возможность связать параметры аннигиляционных спектров с размерами пор и их топологией.

#### Определения радиусов пор и их концентраций в пластинах кремния, облученных протонами

Исследуемые образцы размерами  $\sim 10 \times 20 \times 10 \text{ мм}^3$  были вырезаны из целых пластин кремния. Для исследований были выбраны четыре образца, обозначаемых нами как Si 10 (исходный необлученный образец), Si 14, Si 15 (образцы кремния, облученные протонами с энергией  $E$  и флюенсом  $\Phi$ ). Параметры исследуемых пластин кремния, особенности их получения и основные характеристики спектров УРАФ приведены в табл.2 работы [19].

Согласно [10], разность между интенсивностями гауссовой компоненты  $I_g$

(облученной), то есть облученными пластинами кремния, и  $I_g$  (необлученной) (исходной необлученной пластиной) в спектрах УРАФ, может быть записана в виде

$$\Delta I_g = I_g(\text{облуч.}) - I_g(\text{необлуч.}) \sim k_{tr} \tau_1, \quad (5)$$

то есть среднее значение скорости захвата составляет величину

$$k_{tr} \sim \Delta I_g / \tau_1, \quad (6)$$

где

$$k_{tr} = \left( \sum_i g_i (k_{bi})_{tr} \right) / i \quad (7)$$

В формуле (5), (6)  $\tau_1$  - короткое время жизни позитрона в кристалле кремния, в формуле (7)  $g_i$  - статистический вес  $i$ -позитронного «дефектного вакансионного состояния», вносящего свой вклад в общий процесс аннигиляции,  $k_{bi}$  - скорость захвата в  $i$ -позитронное «дефектное вакансионное состояние». Величина  $k_{tr}$  в свою очередь может быть определена по формуле вида (3). Средняя тепловая скорость позитронов при комнатной температуре была принята равной  $10^7$  см/с.

Оценим значение  $k_{tr}$ , определяемое выражением (3), для значения  $\Delta I_g = 0,037$  (см. последнюю строку табл.2) [19]. С этим значением  $\Delta I_g$  по формуле (3) для значения  $\tau_1 = 2,19 \cdot 10^{-10}$  с [18] получаем  $k_{tr} \approx 1,7 \cdot 10^8$  с<sup>-1</sup>.

Размер вакансий, комплексов вакансий или пор и энергий в месте аннигиляции на внешних валентных электронах  $E$  можно также найти, используя только данные УРАФ. Действительно, дисперсия  $\sigma$  гауссовых компонент спектров УРАФ, аппроксимированных нормальным законом распределения ошибок, однозначно связана с энергией  $E$  аннигилирующих электрон-позитронных пар, находящихся в ловушке радиуса  $R_{tr}$

$$E = \left( \frac{3}{2} \right) \left( \frac{mc^2}{2} \right) \sigma^2, \quad (8)$$

где  $\sigma = \frac{(\theta_{1/2})_g}{2\sqrt{2 \ln 2}} = 0,425 \cdot (\theta_{1/2})$  мрад.

Здесь  $(\theta_{1/2})_g$  - полная ширина кривой УРАФ на полувысоте. Поскольку в большинстве работ приводится не дисперсия, а ширина на полувысоте, приведем выражение, связывающее энергию аннигилирующей электрон-

позитронных пары с полной шириной на полувысоте

$$E = 6,9 \cdot 10^{-2} (\theta_{1/2})_g^2 \quad (9)$$

Здесь  $E$  - энергия в эВ, а  $(\theta_{1/2})_g$  - полная ширина кривой УРАФ на полувысоте в мрад.

Так для образцов кремния (см. табл.2 в [19]) измеренная величина  $(\theta_{1/2})_g$  составила 11,1 мрад и ей соответствует средняя энергия аннигилирующей электрон-позитронной пары, равная  $E = 8,5$  эВ и обусловленная средней энергией электронов внешней оболочки атома кремния на стенке поры, которую можно принять равной энергии электрона на внешней оболочке изолированного атома кремния [29]. При этом учитывается, что до аннигиляции позитрон и позитроний успевают термализоваться и измеренная энергия определяется, в основном, энергией электрона. Табличное значение энергии для  $Si(3p^2 - 3P_0)$  электронной внешней оболочки кремния  $E(Si) = 8,1517$  эВ [29]. Как видим, согласие этих величин энергий  $E$  и  $E(Si)$  вполне удовлетворительное. Таким образом, позитроны аннигилируют в основном на внешних валентных электронах атомов кремния «стенки» поры. Можно полагать, что разность величин  $E - E(Si) = 0,35$  эВ обусловлена вкладом энергии позитрона, находящегося в сферическом дефекте в энергию аннигилирующих электронно-позитронных пар.

Далее, используя уравнение (1), определили для сравнения радиусы свободных объемов вакансий по измерению величин времен жизни позитронов в кремнии, облученном электронами и протонами, методом ВРАФ [18-25]. Времена жизни в моновакансиях заключены в пределах от 266 до 270 пс, в дивакансиях - в пределах от 300 до 325 пс, в тетравакансиях - равно 435 пс, в пентавакансиях - равно 505 пс, а в гексавакансиях составляет примерно величину ~ 520 пс [18-25]. Среднее значение эффективного радиуса радиационных дефектов, определенная по формуле (1) по усредненному значению времени жизни, составила величину порядка  $R_{tr} \approx 1,7$  R Å.

Поэтому, если считать, что позитрон и позитроний захватываются вакансиями и позитроны аннигилируют на электронах материала стенки полости, то наблюдается удовлетворительное согласие по порядку величин размеров вакансий, определенных методами УРАФ и ВРАФ. Таким образом, если считать, что в вакансии находится позитрон, а не позитроний, и он аннигилирует на электронах материала стенки, то его энергия

должна быть порядка 0,35 эВ при  $E = 11,1$  эВ. Так как энергия частицы, находящейся в потенциальной яме, определяется размером ямы, то такой энергии позитрона исходя из формулы (2) должна соответствовать вакансия с радиусом  $R_{tr} \leq 10,4 \text{ \AA}$  для значения  $(\theta_{1/2})_g = 11,1$  мрад. Достаточно большие расхождения величин  $R_{tr}$ , определяемых методами ВРАФ и УРАФ могут быть объяснены либо методическими погрешностями, либо особыми свойствами вакансионных дефектов [30]. Необходимы дальнейшие тщательные исследования в в этом направлении

Постоянная решетки кремния  $a = 5,43 \text{ \AA}$ , а среднее значение межатомного расстояния в кремнии  $r_{Si} = 2,087 \text{ \AA}$ . Таким образом, сопоставление значений радиусов, измеренных по методу ВРАФ  $R_{tr} \approx 1,7 \text{ \AA}$  и  $r_{Si} = 2,087 \text{ \AA}$  говорит об удовлетворительном характере используемых моделей. Затем со значением  $R_{tr} \approx 1,7 \text{ \AA}$  определяли среднее значение сечения захвата позитрона дефектами  $\sigma_{tr} \approx \pi R_{tr}^2 \approx 9 \cdot 10^{-16} \text{ см}^2$ . Поэтому для оценок средних значений концентраций радиационных дефектов по формуле (3) принимаем  $k_{tr} \approx 1,7 \cdot 10^8 \text{ с}^{-1}$ ,  $\sigma_{tr} \approx 8 \cdot 10^{-16} \text{ см}^2$  и  $v \approx 10^7 \text{ см/с}$ . Получили значение концентрации радиационных дефектов в кремнии  $n$  - типа с ориентацией (100) [19], равное  $N_{tr} \approx 2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$ , а в кремнии р-типа с ориентацией (111) [10] -  $N_{tr} = \cdot 10^{16} - 10^{17} \text{ см}^{-3}$ . На основании вышеизложенного можно полагать, что в исследованных нами пластинах кремния  $n$  - типа и р-типа, облученных протонами, обнаруживаются прежде всего радиационные дефекты типа моновакансий V и их комплексов. Именно точечные радиационные дефекты с размерами (диаметрами) порядка от 2 до 10  $\text{\AA}$  являются эффективными центрами захвата позитронов [26]. Таким образом, позитронный метод позволяет эффективно оценивать концентрации точечных радиационных дефектов в кремния с размерами  $\leq 1$  нм и более (от 1 нм до 100 нм), практически недоступных наблюдения с помощью существующих на практике методов. Отметим, что именно позитронные методы позволили прямо установить тот факт, что в различных дефектных твердых телах точечным дефектам с размерами  $\leq 1$  нм принадлежит преобладающая роль.

Отметим недавнее достижение рентгеновской микроскопии по определению размеров нанобъектов [31]. «Удивительный

аппарат Titan (самый мощный в Мире рентгеновский микроскоп), созданный в рамках американско-европейского проекта TEAM, получил изображения с рекордным разрешением 0,05 нанометра. Это равно четверти поперечника атома углерода. Чтобы понять, какие новый инструмент открывает возможности по изучению материалов или биологических молекул, нужно добавить, что диаметр спирали ДНК составляет целых 2 нанометра». Однако определять средние значения концентраций нанобъектов этим методом очень затруднительно, Позитронный же метод может служить ценным дополнением к рентгеновским методам, так как позволяет измерять средние размеры и средние концентрации нанобъектов. Сопоставление результатов этих методов может позволить определять и контролировать концентрации и размеры нанобъектов в различных материалах и наноматериалах.

**Заключение.** По методу УРАФ определены химический состав среды в месте аннигиляции: на внешних валентных электронах атомов кремния «стенки» поры, размеры и концентрации нанодфектов в пористом кремнии, в монокристаллических пластинах кремнии, облученных протонами.

[1]. С.А.Гаврилов, В.И.Графутин, Л.М.Павлова, Е.П.Прокопьев, С.П.Тимошенко. Возможность определения нанобъектов пустоты в наноматериалах позитронным методом. Тезисы докладов VI конференции по физике высоких энергий, ядерной физике и ускорителям. Харьков, ННЦ ХФТИ, 25-29 февраля 2008 г. Харьков: ХФТИ, 2008. С.70.

[2]. Николис Г., Пригожин И. Познание сложного. Введение. М.: Мир, 1990. 342 с. Гл. 6.

[3]. Прокопьев Е.П. // ФХОМ. 1992. № 4. С.107-111.

[4]. Прокопьев Е.П // Письма в ЖТФ. 1992. Т. 18, вып. 21. С. 80 - 84.

[5]. Пригожин И. От существующего к возникающему. М.: Мир, 1985. 342 с.

[6]. Гольданский В.И.. Физическая химия позитрона и позитрония. М.: Наука, 1968.

[7]. Графутин В.И., Прокопьев Е.П., Успехи физ. наук, 172, №1, 67 (2002)

[8]. Прокопьев Е.П., Тимошенко С.П., Графутин В.И., Мясищева Г.Г., Фунтиков Ю.В. Позитроника ионных кристаллов, полупроводников и металлов. М.: МИЭТ, 1999.

[9]. Гусев А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. М.: Физматлит, 2005.

[10]. Бритков О.М., Гаврилов С.А., Графутин В.И. и др., Вопросы атомной науки и техники

(Саров). Сер. теор. и прикл. физ., вып.3, 40 (2004).

[11]. Графутин В.И., Илюхина О.В., Калугин В.В. и др., Физика и химия обработки материалов, №5, 5 (2006).

[12]. Гаврилов С.А., Графутин В.И., Илюхина О.В., Мясищева Г.Г., Прокопьев Е.П., Тимошенко С.П., Фунтиков Ю.В., Письма в ЖЭТФ, 81, вып.11-12, 680 (2005).

[13]. Jean Y.C., Microchem. J., 42, №1, 72 (1990).

[14]. Бритков О.М., Гаврилов С.А., Графутин В.И. и др., Петербургский журнал электроники, № 3, 15 (2007).

[15]. Физические величины: Справочник / А.П.Бабичев, Н.А.Бабушкина, А.М.Братковский и др. Под редакцией И.С.Григорьева, Е.З.Мейлихова. М.: Энергоатомиздат, 1991.

[16]. Графутин В.И., Залужный А.Г., Тимошенко С.П. и др., ЖЭТФ, 133, вып.3, 723 (2008).

[17]. Прокопьев Е.П., Письма в ЖТФ, 16, вып.24, 6 (1990).

[18]. Dannefaer S., phys. stat. sol. (a), 102, №2, 481 (1987).

[19]. Dannefaer S., Dean G.W., Kerr D.P., Hogg B.G., Phys. Rev., B 14, 2709(1976).

[20]. Fuchs W., Holtzhauser U., Mantl S., Richter F.W., Sturm F., phys. stat. sol. (b), 89, №1, 69 (1978).

[21]. Dannefaer S., Fruensgaard N., Kupca S., Kerr D.P., Hogg B.G., Canad. J. Phys., 61, 451(1983).

[22]. Dannefaer S., Kerr D.P., Hogg B.G., J Appl. Phys., 54, 155(1983).

[23]. Dannefaer S., Mascher P., Kerr D.P., Phys. Rev. Letters, 56, 2195(1986).

[24]. Mascher P., Kerr D.P., Dannefaer S., Phys. Rev., B 35, 2709(1987).

[25]. Dannefaer S., Kerr D.P., Appl. Phys., 60, 1313(1986).

[26]. Графутин В.И., Илюхина О.В., Мясищева Г.Г. и др., Микроэлектроника, 34, №3, 218 (2005).

[27]. Прокопьев Е.П., 46 Совещание по ядерной спектроскопии и структуре атомного ядра. Тезисы докладов. Санкт-Петербург: ПИЯФ, 1996. С.377.

[28]. Прокопьев Е.П., ЦНИИ "Электроника". Р-2837. М., 1979. 384 с.

[29]. Физические величины: Справочник / А.П.Бабичев, Н.А.Бабушкина, А.М.Братковский и др. Под редакцией И.С.Григорьева, Е.З.Мейлихова. М.: Энергоатомиздат, 1991. 1232 с.

[30]. Бургуэн Ж., Ланно М. Точечные дефекты в полупроводниках. Экспериментальные аспекты. М.: Мир, 1985.

[31]. <http://www.membrana.ru/lenta/?7664#>

## Первичное брэгговское рассеяние с изменением длины волны

Шулаков Е.В., Аристов В.В.,

Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка, Россия

e-mail: [shulakov@iptm.ru](mailto:shulakov@iptm.ru)

**Введение.** Рассеяние жесткого рентгеновского излучения на легких элементах приводит к заметному увеличению первичной длины волны на величину [1,2]:

$$\Delta\lambda = \lambda(1 - \cos \varphi) \quad (1)$$

где  $\lambda = h/mc = 2.4263096 \cdot 10^{-12}$  м – комптоновская длина волны,  $\varphi$  - угол рассеяния первичной волны,  $h$  – постоянная Планка,  $m$  – масса электрона и  $c$  – скорость света. Сразу отметим, что рассматриваемое здесь рассеяние принципиально отличается от упругого рассеяния электромагнитного излучения на связанных электронах: оно достаточно слабое в структурном диапазоне длин волн и вносит существенный вклад в рассеяние для энергий от 50 кэВ до 1 мэВ.

Указанное выше явление было известно еще до работ А. Комптона. Приведем краткий список наиболее известных предшественников Комптона [3-9]. Первое слово сказал Чарльз Баркла, который обнаружил, что рассеянные лучи поглощаются сильнее, чем первичный пучок, и назвал этот эффект “J-преобразованием”. Следует отметить, что после публикации работы [1], на страницах журнала Nature между Барклом [10] и Комптоном [11] развернулась дискуссия о приоритетах. Победил Комптон, что не удивительно. В 1904 г. о рентгеновском излучении было известно слишком мало. Еще М. Лауэ с сотрудниками не открыли дифракцию на кристаллах, а В. Брэгг (младший) не вывел уравнение Брэгга, а В. Брэгг (старший) не предложил рентгеновский спектрометр, а сам Ч. Баркла еще не открыл характеристическое излучение... Баркла работал с нефльтрованным излучением, и, как следствие, его экспериментальные данные по отношению к более поздним исследованиям имели систематические погрешности.

До 1922 г. эффект Комптона был экспериментально исследован на большом числе материалов и спектральных линий, включая  $W\text{K}\alpha$  при  $U = 100$  кэВ, а также на  $\alpha$  и  $\beta$  излучениях. В ряде публикации отмечается особая тщательность А. Комптона в проведении экспериментов. Действительно, к 1922 г. он сконструировал специальную трубку для проведения экспериментов диаметром всего 36 мм, с охлаждением анода водой и мощностью в

125 раз превышающей стандартную трубку Кулинджа.

Объяснение эффекта Комптона было дано в 1923 году А. Комптоном [1] и П. Дебаем [12] практически одновременно и независимо на основе квантовых представлений о природе излучения (формально, статья [12] была опубликована на месяц раньше работы [1]). Модель рассеяния представляла собой упругое столкновения рентгеновского фотона со свободным покоящимся электроном. В процессе столкновения фотон передает электрону часть своей энергии и импульса в соответствии с законами сохранения.

Уравнение (1) следует рассматривать как идеализированный случай. В конденсированном состоянии вещества все электроны являются связанными, а вероятность наблюдения покоящегося электрона равна нулю. Это на качественном уровне позволяет понять значительную ширину комптоновского максимума. Наличие несмещенной компоненты, которая наблюдается всегда, кроме экспериментов с Li, не рассматривается теорией Комптона. Деление электронов на слабо и сильно связанные вызывает множество вопросов, на которые нет ответов. Действительно, почему картины рассеяния, например  $\text{MoK}\alpha$  и  $\gamma$  - излучения выглядят аналогичными, в то время как во втором случае все электроны атомов можно считать свободными. Почему в рентгеновских исследованиях не наблюдается комтон - эффект на тяжелых элементах, внешние электроны которых также можно считать слабо связанными. Все это означает, что теория комптоновского рассеяния по-видимому требует дальнейшего развития.

В связи с экспериментальными исследованиями комтон - эффекта на лабораторных источниках следует отметить очень низкую интенсивность рассеянного излучения. И это при щелях 400мкм и мозаичном анализаторе. Так же как и в экспериментах почти 100 летней давности средняя скорость счета на отечественной аппаратуре составляет те же 4-6 имп/сек. Казалось бы эту задачу можно было бы решить с помощью когерентного комтон – эффекта.

Известны достаточно многочисленные наблюдения вторичного когерентного комптоновского рассеяния на мозаичных кристаллах алмаза, LiF, NaCl и KCl. В

полихроматических фотометодах они регистрировались как артефакты, имеющие вид тонких изогнутых линий. Комptonовское рассеяние исследовалось также методами рентгеновской дифрактометрии [19]. Объяснение этих наблюдений достаточно простое. Первичное излучение рассеивается в кристалле, а затем его комptonовская компонента дифрагирует на системах кристаллографических плоскостей. Такой же механизм формирования контраста имеют линии Косселя. Рентгенограмма Косселя представляет набор кривых второго порядка, соответствующих отражениям от различных плоскостей  $hkl$  с учетом их ориентации относительно источника и плоскости наблюдения. Все было бы замечательно, если бы интенсивность вторичного когерентного рассеянного пучка не была бы столь же мала, как и первичного некогерентного комpton эффекта.

В соответствии с выше сказанным представляется интересным исследование возможностей наблюдения первичного когерентного комptonовского рассеяния.

**Теория.** Пусть монохроматический пучок с длиной волны  $\lambda_1$  падает под углом  $\theta_1$  на систему кристаллографических плоскостей  $hkl$  и рассеивается в точках 1 и 2 на длине волны  $\lambda_2$ . Попробуем найти угол  $\theta_2$  такой, чтобы волны, рассеянные в точках 1 и 2 были когерентны. Отметим, что предлагаемый тип рассеяния ранее не рассматривался в оптике любого диапазона длин волн.

На рис.1 приведена геометрия дифракции. Обозначения  $l_1$ ,  $l_2$ , и  $l_3$  соответствуют расстояниям, необходимым для формирования плоского волнового фронта,  $d$  - межплоскостное расстояние.

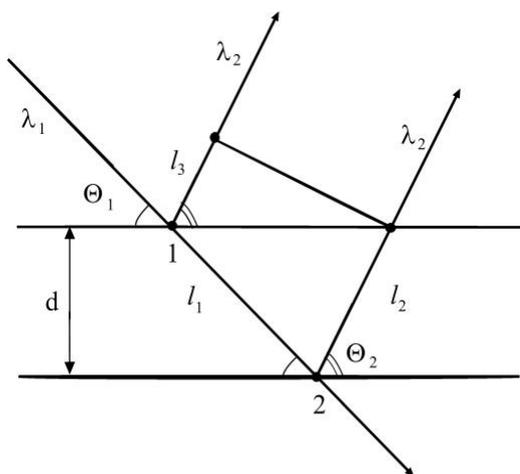


Рис.1. Схема первичного когерентного рассеяния на системе кристаллографических плоскостей  $hkl$  с изменением длины волны излучения.

Условие фазовой когерентности рассеянных волн для  $n$ -порядка дифракции имеет вид:

$$l_1/\lambda_1 + l_2/\lambda_2 - l_3/\lambda_3 = n \quad (2)$$

Выразим расстояния  $l_1$ ,  $l_2$ , и  $l_3$  через  $d$  и углы  $\theta_1$ ,  $\theta_2$ , тогда (1) переписывается:

$$\lambda_1 \sin \theta_1 + \lambda_2 \sin \theta_2 - \lambda_1 \cos \theta_2 \sin \varphi = \lambda_1 \lambda_2 \sin \theta_1 \sin \theta_2 / d_{hkl} \quad (3)$$

Здесь  $\lambda_2 = \lambda_1 + \Delta\lambda$ ,  $\varphi = \theta_1 + \theta_2$ ,  $d_{hkl} = d/n$ . Мы получили трансцендентное уравнение с одним неизвестным  $\theta_2$ , которое решается методами вычислительной математики.

Уравнение (2) решается в достаточно широком интервале углов падения первичной волны  $\theta_1$ . Рассмотрим численный пример: искусственный кристалл алмаза, отражение (004),  $d_{hkl} = 0.8917 \text{ \AA}$ , излучение  $\text{MoK}_{\alpha 1}$ ,  $\theta_B = 23.435^\circ$ . Пусть образец качается в интервале углов падения от  $20^\circ$  до  $27^\circ$  при неподвижном детекторе. Уравнение (3) решалось методом итерации с точностью по углу  $\theta_2$  в  $10^{-7}$  градуса. На рис. 2 представлена кривая качания образца. Полученный результат можно также рассматривать как рассеяние расходящегося пучка с угловой шириной  $7^\circ$  при среднем угле падения  $23.5^\circ$ .

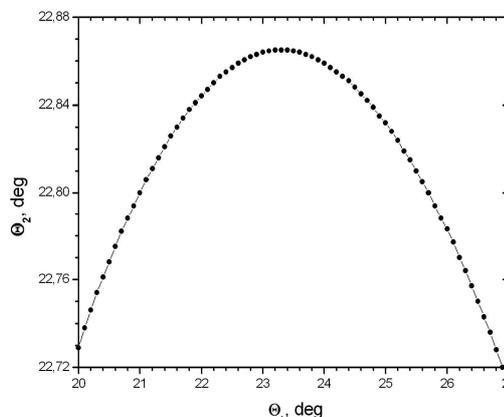


Рис.2. Положение комptonовского брегговского максимума  $\theta_2$  при вариации угла падения  $\theta_1$ .

Кривая  $\theta_2 = f(\theta_1, \lambda_1)$  имеет куполообразный вид с небольшой асимметрией, достигает максимума при угле  $\theta_1 = 23.3^\circ$  и смещена относительно  $\theta_B$  на угол  $-0.135^\circ$ . Рассеянный угловой спектр имеет полную ширину  $0.145^\circ$ , т.е. заужен примерно в 50 раз. Угол рассеяния  $\varphi$  является функцией монотонного роста. Таким образом каждой плосковолновой компоненте первичного спектра отвечает рассеянная волна с уникальными значениями  $\theta_2$ ,  $\lambda_2$ . В отличие от истинного брегговского рассеяния, которое

описывается уравнением Брэгга и имеет вид дельта функции, собственная ширина комптоновского максимума зависит от угла качания или от углового спектра первичной волны. При уменьшении расходимости первичного пучка собственная ширина рассеянного излучения резко уменьшается. Так при расходимости  $0.1^\circ$  ширина рассеянного пучка составляет всего  $0.18''$ , а коэффициент сужения углового спектра равен 2000. Отметим, что в рентгеновской дифрактометрии и, особенно, в топографии обычно используются первичные пучки с еще меньшей расходимостью.

Добавим к уравнению (3) дополнительное условие. Пусть угол  $\theta_1$  будет брэгговским для первичного пучка, тогда (2) переписывается:

$$(\lambda_1/\lambda_2) (\sin\theta_1 - \cos\theta_2 \sin\varphi) + \sin\theta_2 = 2\sin^2\theta_1 \sin\theta_2 \quad (4)$$

Мы получили универсальное уравнение, в котором полностью отсутствуют характеристики кристалла. Более того, это уравнение может быть решено аналитически, полагая величины  $\Lambda/\lambda_1$  и  $\Delta\theta/\theta_1$  малыми параметрами:

$$\Delta\theta = -\cos 2\theta_1 (\Lambda/\lambda_1) \operatorname{tg} \theta_1 \quad (5)$$

Здесь и ниже  $\lambda_2 = \lambda_1 + \Delta\lambda$ ,  $\Delta\theta = \theta_2 - \theta_1$ . На рис.3 представлены зависимости  $\Delta\theta$  от  $\theta_1$ . Угол  $\theta_1$  относится к излучению  $\text{MoK}_{\alpha 1}$ .

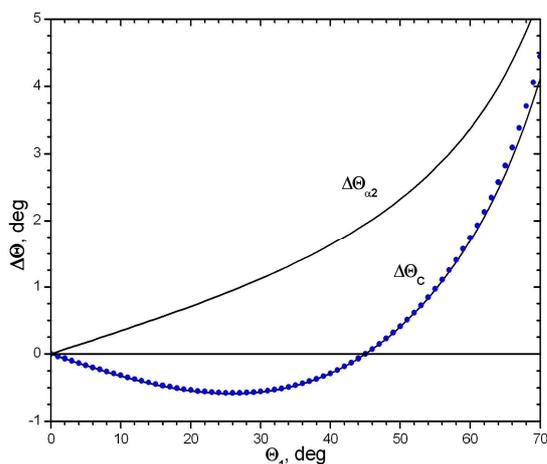


Рис.3. Величины смещения  $\Delta\theta$  от брэгговского угла  $\theta_1$ .  $\Delta\theta_c$  — сплошная линия — аналитическая кривая (5),  $\Delta\theta_c$  — точки — решение уравнения (4),  $\Delta\theta_{\alpha 2}$  — смещение линии  $\text{K}_{\alpha 2}$ .

Рассмотрим графики  $\Delta\theta_c$ . В точках  $0^\circ$  и  $45^\circ$  смещения  $\Delta\theta$  равны нулю. Кроме этих точек аналитическая кривая лежит ниже расчетных точек. В диапазоне углов  $\theta_1$  от  $0^\circ$  до  $55^\circ$  обе

кривые близки. При  $55^\circ$  отличие в  $y$ -координате составляет 1.5%. Далее погрешность теоретической кривой быстро нарастает. Так при  $60^\circ$  погрешность составляет 2.6%, при  $70^\circ$  — 7.2%. Из рис.2 видно, что на начальном участке когерентный комптоновский пик смещается в сторону малых углов рассеяния. Максимальное смещение соответствует углу  $\theta_1 = 26^\circ$  и равно  $-0.58^\circ$ . Далее комптоновский пик смещается уже в сторону основного брэгговского максимума ( $\varphi = 2\theta_1$ ), и при углах  $\theta_1$  больших  $45^\circ$  появляется уже справа от основного брэгговского пика и смещается в сторону некогерентного комптоновского максимума. На рис.3 имеется еще кривая смещения линии  $\text{K}_{\alpha 2}$ . Видно, что ее смещение относительно брэгговского пика всегда больше, чем для когерентного комптоновского максимума.

**Заключение.** Математика говорит, что когерентный комптоновский пик должен присутствовать как в угловых, так и энергетических спектрах рассеяния. Вопрос состоит в возможности его наблюдения в эксперименте. Данные о наблюдении разделения дублета  $\alpha_1$  и  $\alpha_2$  на несмещенной компоненте отсутствуют в литературе. А это только начало. Лучшие энергетические детекторы имеют разрешение 123 эВ, а его недостаточно для разрешения  $\alpha$  - дублета. По-видимому, только эксперимент на синхротронном излучении с узкими щелями и совершенным кристаллом анализатором может принести позитивные результаты.

Работа поддержана грантами РФФИ 09-02-12090 офи\_м и № 09-02-90445 Укр\_ф\_a.

- [1] A.H. Compton. Phys. Rev. 21(5), 483 1923.
- [2] A.H. Compton. Phys. Rev. 22(5), 409, 1923.
- [3] C.G. Barkla. Phil. Mag. 7, 550, 1904.
- [4] D.C.H. Florance. Phil. Mag. 20, 921, 1910.
- [5] D.C.H. Florance. Phil. Mag. 27, 225, 1914.
- [6] J.A. Gray. Phil. Mag. 26, 611, 1913.
- [7] J.A. Gray. J. Franklin Ins. 633, 1920.
- [8] M. Ishino. Phil. Mag. 33, 140, 1917.
- [9] C.D. Ellis. Proc. Roy. Soc. 101, 6, 1922.
- [10] C.G. Barkla. Nature. 112(2820), 713, 1923.
- [11] A.H. Compton. Nature. 113(2831), 160, 1924.
- [12] P. Debye. Phys. Zeitschr. 24, 161, 1923.
- [13] H.J. Grenvill-Wells. Nature, 168, 291, 1981.
- [14] N. Norman. Acta Cryst., 11, 1, 1958.
- [15] Y. Yoneda. J.Phys.Soc.Japan., 16, 1570, 1961.
- [16] Е.В. Колонцова, И.В. Телегина. Кристаллография, 6, 768, 1961.
- [17] И.В. Телегина, Е.В. Колонцова. Кристаллография, 14, 707, 1969.
- [18] А.В. Лаушкин, В.А. Бушуев, Р.Н. Кузьмин, Н.Н. Лобанов. ФТТ, 23, 278, 1981.
- [19] В.А. Бушуев, А.В. Лаушкин, Р.Н. Кузьмин, Н.Н. Лобанов. Письма в ЖЭТФ, 34, 248, 1981.

## Повышение быстродействия вейвлет-обработки при устранении фоновой неоднородности поляризационно-оптических и топографических изображений дефектов структуры монокристаллов

В.А. Ткаль

Новгородский государственный университет им. Ярослава Мудрого, Великий Новгород, Россия  
e-mail: [Valery.Tkal@novsu.ru](mailto:Valery.Tkal@novsu.ru)

При цифровой обработке контраста, создаваемого дефектами структуры монокристаллов, решается ряд задач:

– повышение его качества и устранение «зашумляющих» факторов (слабой контрастности, фоновой неоднородности и зернистости изображений), которые затрудняют визуальное выявление полезной информации;

– более быстрая его расшифровка и надежная идентификация дефектов структуры.

Повышение быстродействия при анализе экспериментального контраста достигается применением разработанных оригинальных программ, программного обеспечения, входящего в математические пакеты MATLAB, MATHCAD, и использованием более мощных персональных компьютеров. Время обработки зависит от формата изображения, его размера и при использовании компьютеров средней мощности составляет десятки минут.

В методе РТБ (топография на основе эффекта Бормана) и поляризационно-оптическом анализе теоретический и экспериментальный контрасты, создаваемые дефектами структуры различного типа, имеют вид розеток интенсивности, форма и количество лепестков которых определяются типом дефекта, его расположением в объёме монокристалла. Размер розеток зависит от типа исследуемого материала. Моделирование теоретического контраста дефектов проводится по модифицированным уравнениям Инденбома-Чамрова.

В работе [1] предложены различные методики цифровой обработки контраста и устранения «зашумляющих» факторов, основанные на анализе яркостных и частотных характеристик изображений, позволяющие эффективно регистрировать тонкие особенности изображений: локализовать ядра розеток, разделять близко расположенные дефекты структуры различного типа, фиксировать низкочастотные особенности лепестков розеток интенсивности. Наибольшую перспективность показали цифровые методики на основе дискретного вейвлет-анализа – разновидности частотного анализа.

Основным недостатком методик, основанных на анализе яркостных характеристик, является потеря части

низкочастотной информации, относящейся к лепесткам розеток интенсивности, высокая бинарность контраста, большее время обработки.

Недостатком вейвлет-обработки является наличие элайзинга – сильные флуктуации интенсивности по краям исследуемого монокристалла, на механических нарушениях его поверхности и дефектах фотоэмульсии.

Главной задачей, решаемой в данной работе, является демонстрация возможностей новой методики вейвлет-обработки экспериментального контраста, получение изображений дефектов структуры высокого качества, уменьшение явления элайзинга и времени цифровой обработки.

В качестве анализируемого используется поляризационно-оптическое изображение монокристалла 6H-SiC, содержащее сильную фоновую неоднородность, не позволяющую выявить в полной мере полезную информацию о его структурном совершенстве, рис. 1. На изображении выделена область, содержащая две близко расположенные краевые дислокации, визуально плохо различимые.

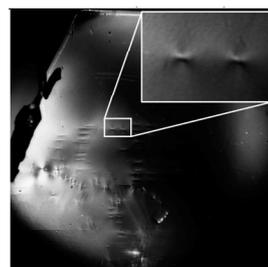


Рис. 1. Поляризационно-оптическое изображение монокристалла 6H-SiC (размер изображения 2112x2064 пикселя)

Напомним, что при вейвлет-анализе проводится **декомпозиция сигнала** – разложение изображения в ряд базисных элементов, помноженных на коэффициенты, характеризующие частотный спектр сигнала. В общем виде вейвлет-обработка сводится к преобразованию полученных коэффициентов. При обратном преобразовании происходит восстановление сигнала – **реконструкция**, являющаяся конечным результатом обработки. Вейвлет-анализ позволяет оценить и разделить

частоты, соответствующие дефектам и «зашумляющим» факторам. При дискретном вейвлет-преобразовании получаем два вида коэффициентов:

– масштабные коэффициенты (коэффициенты аппроксимации) несут информацию о НЧ составляющей изображения;

– детализирующие коэффициенты (детальные) несут информацию о ВЧ составляющей изображения (мелких деталях контраста). В случае двумерного сигнала имеем набор из трёх видов детальных коэффициентов: горизонтальных, вертикальных и диагональных, передающих детали контраста, ориентированные в указанных направлениях.

Фоновая неоднородность в значительной степени присуща поляризационно-оптическим изображениям и в меньшей степени топографическим. Контраст фоновой неоднородности в полном объёме передаётся масштабными коэффициентами нижних и средних уровней вейвлет-разложения. В работе [1] эффективно устранение фоновой неоднородности достигается путём удаления (обнуления) на этапе реконструкции масштабных коэффициентов. В реконструкции участвуют только детализирующие коэффициенты определённого набора верхних уровней разложения, и имеет место ВЧ фильтрация детальных вейвлет-коэффициентов, которая позволяет выявить на разных частотах особенности изображений розеток интенсивности и ранее не регистрируемые их детали. Диапазон уровней, участвующих в реконструкции, формирует полосу пропускания ВЧ фильтра. Постепенно сужая полосу пропускания ВЧ фильтра, получаем для каждой полосы отдельное изображение с чётко выраженными высокочастотными или среднечастотными деталями розеток.

Но возможен и другой алгоритм вейвлет-обработки [2, 3]. Для его реализации воспользуемся пакетом математического проектирования MATLAB 7.1 и ортогональным вейвлет-базисом – вейвлетом Симлета с масштабом функции 8. Устранение фоновой неоднородности экспериментального контраста включает в себя четыре этапа.

На первом этапе выделяем на анализируемом контрасте только фоновую неоднородность – НЧ информацию. В отличие от ранее рассмотренного алгоритма вейвлет-обработки [1] обнулили на всех уровнях декомпозиции не масштабные, а детализирующие коэффициенты, несущие в большей степени информацию о дефектах структуры, и далее работаем только с масштабными коэффициентами, несущими НЧ информацию. Подбирая оптимальный уровень декомпозиции, а это, как правило, последние

уровни, получаем при реконструкции обработанное изображение, содержащее только информацию о фоновой неоднородности. По мере увеличения уровня декомпозиции наблюдается потеря ВЧ деталей изображения и всё большее преобладание НЧ информации.

На втором этапе проводим вычитание двух изображений друг из друга: первое – исходный экспериментальный контраст, второе – контраст, полученный на первом этапе и содержащий только фоновую неоднородность, т.е. получаем разностный контраст (РК). Анализируя полученный для различных уровней декомпозиции РК, отмечаем обусловленные явлением элайзинга флуктуации интенсивности, зависящие от выбранного уровня декомпозиции.

На третьем этапе для устранения флуктуации интенсивности применим к полученному РК гаусс-размытие. Радиус гаусс-размытия подбирается экспериментально и составляет в нашем случае 20–80 пикселей.

На четвертом этапе строится результирующий РК между размытым и РК, полученным на втором этапе. Для лучшего визуального восприятия полученного контраста и лучшей его детализации подбирается оптимальный динамический диапазон.

Полученное изображение имеет высокое качество с хорошей проработкой основных деталей контраста и изображений розеток интенсивности. При уменьшении радиуса гаусс-размытия наблюдается увеличение однородности контраста и потеря НЧ особенностей розеток, а при его увеличении имеет место постепенное возрастание неоднородности, но и в этом случае качество контраста выше исходного. Последовательность и результат цифровой обработки для различных уровней гаусс-размытия представлена на рис. 2.

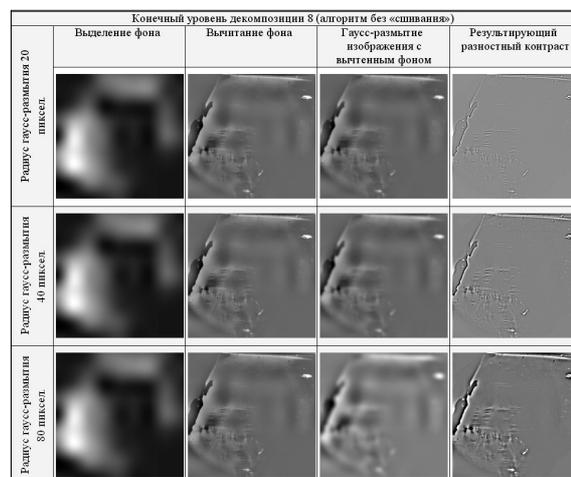


Рис. 2. Пошаговое представление нового алгоритма устранения фоновой неоднородности на примере обработки поляризационно-оптического изображения монокристалла 6H-SiC

Уровень декомпозиции 5	По данным работы [2]	Без «сшивания» изображений Радиус гаусс-размытия 10 пиксел
	Время обработки 91,8 с	Время обработки 7,1 с
Уровень декомпозиции 6	По данным работы [2]	Без «сшивания» изображений Радиус гаусс-размытия 20 пиксел
	Время обработки 91,3 с	Время обработки 8,0 с
Уровень декомпозиции 7	По данным работы [2]	Без «сшивания» изображений Радиус гаусс-размытия 40 пиксел
	Время обработки 91,7 с	Время обработки 8,1 с
Уровень декомпозиции 8	По данным работы [2]	Без «сшивания» изображений Радиус гаусс-размытия 40 пиксел
	Время обработки 92,5 с	Время обработки 8,2 с
Уровень декомпозиции 9	По данным работы [2]	Без «сшивания» изображений Радиус гаусс-размытия 40 пиксел
	Время обработки 95,8 с	Время обработки 8,4 с

Рис. 3. Сравнение эффективности старой (левый столбец) и новой (правый столбец) методик устранения фоновой неоднородности и элайзинга поляризационно-оптического контраста кристалла 6H-SiC для 5, 6, 7, 8 и 9 уровней декомпозиции

На рис. 3 представлен результат вейвлет-обработки исходного контраста для разных полос пропускания фильтра по старой (левый столбец) и новой (правый столбец) методикам. Видно, что по новой методике удается получить более качественное изображение с лучшей детализацией особенностей контраста, создаваемого дефектами структуры, практически подавить явление элайзинга и в 10–12 раз уменьшить время цифровой обработки.

Старая методика (старый алгоритм вейвлет-обработки) может быть изменена добавлением 3 и 4 этапов. Время обработки увеличивается незначительно и составляет примерно 93–94 с. Сравнение результатов цифровой обработки по измененной старой и новой методикам приведено на рис. 4. Получен практически одинаковый результат, о чем свидетельствуют построенные профили интенсивности и нулевой РК.

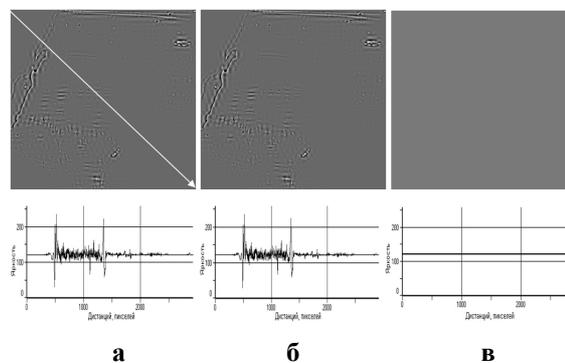


Рис. 4. Результат вейвлет-обработки по старой (а) и новой (б) методикам; в – нулевой разностный контраст между изображениями а и б. Стрелкой показано направление снятия профиля интенсивности

Аналогичный результат получается и при вейвлет-обработке топографического контраста монокристалла 6H-SiC, содержащего фоновую неоднородность (не приводится).

Работа выполнена в Совместной с ФТИ им. А. Ф. Иоффе РАН научно-учебной лаборатории рентгено топографических методов исследования материалов электронной техники.

[1] Ткаль В.А., Окунев А.О., Емельянов Г.М., и др. Вейвлет-анализ топографических и поляризационно-оптических изображений дефектов структуры монокристаллов. Великий Новгород: НовГУ им. Ярослава Мудрого, 397 с. (2006).

[2] Ткаль В.А., Петров, Воронин Н.А. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. Т. 75, № 12. С. 24. (2009).

[3] Ткаль В.А., Петров, Воронин Н.А., Дзюба И.В., Поверхность. Рентген. синхротр. и нейтр. исслед. № 1. С. 30 (2010).

## Рассеяние рентгеновских лучей модулированными длиннопериодными структурами на подложках кремния

А.А. Ломов<sup>1</sup>, В.И. Пунегов<sup>2</sup>, В.А. Караванский<sup>3</sup>, А.Л. Васильев<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия

<sup>2</sup>Коми научный центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия

<sup>3</sup>Институт общей физики РАН, Москва, Россия

E-mail: [a.lomov@ns.crys.ras.ru](mailto:a.lomov@ns.crys.ras.ru)

В последние годы наблюдается повышенный интерес к использованию микро- и наноструктур (нано-провода, точки, трубки, синтетические опалы и т.д.) для фотонной оптики. Одним из перспективных материалов для этих целей остается пористый кремний (ПК), поскольку он представляет из себя матрицу из связанных между собой когерентных кристаллитов. Формируя кристаллиты определенной формы и расположения можно не только менять локально или периодически диэлектрическую проницаемость, но и создавать оптическую анизотропию среды, в которой обнаруживается двулучепреломление [1].

Слои ПК получают электрохимическим травлением (ЭХТ) в режиме анодизации, а параметры формируемых структур (пористость, толщина, морфология пор и кристаллитов) легко варьируются. Сверхрешетки с нанопористыми слоями [2] и брэгговские структуры для оптического диапазона были сформированы модуляцией плотности тока [3,4]. В [5] получены слои пористого InP, имеющих корреляционную длину превосходящую расстояние между порами.

В [2,6] показано, что реальная структура таких слоев ПК, как однослойных так и короткопериодных структур, может быть изучена методом рентгеновской дифрактометрии высокого разрешения. Метод позволяет по анализу интерференционных эффектов на кривой отражения извлекать обширную информацию о внутреннем строении образца. Несмотря на то, что основные механизмы взаимодействия рентгеновских лучей с веществом достаточно хорошо изучены, появление новых материалов и структур требует развития существующих методик для исследования. Так, например, при анодизации подложек кремния увеличивается шероховатость не только поверхности образца, но и межслойных границ модулированных пористых систем. Кроме этого слои ПК заметно деформированы и весьма чувствительны к внешней среде. Эти факторы приводят к ослаблению интерференции и, как следствие, частичной потери структурной информации.

Настоящая работа посвящена экспериментальному и теоретическому

изучению особенностей дифракционного отражения от многослойной длиннопериодной структуры пористого кремния n-типа проводимости методом двух- и трехосевой рентгеновской дифрактометрии.

Подложка Si(111) (Sb) ( $\rho \sim 0.01$  Ом·см) подвергалась анодированию при периодическом ступенчатом изменении тока (5 и 50 мА) и времени (15 и 5с) в растворе  $C_2H_5OH: HF(49\%) = 1:2$ . В результате вблизи поверхности образца сформировалась модулированная структура ПК (рис.1) общей толщины L, состоящая из трех сверхрешеток (СР), образованных слоями  $l_{P1}$  и  $l_{P2}$  с пористостью P1 и P2 соответственно. СР-ки разделены слоями  $D_1$  и  $D_2$  с пористостью P2.

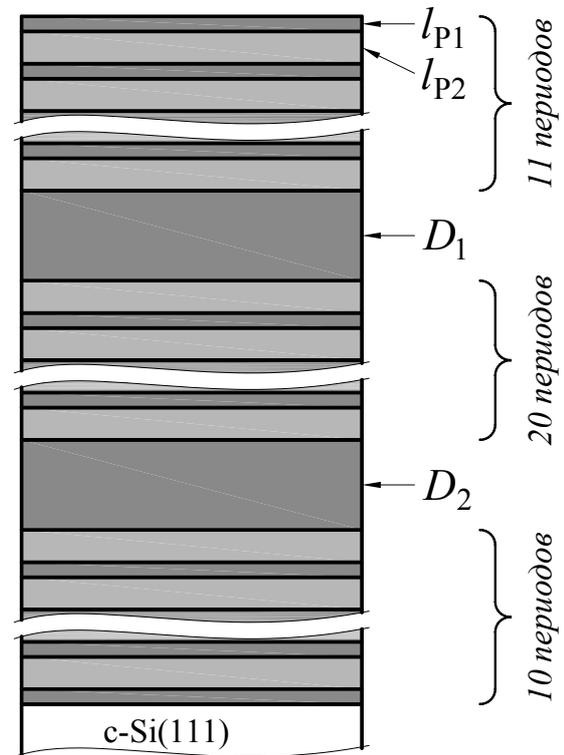


Рис. 1. Модель длиннопериодной моделированной структуры ПК с толщинами подслоев  $l_{P1}$ ,  $l_{P2}$  и разделяющих слоев  $D_1 = D_2$ .

Эксперименты выполнялись на трехкристальном рентгеновском спектрометре ТРС (СБ ИКРАН). Источником излучения

служила рентгеновская трубка с медным анодом ( $\lambda = 0.154$  нм). Кривые дифракционного отражения (КДО) и сечений распределения интенсивности (СРИ) вблизи узла 111 обратной решетки c-Si вдоль компонент  $q_x$  и  $q_z$  (вектора отклонения от узла обратной решетки) записывались в геометрии  $(n, -n, n)$  при использовании монохроматора Si(111)-с трехкратным отражением и анализатора Si(111) с однократным. По измеренным кривым СРИ строилась карта двумерного распределения интенсивности (ДРИ). Двухкристальные КДО и сечения СРИ показаны на рис. 2 и 3.

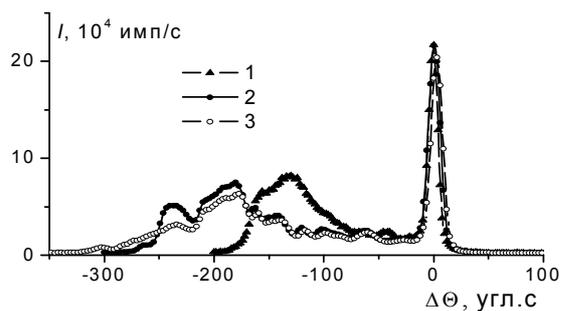


Рис. 2. Экспериментальные КДО от образца ПК после анодирования (1), через 9 месяцев до (2) и после (3) выполнения измерения карты ДРИ.

На кривых дифракционного отражения (рис.2) кроме брэгговского максимума от подложки при  $\Delta\theta = 0$  присутствуют интенсивные и широкие области («горбы») дифракционного отражения, соответствующие рассеянию от структуры ПК. Угловое положение «горбов» свидетельствует о значительной деформации ПК, которая при вылеживании образца в течение 9 месяцев в атмосфере лаборатории увеличивается от  $\Delta d/d = -\Delta\theta_0 \text{ctg}\theta_B \approx 2.5 \times 10^{-3}$  до  $3.9 \times 10^{-3}$ . После предполагаемой стабилизации напряжений в ПК выполнялось непрерывное измерение в течении 5 дней карты ДРИ. За этот период увеличилась деформация вблизи поверхности структуры ПК: интенсивность рассеяния (крив. 2 и 3) в диапазоне углов  $-350$   $-200$  угл.с отличается. При увеличении деформации на «горбах» кривых КДО стали отчетливо наблюдаться осцилляции интенсивности со средним периодом  $\sim 20$  угл.с. Этому периоду соответствуют в кинематическом приближении области когерентного рассеяния толщиной  $\sim 0.8$  мкм и более. С учетом неэквидистантных угловых положений осцилляций и их смещения при увеличении адсорбции примесей поверхностью структуры ПК можно заключить, что когерентные области образованы подслоями, в которых набег фазы мал и деформацию можно считать постоянной. Особенности осцилляционной структуры показаны на кривой СРИ (рис.3а), записанной с шагом 1 угл.с в режиме  $\theta/2\theta$  сканирования с использованием кристалла анализатора. Для

оценки общей толщины сформированной структуры ПК была использована методика на основе эффекта поглощения. Оказалось, что  $L \sim 35$  мкм при средней величине критического угла полного внешнего отражения  $\Theta_c \sim 450$  угл.с. На рис.3б приведено сечение ДРИ в латеральном направлении через узел 111 ОР структуры ПК. Видно, что интенсивность диффузного рассеяния от ПК мала, а характерный размер пор  $\sim 15$  нм.

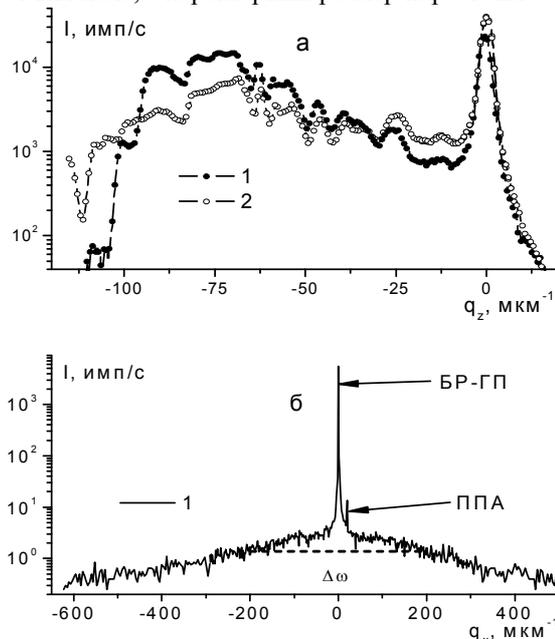


Рис. 3. Сечения узла 111 c-Si по  $q_z$  (а) и по  $q_x$  (при  $q_z = -75 \text{ мкм}^{-1}$ ) (б) от образца ПК до (1) и после (2) выполнения измерения карты ДРИ.

Высокое значение коэффициента отражения ( $\sim 10\%$ ) от ПК и отсутствие значительного диффузного рассеяния свидетельствует: 1- сформированные подслои рассеивают излучение динамически; 2- фактор Дебая-Валлера  $f$  для оставшихся кристаллитов близок к единице.

Моделирование интенсивности когерентного рассеяния рентгеновских лучей на многослойной пористой системе начнем с рассмотрения отражения от пористой сверхрешетки (СР). Необходимо учесть, что пористый слой существенно может изменить поляризуемость среды, и, как следствие, также поглощение, преломление и отражение рентгеновских лучей в слое.

Амплитудный коэффициент отражения когерентных рентгеновских волн от  $N$ -слойной пористой системы можно записать в виде рекуррентного соотношения:

$$R_N(q_z) = \frac{S_{N-1}^{(1)} b_N^{(2)} - S_{N-1}^{(2)} b_N^{(1)}}{S_{N-1}^{(1)} - S_{N-1}^{(2)}}, \quad (1)$$

где,  $S_{N-1}^{(1)} = (R_{N-1} - b_N^{(1)}) \exp(i\xi_N l_N)$ ,

$$S_{N-1}^{(2)} = (R_{N-1} - b_N^{(2)}),$$

$b_N^{(1,2)} = \xi_N^{(1,2)} / [a_{-h}(1 - P_N)f_N]$ ,  $R_{N-1}$  - амплитудный коэффициент отражения от  $(N-1)$  нижних слоев. Параметры:

$\xi_N = \sqrt{(2a_0(1 - P_N) - q_z - \varepsilon_N h)^2 - 4a_h a_{-h}(1 - P_N)^2 f_N^2}$ ,  
 $\xi_N^{(1,2)} = ((2a_0(1 - P_N) - q_z - \varepsilon_N h) \pm \xi_N) / 2$ ,  
 где  $a_0 = \pi\chi_0 / (\lambda\gamma_0)$ ,  $a_{h,\bar{h}} = C\pi\chi_{h,\bar{h}} / (\lambda\gamma_{h,0})$  - динамические коэффициенты,  $\gamma_{0,h} = \sin(\theta_{1,2})$ ,  
 $\theta_{1,2} = \theta_B \mp \varphi$ ,  $\theta_B$  - угол Брэгга,  $\varphi$  - угол скоса отражающих плоскостей к поверхности образца,  $\lambda$  - длина волны рентгеновского излучения в вакууме,  $\varepsilon_N$ ,  $f_N$ ,  $l_N$  и  $P_N = P_n = 1 - v_n$  - относительная деформация, статический фактор Дебая-Валлера, толщина и пористость  $N$ -го слоя;  $v_n = \rho_n / \rho_0$  - относительная плотность  $N$ -го слоя,  $C$  - поляризационный множитель,  $\chi_{0,h}$  - Фурье-компоненты рентгеновской поляризуемости.

Данных рентгеновской дифрактометрии оказалось недостаточно для расчета модели близкой к созданной структуре (толщины и строения пористых подслоев), поэтому были проведены дополнительные исследования методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) (микроскоп JEOL JSM 7401F, ускоряющее напряжение 5 кэВ). Полная толщина структуры по данным РЭМ  $L \approx 28.5(5)$  мкм. Изображение фрагмента скола образца показано на рис.4.

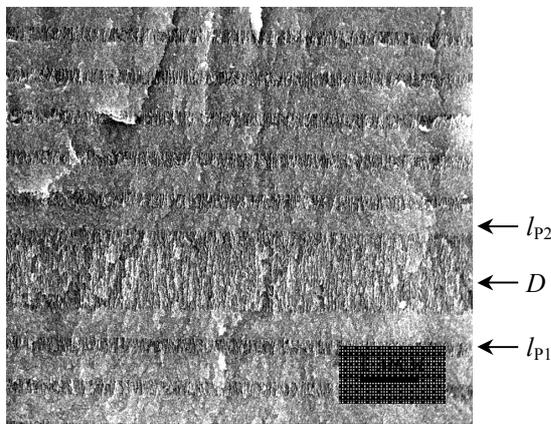


Рис. 4. РЭМ изображение фрагмента скола модулированной структуры ПК со слоями  $l_{p1}=0.43$  мкм,  $l_{p2}=0.20$  мкм и  $D_1=1.2$  мкм.

В рамках развитой модели рассчитывалось рассеяние от сверхрешетки из 10 пар слоев  $l_1 = 0.2 \mu\text{m}$  и  $l_2 = 0.43 \mu\text{m}$ , толщина всей СР  $L_{SL} = 6.3 \mu\text{m}$ . Эти параметры не изменялись. Варьировались: Дебай-Валлер фактор  $f_{1,2}$  и пористость  $P_{1,2}$  для  $l_{p1}$  и  $l_{p2}$  слоев и  $\varepsilon_{SL}$ ,  $\varepsilon_G$  - периодическая и градиентная деформация СР. Сложение периодической и градиентной деформации задают в СР полную деформацию:

$\varepsilon_T = \varepsilon_{SL} + \varepsilon_G$ . На рис.5б показана модельная КДО при  $P1=0.4$ ,  $P2=0.6$ ,  $f1=f2=1$  от структуры ПК с профилем деформации  $\varepsilon_T(z)$  на рис.5а.

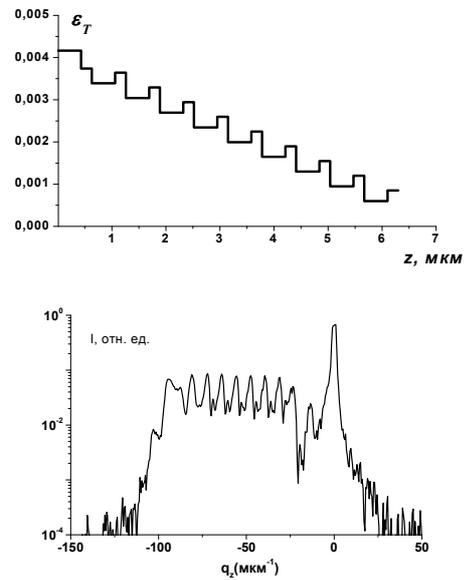


Рис. 5. Профиль полной деформации  $\varepsilon_T$  по глубине модулированной структуры ПК (а) и расчетная кривая КДО (б).

В работе показано, что дифрактометрия высокого разрешения может быть успешна применена для диагностики сверхрешеток и модулированных длиннопериодных пористых структур полупроводников. Однако из-за высокой чувствительности к межплоскостному расстоянию кристаллической решетки метод имеет ряд ограничений. В первую очередь это связано с величиной градиента деформации и неоднородностями границ по глубине структуры. Модельные расчеты показывают, что даже деформации величиной выше  $5 \times 10^{-4}$  приводят к подавлению саттелитов сверхрешетки, а природа наблюдаемых в работе осцилляций деформационная.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке фонда РФФИ (грант № 10-02-00527-а).

[1] Cullis A.G., Canham L.T., Calcott P.D.J., J. Appl. Phys., 82 (3), 909(1997).  
 [2] Buttard D., Bellet D., Dolino G. et al., J. Appl. Phys., 83, N 11, 5814 (1998).  
 [3] Emel'yanov V.I., Eremin K.I., Starkov V.V. et al., Laser Phys., 13, No. 10, 1 (2003).  
 [4] Ломов А.А., Караванский В.А., с соавт., Кристаллография, 53, № 5, 800 (2008).  
 [5] Punegov V. I., Lomov A. A., Pis'ma Zh. Tekh. Fiz., 34 (6), 30 (2008).  
 [6] Lomov A.A., Bellet D., Dolino G. // Phys. Stat. Sol.(b). 1995. V.190. P. 219.

## Рентгеновская акустооптика: состояние и перспективы развития

Д.В. Рощупкин,<sup>1</sup> Д.В. Иржак,<sup>1</sup> А.И. Ерко,<sup>2</sup> А.А. Снигирев,<sup>3</sup> И. Снигирева,<sup>3</sup> L. Ortega<sup>4</sup>  
<sup>1</sup>Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и  
особочистых материалов РАН, Черногловка, Россия  
<sup>2</sup>BESSY II, Berlin, Germany  
<sup>3</sup>ESRF, Grenoble, France  
e-mail: [rochtch@iptm.ru](mailto:rochtch@iptm.ru)

Рентгеновская акустооптика позволяет изучать процесс распространения поверхностных акустических волн (ПАВ) в твердых телах. Рентгеновская акустооптика основана на процессе брэгговской дифракции рентгеновских лучей на акустически промодулированных кристаллах. Распространение ПАВ вызывает синусоидальную модуляцию кристаллической решетки, которая приводит к появлению дифракционных сателлитов на кривой качания, интенсивность и угловое положение которых зависят от амплитуды и длины волны ПАВ.

В работе представлены исследования процесса распространения ПАВ в кристаллах  $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$  (LGS) на источниках синхротронного излучения BESSY II и ESRF. Рассмотрены новые возможности изучения акустических волновых полей в кристаллах с использованием метода стоячих рентгеновских волн, с использованием дифракции сфокусированного рентгеновского излучения в сагитальной геометрии дифракции и визуализации акустических волновых полей в режиме реального времени

### 1. Анализа полей стоячих рентгеновских волн в акустически промодулированных кристаллах LGS

Поля стоячих рентгеновских волн формируются в процессе интерференции падающей и дифрагированных рентгеновских волн. На источнике синхротронного излучения BESSY II в схеме двухкристального рентгеновского дифрактометра был исследован процесс формирования полей стоячих акустических волн в условиях акустической модуляции кристалла LGS (рис. 1). С помощью

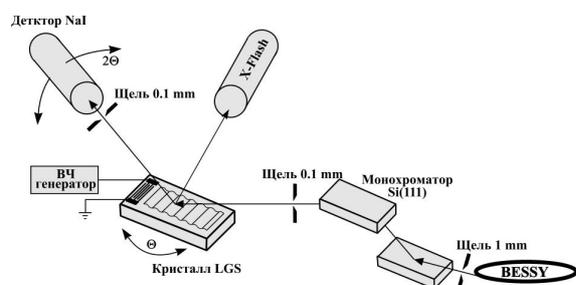
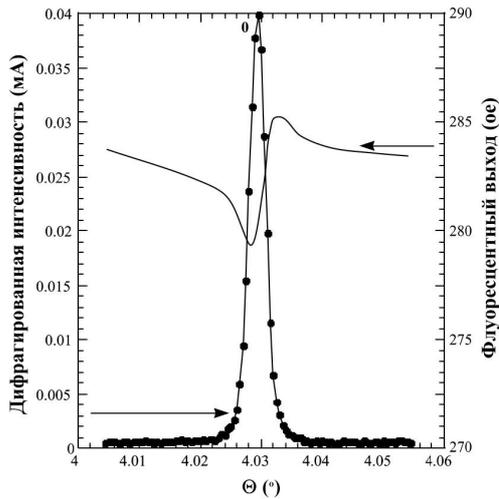
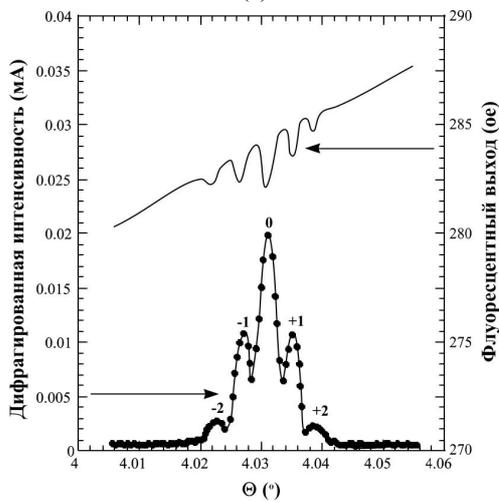


Рис. 1. Экспериментальная схема для анализа полей стоячих рентгеновских волн в акустически промодулированном кристалле LGS.

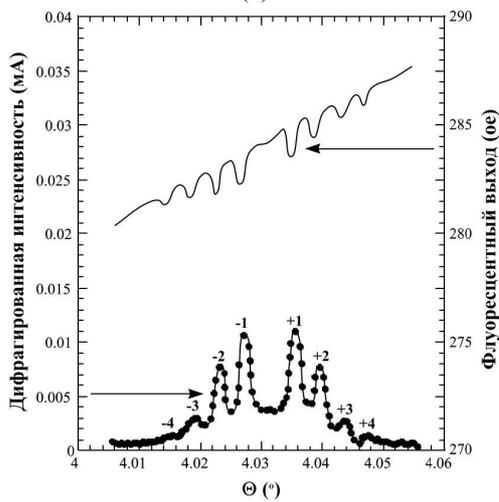
кристалла-монохроматора была выделена энергия рентгеновского излучения  $E = 12$  кэВ, при которой глубина проникновения ПАВ в кристалл превышает длину проникновения рентгеновского излучения (кинематическая дифракция). В качестве исследуемого объекта был использован Y-срез кристалла LGS. На поверхности кристалла был сформирован встречноштыревой преобразователь, который на резонансной частоте  $f = 234$  МГц возбуждает ПАВ с длиной волны  $\Lambda = 10$  мкм. Использование одновременно сцинтилляционного и твердотельного детекторов позволяет одновременно измерять кривую качания и распределение флуоресцентного выхода Ga. Исследования были выполнены для отражения (100) при значении угла Брэгга  $\Theta_B = 4.03^\circ$ . На рис. 2 представлены кривые качания и соответствующее распределение флуоресцентного выхода, полученные при различных амплитудах входного сигнала на ВШП (различных амплитудах ПАВ). На рис. 2(а) представлены кривая качания и флуоресцентный выход Ga в кристалле LGS в отсутствие в акустической модуляции. В этом случае поле стоячей рентгеновской волны формируется только вблизи брэгговского угла. Возбуждение ПАВ с длиной волны  $\Lambda = 10$  мкм приводит к появлению на кривой качания дифракционных сателлитов и, соответственно, к возникновению полей стоячих рентгеновских волн вблизи дифракционных сателлитов (рис. 2(б)). Угловая расходимость между дифракционными сателлитами на кривой качания и, соответственно, между полями стоячих рентгеновских волн в кристалле определяется как  $\Delta\Theta = d/\Lambda$ , где  $d$  — межплоскостное расстояние,  $\Lambda$  — длина волны ПАВ. Амплитуда дифракционных сателлитов и полей стоячих рентгеновских волн определяется амплитудой ПАВ. Увеличение амплитуды ПАВ приводит к увеличению количества наблюдаемых дифракционных сателлитов на кривой качания и полей стоячих рентгеновских волн. При амплитуде входного высокочастотного электрического сигнала на ВШП  $U = 13$  В наблюдается погасание нулевого дифракционного сателлита (рис. 2(в)). Соответственно наблюдается и погасание поля стоячей рентгеновской волны вблизи нулевого дифракционного сателлита при данной амплитуде ПАВ.



(а)



(б)



(в)

Рис. 2.  $GaK_{\alpha}$  флуоресцентный выход и кривые качания Y-среза кристалла LGS, полученные при различных амплитудах входного сигнала на ВШП: (а)  $U = 0$  В; (б)  $U = 7$  В; (в)  $U = 13$  В. Отражение (100),  $\Theta_B = 4.03^\circ$ ,  $f = 234$  МГц,  $\Lambda = 10$  мкм.

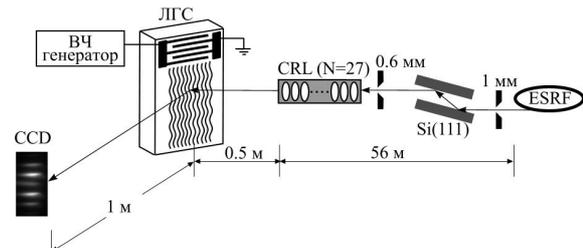
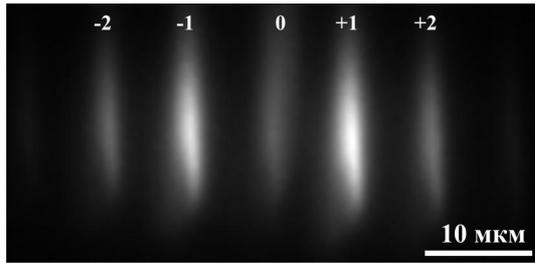


Рис. 3. Экспериментальная схема дифракции рентгеновского излучения на ПАВ в сагитальной геометрии.

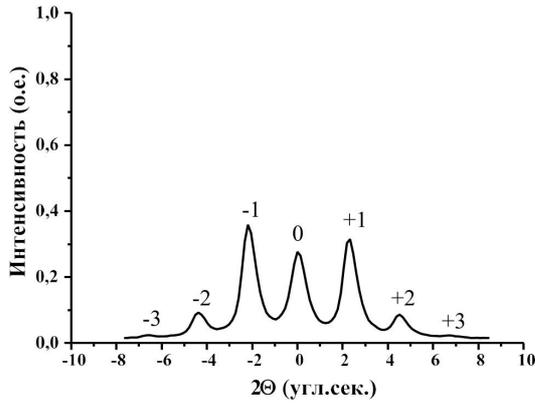
## 2. Дифракция рентгеновского излучения на акустически промодулированном кристалле LGS в сагитальной геометрии

На источнике синхротронного излучения в схеме двухкристального дифрактометра были проведены исследования процесса дифракции рентгеновского излучения в сагитальной геометрии на кристалле LGS, промодулированном ПАВ с длиной волны  $\Lambda = 10$  мкм. Схема эксперимента представлена на рис. 3. В сагитальной геометрии рентгеновское излучение с энергией  $E=12$  кэВ дифрагирует на плоскостях (100) Y-среза кристалла LGS, а ПАВ выступает в качестве дифракционной решетки нормального падения. Для регистрации дифрагированного излучения была использована CCD камера с размером пикселя 0.645 мк, расположенная на расстоянии 1 м от ультразвуковой сверхрешетки. В сагитальной геометрии угловая расходимость между дифракционными сателлитами определяется как  $\Delta\Theta = \lambda/\Lambda$ , где  $\lambda$  - длина волны рентгеновского излучения,  $\Lambda$  - длина волны ПАВ. На расстоянии 1 м от кристалла расходимость между сателлитами составляет 10 мкм. Для визуализации дифракционных сателлитов перед кристаллом LGS был расположен набор из  $N=27$  круглых Ве преломляющих линз, которые фокусируют рентгеновское излучение на расстоянии 1.5 м. Диаметр преломляющей линзы составляет 600 мкм. Для коллимации рентгеновского излучения перед набором преломляющих линз была установлена входная щель  $600 \times 600$  мкм<sup>2</sup>. По вертикали размер фокуса составляет  $\sim 1$  мкм. По горизонтали размер фокуса существенно больше из-за большой расходимости рентгеновского излучения в горизонтальной плоскости. На рис. 4 представлена картина процесса дифракции рентгеновского излучения на ПАВ в сагитальной геометрии (а) и соответствующее угловое распределение дифрагированной рентгеновской интенсивности (б).

Кроме изучения процесс дифракции существует и возможность визуализации акустического волнового поля на поверхности кристалла LGS в режиме реального времени. На

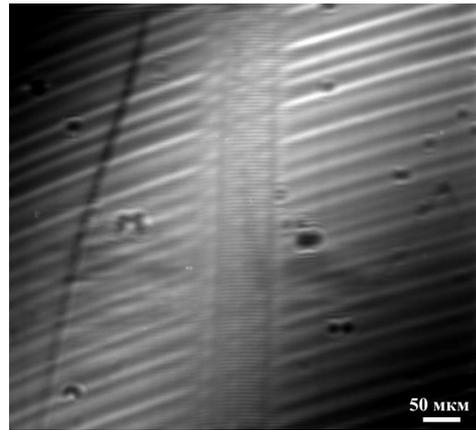


(a)

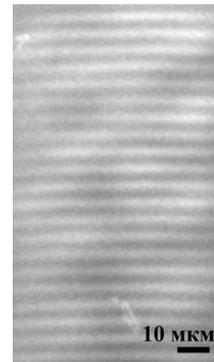


(б)

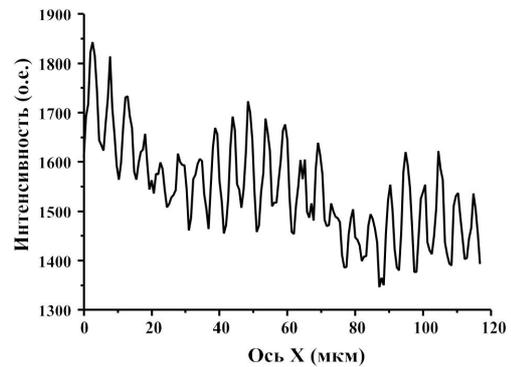
Рис. 4. Дифракция рентгеновского излучения на ПАВ в сагитальной геометрии: (а) дифракционная картина, (б) угловое распределение дифрагированной рентгеновской интенсивности.



(a)



(б)



(в)

Рис. 6. Визуализация акустического волнового поля в режиме реального времени: (а) топограмма полос роста в кристалле LGS и акустического пучка, (б) изображение ПАВ, (в) распределение дифрагированной рентгеновской интенсивности в акустическом волновом поле ПАВ,

рис. 5 представлена оптическая схема визуализации ПАВ. В данной сагитальной геометрии дифрагированное излучение регистрировалось на CCD камере, расположенную на расстоянии 1 м от кристалла LGS, промодулированного ПАВ с длиной волны  $\Lambda = 10$  мкм. На топограмме рис. 6(а) представлено изображение поверхности кристалла, на котором хорошо видны полосы роста) и изображение акустического пучка, которое распространяется вдоль оси X. Можно отметить, что в данной геометрии кристалла LGS отсутствует дифракционная расходимость в акустическом пучке. При более высоком увеличении на топограмме рис. 6(б) можно наблюдать периодическую структуру акустического волнового поля. Период наблюдаемой картины составляет 5 мкм, что в 2 раза меньше длины волны ПАВ  $\Lambda = 10$  мкм. В данной геометрии дифракции рентгеновского излучения реализован эффект Тальбо, соответствующий дифракции

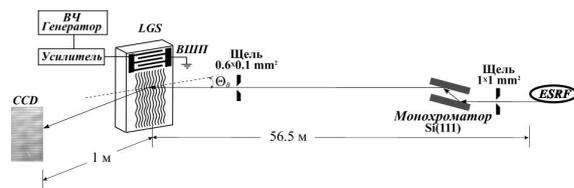


Рис. 5. Экспериментальная схема визуализации акустического волнового поля ПАВ Y-срезы кристалла LGS.

рентгеновского излучения на периодической структуре акустического волнового поля ПАВ. На рис. 6(в) представлено распределение дифрагированного рентгеновского излучения вдоль оси X. Период модуляции рентгеновского излучения составляет 5 мкм и равен половине длины волны ПАВ  $\Lambda = 10$  мкм.

Таким образом, рентгеновские дифракционные методы являются идеальным инструментом для анализа акустических волновых полей в твердых телах.

## Рентгеновская кристаллооптика латерально – квазипериодических систем SiGe

В.И. Пунегов<sup>1</sup>, В.П. Кладько<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Коми Научный Центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия

<sup>2</sup> Институт физики полупроводников им. В.Е. Лашкарева НАН Украины, Киев, Украина  
e-mail: [vpunegov@dm.komisc.ru](mailto:vpunegov@dm.komisc.ru)

Высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия является перспективным неразрушающим методом для анализа полупроводниковых систем с самоорганизованными наноструктурами. Созданные разными методами наноструктуры (квантовые нити и точки (КТ), пористые кристаллы и т.д.), как правило, занимают определенные позиции в латеральной плоскости, тем самым создают тот или иной пространственный порядок. Известно, что высшей степенью пространственного порядка является упаковка атомов в идеальном кристалле. Однако строгая трансляция позиций в решетке практически в природе не встречается. С другой стороны, и идеальный беспорядок в расположении самоорганизованных объектов достигается крайне редко, так как нельзя пренебречь корреляциями между этими объектами, расположенными по соседству друг с другом. Поэтому чаще всего в природе встречается промежуточное состояние между идеальным порядком и идеальным беспорядком.

Для описания корреляций между ближайшими соседями могут быть использованы два подхода, основанные на формализме паракристаллического строения или функции радиального распределения. Паракристаллическая модель или модель возмущенной решетки строится на основе принципа искажений трансляционной симметрии, в то время как модель радиального распределения базируется на введении вероятностной функции нахождения частиц и справедлива только в случае изотропной среды.

Влияние пространственной корреляции КТ и кристаллитов пористой структуры на диффузное рассеяние рентгеновских лучей исследовалось разными авторами как в рамках одномерной паракристаллической решетки [1-2], так и модели радиального распределения [3].

В данной работе на основе концепции идеальной паракристаллической решетки [4] разработана двумерная модель, которая в отличие от одномерной [1-2], позволяет исследовать распределение интенсивности диффузного рассеяния при разных азимутальных угловых положениях образца.

Рассмотрим полупроводниковую систему, состоящую из матрицы (подложка кремния), на которой осажден тонкий слой другого вещества,

например, германия. В результате самосборки на поверхности образца формируются островки SiGe. В условиях дифракции рентгеновских лучей интенсивность отражения от этих островков крайне мала и на лабораторных источниках фактически не регистрируется. Однако имеется заметный выход диффузного рассеяния от поверхностного слоя кремния, искаженного наведенными деформациями от квантовых точек SiGe. Для когерентного рассеяния приповерхностный слой можно смоделировать в виде градиентного слоя SiGe. Численное решение такой задачи хорошо известно. Выражение для интенсивности диффузного рассеяния запишем в виде

$$I_h^d(q_x, q_z) = |a_h^D|^2 (1 - f_D^2) \int_{-\infty}^{+\infty} dq_y L(q_x, q_y) \bar{r}(q) \quad (1)$$

Приведенная латеральная площадь корреляции наноструктур представима как произведение  $L(q_x, q_y) = F_{a1}(q_x, q_y) F_{a2}(q_x, q_y)$ , где интерференционные корреляционные длины в направлениях базисных векторов паракристаллической решетки  $a_1$  и  $a_2$  имеют вид

$$F_b(q_x, q_y) = 1 + \frac{2}{N_b} \times \operatorname{Re} \left( \frac{Z_b(q_x, q_y) (1 - Z_b(q_x, q_y)) N_b - (1 - Z_b(q_x, q_y))^{N_b}}{(1 - Z_b(q_x, q_y))^2} \right) \quad (2)$$

Здесь индекс  $b = a_1, a_2$ ,

$$Z_b(q_x, q_y) = \exp(iq_x T_b) f_b(q_x) f_b(q_y),$$

$f_b(q_{x,y}) = \langle \exp(iq_{x,y} t^b) \rangle$ ,  $t^b$  - компоненты случайного вектора, при этом если основной осью рассмотрения будет  $a_1$ -направление, то  $\langle t^{a_1} \rangle = T_{a_1}$  задает средний период решетки в этом направлении и  $\langle t^{a_2} \rangle = 0$ ,  $N_b$  - число наноструктур в направлении базисных векторов паракристаллической решетки.

Остальные обозначения приведены в [5].

На основе статистической теории дифракции, с использованием (1) и (2), проведено численное моделирование углового распределения когерентного и диффузного рассеяния.

Градиентный приповерхностный слой SiGe, моделирующий КТ и смачивающую пленку, имеет толщину 6 нм. Форма КТ взята в виде усеченного конуса с проникающими деформациями в кремневую матрицу.

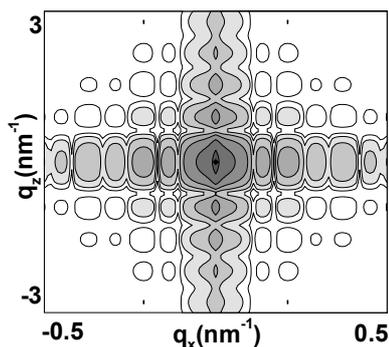


Рис. 1. Карта распределения интенсивности рассеяния от системы SiGe/Si с хаотически распределенными островками одного размера.

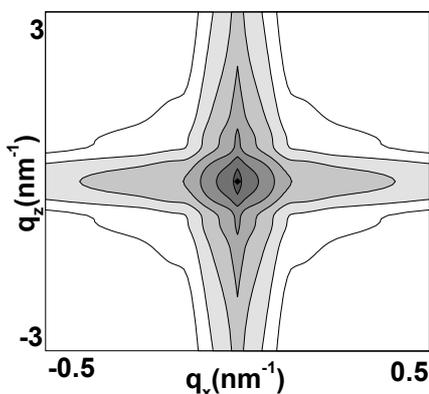


Рис. 2. Карта распределения интенсивности рассеяния от системы SiGe/Si с хаотически распределенных островков разного размера. Дисперсия флуктуаций размеров КТ в вертикальном и латеральном направлении 30%.

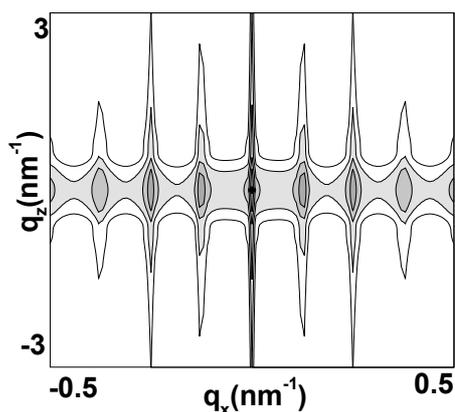


Рис. 3. Карта распределения интенсивности рассеяния от системы SiGe/Si с квазипериодическим расположением островков. Дисперсия периода  $\sigma_T = 0.05 \times T$ .

Для расчетов хуанговского диффузного рассеяния от псевдосферических включений нижнее основание КТ моделировалось

эллиптической поверхностью. Высота островков составляла 10nm, нижний радиус – 20nm, верхний 15 nm. Среднее расстояние между островками 50 nm.

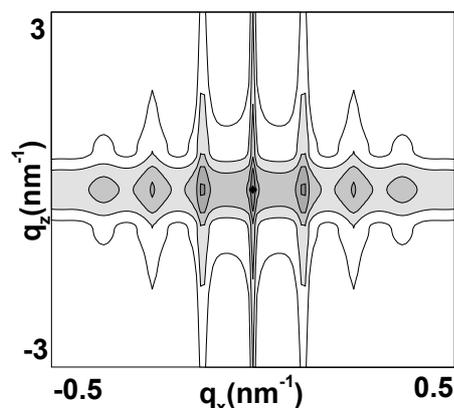


Рис. 4. Карта распределения интенсивности рассеяния от системы SiGe/Si с квазипериодическим расположением островков. Дисперсия периода  $\sigma_T = 0.1 \times T$ .

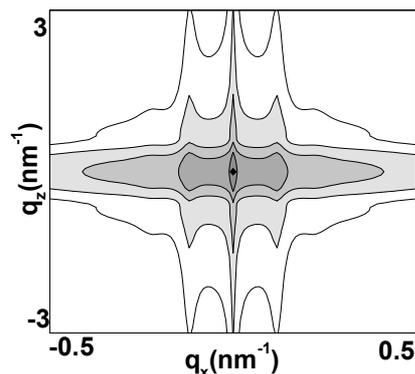


Рис. 5.. Карта распределения интенсивности рассеяния от системы SiGe/Si с квазипериодическим расположением островков. Дисперсия периода  $\sigma_T = 0.2 \times T$ .

Рассмотрено симметричное отражение (004) перпендикулярно поляризованного  $\text{CuK}_\alpha$ -излучения от системы SiGe/Si (001). Расчеты выполнены для разной степени латерального порядка КТ.

Карта распределения интенсивности рассеяния от хаотически распределенных островков SiGe одного размера показана на рис. 1. Поскольку процесс самоорганизации наноструктур фактически исключает образование совершенно одинаковых по размеру островков, на рис.2 представлены контуры равной интенсивности от системы с КТ разного размера. Дисперсия распределения КТ по размеру составляла 30%. Видно, что характерные размерные осцилляции исчезли.

Следующим шагом численного моделирования служило исследование распределения интенсивности рассеяния в зависимости от степени структурного порядка в расположении островков. Если наноструктуры имеют хороший латеральный порядок (дисперсия периода  $\sigma_T = 0.05 \times T$ ), распределение интенсивности рассеяния выявляет четко обрисованную сателлитную структуру (рис.3). Увеличение флуктуаций периода в два раза размывает эту структуру, однако ближайшие к брэгговской полосе диффузные максимумы сохраняются (рис.4). При значении  $\sigma_T = 0.2 \times T$  остаются только сателлиты первого порядка (рис.5), а дальнейшее увеличение дисперсии в два раза ( $\sigma_T = 0.4 \times T$ ) приводит к подавлению всей сателлитной структуры (рис.6). В отличие от полного хаотического распределения КТ, наблюдается удлинение контуров равной интенсивности в латеральном направлении.

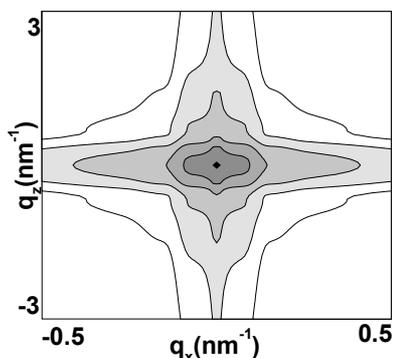


Рис. 6. Карта распределения интенсивности рассеяния от системы SiGe/Si с квазипериодическим расположением островков. Дисперсия периода  $\sigma_T = 0.4 \times T$ .

На рис. 7 показано поведение интерференционных корреляционных длин  $F(q_x) = \int_{-\infty}^{\infty} dq_y F_b(q_x, q_y)$  в зависимости от величины дисперсии периода.

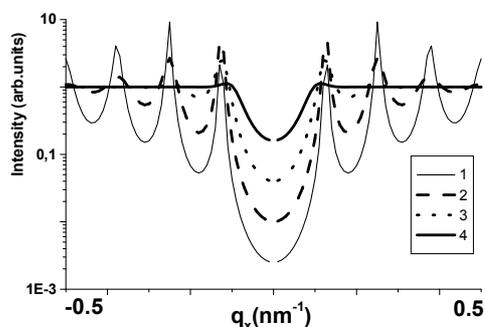


Рис. 7. Угловые зависимости интерференционных корреляционных длин латерального расположения КТ: 1-  $\sigma_T = 0.05 \times T$ ; 2-  $\sigma_T = 0.1 \times T$ ; 3-  $\sigma_T = 0.2 \times T$ ;  $\sigma_T = 0.4 \times T$

Профили  $q_z$ -сечений когерентного рассеяния от подложки Si (001) и системы SiGe/Si (001), а также полного (когерентного и диффузного) рассеяния вблизи узла обратной решетки (004) показаны на рис. 8.

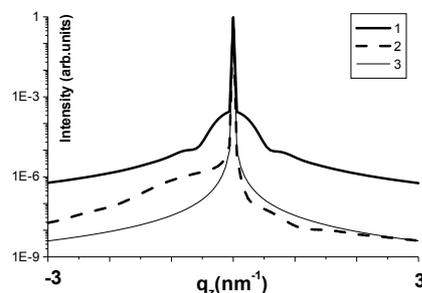


Рис. 8.  $q_z$ -сечения рассеяния от системы SiGe/Si (001) вблизи узла обратной решетки (004): 1- полного (когерентного и диффузного) рассеяния; 2- когерентного рассеяния; 3-от подложки Si (001).

В качестве примера на рис. 9 показана экспериментальная карта распределения интенсивности рассеяния от системы КТ SiGe/Si в условиях косой съемки вблизи узла (113).

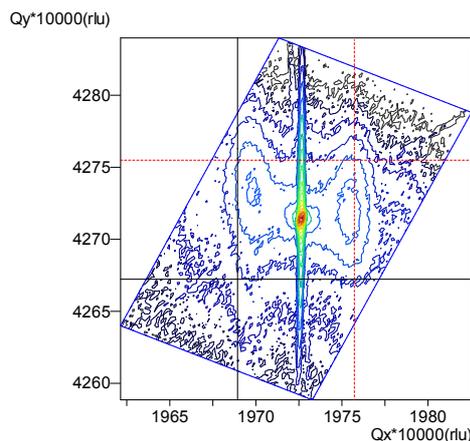


Рис. 9. Экспериментальная карта распределения интенсивности рассеяния от системы SiGe/Si с КТ. Асимметричное отражение (113)  $\text{CuK}_\alpha$ -излучения.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 10-02-00445-а) и Программы развития вычислительных, телекоммуникационных и информационных ресурсов УрО РАН - РЦП-2010 (проект П1)

[1] Schmidbauer M., Hanke M., Köhler R. Phys. Rev. B. 75, 045343 (2007)  
 [2] Пунегов В.И., Ломов А.А. Письма в ЖТФ, 34, N 6, 30 (2008)  
 [3] Бушуев В.А. Поверхность. N 9, 29 (2007)  
 [4] Eads J.L., Millane R.P. Acta Cryst. A. 57, 507 (2001)  
 [5] Пунегов В.И. Письма в ЖТФ, 34, N 20, 8 (2008)

## Связь уровней Такаги и теплопроводности в условиях полной переборки

А.Е. Мовсисян, А.Р. Мкртчян, В.Р. Кочарян

Институт прикладных проблем физики НАН РА, Ереван, Армения

e-mail: [artur@iapp.sci.am](mailto:artur@iapp.sci.am)

Изучение особенностей динамической дифракции ангстремных длин волн при наличии внешних воздействий (температурный градиент, акустическое поле) [1-5] представляет большой интерес. В работе [1] экспериментально показано, что при присутствии определенных условий температурного градиента (ТГ) и акустических волн, происходит полная переборка рентгеновских лучей от направления прохождения в направлении отражения..

Настоящая работа посвящена изучению температурного поля внутри кристалла и пространственного распределения функции смещения от положения равновесия атомов, когда кристалл помещен в разных средах с разными коэффициентами теплоотдачи.

При заданном ТГ, в связи с теплообменом между кристаллом и окружающей среды по толщине пластинки монокристалла в направлении от центра кристалла к его боковым граням появляется дополнительный ТГ, приводящий к деформациям атомных плоскостей..

Допустим, кристалл имеет форму прямого параллелепипеда с размерами  $a$ ,  $2b$ ,  $2c$ . Тогда, исходя из симметрии, координатные оси можно выбрать по главным осям симметрии кристалла (рис.1)

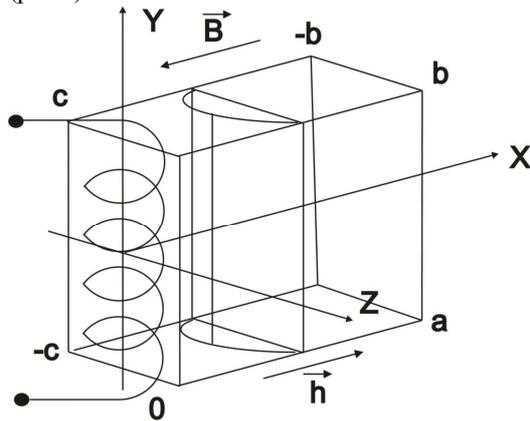


Рис. 1. Схематическая картина воздействия температурного градиента на монокристалл кварца

Дифракция рентгеновского излучения на искаженных монокристаллах описывается с помощью уравнений Такаги, которые при выборе координатных осей, как показано на рис.1, примут следующий вид:

$$\frac{2i}{k_h} (\cos \theta \frac{\partial \bar{D}_h}{\partial z} - \sin \theta \frac{\partial \bar{D}_h}{\partial x}) + \quad (1)$$

$$C \chi_h \bar{D}_0 e^{-i\bar{h}\bar{U}} + (\chi_0 - \alpha) \bar{D}_h = 0$$

$$\frac{2i}{k_0} (\cos \theta \frac{\partial \bar{D}_0}{\partial z} + \sin \theta \frac{\partial \bar{D}_0}{\partial x}) + \chi_0 \bar{D}_0 + C \chi_h \bar{D}_h e^{i\bar{h}\bar{U}} = 0$$

В системе уравнений (1)  $\alpha = -2 \sin 2\theta_b \Delta \theta_b$  - параметр характеризующий отклонение от точного угла Брэгга,  $k = 2\pi / \lambda$  - волновое число рентгеновского кванта в вакууме,

$$\chi = \sum_{m=0}^{\infty} \chi_m e^{-i\bar{h}_m(\bar{r} - \bar{U}(\bar{r}))} \text{ - поляризуемость для}$$

искаженных кристаллов, где  $\bar{U}(\bar{r})$  - функция смещения атомов кристалла от положения равновесия.

В случае падающей плоской волны система уравнений (1) принимает следующий вид:

$$\frac{d^2 D_h}{dz^2} - i \frac{k_h(\chi_0 - \alpha) + k_0 \chi_0 - 4k_0 \sin \theta \cos \theta \frac{\partial U_x}{\partial z}}{2 \cos \theta} \frac{d D_h}{dz} - \frac{(k_0 k_h ((\chi_0 - \alpha) \chi_0 - C^2 \chi_h \chi_h) - 4(\chi_0 - \alpha) k_0 k_h \sin \theta \cos \theta \frac{\partial U_x}{\partial z})}{4 \cos^2 \theta} D_h = 0 \quad (2)$$

$$\frac{d^2 D_0}{dz^2} - i \frac{\chi_0 k_0 + k_h(\chi_0 - \alpha) + 4k_0 \sin \theta \cos \theta \frac{\partial U_x}{\partial z}}{2 \cos \theta} \frac{d D_0}{dz} - (k_0^2 \chi_0 \frac{\partial U_x}{\partial z} \frac{\sin \theta}{\cos \theta} + \frac{(\chi_0 - \alpha) \chi_0 - C^2 \chi_h \chi_h}{4 \cos^2 \theta} k_0 k_h) D_0 = 0$$

Краевые условия полученных уравнений имеют следующий вид:

$$D_0(-b) = 1$$

$$D'_0(-b) = i \frac{\chi_0 k_0}{2 \cos \theta} \quad (3)$$

$$D_h(-b) = 0$$

$$D'_h(-b) = i \frac{\chi_h k_h}{2 \cos \theta} \quad (4)$$

Для решения системы уравнений (2) с граничными условиями (3) и (4) нужно найти функции смещения атомов от положения равновесия  $\bar{U}(\bar{r})$ , которая в общем случае является тензором.

$$u_i = e_{ij} x_j$$

где  $e_{ij} = \partial u_i / \partial x_j$  компоненты симметричного полярного тензора 2-го ранга деформаций.

При однородном изменении температуры на величину  $\Delta T$  кристалл испытывает однородную деформацию, описываемую уравнением

$$e_{ij} = \alpha_{ij} \Delta T \quad (5)$$

где  $\alpha_{ij}$  - компоненты тензора 2-го ранга теплового расширения по соответствующим направлениям. Но при выборе координатных осей вышеуказанным способом (см. рис. 1), для кристалла кварца тензор принимает

диагональный вид: 
$$\begin{pmatrix} a_{11} & 0 & 0 \\ 0 & a_{11} & 0 \\ 0 & 0 & a_{33} \end{pmatrix}$$
. Из (2) и (3)

для смещения имеем:

$$\frac{\partial u_i}{\partial x_j} = \alpha_{ij} \Delta T \quad (6)$$

В задачах дифракции заметный вклад на дифракционные процессы дает та компонента вектора смещения  $\vec{U}(\vec{r})$ , которая направлена вдоль вектора дифракции  $\vec{h}$ . В частности если вектор дифракции направлен вдоль  $x$ , то для  $U_x$  имеем:

$$U_x = \int_0^x \alpha_x \Delta T(\xi, y, z) d\xi \quad (7)$$

Задача сводится к нахождению температурного поля внутри кристалла и следовательно к решению уравнения теплопроводности для анизотропной среды.

Допустим на поверхности кристалла  $x=0$  поддерживается температура  $T_1$ , а на  $x=a$  (где  $a$  размер кристалла по оси  $x$ )  $T_2$ . Тогда на поверхностях  $z=b$  и  $z=-b$  имеет место свободный теплообмен со средой температурой  $T_2$ .

$$\begin{aligned} \chi_1 \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \chi_3 \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} &= 0 \\ T(0, z) &= T_1, \quad T(a, z) = T_2 \\ \frac{\partial T}{\partial z} + h(T - T_2) &= 0, \quad z = b \\ \frac{\partial T}{\partial z} - h(T - T_2) &= 0, \quad z = -b \end{aligned} \quad (8)$$

здесь  $\chi_1, \chi_3$  - коэффициенты теплопроводности по осям  $x$  и  $z$  соответственно, а  $h = H/\chi_3$ , где  $H$  коэффициент теплоотдачи кристалл-среда. Решая систему уравнений (8) получим:

$$\begin{aligned} T(x, z) &= T_2 + 2h(T_1 - T_2) \\ &\sum_{n=1}^{\infty} \frac{sh\beta_n(a-x) \cos \sqrt{\frac{\chi_1}{\chi_2}} \beta_n z}{\beta_n sh(\beta_n a) \cos \beta_n b [(\beta_n^2 + h^2)b + h]} \end{aligned} \quad (9)$$

где  $\beta_n$  решение следующего трансцендентного уравнения

$$\beta_n \operatorname{tg} \beta_n b = h \quad (10)$$

Подставляя (9) в (7) для компонента функции смещения  $U_x$  получаем

$$\begin{aligned} U_x(x, z) &= -2h\alpha_{11}(T_1 - T_2) \\ &\sum_{n=1}^{\infty} \frac{ch\beta_n(a-x) \cos \sqrt{\frac{\chi_1}{\chi_2}} \beta_n z}{\beta_n sh(\beta_n a) \cos \beta_n b [(\beta_n^2 + h^2)b + h]} \end{aligned} \quad (11)$$

В рис.2 представлено пространственное распределение температурного поля внутри кристалла кварца.

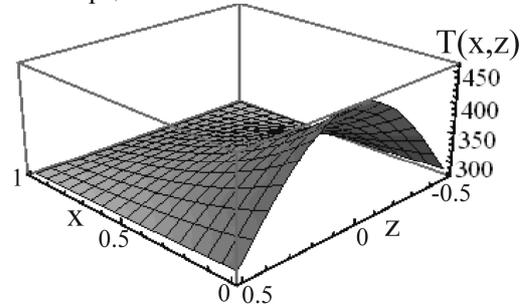


Рис.2 Пространственное распределение температурного поля внутри кристалла

Для атомных плоскостей  $(10\bar{1}1)$  кристалла кварца пространственная картина функции смещения представлена в рис.3.

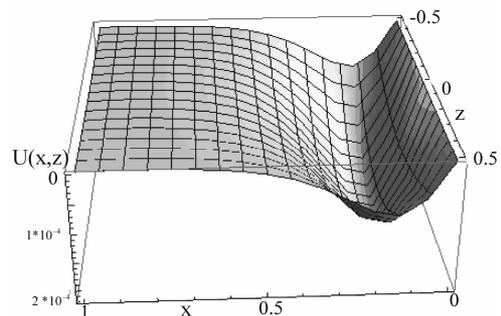


Рис.3 Трехмерная картина функции смещения

Решая систему уравнений (2) с учетом (11), используя вышеуказанные краевые условия (3) и (4), решение можно написать в аналитическом виде

$$D_h(z) = \frac{-8i\chi_h \cos \theta \exp[-1/2ik_r \cos^{-1} \theta (\alpha - \chi_0)(b - z)]}{|\chi_h|^2 \{rH_{L_1}(L_2 - L_3b)F(1 - \frac{L_1}{2}; \frac{3}{2}; (L_2 - L_3b)^2) + \frac{\{H_{L_1}(L_2 + L_3z)F(-\frac{L_1}{2}; \frac{1}{2}; (L_2 - L_3b)^2) + [k_h\alpha + k_0\chi_0 - k_h\chi_0] - 4(-1)^4 \sqrt{k_0 r \sin \theta} + H_{L_1}(L_2 - L_3b)}{H_{L_1}(L_2 - L_3b)F(-\frac{L_1}{2}; \frac{1}{2}; (L_2 - L_3b)^2)} F(-\frac{L_1}{2}; \frac{1}{2}; (L_2 + L_3z)^2)\}}{-4bk_0 \sin \theta H_{L_1}(L_2 - L_3b)F(1 - \frac{L_1}{2}; \frac{3}{2}; (L_2 - L_3b)^2)}$$

где  $H_n(x)$  полиномы Эрмита, а  $F(a; b; c)$  вырожденные гипергеометрические функции

$$\begin{aligned} L_1 &= -\frac{1}{8} ik_r r |\chi_h|^2 \operatorname{tg} \theta \cos^{-1} \theta \\ L_2 &= \frac{(-1)^4 \sqrt{r} (k_h \alpha + k_0 \chi_0 - k_h \chi_0)}{2\sqrt{k_0} \sin 2\theta} \\ L_3 &= (-1)^4 \sqrt{\frac{k_0 \sin \theta}{r}} \end{aligned} \quad (12)$$

$$r = \frac{\beta_n \operatorname{sh}(\beta_n a) ((\beta_n^2 + h^2)b + h) \cos b\beta_n}{2h(T_1 - T_2) \alpha_{11} \beta_n \cos \sqrt{\frac{\chi_1}{\chi_2}} b \beta_n \operatorname{ch} \beta_n (a - x)}$$

На рис.4 приведены результаты теоретических расчетов. Кривые вычислены для монокристалла кварца шириной 1мм. Приведены зависимости относительной интенсивности для сред с разными теплоотдачами от значения ТГ для плоскостей  $(10\bar{1}1)$ . Из рис. 4 видно, что чем сильнее теплоотдача, тем быстрее кривые насыщаются, а при малом значении теплоотдачи кривая насыщается, не достигая единицы. Это является результатом того, что деформация в кристалле не достигает нужного изгиба соответствующей полной переборки. При этом кристалл нагревается. Следует отметить, что для проходящего пучка рентгеновских лучей получаются кривые точно наоборот, т.е. при увеличении ТГ интенсивность пучка убывает практически до нуля.

Функция смещения (11) при условии полной переборки единственна и одновременно удовлетворяет уравнениям и Такаги и теплопроводимости.

Показано, что перпендикулярно приложенный к атомным плоскостям температурный градиент приводит к изгибу атомных плоскостей.

Для монокристалла кварца линейный коэффициент теплового расширения в направлении составляющем угол  $\varphi$  с оптической осью определяется следующим образом

$$\alpha_\varphi = \alpha_{33} + (\alpha_{11} - \alpha_{33}) \sin^2 \varphi \quad (14)$$

Фактически предложен метод для расчета функций смещения (см выр. 11) при разных осях симметрии кристалла, т.е. определить фактор Дебая-Уолллера.

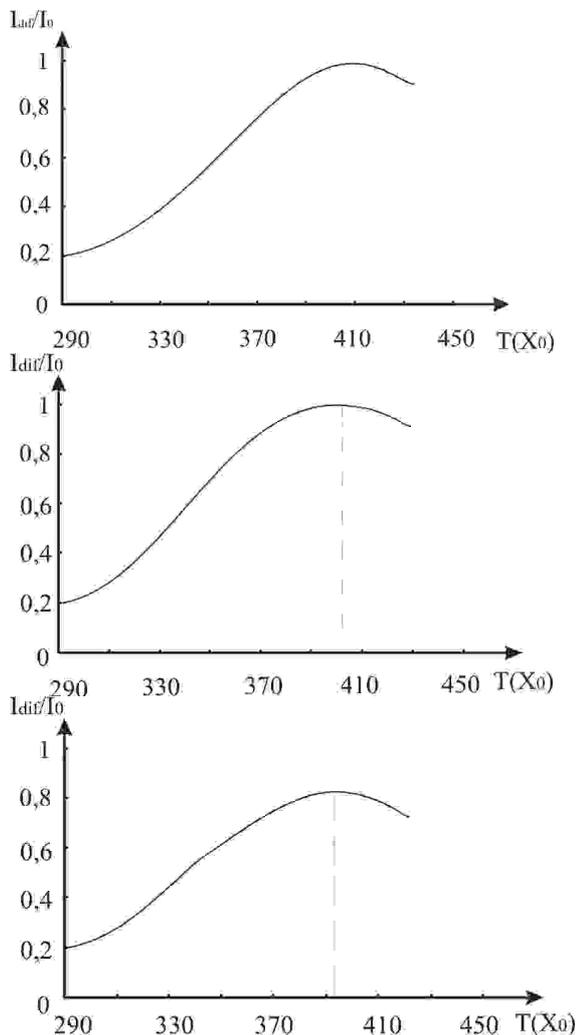


Рис.4 Зависимость относительной интенсивности пучка рентгеновских лучей от нагревающегося края для коэффициента теплоотдачи соответственно  $h = 0.0005$ ,  $h=0.001$ ,  $h=0.0001$

[1] Мкртчян А.Р., Навасардян М.А., Мирзоян В.К.// Письма в ЖТФ. 1982. № 8. С. 677.  
 [2] Mkrтчян A.R., Navasardyan M.A., Gabrielyan R.G. // Phys. Lett. 1986. A116, С. 444.  
 [3] Mkrтчян A.R., et al.// Solid State Commun. 1986. 59, С. 147.  
 [4] Мовсисян А.Е.// Известия НАН Армении, Физика, т.45, N4, с.281-284 (2010),  
 [5] A. Mkrтчян, A. Movsisyan, V. Kocharyan, V. Mirzoyan.// Acta Crystallographica A 61, p434, 2005

## Секционная топография однородно изогнутого кристалла

И.А. Смирнова, Э.В. Суворов, Е.В. Шулаков\*

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия

\* Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка, Россия

e-mail: [irina@issp.ac.ru](mailto:irina@issp.ac.ru),

В настоящей работе методами секционной топографии на отражение и численного моделирования исследуется картина интерференционных полос однородно деформированного кристалла (гетероструктуры  $\text{Si}_{(1-x)}\text{Ge}_x/\text{Si}$ ).

В рентгеновской топографии идеальных монокристаллов при дифракции узко коллимированного квазимонохроматического пучка наблюдается картина интерференционных полос в геометрии Брэгга с квазипериодом  $\tau$  [1-4]. Распределение амплитуды рассеянной волны на поверхности образца описывается формулой:

$$D_n = \exp(-\mu x / 2 \cos \theta) [J_0(\pi x / \tau) + J_2(\pi x / \tau)]$$

Здесь  $\mu$  - линейный коэффициент фотоэлектрического поглощения,  $J_n$  - цилиндрические функции Бесселя  $n$  - порядка,  $\tau = \lambda \cos \theta / C \chi_h$  - экстинкционная глубина по Лауэ,  $C$  - поляризационный фактор. Первое слагаемое в (1) описывает рассеяние первичной волны в объеме кристалла. Второе - соответствует рассеянной волне, зеркально отраженной от входной грани кристалла. Функция  $J_2(\pi x / \tau)$  существенно отличается от функции  $J_0(\pi x / \tau)$ , взятой со знаком минус, только в области  $x / \tau < 1.5$ . Это означает, что зеркально отраженная волна при  $x / \tau > 1.5$  сдвинута по фазе относительно первичной примерно на  $\pi$ . Такое поведение зеркальной волны приводит к тому, что результирующая амплитуда рассеянной волны имеет на поверхности кристалла, вблизи точки входа излучения в образец, яркий выброс интенсивности с амплитудой 100% и шириной на половине высоты равной  $0.5\tau$ . Первый минимум расположен на расстоянии  $1.25\tau$ . Так интенсивности первых трех боковых максимумов по отношению к главному максимуму имеют величины 1.5%, 0.3% и 0.1%, соответственно. Экспериментальное наблюдение этих полос возможно только при значительной переэкспозиции изображения [5, 6]. Итого, в области  $x / \tau \gg 1.5$  мы имеем нулевую амплитуду рассеянной волны в условиях, когда амплитуды объемной и зеркальной волны существенно отличаются от нуля. Внесение любого дефекта в эту область изменяет фазовое соотношение между волнами первого и второго типов, и изображение дефекта становится ясно видимым. Мы наблюдали в геометрии Брэгга на расстоянии более чем 0.5 мм от точки входа излучения в образец контрастное изображение

дефектов кулоновского типа [5]. Этот контраст не связан с дальнедействующими полями напряжений - на таких расстояниях они слишком слабые, как не связан он и с "волноводными механизмами рассеяния" [6], т.к. эффект первичной экстинкции в случае падающей сферической волны отсутствует [5].

Другой тип интерференционных полос в геометрии на отражение это интерференционные деформационные полосы. Такие полосы впервые наблюдались на топограммах кристалла с аморфной окисной пленкой переменной толщины [7]. Интерпретация этого явления была впервые дана в терминах геометрической оптики в работах [8,9].

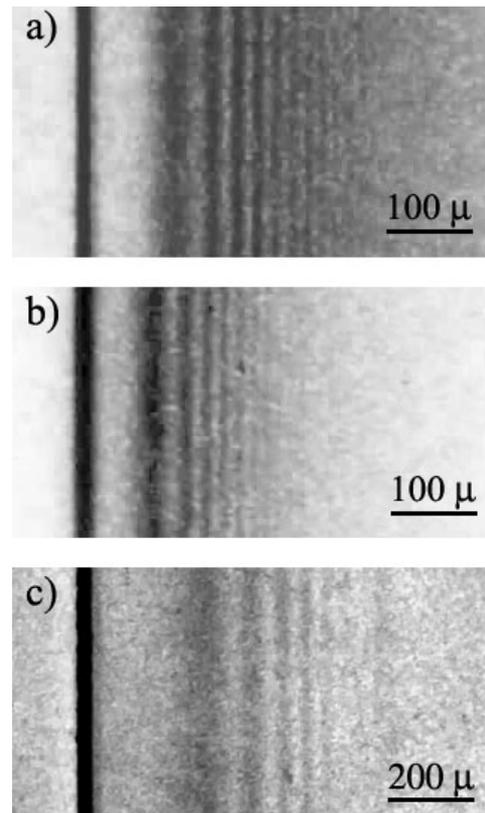


Рис.1 Фрагменты топограмм. Отражение  $\text{Si}(004)$ , излучение  $\text{MoK}_{\alpha 1}$ :  
а) образец № 2,  $R=-54$  метра, б) № 1,  $R=37$ ;  
излучение  $\text{CuK}_{\alpha 1}$  в) № 1,  $R=-37$ .

Исследуемыми кристаллами являлись упруго изогнутые тонкослойные гетероструктуры  $\text{Si}_{(1-x)}\text{Ge}_x/\text{Si}$ : образец № 1 - содержание Ge в твердом растворе  $x=0,15$ , толщина  $\text{SiGe}$  пленки  $t_f=200\text{nm}$

и образец № 2 -  $x=0,3$ ,  $t_f=80$  nm. Подложка кремния Si(001) толщиной  $t=0.53$  мм. Нелегированный псевдоморфный слой был выращен на подложке кремния методом молекулярно-лучевой эпитаксии. Согласно данным двухкристалльных кривых качания в образцах № 1 и 2 релаксация напряжений равна нулю. И поэтому радиус изгиба упруго изогнутых гетероструктур можно оценить по формуле Стоуни [10].

На рис.1 представлены экспериментальные секционные топограммы кристаллов кремния с  $Si_{(1-x)}Ge_x$  пленкой. Плоскость регистрации расположена перпендикулярно отраженному излучению. На рисунках слева хорошо виден яркий брэгговский максимум. Справа система параллельных интерференционных полос с постепенно уменьшающейся интенсивностью и периодом. Эти полосы формируются в области, где интенсивность для идеального кристалла практически равна нулю. Это и есть интерференционные деформационные полосы однородно изогнутого кристалла. С уменьшением радиуса изгиба кристалла  $R$  (рис. 1a, b) полосы сгущаются и сдвигаются в сторону меньших расстояний от брэгговского максимума. На фрагментах топограмм наблюдается до девяти интерференционных полос. На рис. 1a первая интерференционная полоса находится от основного максимума на расстоянии  $105\mu m$ , рис.1b -  $81\mu m$ , 1c -  $290\mu m$ . Наблюдаемая интерференционная картина не привязана к локальной области кристалла и связана с однородным изгибом кристалла. Это подтверждается тем, что при смещении точки падения первичного пучка вдоль поверхности кристалла период полос и видность интерференционной картины сохраняются. Интерференционная картина сохраняется также и при произвольном повороте кристалла вокруг вектора обратной решетки. И последнее, период интерференционных полос сохраняется по всей высоте секционной топограммы.

Для анализа распределения интенсивности на выходной поверхности кристалла использовалось численное моделирование с помощью системы дифференциальных уравнений Такаги. Поле смещений  $U=(u_x, u_y, u_z)$  в плоскости рассеяния  $XZ$  для цилиндрически изогнутой пластины толщиной  $t$  с радиусом изгиба нейтральной плоскости  $R$  имело вид:

$$u_z(x, z) = x^2 / 2R + v(z - t/2)^2 / 2R$$

Ось  $Z$  параллельна внутренней нормали к поверхности кристалла,  $X$  направлена вдоль поверхности кристалла. Радиус изгиба положительный – кристалл расположен выгнутой стороной к источнику излучения.

Сопоставление экспериментальных и теоретических распределений интенсивности по уравнениям Такаги позволяет определить радиус

изгиба кристаллов (4%). Полученный радиус изгиба соответствует оценке полученной по формуле Стоуни.

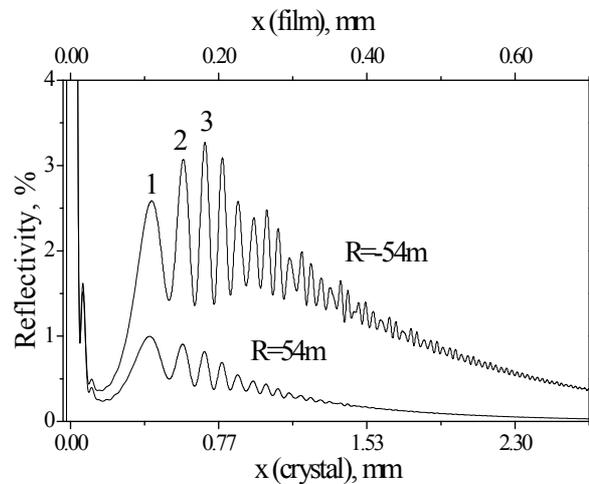


Рис.2 Моделирование дифракционного эксперимента

Полученные теоретические распределения интенсивности хорошо согласуются с экспериментальными данными. Расчетный график распределения интенсивности на выходной поверхности кристалла для излучения  $MoK_{\alpha 1}$  при радиусе изгиба 54 метра, но разных знаках представлен на рис.2. На графиках справа выброс интенсивности с амплитудой 100%. Интенсивности первых шести максимумов по отношению к главному максимуму имеют величины 2.59%, 3.07%, 3.27%, 3.09%, 2.58%, 2.39% для  $R=-54m$ . Соответственно 0.997%, 0.91%, 0.82%, 0.69%, 0.55%, 0.47% для  $R=54m$ . Хорошо видно, что независимо от знака изгиба кристалла при увеличении расстояния интенсивность убывает экспоненциально. Интегральная интенсивность в боковых максимумах при отрицательном радиусе изгиба кристалла существенно больше. Для излучения  $CuK_{\alpha 1}$  устойчивую систему интерференционных полос можно наблюдать только при отрицательном знаке радиуса изгиба (рис.1c). В эксперименте изменение знака достигается простым поворотом кристалла вокруг оси  $X$  на 180 градусов.

Численное моделирование дифракционного эксперимента позволяет в большом диапазоне радиусов изгиба кристалла построить зависимости положения максимумов интенсивности  $x$  как от их номера  $n$ , так и от радиуса изгиба. Положения максимумов интенсивностей, рассчитанные по уравнениям Такаги для трех радиусов изгиба и наблюдаемые в эксперименте (см. рис. 1a) приведены на рис. 3.

Аппроксимация положения первого интерференционного максимума методом наименьших квадратов в зависимости от радиуса

изгиба  $R$  и действительной части структурной амплитуды рассеяния кристалла  $F_h$  позволяет предложить следующую формулу  $x_1(R, F_h) = A(F_h R^2)^{1/3}$  (где  $A$  - const).

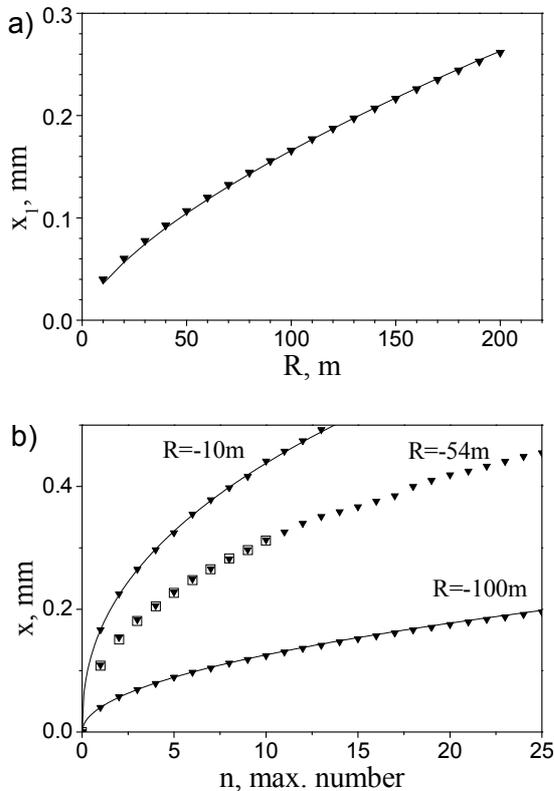


Рис.3 а) Положение первого максимума интенсивности, б) Положения максимумов интенсивности. Треугольники – моделирование ( $\sigma$ -поляризация), квадраты – эксперимент, сплошная линия – аппроксимация.

Положение максимумов интенсивности на выходной поверхности кристалла от номера максимума аппроксимируется формулой  $x_n(R) = x_1(R)n^p$ , где  $p$  изменяется от 0.496 ( $R=10\text{m}$ ) до 0.403 ( $R=200\text{m}$ ),  $n$  – номер максимума. Данная аппроксимация не согласуется с теоретическими выводами работ [8-9]. На рис.3 сплошной линией построена аппроксимация для  $R=10\text{m}$ :  $x_1=40.08\mu\text{m}$ ,  $p=0.496$  и  $R=100\text{m}$ :  $x_1=166.499\mu\text{m}$ ,  $p=0.427$ .

Выводы:

В настоящей работе исследованы интерференционные полосы, связанные с однородным сферическим изгибом подложки тонкой пленкой SiGe. Методом секционной топографии проведены эксперименты на образцах с различными значениями радиуса изгиба. В качестве однородно изогнутых кристаллов использовались гетероструктуры  $\text{Si}_{(1-x)}\text{Ge}_x/\text{Si}$ , полученные методом молекулярно-лучевой эпитаксии. Показано, что в исследуемых образцах возникающие внутренние напряжения,

связаны только с несоответствием параметров решеток пленки и подложки, при этом значение радиуса изгиба находится в соответствии с формулой Стоуни.

Таким образом:

1) Наблюдаемые в геометрии Брэгга интерференционные полосы, в отличие от полос идеального кристалла, имеют существенно более высокую интенсивность и контраст. Это позволяет рекомендовать указанную интерференционную картину для точной оценки радиусов изгиба образцов.

2) Положение максимумов интенсивности не зависит от знака изгиба кристалла. В то же время при отрицательном знаке радиуса изгиба кристалла (положительный градиент деформации  $B$ ) наблюдаются полосы более высокого контраста (см. рис.1, 2).

3) По результатам моделирования дифракционного эксперимента положение первого интерференционного максимума  $x_1$  от радиуса изгиба аппроксимируется формулой:  $x_1(R, F_h) = A(F_h R^2)^{1/3}$ , где  $A$  - const. Положения последующих  $n$  – максимумов оценивается как  $x_n(R) = x_1(R)n^p$ , где показатель степени  $p$  зависит от изгиба кристалла и изменяется на 20% в диапазоне  $R$  от 10 до 200m.

4) Все экспериментальные данные хорошо согласуются с численным моделированием эксперимента. Пункты 2 и 3 выводов не совпадают с теоретическими результатами работы [9].

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований РФФИ № 09-02-00731-а.

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

[2] T. Uragami, J.Phys.Soc.Japan vol.31, N4, 1141-1161 (1971).

[3] A.M.Afanas'ev, V.G. Kohn, Acta Cryst A27, 421-431, (1971).

[4] T.Saka, T.Katagawa, N.Kato, Acta Cryst. A28, 102, 113 (1972).

[5] Е.В.Шулаков, И.А.Смирнова, Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 1, 96-100 (2001).

[6] Е.В.Шулаков, И.А.Смирнова, Э.В. Суворов, Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 6, 5-11 (2003).

[7] И. Л.Шульпина, П. В.Петрашень, Ф. Н.Чуховский, К.Т.Габриэлян, Тезисы докладов IV Всес. совещания "Дефекты структуры в полупроводниках" Новосибирск: Изд-во СО АН СССР, ч.2, 114 (1984).

[8] П.В.Петрашень, Ф.Н.Чуховский, И.Л.Шульпина, Р.Н. Кютт, ФТТ, т.29, N5, 1608-1611 (1987).

[9] F.N.Chukhovskii, P.V. Petrashen Acta Cryst, A44, 8-14, (1988).

[10] P.M. Marcus, Phys. Rev. B V51, N11, 7460-7465, (1995)

г. Черноголовка, 20-23 сентября 2010

**МНОГОСЛОЙНАЯ ОПТИКА  
ДЛЯ РЕНТГЕНОВСКОГО И ЭКСТРЕМАЛЬНОГО  
УЛЬТРАФИОЛЕТОВОГО ДИАПАЗОНА**



## Возможности коррекции формы рентгеновских зеркал методом реактивного ионно – лучевого травления

А.А. Ахсахалян, А.Д. Ахсахалян, Ю.А. Вайнер, Д.Г. Волгунов, М.В. Зорина,  
Е.Б. Клюенков, А.И. Каськов, М.И. Кузнецов, Н.Н. Салащенко, А.И. Харитонов  
Институт физики микроструктур РАН, г. Нижний Новгород, Россия  
e-mail: [akh@ipm.sci-nnov.ru](mailto:akh@ipm.sci-nnov.ru)

### Введение

Для обеспечения высокой светосилы фокусирующих многослойных рентгеновских зеркал необходимо, чтобы в каждой точке поверхности локальный период и локальная кривизна строго соответствовали расчетным значениям. Кроме того, микрошероховатость поверхности должна составлять доли нанометра ( $\sigma=0,2-0,4$  нм). В работе речь будет идти в основном о зеркалах цилиндрической формы с направляющими в виде параболы, эллипса и др. для жесткого рентгеновского диапазона ( $\lambda \sim 0,1$  нм). Характерные радиусы кривизны для таких зеркал лежат в диапазоне 3-15 м, а характерные стрелки прогиба при длине направляющей 50-60 мм составляют 50-100 мкм. Вместе с тем рассматриваемые методы и подходы во многом применимы и к зеркалам в форме фигур вращения.

К настоящему времени нами разработаны методы изготовления поверхностей зеркал с отклонением локального угла наклона поверхности от расчетного значения на уровне 0,05-0,07 миллирадиана [1-3]. Такая точность для многих практических задач является вполне удовлетворительной, однако появляется все большее число задач, где требуется точность в 5-10 раз более высокая. Для обеспечения указанной точности весьма перспективным нам представляется метод реактивного ионно – лучевого травления (РИЛТ), изучением которого мы занимаемся последние 2 года [4,5]. Главной особенностью метода является то, что в процессе травления на глубину до нескольких микрон, микрошероховатость поверхности остается на исходном уровне. Кроме того, метод обеспечивает достаточно высокие скорости травления ( $\sim 0,1$  мкм/мин), что позволяет обеспечить удаление лишнего материала за разумные времена (порядка 10-30 часов, при размере образца 50 мм).

Задача коррекции формы цилиндрической поверхности складывается из двух составляющих: точное измерение формы ( $\Delta H \leq 20$  нм) или локального угла наклона направляющей ( $\Delta \alpha \leq 0,02$  мрад); удаление избыточного материала путем стравливания его узкой длинной (превышающей ширину образца) зоной

травления, параллельной образующей цилиндра. Поскольку ожидаемый процесс травления будет составлять десятки часов желательно иметь возможность компьютерного моделирования процесса, в результате которого должен быть определен оптимальный алгоритм процесса травления, который в дальнейшем будет использован в качестве исходных данных для автоматизации закона движения образца. Работа по компьютерному моделированию процесса травления представлена на данной конференции [6].

### Измерение формы поверхности

Для измерения формы цилиндрических поверхностей до недавнего времени мы в основном использовали созданный нами оптический стенд, который позволяет измерять локальный угол направляющей с точностью  $\Delta \alpha = 0,02$  мрад [3]. Оптический стенд состоит из одномодового лазера, луч которого сканирует вдоль направляющей поверхности измеряемого образца. Регистрируя положение отраженного луча, и зная геометрию установки, можно рассчитать зависимость локального угла наклона поверхности от координаты освещаемой точки образца. Для целей коррекции формы этот прибор не очень подходит по нескольким причинам. Во-первых, у него мала точность измерений. Во-вторых, эта методика плохо определяет резкое (в форме ступеньки) изменение рельефа и, поскольку измерения проводятся по точкам, такой скачок легко пропустить. В третьих, поскольку нам необходимо корректировать направляющую поверхности, то желательно измерять именно эту величину, а не ее производную.

Для измерения формы поверхности мы в настоящее время активно развиваем методику измерений рельефа на интерференционном микроскопе белого света фирмы Taylor/Hobson "Tuly Surf CCI 2000". Микроскоп позволяет измерять профиль поверхности с точностью 0,5 нм в поле обзора  $1 \times 1$  мм<sup>2</sup>. Для получения профиля протяженных объектов измерения проводятся так, чтобы предыдущий профиль частично накладывался на последующий. В общей измеренной зоне проводится сшивка функций и их производных. Простейший

вариант методики представлен в [7]. Более совершенный вариант методики находится в стадии исследований и будет опубликован позже.

### Оптимизация параметров процесса травления

Схема коррекции формы выглядит таким образом. Методом термопластического изгиба, или иными методами, получаем цилиндрическую поверхность с отклонением профиля от расчетного на более 5 микрон. Затем образец измеряется и помещается в установку травления так, чтобы образующая поверхности была параллельна щели, а значит и зоне травления (параллельна оси  $x$  на рис.1), и перемещается в перпендикулярном направлении (вдоль оси  $y$ ) по заранее рассчитанному из данных компьютерного моделирования закону движения.

При выборе оптимальных параметров травления цилиндрических поверхностей использовались следующие соображения. Ширина зоны травления должна быть минимально возможной, что позволит удалять мелкомасштабные отклонения формы. Глубина съема вдоль зоны травления должна быть постоянной с точностью 1-2 % на размере, равном ширине образца (15 мм). Поскольку по оценкам время травления может составлять 10 и более часов, скорость травления и ее стабильность во времени должны быть максимально возможными. Кроме того, необходимо свести к минимуму нежелательное осаждение из разряда фторуглеродноводородной пленки, которая всегда сопутствует процессу травления.

Исследования проводились на установке, описанной в [4,5], дополненной устройством перемещения образца. Травление образца осуществлялось сфокусированным плазменным пучком. Главными узлами установки травления являются разрядная камера (источник плазмы), камера травления и система формирования плазменного пучка, состоящая из выходной щели и электрода смещения (рис.1).

Источником плазмы является цилиндрический резонатор, в котором СВЧ излучение магнетрона поддерживает газовой разряд в 50 % смеси аргона с фреоном.

Плазма инжектируется в камеру травления через узкую металлическую щель в торцевой стенке резонатора, расположенную вдоль оси  $x$ . Ширина щели - 5 мм, длина - 60 мм. Щель выполняет несколько функций. Во-первых, она позволяет снизить давление в камере травления по сравнению с разрядной камерой более чем на порядок, поскольку напуск газа идет в разрядную камеру, а откачка идет из камеры травления. Это позволяет исключить разряд в

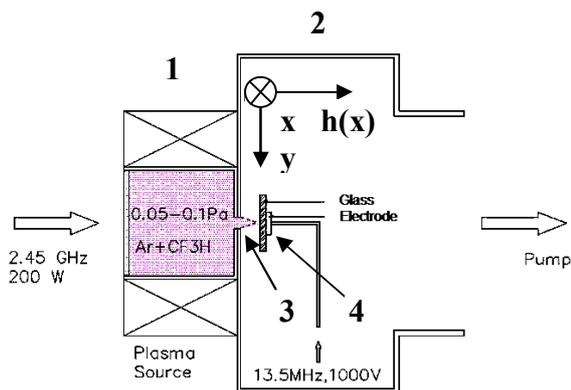


Рис.1 Схема установки реактивного ионно – лучевого травления. 1- разрядная камера. 2- камера травления. 3- щель, расположенная вдоль оси  $x$ . 4- электрод смещения.

камере травления. Во – вторых, система щель – электрод смещения, работает как электростатическая цилиндрическая собирающая линза. Зона травления в области фокусировки представляет собой длинную узкую область шириной на полуглубине около 1 мм и длиной около 60 мм. В третьих, наличие щели позволяет значительно уменьшить толщину осаждающейся из разряда фторуглеродноводородной пленки. При давлениях менее  $10^{-2}$  Pa пленка практически полностью исчезает.

Равномерность глубины съема вдоль зоны травления представлена на рис. 2. Видно, что на размере 40 мм неравномерность скорости травления находится на уровне 5%, а на размере 20 мм – не превышает 1 %. Такие параметры являются вполне удовлетворительными, поскольку рабочая область будущего зеркала составляет 12-15 мм при ширине зеркала 40 мм.

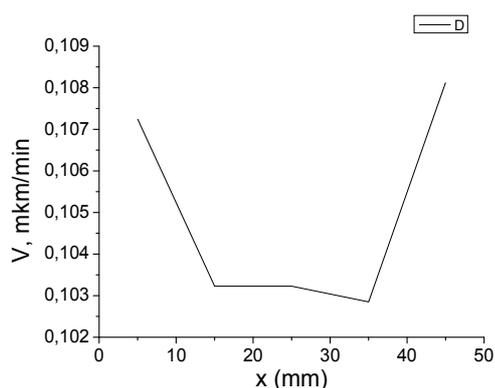


Рис. 2. Скорость травления вдоль оси  $x$ .

Зависимость скорости травления от давления в камере травления представлена на рис. 3. Видно, что существует довольно узкий интервал давлений ( $p=0,0075-0,01$  Pa), при которых целесообразно работать. В этом интервале

скорость травления максимальна и слабо меняется. Кроме того, в этом интервале практически отсутствует осажденная из разряда фторуглеродная пленка, наличие которой существеннейшим образом меняет условия травления.

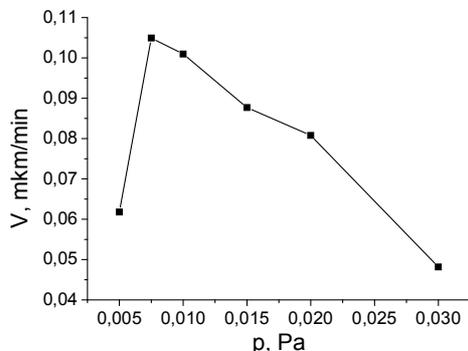


Рис.3. Зависимость скорости травления от давления в камере травления.

На рис. 4 представлены зависимости скорости травления (треугольники) и ширины поперечного профиля (квадраты) от напряжения смещения. Видно, что с ростом напряжения скорость травления растет, при  $U=1200$  В достигает насыщения и далее практически не меняется. Работать целесообразно при напряжениях 1400-1500 В, поскольку при этом ширина профиля травления минимальна и слабо меняется (при напряжении 1600 В травление становится неустойчивым.)

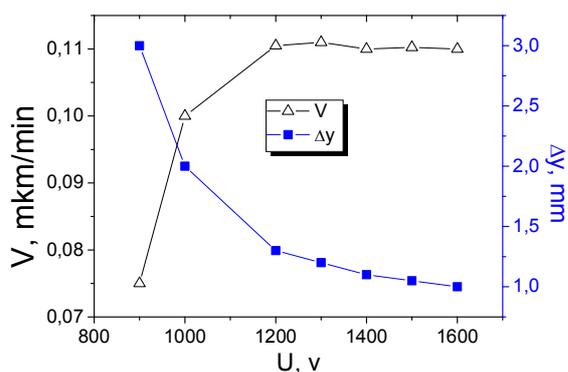


Рис.4. Зависимость скорости травления (треугольники) и ширины на полуглубине поперечного профиля (квадраты) от напряжения смещения.

Одной из важнейших характеристик процесса травления является стабильность процесса во времени. Эта характеристика представлена на рис. 5. Скорость травления сильно меняется в течении первых 20 минут и далее в пределах ошибки измерений не меняется.

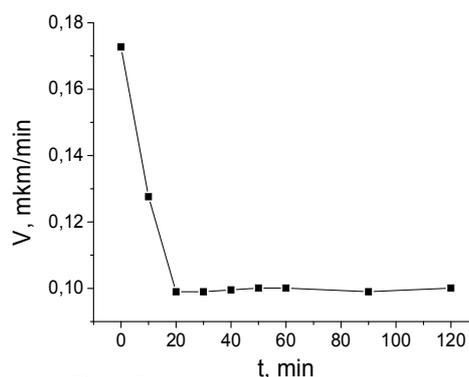


Рис.5. Зависимость скорости травления от времени.

### Выводы

Определены оптимальные условия травления для корректировки формы цилиндрических поверхностей из стекла, кварца и кремния. Получена узкая (~1 мм) длинная (~60 мм) зона травления. Скорость травления составляет 0,1 микрона в минуту. Неравномерность скорости травления по длине зоны менее 1% на размере 20 мм и около 5% на размере 40 мм. Определен оптимальный диапазон рабочих давлений ( $p=0,007-0,01$  Па), при которых практически полностью отсутствует осажденная из разряда пленка. Установлен наиболее благоприятный диапазон напряжений смещения (1400-1500 В), в котором скорость травления практически постоянна, а ширина зоны травления минимальна (~1 мм).

Работа поддержана РФФИ, проект 10-02-01073.

- [1] Ахсаханян А.А., Ахсаханян А.Д., Муравьев В.А. и др. Поверхность, 1, 51 (2002).
- [2] Ахсаханян А.А., Ахсаханян А.Д., Волгунов Д.Г. и др., Поверхность, 1, 78 (2003).
- [3] Ахсаханян А.А., Ахсаханян А.Д., Ключенков Е.Б. и др., Известия РАН. Сер. физическая., 2, 174 (2005).
- [4] Ахсаханян А.Д., Волгунов Д.Г., Ключенков Е.Б., и др. Матер. Симпозиума "Нанопизика и наноэлектроника". Нижний Новгород, 10-14 марта 2008 г., 192 (2008).
- [5] Ахсаханян А.Д., Вайнер Ю.А., Волгунов Д.Г., и др. Матер. рабочего совещания «Рентгеновская оптика-2008». Черногловка, 6-9 октября 2008 г., 26 (2008).
- [6] Ахсаханян А.Д., Нефедов И.М. Матер. рабочего совещания «Рентгеновская оптика-2010». Черногловка, 20-23 сентября 2010 г.
- [7] А.А. Ахсаханян, А.Д. Ахсаханян, М.В. Зорина, и др. Матер. Симпозиума "Нанопизика и наноэлектроника". Нижний Новгород. 592(2010).

## 2x эффективность высокочастотных многослойных решеток с блеском МР диапазона по сравнению с предсказаниями скалярной теории

Л. И. Горай,<sup>1,2</sup> Д. Л. Воронов,<sup>3,4</sup> Н. Padmore<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Санкт-Петербургский академический университет – научно-образовательный центр нанотехнологий РАН, ул. Хлопина, 8/3, Санкт-Петербург, 194021, Россия

<sup>2</sup>Институт аналитического приборостроения РАН, Рижский пр., 26, Санкт-Петербург, 190103, Россия

<sup>3</sup>Lawrence Berkeley National Laboratory, Berkeley, CA 94720, U.S.A.

<sup>4</sup>Национальный Технический Университет ХПИ, ул. Фрунзе, 21, г. Харьков, 61002, Украина  
e-mail: [lig@skylink.spb.ru](mailto:lig@skylink.spb.ru)

Высокоэффективные дифракционные решетки с высокой дисперсией и низким уровнем рассеянного света требуются для высокоразрешающей мягкой рентгеновской (МР) спектроскопии и астрофизики короткого ультрафиолета (КУФ). Совершенствование технологий изготовления высокочастотных многослойных решеток с почти идеальной треугольной формой штрихов и субатомной шероховатостью границ позволяет, в принципе, надеяться на получение в недалеком будущем образцов, имеющих эффективность, близкую к теоретическому пределу. Например, в работе [1] представлены результаты экспериментального и теоретического исследования многослойных Mo/Si решеток с периодом  $d = 200$  нм (рис. 1), полученных с помощью сканирующей интерференционной литографии и селективного травления в КОН кристаллических пластин Si, вырезанных под углом  $6^\circ$  (рис. 2). Рекордная абсолютная эффективность  $\sim 38\%$  была измерена в 3 порядке дифракции одной из решеток с  $M = 30$  бислоями на пучке синхротронного излучения в Беркли (Калифорния, США) и сосчитана с помощью программы PCGrate-SX® v.6.1 [2] на длине волны  $\lambda = 13.6$  нм при угле падения  $\theta = 11^\circ$ .

Изготовление подобных решеток с периодом 200 нм и менее, работающих в высоких порядках, для рентгеновского диапазона выглядит многообещающим, однако продвижение в более короткие длины волн требует, в соответствии с законом Вульфа-Брэгга, использования более коротких периодов многослойной структуры и/или больших углов падения. Первый параметр связан с технологическими и физическими ограничениями на толщину слоя, которая не может быть намного меньше размера атомов. Следовательно, при работе в короткой части МР диапазона приходится использовать область больших брэгговских углов. Известно, что при скользком падении излучения на сплошную высокочастотную решетку вблизи угла полного внешнего отражения происходит экранирование (затенение) значительной части поверхности рабочей грани и получить высоких значений эффективности не удастся, даже для идеальных треугольных профилей штрихов [3].

Кроме того, дифракционная эффективность таких сплошных решеток значительно падает с ростом частоты решетки [4]. Аналогичные экспериментальные и теоретические исследования проводились ранее и для многослойных решеток, но они не были подробными и не затрагивали высокочастотных решеток [5-7]. При малых значениях  $d$  и не слишком скользких углах падения вся многослойная структура пронизывается излучением и ситуация становится сложной для описания. Настоящая работа посвящена оптимизации параметров высокочастотных многослойных решеток в коротком МР диапазоне с помощью строгой электромагнитной модели. Мы исследуем какой

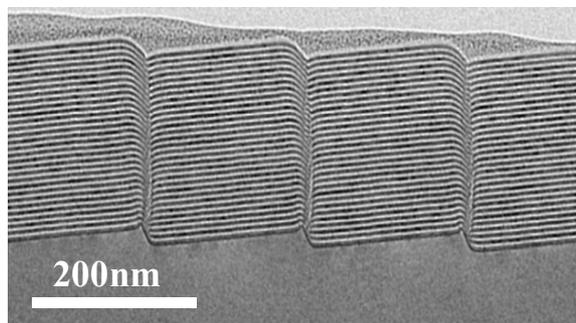


Рис. 1. Поперечное сечение ПЭМ-изображения Si треугольной решетки с периодом 200 нм, покрытой 30 бислоями Mo/Si.

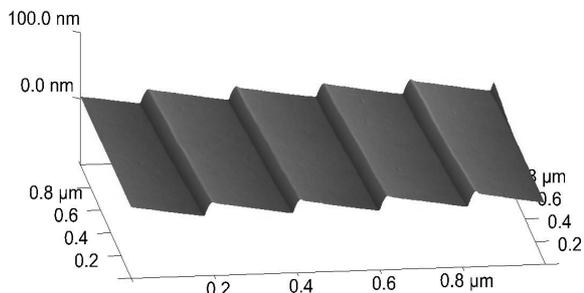


Рис. 2. АСМ-изображение треугольной решетки с периодом 200 нм и углом блеска  $6^\circ$ , изготовленной травлением в КОН кристалла Si.

максимальной может быть теоретическая эффективность подобных решеток при больших углах падения и может ли ее относительная

величина при определенных условиях достигать, подобно решеткам нормального падения, 100%.

Многоволновое рассеяние, брэгговская дифракция, деформация волн, рефракция и поглощение в значительной степени определяют эффективность многослойных дифракционных решеток в МР и КУФ диапазонах. Учет этих динамических эффектов требует применения строгой электромагнитной теории, которая позволяет точно вычислить абсолютную дифракционную эффективность порядков в зависимости от параметров излучения, решетки и многослойного покрытия. Асимптотические и приближенные подходы, такие как метод возмущений, метод параболического уравнения, метод Рэллея и другие не могут использоваться для анализа рентгеновского рассеяния на подобных решетках с малым периодами и большими углами блеска, работающими в высоких порядках вдали от углов полного внешнего отражения материалов покрытия и подложки. Непрепимость скалярной теории дифракции для определения эффективности таких решеток, даже в более простых случаях, хорошо известна [5,7,8]. Несмотря на значительный прогресс, достигнутый за последнее время в разработке строгих численных методов исследования дифракции волн на решетках и шероховатых зеркалах, а также развитию компьютерных технологий, решение задач в коротковолновом диапазоне по-прежнему сопряжено со значительными трудностями [9].

Известно два строгих подхода, способных моделировать дифракционную эффективность многослойных решеток рентгеновского диапазона: дифференциальный метод [8,10] и модифицированный метод граничных интегральных уравнений (МИИ) [11], широко используемый для анализа решеток и зеркал с реальным профилем границ, в т.ч. имеющим случайную и квази-периодическую шероховатость [12,13]. МИИ является весьма точным и быстро сходящимся в области больших отношений  $d$  и глубины границы  $h$  к  $\lambda$  [9]. Разработанная на основе строгой теории (т.е. с использованием уравнений Максвелла, строгих граничных условий и условий излучения) программа PCGrate-SX® v.6.4 64-бита позволяет считать эффективности высокочастотных решеток, имеющих сотни слоев субатомной толщины в МР диапазоне при произвольных углах падения за разумное время на рабочей станции начального или среднего уровня. С ростом  $d$  вычисления становятся длительными и требуют много оперативной памяти при интенсивном использовании распараллеливания. Поэтому, для расчетов начиная с  $\lambda d \lesssim 0.001$ , мы использовали упрощенную физическую модель, описанную в [7], которая дает весьма близкие к точным данным результаты для низкочастотных решеток, но требует на порядки меньших компьютерных ресурсов.

Для исследования дифракционной эффективности порядков с использованием электромагнитного кода мы использовали модель решетки с одинаковой для всех слоев идеальной треугольной границей, имеющей варьируемый левый угол  $\alpha$  (блеска) и фиксированный правый, равный  $64.53^\circ$ . Границы в слоях не имели горизонтального смещения друг относительно друга, а вертикальное смещение определялось параметрами многослойного покрытия, которые выбирались в соответствие с уравнениями решетки и Вульфа-Брэгга [10] и оптимизировались с помощью расчетов. В данной работе мы моделировали решетки с покрытиями на основе пары W/B<sub>4</sub>C, являющейся лучшим кандидатом для практического изготовления решеток, работающих в исследуемом диапазоне длин волн 1.2–1.4 нм [14].

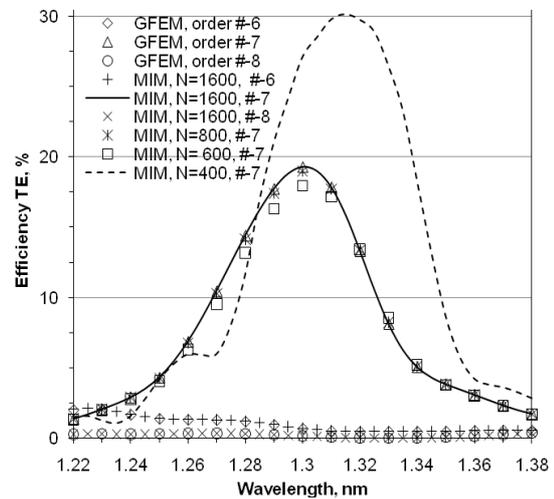


Рис. 3. Спектральная эффективность порядков дифракции, сосчитанная различными методами при различных параметрах точности.

На рис. 3 исследована сходимость спектральных кривых дифракционной эффективности при  $\theta = 83.25^\circ$  в ТЕ поляризации (эффективности в ТМ поляризации несколько меньше) -6, -7 и -8 порядков решетки с  $d = 200$  нм,  $\alpha = 6^\circ$  и многослойным покрытием с  $M = 40$ , периодом  $D = 3.06$  нм и отношением  $\Gamma$  толщины слоя  $W$  к  $D$ , равному 0.5. Как следует из приведенных данных, сходимость результатов для МИИ наступает при числе точек коллокации  $N > 600$  и при  $N = 800$  результаты сходятся с точностью в несколько % во всем рассматриваемом диапазоне. Как уже отмечалось, подобные расчеты являются тяжелыми и для подтверждения достоверности полученных данных мы их сравнили с результатами аналогичных расчетов (рис. 3), полученных с помощью обобщенного метода конечных элементов (GFEM) [15], который оказался способным моделировать эффективность столь сложных решеток при использовании

неоднородной меши и высокой степени дискретизации. Результаты обоих методов совпали во всех примерах с высокой точностью (~ 0.01%).

На рис. 4 представлены спектральные кривые дифракционной эффективности, сосчитанные при  $\theta = 79.6^\circ$  в ТЕ поляризации -8, -9 и -10 порядков решетки с  $d = 200$  нм,  $\alpha = 6^\circ$  и оптимизированными параметрами покрытия с  $D = 2.323$  нм,  $\Gamma = 0.2$ ,  $M = 75$ : строгим методом (rig. – уравнение 41 в [11]) и приближенным способом (app. – формула 5 в [11]), обобщающим скалярную теорию дифракции на случай произвольной идеально-проводящей границы. Для сравнения на этом рисунке также приведена кривая коэффициента отражения плоского многослойного покрытия. Как видно из сравнения представленных на рис. 4 кривых, скалярная теория предсказывает ~2 раза меньшую эффективность в максимуме главного порядка по сравнению с результатом, полученным точным расчетом. Примерно такое же отличие наблюдается для примера на рис. 3 и других высокочастотных решеток. Эффективности соседних порядков могут отличаться в двух моделях на порядки. Это объясняется, в первую очередь, не правильным учетом в простой модели эффектов рефракции в гофрированной многослойной структуре, а также пропуском подложки. Спектральное положение максимумов эффективности также значительно отличается для двух рассматриваемых моделей (разница ~0.1 Å). Значение абсолютной эффективности -9 порядка в максимуме составляет ~90% от коэффициента отражения соответствующего многослойного зеркала, что значительно превышает неоптимизированное значение ~70%, соответствующее параметрам многослойного покрытия решетки на рис. 3. Таким образом, используя многослойное покрытие с оптимальными параметрами, можно достичь высоких значений относительной дифракционной эффективности в высоких порядках высокочастотных решеток с блеском, работающих в МР и КУФ диапазонах. С уменьшением  $\Gamma$  максимальная относительная эффективность решетки будет расти, стремясь в пределе к 100%. На практике параметр  $\Gamma$  не может быть слишком мал, будучи ограничен размерами атомов и перемешиванием слоев.

Число  $N$ , задаваемое на каждой границе для расчета примера на рис. 4 на основе строгого метода, бралось 1600 для достижения сходимости и высокой точности результатов с ошибкой ~1.E-5, найденной из энергетического баланса. Время одного вычисления на рабочей станции с двумя процессорами Quad-Core Intel® Xeon® с тактовой частотой 2.66 ГГц, тактовой частотой шины 1333 МГц и 16 Гбайт ОЗУ составляет ~9 часов при работе под управлением Windows Vista® Ultimate 64-bit и использовании 8х распараллеливания.

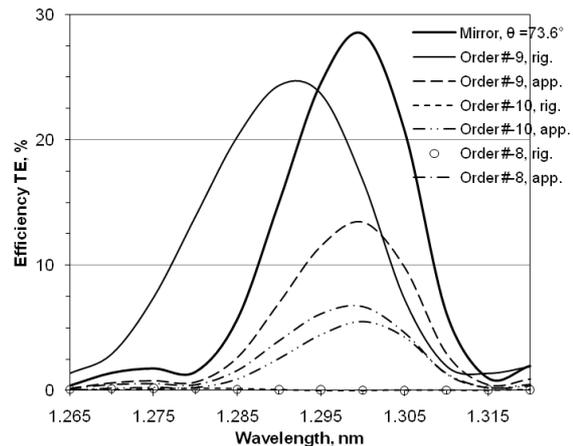


Рис. 4. Спектральная эффективность порядков дифракции, сосчитанная различными методами для оптимизированных параметров многослойки.

С помощью оптимизации на основе строгого метода анализа дифракционной эффективности высокочастотных многослойных решеток, работающих в высоких порядках в МР диапазоне, можно получить очень высокие значения относительной дифракционной эффективности, приближающиеся к 100%. Главным в оптимизации параметров решетки является уменьшение влияния рефракции путем увеличения несимметрии толщин слоев покрытия. Цена оптимизации – затраты на компьютерный код и ресурсы – оправданы двукратным увеличением эффективности.

- [1] Voronov D., Cambie R., Ahn M., *et al.*, PXRMS, [www.rxollc.com/pxrms/abstracts/\\_DVoronov.pdf](http://www.rxollc.com/pxrms/abstracts/_DVoronov.pdf)
- [2] [www.pcgate.com](http://www.pcgate.com)
- [3] Lukirskii A.P. and Savinov E.P., Opt. Spectrosc., 14, 147 (1963).
- [4] Nevieré M., Flamand J., and Lerner J.M., Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A, 195, 183 (1982).
- [5] Vidal B., Vincent P., Dhez P., and Nevieré M., Proc. SPIE, 563, 142 (1985).
- [6] Jark W., Opt. Commun., 60, 201 (1986).
- [7] Goray L.I., Nucl. Instrum. and Methods in Phys. Res. A, 536, 211 (2005).
- [8] Nevieré M., J. Opt. Soc. Am. A, 8, 1468 (1991).
- [9] Goray L.I., Wave Random Media, to be published (2010).
- [10] Nevieré M. and Montiel F., J. Opt. Soc. Am. A, 13, 811 (1996).
- [11] Goray L.I., Seely J.F., and Sadov S.Yu., J. Appl. Phys., 100, 094901 (2006).
- [12] Goray L.I., J. Appl. Phys, to be published (2010).
- [13] Goray L.I., Chkhalo N.I., and Cirlin G.E., Technical Physics, 79, 117 (2009).
- [14] [www.cxro.lbl.gov/optical\\_constants/](http://www.cxro.lbl.gov/optical_constants/)
- [15] [www.wias-berlin.de/software/DIPOG/](http://www.wias-berlin.de/software/DIPOG/)

## Диагностика параметров наноразмерных пленок в реальном времени их формирования методом рентгеновской рефлектометрии *in-situ*

А.А.Егоров, И.С.Монахов, Е.Г.Новоселова, И.С.Смирнов  
ГОУВПО МИЭМ (ГУ), Москва, Россия  
e-mail: [met@mail.ru](mailto:met@mail.ru)

В настоящее время производство изделий оптики и микроэлектроники требует формирования однослойных и многослойных композиций различного функционального назначения на диэлектрических, полупроводниковых и металлических подложках. Примерами таких структур могут служить оптические интерференционные покрытия, зеркала мягкого рентгеновского диапазона, полупроводниковые сверхрешетки. Особенностью современной электроники является использование все более тонких слоев и переход от микро- к наноразмерным пленкам. Применение таких покрытий предъявляет повышенные требования к качеству поверхности подложки, состоянию границ раздела между слоями и однородности отдельных слоев.

Состояние поверхности может быть экспериментально оценено различными физическими (оптическими и зондовыми) методами, каждый из которых имеет свои достоинства и области применения. В связи с этим особую значимость приобретают методы мониторинга, позволяющие измерять параметры пленочных структур непосредственно во время их формирования – *in-situ* методы. Применение этих методов способствует получению пленок с заданными характеристиками, позволяя оперативно корректировать режимы технологического процесса.

В течение последних десятилетий были проведены многочисленные исследования роста и ионного травления тонких пленок с использованием различных методов. Однако в большинстве из них изучаемый процесс прерывается, а исследования образцов проводятся на воздухе. Очевидно, что такой подход обладает многочисленными недостатками. Во-первых, окисление поверхности часто приводит к увеличению шероховатости по сравнению с той, которая образовалась непосредственно после напыления. Во-вторых, взаимодействие поверхности с воздухом приводит к изменению приповерхностного слоя, включая образование окисного и адгезионного слоев. В-третьих, необходимо исследование целой серии образцов (например, пленок разной толщины, нанесенных на одинаковые подложки), что может приводить к дополнительным ошибкам и появлению

артефактов. В-четвертых, исследования вне камеры после завершения техпроцесса (*ex-situ*) зачастую не позволяют аккуратно определить временную эволюцию параметров образца в зависимости от технологических параметров, например, от времени отжига. Тем самым, разработка подходов, позволяющих проводить измерения внутри камеры (*in-situ*) и в реальном времени, представляется очень важной задачей для изучения процессов роста/эрозии пленок, поскольку позволяет преодолеть отмеченные выше недостатки.

В докладе описан перспективный благодаря универсальности своих возможностей метод *in-situ* рентгеновской рефлектометрии.

В простом варианте *in-situ* рентгеновская рефлектометрия может быть реализована на основе анализа временной зависимости интенсивности зеркально отраженного от образца рентгеновского пучка, регистрируемой при фиксированном значении угла скольжения  $\theta_0$ . В результате изменения разности фаз волн, отраженных поверхностью растущей пленки и поверхностью подложки, интерференционная картина в точке наблюдения представляет собой осцилляции интенсивности рентгеновского излучения [1]. Для реализации метода был создан вакуумно-технологический комплекс, состоящий из вакуумной камеры, узла напыления и измерительной рентгенорефлектометрической системы. Типичная экспериментальная зависимость коэффициента отражения рентгеновского излучения от времени напыления пленки при фиксированном значении угла скольжения представлена на рис.1. Напыление пленки титана началось через 65 с после начала регистрации временной зависимости коэффициента отражения. Значения  $R(t)$  до этого момента времени соответствуют отражению от кремниевой подложки. Плотность осаждаемого металла выше плотности подложки, поэтому первым экстремумом на осциллирующей кривой является максимум, положение которого определяется формулой Вульфа-Брегга с учетом преломления рентгеновских лучей. При выбранных условиях эксперимента он формируется при достижении пленкой титана толщины  $\sim 2,3$  нм. При постоянной скорости роста последующие экстремумы на

экспериментальной зависимости следуют с такой же периодичностью. Процесс напыления был закончен на 170 с, при этом толщина пленки достигла 15,3 нм. При изменении скорости роста частота следования экстремумов изменится. По мере увеличения толщины пленки в процессе напыления амплитуда осцилляций затухает. Это обусловлено увеличением поглощения и ростом шероховатости поверхности пленки. При малых толщинах пленки, когда поглощение излучения в ней незначительно, затухание амплитуды осцилляций главным образом обусловлено увеличением шероховатости границы раздела пленка-вакуум.

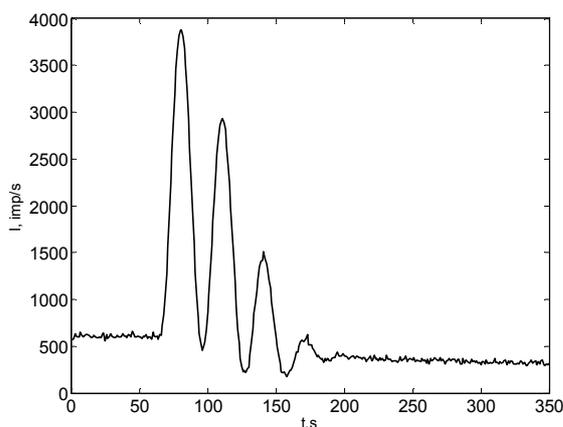


Рис.1. Зависимость коэффициента отражения рентгеновских лучей от времени напыления пленки титана. Излучение  $\text{CuK}\alpha$ , угол скольжения  $1^\circ$ .

В случае, если плотность осаждаемого материала меньше плотности подложки, первым экстремумом будет минимум [2]. На рис.2 представлены результаты эксперимента по напылению кремния на кремниевую подложку. Этот случай интересен тем, что при эпитаксиальном росте осцилляции на экспериментальной зависимости не должны были бы возникнуть вследствие одинаковой плотности пленки и подложки. Однако из экспериментальной кривой видно, что при магнетронном распылении пленка осаждаемого кремния имеет меньшую плотность, чем плотность подложки, – первый экстремум минимум. Понижилась и общая регистрируемая интенсивность.

Одним из преимуществ метода in-situ рентгеновской рефлектометрии является возможность получать информацию о параметрах растущей пленки непосредственно при проведении технологического процесса в реальном масштабе времени.

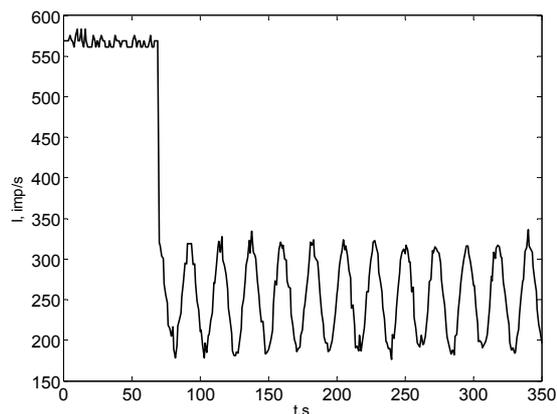


Рис.2. Зависимость коэффициента отражения рентгеновских лучей от времени напыления пленки кремния на кремниевую подложку. Излучение  $\text{CuK}\alpha$ , угол скольжения  $1^\circ$ .

На практике в большинстве случаев скорость формирования пленок лежит в диапазоне от десятых долей до единиц нанометров в секунду. Это накладывает ограничения на время обработки экспериментальных данных и требует упрощения алгоритмов расчета. В общем случае коэффициент отражения от системы пленка-подложка описывается рекуррентными выражениями [3]. Регистрация временной зависимости коэффициента отражения  $R$  рентгеновских лучей при углах скольжения, значительно превышающих значение критического угла полного внешнего отражения, позволяет использовать кинематическое приближение, в рамках которого формулы для расчета параметров растущей пленки могут быть упрощены. В точках экстремумов выражение для коэффициента зеркального отражения имеет вид

$$R = \frac{1}{16 \sin^4 \theta_0} \left[ (\delta_2^2 D^2 + (\delta_2 - \delta_1)^2 \pm 2\delta_2 D(\delta_1 - \delta_2)) \right]$$

где  $\pm$  соответствует минимальному и максимальному значениям коэффициента отражения  $R_{\min}$ ,  $R_{\max}$  в зависимости от знака величины  $(\delta_1 - \delta_2)$ ;  $\delta_1$ ,  $\delta_2$  - декременты коэффициента преломления рентгеновских лучей для подложки и пленки соответственно.  $D$  - множитель, учитывающий изменение шероховатости границы раздела пленка-вакуум  $\sigma_{32}$  относительно шероховатости подложки  $\sigma_{21}$ , в качестве которого может быть использован фактор Дебая-Валлера:

$$D = e^{-\frac{1}{2} Q^2 (\sigma_{32} - \sigma_{21})^2}$$

где  $Q$  - вектор рассеяния.

Величина декремента преломления связана с плотностью материала  $\rho$  соотношением [4]

$$\delta = \frac{N_0 e^2}{2\pi m c^2} \lambda^2 \rho \frac{z}{A}$$

( $z$  – сумма зарядов (атомных номеров);  $A$  – сумма атомных весов всех элементов,  $N_0$  – число Авогадро;  $e$ ,  $m$  – заряд и масса электрона соответственно,  $c$  – скорость света).

В предположении, что величины декремента преломления и шероховатости растущей пленки являются медленно изменяющимися функциями ее толщины, их можно принять постоянными на полупериоде осцилляций. Тогда из выражений для среднего значения  $\langle R \rangle$  и контрастности  $K = \frac{R_{\max} - R_{\min}}{R_{\max} + R_{\min}}$

коэффициента отражения от системы пленка – подложка определяются величины плотности и среднеквадратичной шероховатости пленки, усредненные по полупериоду осцилляций.

На рис.3 -4 приведены зависимости толщины, скорости роста, плотности и шероховатости поверхности пленки от времени напыления, рассчитанные по экспериментальной кривой рис.2.

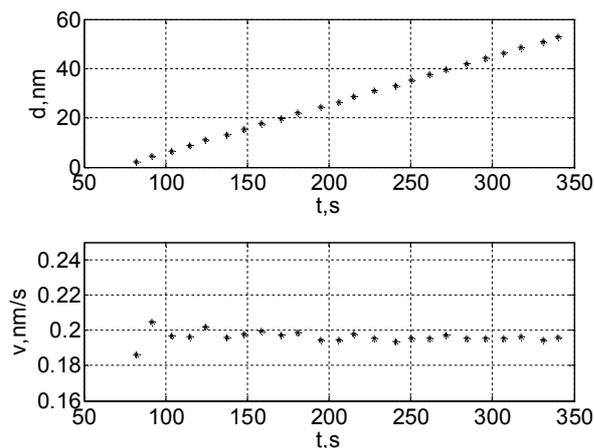


Рис.3. Зависимость толщины и скорости роста от времени напыления кремниевой пленки

Из зависимости, представленной на рис.3, следует, что скорость роста оставалась практически постоянной на уровне около 0.2 нм/с.

Значения декремента преломления и шероховатости поверхности пленки во времени напыления практически постоянны. Рассчитанный декремент преломления заметно меньше декремента объемного материала ( $7.65 \times 10^{-6}$ ). Это свидетельствует о том, что на поверхности подложки осаждается пленка кремния с плотностью около  $2.1 \text{ г/см}^3$ , которая меньше плотности объемного кремния ( $2.32 \text{ г/см}^3$ ). По-видимому, это связано с пористостью пленок, формируемых методом магнетронного напыления.

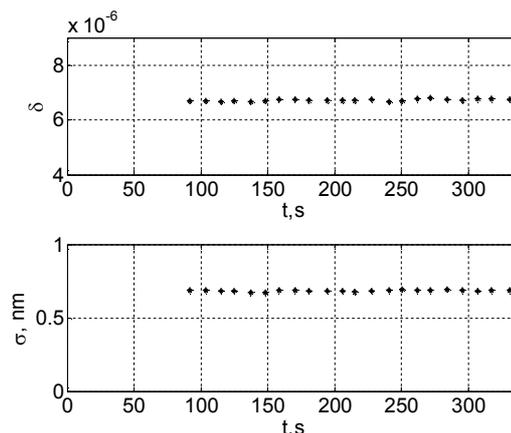


Рис.4. Зависимость декремента преломления и шероховатости поверхности кремниевой пленки от времени напыления.

Среднеквадратичная шероховатость использованных подложек, оцененная независимыми методами зондовой микроскопии и рентгеновской рефлектометрии, составляла 0.5 нм. На рис. 4 показано, что шероховатость поверхности осаждаемой пленки кремния составляет  $\sim 0.7$  нм и слабо меняется при росте толщины до 55 нм.

На основе экспериментов, проведенных в реальных технологических условиях осаждения наноразмерных пленок, можно отметить основные преимущества метода:

- метод является неразрушающим;
- позволяет контролировать толщины пленок в диапазоне 1 – 100 нм в реальном времени их формирования;
- позволяет оценивать шероховатость поверхности растущих пленок в реальном времени их формирования;
- не имеет ограничений к типу исследуемых материалов в любых сочетаниях пленка-подложка;
- не влияет на ход технологического процесса, т.к. измерительная система вынесена за пределы рабочей камеры;

Потенциально развитие метода позволит восстанавливать профиль распределения плотности по толщине формируемой пленки.

1. Е.Г.Новоселова, И.С.Смирнов, М.Г.Тюрганов Материалы IV международного научного семинара «Современные методы анализа дифракционных данных», В.Новгород, 2008, с.150-152.
2. М.А.Блохин, Физика рентгеновских лучей. – М. Гостехиздат, 1957, 518 с.
3. L. G. Parratt, C. F. Hempstead, \Phys. Rev. 94, № 6, 1593-1600 (1954).
4. А.В.Виноградов, И.А.Брытов, А.Я.Грудский и др.; под общей редакцией А.В.Виноградова. Зеркальная рентгеновская оптика – Л.: Машиностроение. 1989 – 463с.

## Измерение излучательной способности плёночных структур в температурном интервале 200–700°C

Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Н.Н. Салащенко, Н.Н. Цыбин  
Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия  
e-mail: [tsybinikola@yahoo.com](mailto:tsybinikola@yahoo.com)

При изучении процессов, происходящих в тонких свободновисящих фильтрах при нагреве важно иметь данные о температуре фильтра. Температура является одним из ключевых параметров, от которого зависит скорость деградации оптических характеристик фильтра, его структурные изменения. Для измерения температуры ультратонкой свободновисящей пленки необходим бесконтактный метод.

В работе [1] температура фильтра измерялась методом пирометрии. В этих экспериментах многослойные тонкопленочные фильтры отжигались в вакууме излучением CO<sub>2</sub> лазера, сфокусированным в пятно 5–10 мм, а температура в центре пятна контролировалась с помощью инфракрасного пирометра Metis MB35. Данный пирометр регистрирует излучение в диапазоне длин волн 2–5 мкм с пятна, размер которого в фокусе составляет 1.6 мм, и позволяет измерять температуру в диапазоне 100–1000° С. Пирометр откалиброван с помощью эталонных излучателей, характеристики которых соответствуют модели абсолютно черного тела и, следовательно, пирометр измеряет яркостную температуру. Для вычисления истинной температуры объекта необходимо ввести безразмерную величину излучательной способности тела (степени черноты) [2]. В данном случае излучательная способность показывает в какой степени интегральное излучение тела меньше интегрального излучения абсолютно черного тела, нагретого до той же температуры, в интервале длин волн 2–5 мкм.

Для измерения излучательной способности фильтров, пленки того же состава наносились магнетронным методом на стальную, предварительно отполированную крышку вакуумной электропечи. С боковой стороны крышки было просверлено небольшое отверстие, куда вставлялся рабочий конец хромель-копелевой термопары. Для обеспечения теплового контакта термопары и печи отверстие заполнялось оловом. Свободные концы термопары через вакуумные вводы подключались к цифровому вольтметру. Нагрев печи осуществлялся через токовые вводы с помощью трансформатора с плавным регулированием напряжения. В один из фланцев вакуумной камеры было установлено окно из CaF<sub>2</sub> толщиной 5 мм, через которое пирометром регистрировалось излучение. Таким образом, одновременно измерялись температура поверхности (термопарой) и поток теплового излучения (пирометром Metis MB35) по

направлению близкому к нормали поверхности печи. Величина излучательной способности определялась из условия равенства значения температуры, измеренной с помощью термопары и пирометра. Для каждого образца предварительно измерялась степень черноты пленки на воздухе при нагреве до 150–200°C. Затем печь помещалась в вакуумную камеру, которая откачивалась до давления ~ 10<sup>-6</sup> Торр, и проводились измерения в диапазоне 200–700°C. Мы ограничились этим диапазоном температур по следующим причинам. При температуре менее 200°C точность низка вследствие соизмеримости величин фонового излучения стенок камеры и излучения от поверхности печи. Для снижения фона нормаль к поверхности печи и ось пирометра были несколько разориентированы, чтобы излучение нагретых частей пирометра не попадало после отражения от поверхности печи опять в пирометр. При температуре отжига более 700°C вследствие ограниченности объема камеры начинает сказываться нагрев близлежащих стенок камеры, в том числе и фланца с окном CaF<sub>2</sub>.

Результаты измерений излучательной способности пленок ZrSi<sub>2</sub>, MoSi<sub>2</sub> и многослойных структур (Zr-0.7нм, MoSi<sub>2</sub>-2.1нм)\*70, (Mo-2.5нм, ZrSi<sub>2</sub>-15нм)\*35 представлены, соответственно, на рис.14. Последовательность измерений была следующей: пленки в течение десятков минут нагревались, после чего печь выключалась и пленки постепенно (около часа) остывали.

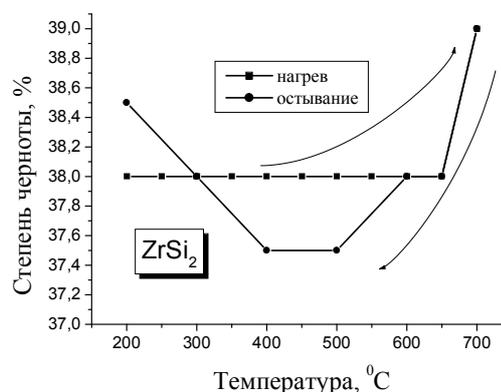
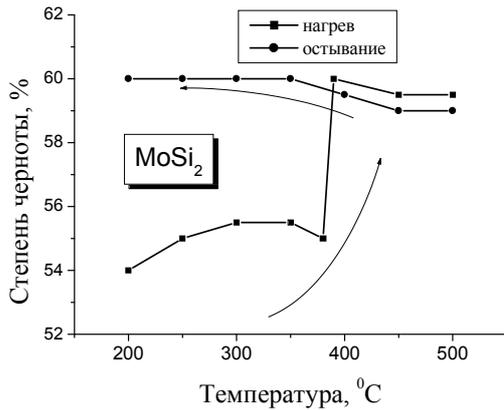
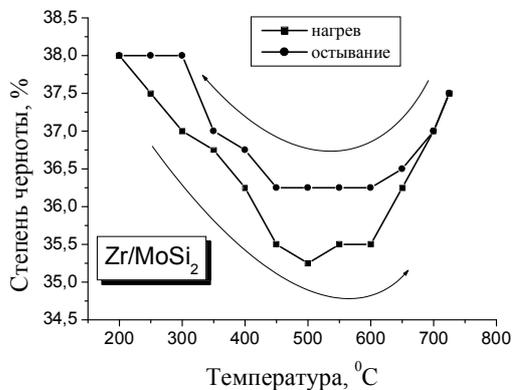
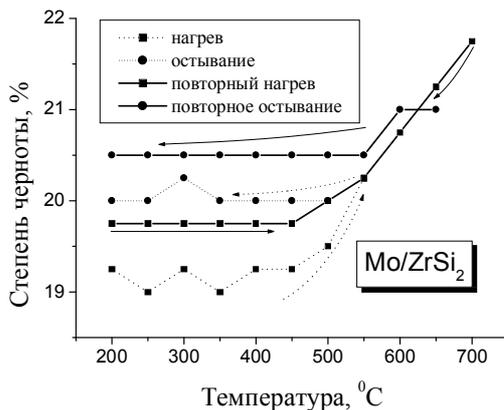


Рис. 1. Излучательная способность пленки ZrSi<sub>2</sub> (стрелками указаны направления нагрева и остывания).

Рис.2. Излучательная способность пленки MoSi<sub>2</sub>.Рис.3. Излучательная способность многослойной структуры Zr/MoSi<sub>2</sub>.Рис.4. Излучательная способность многослойной структуры Mo/ZrSi<sub>2</sub>.

Обратим внимание, что для пленки MoSi<sub>2</sub> при температуре около 380°C в интервале нескольких градусов происходит необратимый подъем излучательной способности примерно на 5%.

Представленные на рис. 1–3 значения степени черноты имеют систематическую ошибку. Для этих

пленок измерение излучательной способности на воздухе при температуре 150–180°C дало величины, соответственно,  $\varepsilon(\text{ZrSi}_2) = 34\%$ ,  $\varepsilon(\text{MoSi}_2) = 49\%$ ,  $\varepsilon(\text{Zr/MoSi}_2) = 34\%$ , то есть на 4–5% меньше чем при измерениях в вакуумной камере. Причина такого расхождения связана с отражением излучения печи от стенок вакуумной камеры, расположенных вблизи нормали поверхности печи, и попаданием в пирометр после последующего переотражения от поверхности печи. Проблема была решена путем зачернения соответствующих поверхностей камеры. Значение измеренной на воздухе при температуре 180°C степени черноты для структуры Mo/ZrSi<sub>2</sub>  $\varepsilon = 19\%$  соответствуетначальному значению, полученному в вакуумной камере (см. рис.4).

Как видно из рис.4, в процессе отжига наблюдается изменение степени черноты пленки, связанной с изменением структуры пленки и ее окислением. По этой причине мы не всегда можем выделить чистую температурную зависимость излучательной способности.

При остывании при низких температурах излучательная способность несколько завышена. Как видно из рис.4, после окончания первого цикла нагрева и остывания печи и камеры до комнатной температуры, стартовая величина излучательной способности пленки при повторном цикле оказывается ниже, чем та, что была при остывании в первом цикле. Это объясняется добавочным фоновым излучением нагретых стенок камеры.

В целом для большинства пленок характерны небольшие изменения степени черноты с изменением температуры, увеличение излучательной способности при температурах близких к 700 °C требует дополнительной проверки. У пленки MoSi<sub>2</sub> отмечается необратимый скачок степени черноты на первом цикле нагрева при температуре 380°C.

Работа поддержана РФФИ, гранты 09-02-00389, 09-02-01473, 10-02-01073.

[1] N. I. Chkhalo, S. A. Gusev, M.N. Drozdov, et. al. Proc. SPIE, 7521, 752105 (2010).

[2] Основы температурных измерений / А.Н. Гордон, О.М. Жагулло, А.Г. Иванова. М.: Энергоатомиздат, 1992.

## Исследования магнитной структуры мультислоев с помощью синхротронной рефлектометрии

М.А. Андреева<sup>1</sup>, Е.Е. Одинцова<sup>1</sup>, А.Г. Смехова<sup>1,2</sup>, А. Рогалев<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова

<sup>2</sup> European Synchrotron Radiation Facility, BP220, Grenoble, 38000, France

e-mail: [Mandreeval@yandex.ru](mailto:Mandreeval@yandex.ru)

Исследования магнитной структуры разнообразных объектов: многокомпонентных структур, пленок, наночастиц, мультиферроиков и т.д. активно ведется на многих станциях всех действующих синхротронов. Основными требованиями к таким станциям являются: варьируемая энергия фотонов, позволяющая подстраиваться к нужным краям поглощения разных элементов, высокая монохроматичность ( $< 1$  эВ), обеспечивающая хорошее разрешение резонансных спектров поглощения и отражения, возможность работы с излучением круговой и линейной поляризации (с помощью спиральных ондуляторов или четверть волновых отражателей), угловое разрешение  $< 0.005^\circ$ , низкий уровень шумов ( $\sim 10^{-5}$ ), поскольку магнитные добавки к рентгеновской восприимчивости, как правило,  $\sim 10^{-3}$ . В случае, когда интересующие края поглощения попадают в область мягкого рентгена, исследования проводятся в вакууме на специальных станциях.

Рентгеновская резонансная магнитная рефлектометрия (XRMR – X-ray resonant magnetic reflectivity) вблизи краев поглощения на поляризованном излучении демонстрирует интересные эффекты как на угловой, так и на энергетической шкалах. Метод обладает уникальной чувствительностью к особенностям магнитного упорядочения в многослойных структурах и составляет мощную конкуренцию нейтронным экспериментам, дополняя их элементной селективностью, хотя интерпретация данных становится сложнее и требует развития новых поисковых алгоритмов оптимизации проблемы.

Одной из первых работ, где наблюдался впечатляюще большой «дихроизм» в отражении (до  $\sim 80\%$ ), была работа С.-С. Као, et al. [1]. Эксперимент проводился на NSLS (Bell laboratories) в L-MOKE геометрии (магнитное поле в плоскости рассеяния). Исследуемая ОЦК пленка Co была составной частью многослойной структуры GaAs/ZnSe(56нм)/Fe(0.5нм)/Co(3.7нм)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(36нм).

Зависимость отражения от направления намагниченности (или, что то же самое, от знака круговой поляризации) приводит к возникновению брэгговских максимумов с полужелтыми индексами на кривых отражения,

если исследуемая периодическая многослойная структура (ПМС) имеет аниферромагнитное (AF) межслойное упорядочение, приводящее к удвоению магнитного периода по сравнению с химическим. Такие максимумы впервые наблюдались в работе [2] для AF структуры [Ag(1.1 нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(1.3 нм)]<sub>n</sub> на излучении линейной поляризации, перпендикулярной плоскости рассеяния (Т-МОКЕ геометрия) вблизи L<sub>3</sub> края поглощения Ni ( $E_{ph}=707$  эВ).

Наибольший интерес вблизи краев поглощения представляют энергетические спектры отражения. Форма спектров отражения существенным образом трансформируется с изменением угла скольжения [1]. Важной особенностью спектров отражения является их асимметрия («дихроизм» в отражении) по поляризации или по направлению поля.

В случае периодических мультислоев асимметрия спектров отражения зависит от распределения магнитных моментов резонансных атомов по глубине периода. Теоретическая иллюстрация такой зависимости была представлена в [3]. Экспериментальные исследования распределения по периоду наведенного магнитного момента на атомах церия и лантана в структурах [Ce/Fe]<sub>n</sub> и [La/Fe]<sub>n</sub> соответственно были проведены на ESRF (ID12A BeamLine) [4] по асимметрии спектров отражения, измеренных в нескольких порядках брэгговского отражения.

Профиль изменения наведенных магнитных моментов на атомах Pt в интерфейсе Pt/Co исследовался в работе [5]

Наведенные магнитные моменты на атомах W исследовались в ПМС [Fe(3 нм)/W(1.1 нм)]<sub>n</sub>, в которой при обработке спектров асимметрии отражения в 4х брэгговских максимумах обнаружено AF упорядочение для атомных слоев W в каждом периоде структуры [6].

Для магнитных исследований представляют интерес исследования петель магнитного гистерезиса, измеряемых по изменению асимметрии магнитных брэгговских максимумов от ПМС, а также в диффузном рассеянии [7]. Однако, ввиду сложной трансформации формы брэгговских максимумов при изменении энергии падающих фотонов [8], такие исследования могут давать противоречивые результаты.

Анализ влияния распределения магнитного момента атомов железа по глубине периода на асимметрию резонансных спектров интегральной интенсивности брэгговских максимумов проведен в [9]. Экспериментальные спектры отражения от ПМС  $\text{MgO}/[\text{Fe}(6\text{ML}) / (\text{Co}(6\text{ML})]_{50}/\text{V}(10\text{\AA})$  для излучения в окрестности  $L_{2,3}$  краев поглощения Fe и Co были получены на станции D1011 синхротрона MAX-lab в Лунде (Швеция). К сожалению, период структуры этого образца был очень мал (1.08 нм), поэтому для резонансного излучения с длиной волны  $\sim 1.7$  нм существовал только брэгговский максимум первого порядка ( $\theta_B \sim 54^\circ$ ). Спектр отражения в брэгговском максимуме первого порядка характеризует состояние средней части резонансных слоев. Анализ асимметрии спектров интегральных интенсивностей дал значение магнитного момента на атом железа  $\sim 2.6 \mu_B$ .

Исследование профилей распределения магнитных моментов Co и Mn в мультислоях, включающих полуметаллические соединения Гейслера с немагнитными прослойками  $[\text{Co}_2\text{MnGe}/\text{Au}]_n$  и  $[\text{Co}_2\text{MnGe}/\text{V}]_n$ , проведено в работе [10].

Спиральные развороты магнитных моментов в слоях Gd при приложении внешнего поля в направлении, перпендикулярном к жесткой оси намагничивания для структуры  $[\text{Fe}/\text{Gd}]_n$ , предложены для интерпретации данных XRMR в работах [11-12]. В работе [12] обработка результатов была осложнена предположением, что слои в малопериодной структуре не идентичны.

Наличие AF-упорядоченной структуры в одиночном слое может быть детектировано за счет эффекта линейного дихроизма, не зависящего от знака намагниченности в слое. В этом случае различие спектров отражения для  $\pi$ -поляризованного излучения, получаемое при повороте образца на  $90^\circ$  дает нужную информацию. В образце Ta/MnNi/Co/Ta/Cu, исследованном в работе [13], направление AF упорядочения в слое MnNi было задано направлением намагниченности в соседнем слое Co. Это подтверждается смещением петли гистерезиса, измеренной при ориентации прилагаемого поля в направлении намагниченности (field cooled direction). Эффект линейного дихроизма в отражении, то есть эффект изменения интенсивности отражения  $\Delta R$  при  $90^\circ$ -повороте образца в  $L_3$  резонансе Ni составил  $\sim 22\%$ . Таким образом, была продемонстрирована возможность исследования AF слоев, находящихся в глубине многослойной структуры («buried layers»).

При исследовании ферромагнитно упорядоченных слоев отражение для  $\pi$ -поляризованного излучения зависит от знака

поля, приложенного перпендикулярно поверхности – это известный экваториальный эффект Керра (T-MOKE). Эффект существенно зависит от угла скольжения. Интересно, что теоретическое описание должно учитывать, что тангенциальные компоненты электрического и магнитного поля излучения, непрерывные на границе раздела, не просто пропорциональны производным по  $z$  от амплитуд поля, а зависят от намагниченности. Экспериментально эта зависимость была измерена для очень мягкого излучения в окрестности  $3p$  краев поглощения Fe (для энергий фотонов 56.5 эВ и 51.8 эВ) [14]. Образец представлял собой тонкую пленку железа на GaAs. Эффект достигал 55%.

При скользких углах падения эффект становится пренебрежимо малым, а зависимостью амплитуды рассеяния от знака поля в экваториальной геометрии (например, в мессбауэровской оптике) обычно пренебрегают. Однако, эффект может быть усилен в случае ПМС с AF межслойным упорядочением, для которых он обуславливает появление «магнитных» брэгговских максимумов не только для мягкого рентгеновского излучения, но и при скользких углах для мессбауэровского отражения ( $\lambda = 0.086$  нм) [15].

Определение оптических констант, включая магнитные добавки, методом XRMR для  $L_{2,3}$  краев поглощения иттрия (то есть в энергетических интервалах 2071 – 2095 эВ и 2145 – 2185 эВ) проведено на образце Nb(4 нм)/YFe<sub>2</sub>(40 нм<110>)/Fe(1.5 нм)/Nb(50 нм)/сапфир [16]. Пленки YFe<sub>2</sub> интересны особенностями их поведения в многослойных структурах DyFe<sub>2</sub>/YFe<sub>2</sub>, известных как динамические магнитные пружины. Измерения рефлектометрических кривых для набора энергий вблизи  $L_{2,3}$  краев поглощения иттрия проводились в L-MOKE геометрии на излучении круговой поляризации на станции ID12 ESRF. Одновременная подгонка этих кривых и угловых зависимостей асимметрии по знаку круговой поляризации дала близкие значения для диагональных и недиагональных компонент восприимчивости к тем значениям, которые получаются из измеренных спектров XMCD (после соответствующей их нормировки и последующего преобразования Крамерса-Кронига).

Задача восстановления профиля изменения наведенного магнитного момента резонансных атомов Au решалась для структуры  $[\text{Co}(4.8 \text{ нм}) / \text{Au}(1.2 \text{ нм})]_{10}$ , изготовленной в условиях UHV ( $10^{-9}$  мбар) на Si/SiO<sub>2</sub> подложке (Институт физики г. Братислава). О высоком качестве многослойки свидетельствовало наличие брэгговских максимумов 4<sup>x</sup> порядков на рефлектометрических кривых. Различные порядки отражения характеризуют различные

слои в периоде повторения структуры. Обработка спектров асимметрии отражения по знаку круговой поляризации, измеренных в 4х порядках брэгговского отражения, позволила восстановить профили изменения по глубине одного периода наведенного магнитного момента на атомах Au, которое оказалось несимметричным и осциллирующим [17]. Возможность антиферромагнитного упорядочения между атомными слоями Au можно предположить, исходя из данных об AF межслойном упорядочении, наблюдавшемся для структуры Co/Au/Co [18].

Исследования аналогичным способом ПМС  $[Fe/Au]_n$  привели к противоположному заключению о монотонном убывании наведенного магнитного момента атомов Au с удалением от границы раздела Fe/Au [19, 20]. Исследования в [20] были расширены с привлечением внешнего поля. К сожалению, интерпретация данных XRMR достаточно сложна и дает неоднозначные результаты, которые, очевидно, следует перепроверять с помощью дополнительных методов.

Известно, что анализ спектров XMCD (X-ray magnetic circular dichroism) вблизи  $L_{2,3}$  краев поглощения позволяет отдельно определять орбитальный и спиновый магнитный момент резонансных атомов. В работе [21] решалась более сложная задача – определение отдельных профилей распределения величины и направления спинового и орбитального момента атомов Co при изменении знака внешнего поля вблизи границы раздела с антиферромагнетиком FeMn в структуре Co/FeMn. Для этой структуры имел место большой эффект сдвига обменного взаимодействия. Обработка данных XRMR позволила установить, что точечный пиниг имеет место только для орбитальной составляющей магнитного момента атомов Co, то есть оказалось, что спиновый и орбитальный моменты атомов Co могут быть непараллельным.

Ряд приведенных примеров разнообразных магнитных исследований характеризуют метод XRMR как исключительно эффективный и плодотворный метод, позволяющий решать фундаментальные проблемы в теории магнетизма и проводить расшифровку магнитной структуры многослойных пленок, в том числе и тех, которые являются базовыми элементами спинтроники. В то же время интерпретация и обработка экспериментальных резонансных спектров отражения и их асимметрии по поляризации или по направлению поля представляет значительные трудности и требует дальнейшего развития теории и

совершенствования способов подгонки экспериментальных данных.

Работа поддержана РФФИ (гранты № 09-02-12207-офи\_м, № 09-02-01293-а, №10-02-00768-а)

- [1] Kao C.-C., Chen C.T., Johnson E. D. et al., Phys. Rev. B **50**, 9599 (1994).
- [2] Tonnerre J.-M. et al., Phys. Rev.Lett. **75**, 740 (1995).
- [3] Sacchi M., Rassegna Scientifica **4**, 3 (1999).
- [4] Séve L., Jaouen N., Tonnerre J.M. et al., Phys.Rev. B **60**, 9662 (1999).
- [5] Geissler J., Goering E., Justen M., et.al., Phys. Rev. B **65**, 020405 (2001).
- [6] Jaouen N., Van der Laan G., Johal T. K., Wilhelm F., Rogalev A., Mylonas S., Ortega L., Phys. Rev.B **70**, 094417 (2004).
- [7] Marrows C. H., Steadman P., Hampson A. C., et al., Phys. Rev. B **72**, 024421 (2005).
- [8] Valvidares S. M., Quirós C., Mirone A., et al., Phys. Rev. B **78**, 064406 (2008).
- [9] Andreeva M.A., Smekhova A.G., Lindgren B., Björck M., Andersson G., JMMM **300**, e371 (2006).
- [10] Bergmann A., Grabis J., Nefedov A., Westerholt K., Zabel H., J. Phys. D: Appl. Phys. **39**, 842 (2006).
- [11] Ishimatsu N., Hashizume H., Hamada S., et.al., Phys. Rev. B **60**, 9596 (1999).
- [12] Kravtsov E., Haskel D., te Velthuis S.G.E., et.al., Phys. Rev. B. **79**, 1334438 (2009).
- [13] Oppeneer P.M., Mertins H.-Ch., Abramsohn D., et al., Phys. Rev. B **67**, 052401 (2003).
- [14] Kleibert A., Valencia S., Mertins H.-Ch., Bansmann J., BESSY- Annual reports 2003, p.163.
- [15] Andreeva M.A., Journal of Physics: Conference Series **217**, 012013 (2010).
- [16] Смехова А.Г., Andreeva M.A., Одинцова Е.Е. и др. Кристаллография **55**, 883 (2010).
- [17] Andreeva M., Rogalev A., Smekhova A., et al. “Fourth Seeheim Conference on Magnetism (SCM - 2010)”, Program and Abstracts, P-07, p.168.
- [18] Grolier V., Renard D., Bartenlian B., et al., Phys. Rev. Lett. **71**, 3023 (1993).
- [19] Ohkochi T., Mibu K., Hosoi N., Journal of the Physical Society of Japan, **75**, 104707 (2006).
- [20] Hosoi N., Ohkochi T., Kodama K., Yamagishi R., Journal of the Physical Society of Japan, **78**, 094716 (2009).
- [21] Goering E., Brück S., et al., “Fourth Seeheim Conference on Magnetism (SCM - 2010)”, Program and Abstracts, I-24., p.126-127.

## Компьютерное моделирование процесса травления для получения поверхности заданной формы

А.Д. Ахсахалян, И.М. Нефедов

Институт физики микроструктур РАН, г. Нижний Новгород, Россия

e-mail: [akh@ipm.sci-nnov.ru](mailto:akh@ipm.sci-nnov.ru)

В работе [1] рассмотрены технологические проблемы процесса травления для целей коррекции формы цилиндрических поверхностей. Одним из этапов коррекции формы является компьютерное моделирование процесса травления. Цель моделирования – получение закона движения линейной зоны травления вдоль направляющей цилиндрической поверхности, обеспечивающего минимальное отклонение либо направляющей стравленной поверхности, либо ее производной от расчетных значений при заданном профиле травления. Эти два случая соответствуют двум разным практическим задачам. Если стоит задача коррекции поверхности, которая в дальнейшем будет использоваться в качестве поверхности рентгеновского зеркала, то необходимо обеспечить минимальное отклонение производной направляющей поверхности после травления. Не менее важным является и другой класс задач, когда нужно изготовить поверхность шаблона, к которому затем плотно прижимается рентгеновское зеркало, нанесенное на тонкую пластину. Далее к пластине приклеивается толстая массивная матрица для фиксации формы поверхности. Затем зеркало с приклеенной матрицей отделяется от шаблона. Это – так называемый метод реплик (зеркало – реплика с шаблона), которым мы широко пользуемся на практике [2,3]. Понятно, что при изготовлении шаблона главное требование состоит в минимизации самой направляющей стравленной поверхности, а не ее производной. Таким образом, в зависимости от конкретной задачи, необходимо минимизировать либо разность функций (направляющих) либо разность производных, либо их комбинацию с различным весом.

Процесс травления моделировался следующим образом. Поскольку мы имеем дело с цилиндрическими поверхностями, рассматривался одномерный случай.

Пусть  $I(x)$ ,  $S(x)$  – расчетная (идеальная) и исходная направляющие поверхности соответственно,  $D(x) = S(x) - I(x)$  – их разность, а  $\varphi(x)$  – направляющая поверхности травления (профиль травления). Тогда

направляющую стравленной поверхности можно представить в следующем виде:

$$T(x) = S(x) - \sum_j A_j \varphi(x - x_j),$$

где точки травления  $x_j = j\Delta$ ,  $\Delta$  – шаг травления, который задается как параметр. При этом мы предполагаем, что коэффициенты  $A_j$ , которые пропорциональны времени травления в  $j$ -ой точке, зависят только от номера и не зависят от координаты.

Задача состоит в поиске коэффициентов  $A_j$ , которые минимизируют среднеквадратичное отклонение разности  $E(x) = T(x) - I(x)$  стравленной и расчетной направляющей поверхности. Кроме того, поскольку нам важно не только отклонение самих поверхностей, но и их производных, добавим в процесс минимизации отклонение этих производных. Таким образом, мы минимизируем функционал

$$\Phi = \Phi_0 + \Phi_1 =$$

$$\alpha \left\| S(x) - \sum_j A_j \varphi(x - x_j) - I(x) \right\|^2 \quad (1)$$

$$+ (1 - \alpha) \left\| S'(x) - \sum_j A_j \varphi'(x - x_j) - I'(x) \right\|^2,$$

норма функции  $f(x)$  определяется как

$$\|f(x)\|^2 = (f, f) = \frac{1}{L} \int f^2(x) dx,$$

а норма производной –

$$\|f'(x)\|^2 = (f', f') = \frac{1}{L} \int f'^2(x) dx$$

( $L$  – длина, на которой осуществляется травление).

Заметим, что в функционале (1) коэффициенты  $A_j$  не могут быть отрицательными. Рассмотрим следующую модель для коэффициентов:

$$A_j = \gamma (S(x_j) - I(x_j)) = \gamma D(x_j), \quad (2)$$

т.е. время травление в  $j$ -ой точке пропорционально количеству материала, которое необходимо удалить.

Параметр  $\gamma$  в (2) можно найти из условия минимума функционала (1) – приравнявая нулю производную функционала по  $\gamma$ , получаем уравнение, из которого находим

$$\gamma = \frac{\alpha(S-I, G) + (1-\alpha)(S'-I', G')}{\alpha(G, G) + (1-\alpha)(G', G')}, \quad (3)$$

где  $G(x) = \sum_j D(x_j)\varphi_j(x-x_j)$ .

Чтобы продемонстрировать, как работает предложенная модель, была написана программа для расчета направляющей поверхности после травления и ее производной. Программа имеет модульную структуру, что позволяет достаточно просто использовать различные модельные функции как для исходной направляющей, так и для профиля травления. В частности, можно рассматривать несимметричные исходные направляющие поверхности и профили травления, полученные из эксперимента в численном виде.

Здесь представлены результаты для случая, когда разность направляющих исходной и расчетной поверхностей представлена в виде

$$D(x) = D_s \cos^2\left(\frac{\pi x}{\sigma_s}\right), \quad x \in \left(-\frac{\sigma_s}{2}, \frac{\sigma_s}{2}\right).$$

Здесь  $D_s$  и  $\sigma_s$  - амплитуда и полная ширина исходной неоднородности, которую необходимо удалить. Для профиля травления  $\varphi(x)$  использовалась такая же модель с параметрами  $D_\varphi$  и  $\sigma_\varphi$  соответственно. Выбор таких функций обусловлен тем, что они неплохо аппроксимируют экспериментальные данные.

На Рис.1 представлены результаты расчета, когда ширина неоднородности много больше ширины профиля травления  $\sigma_s/\sigma_\varphi \gg 1$ . Как и следовало ожидать, в этом случае удается получить направляющую стравленной поверхности с хорошей точностью. На Рис.1b видно, что величина  $E(x)$  не превышает 0.05 мкм, а погрешность производной составляет порядка  $2 \times 10^{-5}$  радиан. Таким образом, вплоть до значений  $\sigma_s/\sigma_\varphi \geq 7$  модель (2), (3) работает хорошо.

При  $\sigma_s/\sigma_\varphi < 7$  ситуация другая. В этом случае точность восстановления поверхности оказывается значительно хуже. На Рис.2 представлены разность направляющих расчетной и стравленной поверхностей (Рис.2a), а также ее производная (Рис.2b). Пунктирные кривые на

этих рисунках соответствуют рассматриваемой модели (2), (3). Как видно на рисунке погрешность производной достигает величины порядка  $1 \times 10^{-4}$  рад, а диапазон значений координат  $x$ , в котором эта погрешность составляет  $2 \times 10^{-5}$  рад, совсем мал.

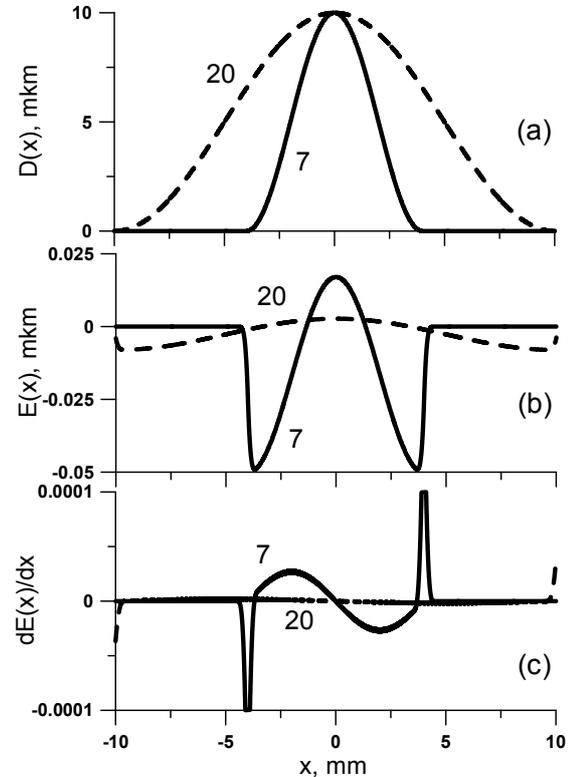


Рис.1. Разность  $D(x)$  между направляющими исходной и расчетной поверхности (a), разность  $E(x)$  между направляющими стравленной и расчетной поверхности (b) и  $dE/dx$  (c) при ширине  $\sigma_s = 7$  мм (сплошная кривая) и  $\sigma_s = 20$  мм (пунктир),  $D_s = 10$  мкм,  $D_\varphi = 2$  мкм,  $\sigma_\varphi = 1$  мм,  $\alpha = 1$ .

Чтобы улучшить ситуацию, несколько модифицируем модель для коэффициентов  $A_j$

$$A_j = \gamma (S(x_j) - I(x_j))^\delta = D^\delta(x_j). \quad (4)$$

Введение параметра  $\delta$  позволяет увеличить удельный вес тех точек, в которых отклонение направляющей исходной поверхности от расчетной максимально.

Аналогично (3) найдем  $\gamma$  из условия минимума функционала (1):

$$\gamma = \frac{\alpha(S-I, G_\delta) + (1-\alpha)(S'-I', G'_\delta)}{\alpha(G_\delta, G_\delta) + (1-\alpha)(G'_\delta, G'_\delta)}, \quad (5)$$

где  $G_\delta(x) = \sum_j D^\delta(x_j)\varphi(x-x_j)$ .

На Рис.2 сплошными кривыми представлены результаты расчетов для  $\delta = 1.017$ . Это значение параметра было получено путем подбора, чтобы получить максимально широкий плоский участок на стравленной поверхности. Как видно на рисунке направляющая поверхности значительно улучшилась.

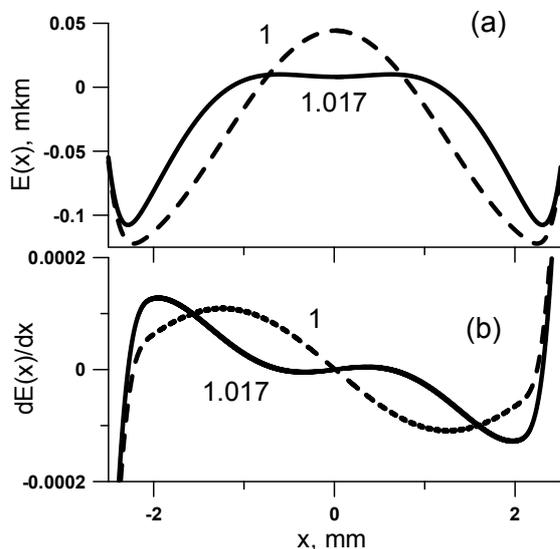


Рис.2. Разность  $E(x)$  (a) и ее производная  $dE/dx$  (b) при  $\delta = 1$  (пунктир) и  $\delta = 1.017$  (сплошная кривая),  $D_s = 10$  мкм,  $D_\varphi = 2$  мкм,  $\sigma_s = 5$  мм,  $\sigma_\varphi = 1$  мм,  $\alpha = 1$ .

На Рис.3 приведены результаты расчетов для случая, когда ширина неоднородности направляющей исходной поверхности еще меньше  $\sigma_s = 2$  мм. Видно, что погрешность как направляющей стравленной поверхности (пунктир на Рис.3а), так и производной (пунктир на Рис.3б) значительно увеличилась по сравнению с предыдущими случаями. Использование модели (4) (сплошные кривые) улучшает ситуацию.

Еще более уменьшает величину  $dE/dx$  минимизация функционала (1) при  $\alpha=0$ , что демонстрирует Рис.3 (кружки). Однако, при этом в зоне травления образуется яма глубиной около 0,5 мкм, дно которой параллельно расчетной направляющей. Для задачи изготовления зеркала такая яма не испортит его отражательных характеристик, тогда как для задачи изготовления шаблона наличие такой ямы совершенно неприемлемо.

Таким образом, приведенные результаты показывают, что численное моделирование дает возможность оптимизировать процесс травления.

В дальнейшем предполагается использовать разработанные программы и модели для обработки экспериментальных данных. При этом

возникает дополнительная задача - сориентировать направляющую исходной поверхности так, чтобы минимизировать разность между ней и направляющей расчетной поверхности. Далее можно представить эту разность в виде суммы модельных функций

(например,  $D \cos^2\left(\frac{\pi x}{\sigma}\right)$ ), затем для каждой из

этих функций найти коэффициенты травления, как это продемонстрировано в настоящей работе. Сумма коэффициентов даст нам необходимые оптимальные времена травления.

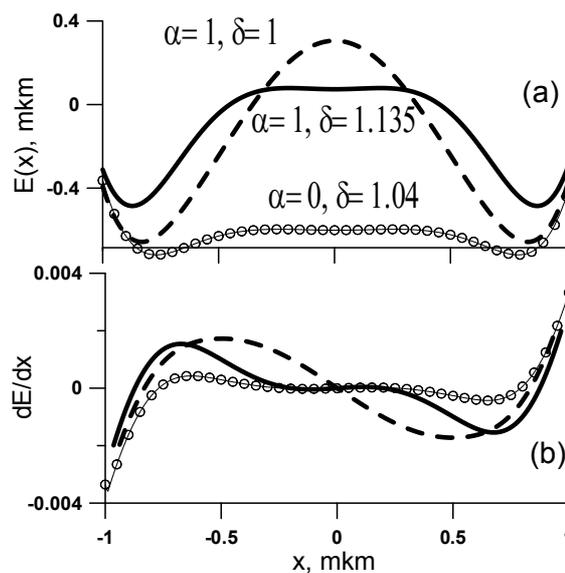


Рис.3. Разность  $E(x)$  (a) и ее производная  $dE/dx$  (b) при различных значениях параметров  $\alpha$  и  $\delta$ ,  $D_s = 10$  мкм,  $D_\varphi = 2$  мкм,  $\sigma_s = 2$  мм,  $\sigma_\varphi = 1$  мм.

В заключение отметим, что представленные алгоритмы расчета легко распространяются и на двумерный случай, что позволит моделировать процесс травления не только цилиндрических поверхностей, но и поверхностей произвольной формы.

Работа поддержана РФФИ, проект 10-02-01073.

[1] Ахсаханян А.А., Ахсаханян А.Д., Вайнер Ю.А. и др. Матер. рабочего совещания «Рентгеновская оптика-2010». Черноголовка, 20-23 сентября 2010 г.

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

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

## Ламеллярная многослойная структура как рентгеновское зеркало с максимально возможным разрешением и отражением.

И. В. Кожевников<sup>1</sup>, R. van der Meer<sup>2</sup>, H. J. M. Bastiaens<sup>2</sup>, К.-J. Boller<sup>2</sup>, F. Bijkerk<sup>2,3</sup>

<sup>1</sup>Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия

<sup>2</sup>MESA+ Institute for Nanotechnology, University of Twente, The Netherlands

<sup>3</sup>FOM-Institute for Plasma Physics Rijnhuizen, Nieuwegein, The Netherlands

e-mail: [ivk@crys.ras.ru](mailto:ivk@crys.ras.ru)

Хорошо известно [1], что угловая (или спектральная) ширина пика отражения обычного периодического многослойного зеркала пропорциональна разнице в поляризуемостях  $\chi_A$  и  $\chi_S$  веществ, составляющих структуру

$$\Delta\theta_{M3} \sim |\chi_A - \chi_S|, \quad (1)$$

ограничена поглощением излучения в веществе и не может быть меньше, чем

$$(\Delta\theta_{M3})_{\min} = 2 \operatorname{Im} \chi_S / \sin(2\theta_0) \quad (2)$$

где  $\chi_S$  – поляризуемость менее поглощающего компонента структуры, а  $\theta_0$  – угол скольжения падающего пучка. Более того, независимо от способа увеличения разрешения (например, за счет уменьшения толщины слоев сильно поглощающего вещества, увеличения порядка Брэгговского отражения или уменьшения разницы в поляризуемости материалов, составляющих структуру) пиковый коэффициент отражения уменьшается и обращается в ноль при достижении предельного значения (2). Иными словами, невозможно сконструировать периодическое многослойное зеркало для излучения мягкого рентгеновского (МР) диапазона, обеспечивающее высокое разрешение и высокий коэффициент отражения одновременно.

В нашем докладе мы покажем, что многослойная ламеллярная структура (МЛС) [2], схематично изображенная на рис.1, свободна от этого недостатка и, в принципе, может обеспечить любое сколь угодно высокое угловое или спектральное разрешение, причем пиковый коэффициент отражения будет таким же, как у обычного многослойного зеркала и не будет зависеть от разрешения.

В общем случае, точный расчет эффективности дифракции представляет собой достаточно сложную вычислительную процедуру [3, 4], причем, как утверждалось в [5], "в отличие от классических многослойных зеркал невозможно найти аналитические критерии для определения оптимальных параметров соответствующей МЛС". В нашем докладе мы покажем, что в практически важном, так называемом "одномодовом" случае эффективность дифракции в любой порядок может быть рассчитана аналитически и оптимальные параметры МЛС могут быть найдены безо всяких

проблем и без каких-либо длительных численных расчетов [6].

Для расчета коэффициента отражения и эффективности дифракции в разные порядки мы используем метод связанных волн – точный подход, совершенно понятный с физической точки зрения и основанный на представлении волнового поля в виде суперпозиции волн, дифрагированных в разные порядки. Метод может быть использован для любого распределения поляризуемости  $\chi(z)$  по глубине структуры. Пример расчета эффективности дифракции в разные порядки дан на рис.2 для МЛС с периодом решетки  $D = 2$  мкм. При расчетах принимались во внимание 15 порядков дифракции (от  $-7$  до  $+7$ ). Нулевой порядок соответствует зеркально отраженной волне.

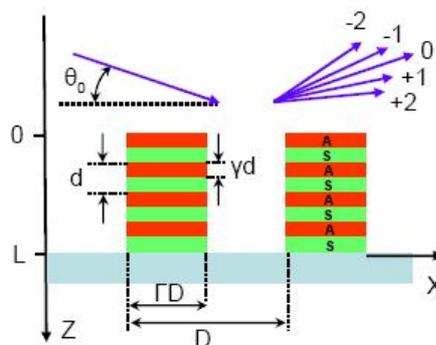


Рис. 1. Схема, иллюстрирующая дифракцию рентгеновского излучения от многослойной ламеллярной дифракционной решетки.

С одной стороны, мы видим, что картина дифракции (форма дифракционных пиков) достаточно сложная, что вызвано сильной связью дифракционных порядков. Поэтому, действительно, трудно предсказать заранее, что произойдет с формой пика отражения, если слегка изменить параметры МЛС. С другой стороны, число дифракционных порядков, влияющих на пик отражения, ограничено. Это связано с малой поляризуемостью вещества в МР диапазоне, что приводит к узким пикам отражения и дифракции (1) и чрезвычайно малой эффективности возбуждения дифрагированных волн вне пиков. В частности, на

рис.2 хорошо видно, что эффективность дифракции в  $\pm 5$  порядок практически нулевая в диапазоне углов скольжения  $\theta_0 \sim 34.5^\circ$ , где коэффициент отражения еще значителен. В результате оказывается, что для корректного расчета коэффициента отражения достаточно учесть 11 порядков дифракции, а увеличение их числа вообще не изменяет форму пика отражения.

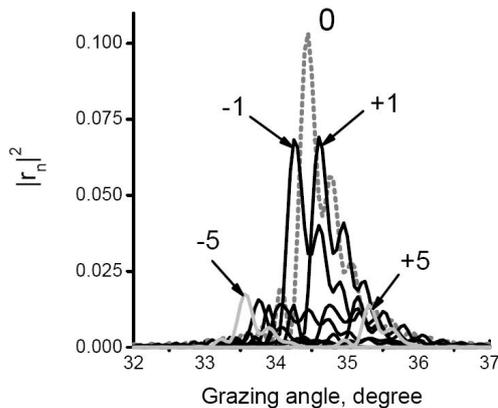


Рис. 2. Эффективность дифракции (s-поляризация) на длине волны  $\lambda = 6.76$  нм в разные порядки (от  $-5$  до  $+5$ ) в зависимости от угла скольжения падающего пучка. Параметры МЛС следующие:  $\text{Mo}/\text{V}_4\text{C}$ ,  $N=150$ ,  $d=6$  нм,  $\gamma = 0.34$ ,  $D = 2$  мкм,  $\Gamma = 0.3$ . Расчеты проведены методом связанных волн при учете 15-ти порядков дифракции (от  $-7$  до  $+7$ ).

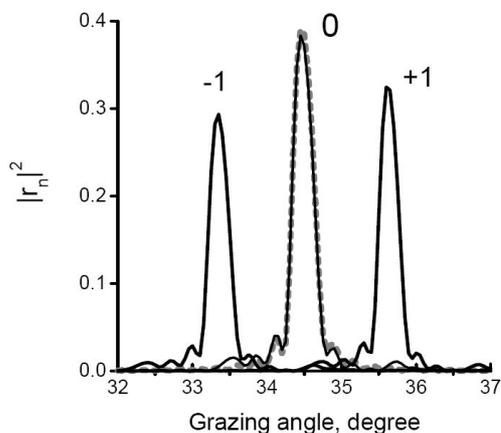


Рис. 3. То же, что и на рис.2 для МЛС с периодом решетки  $D = 0.3$  мкм. Пунктирная кривая – расчет коэффициента отражения от обычного многослойного зеркала с плотностью обоих материалов, уменьшенной в  $1/\Gamma = 3.3$  раза.

Отметим также, что пиковый коэффициент отражения от рассматриваемой МЛС составляет всего лишь 10.3%, что почти в 4 раза меньше, чем коэффициент отражения от обычного многослойного зеркала (38.3%). Этот факт совершенно понятен, поскольку падающая мощность не только отражается в зеркальный пик,

но и распределяется по каналам дифракции разных порядков.

Расстояние между соседними пиками (в терминах угла скольжения падающего пучка)  $\Delta\theta \approx d/D$  увеличивается при уменьшении периода решетки  $D$ . Поэтому мы можем ожидать, что влияние дифракционных пиков как на коэффициент зеркального отражения, так и друг на друга уменьшается при уменьшении  $D$ . Действительно, на рис.3 показана эффективность дифракции от МЛС с существенно меньшим периодом  $D = 0.3$  мкм. Видно, что расстояние между пиками увеличилось примерно в 7 раз по сравнению с рис.2. В результате влияние дифракционных пиков на коэффициент отражения становится пренебрежимо малым. В частности, рис.3 показывает, что коэффициент отражения от МЛС увеличивается почти в 4 раза по сравнению с рис.2, поскольку при  $\theta_0 \sim 34.5^\circ$  интенсивность дифрагированных волн практически нулевая. Такой режим дифракции мы называем "одномодовым".

В этом режиме при расчете коэффициента отражения мы можем пренебречь в системе связанных уравнений всеми волнами дифракции кроме волны нулевого порядка. Тогда система связанных волн сводится к стандартному одномерному волновому уравнению. Единственное его отличие от уравнения, описывающего отражение волны от обычного многослойного зеркала, состоит в том, что вместо поляризуемости  $\chi(z)$  в него входит  $\Gamma\chi(z)$ , где  $\Gamma$  – аспектное отношение решетки (рис.1). Поскольку поляризуемость вещества в МР диапазоне пропорциональна его плотности, мы заключаем, что полученное уравнение описывает отражение волны от обычного многослойного зеркала, плотность вещества в котором уменьшена в  $1/\Gamma$  раз [6].

Действительно, пунктирная кривая на рис.3 показывает коэффициент отражения от обычного  $\text{Mo}/\text{V}_4\text{C}$  зеркала с плотностью обоих материалов, уменьшенной в  $1/\Gamma = 3.3$  раза. Как видно, согласие с точным расчетом в рамках дифракционной теории при учете 15-ти порядков дифракции (сплошная кривая) превосходное. В соответствии с (1)-(2) разрешение МЛС может быть каким угодно высоким, если аспектное отношение решетки  $\Gamma$  выбрать достаточно малым. Более того, в соответствии с [1], пиковое значение коэффициента отражения от многослойного зеркала полностью определяется двумя параметрами

$$f = \text{Re}(\chi_A - \chi_S) / \text{Im}(\chi_A - \chi_S) \quad \text{и} \quad g = \text{Im}\chi_S / \text{Im}(\chi_A - \chi_S)$$

Ясно, что эти параметры не меняются при пропорциональном уменьшении плотностей обоих материалов структуры. Тем самым, независимо от разрешения МЛС (т.е. параметра  $\Gamma$ ), ее пиковый коэффициент отражения остается тем же самым, что и у обычного многослойного зеркала. Конечно, число периодов многослойной структуры должно быть увеличено на фактор  $1/\Gamma$  по сравнению с традиционным зеркалом.

Условие одномодового режима отражения от МЛС состоит в том, что ширина пика отражения  $(\Delta\theta)_{\text{МЛС}} = \Gamma(\Delta\theta)_{\text{МЗ}}$  мала по сравнению с угловым расстоянием между дифракционными пиками. Окончательно получаем следующее условие [6]:

$$\Gamma D \cdot (\Delta\theta)_{\text{МЗ}} \ll d \quad (3)$$

где  $(\Delta\theta)_{\text{МЗ}}$  – ширина пика отражения обычного многослойного зеркала, а "много меньше" означает "меньше в три раза, по крайней мере". Интересно, что условие (3) зависит от ширины ламели  $\Gamma D$ , а не от периода решетки.

На рис.4 сравниваются пики отражения от обычного  $\text{Mo}/\text{V}_4\text{C}$  зеркала и МЛС с разным значением параметра  $\Gamma$ , но при фиксированной ширине ламели  $\Gamma D = 7$  нм, что не является проблемой для современной технологии. Число слоев многослойной структуры обратно пропорционально  $\Gamma$  для достижения предельного отражения и разрешения. Сплошные кривые представляют результаты расчета в рамках строгой дифракционной теории, а пунктирные кривые рассчитаны с помощью приближенных аналитических формул, представленных в [1]. Как и выше, согласие между кривыми превосходное.

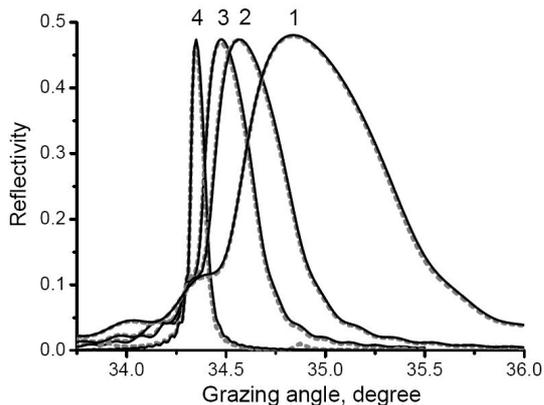


Рис. 4. Коэффициент отражения на длине волны 6.76 нм от обычного  $\text{Mo}/\text{V}_4\text{C}$  многослойного зеркала (1) ( $d = 6$  нм,  $\gamma = 0.34$  и  $N = 100$ ) и от МЛС при фиксированной ширине ламели  $\Gamma D = 70$  нм, числе периодов многослойной структуры  $N = 100/\Gamma$  и для разных значений аспектного отношения  $\Gamma = 1/2$  (2),  $1/3$  (3) и  $1/10$  (4). Сплошные кривые – расчет в рамках строгой дифракционной теории. Пунктирные кривые – аналитический расчет [1] для обычного многослойного зеркала с плотностью вещества, уменьшенной в  $1/\Gamma$  раз.

Оказывается, что не только пик отражения, но и дифракционные пики могут быть описаны с помощью очень простых аналитических выражений, если МЛС работает в одномодовом режиме. Пример дан на рис. 5, где сравниваются результаты расчета дифракционных пиков от 0 до -5 порядка дифракции, рассчитанных в рамках строгой дифракционной теории (сплошные кривые) и с помощью полученных аналитических

выражений (пунктирные кривые). Видно, что кривые полностью совпадают друг с другом. Дифракционный пик 3-го порядка не виден на рисунке из-за его чрезвычайно малой интенсивности.

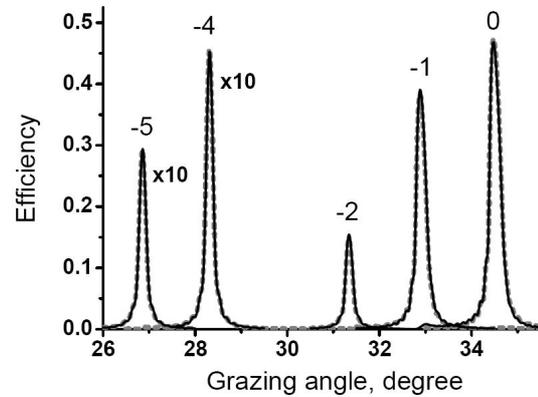


Рис. 5. Эффективность дифракции на длине волны 6.76 нм от  $\text{Mo}/\text{V}_4\text{C}$  МЛС со следующими параметрами:  $d = 6$  нм,  $\gamma = 0.34$ ,  $N = 300$ ,  $D = 210$  нм,  $\Gamma = 1/3$ . Сплошные кривые рассчитаны в рамках строгой дифракционной теории, а пунктирные кривые – с помощью простых аналитических выражений.

Таким образом, при выполнении условия (3) нет физических ограничений на достижимое спектральное или угловое разрешение МЛС. На практике достижимое разрешение и отражение будут ограничены существующей технологией, а именно, максимально возможным числом слоев многослойной структуры  $N$  и минимально возможной шириной ламели  $\Gamma D$ .

Для расчета отражения и дифракции МР излучения от МЛС, работающей в одномодовом режиме, сложные подходы, основанные на строгой теории дифракции, оказываются вообще не нужными.

- [1] Зеркальная рентгеновская оптика. Под ред. А.В. Виноградова. Л.: Машиностроение, 1989.
- [2] Aristov V. V., Erko A. I., Martynov V. V., Rev. Phys. Applique, **23**, 1623 (1988).
- [3] Goray L. I., Nucl. Instrum. Methods A, **536**, 211 (2005).
- [4] Sammar A., Andre J.-M., Pardo B., Opt. Comm., **86**, 245 (1991).
- [5] Benbalagh R., Andre J.-M., Barchewitz R., et al, Nucl. Instrum. Methods A, **541**, 590 (2005).
- [6] Kozhevnikov I. V., van der Meer R., Bastiaens H. J. M., et al., accepted to Optics Express.

## Развитие рентгенооптических методов измерения шероховатости супергладких поверхностей

М.М. Барышева, Ю.А. Вайнер, М.В. Зорина, А.Е. Пестов,  
Д.Н. Рогачев, Н.Н. Салащенко, Н.И. Чхало

Россия, Нижний Новгород,

Учреждение Российской академии наук Институт физики микроструктур РАН

e-mail: [maria@ipm.sci-nnov.ru](mailto:maria@ipm.sci-nnov.ru)

По мере развития рентгеновской оптики возрастают требования к качеству изготовления и аттестации как самих многослойных зеркал, так и подложек, на которые наносятся многослойные структуры. Так, для элементов изображающей оптики, применяемых в схемах EUV-литографии на длине волны  $\lambda=13,5$  нм), отклонение формы поверхности от заданной не должно превышать 0,2-0,3 нм во всей области пространственных частот  $10^{-6}$ - $10^3$  мкм<sup>-1</sup> [1]. И изготовление, и диагностика поверхности зеркал и подложек с такой точностью представляет собой определенную сложность.

В данной работе мы ограничиваемся исследованием шероховатостей среднего (MSFR,  $10^{-3}$  –  $1$  мкм<sup>-1</sup>) и высокочастотного (HSFR,  $1 - 10^3$  мкм<sup>-1</sup>) диапазонов. Для их изучения традиционно применяются методы оптический интерференционной микроскопии (в данной работе использован прибор Talysurf CCI 2000), атомно-силовой микроскопии (NT-MDT Solver P47-PRO), отражение и рассеяние «жесткого» рентгеновского излучения (дифрактометр Phillips X'Pert PRO,  $\lambda = 0,154$  нм). Экспериментально изучались кварцевые подложки фирмы General Optics.

На начальном этапе исследований ансамбль подложек характеризовался величиной среднеквадратичного отклонения  $\sigma$ , определенной различными методами (см. Таблицу 1). В случае оптической интерференционной (ОИМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ)  $\sigma_{АСМ(ОИМ)}$  вычисляется непосредственно по карте поверхности образца  $z_{ij}$  как  $\sigma^2_{АСМ(ОИМ)} = \sum (z_{ij} - \langle z \rangle)^2 / N$ , где  $N \times N$  – число точек изображения,  $\langle z \rangle$  – среднее по поверхности. Программное обеспечение, установленное на микроскопах, позволяет производить первичную обработку карты поверхности: вычитать наклонную плоскость, убирать выбросы, связанные с посторонним загрязнением (пыль).

Использование зеркального рентгеновского отражения (РО) для определения  $\sigma$  предполагает аппроксимацию кривой отражения  $R(\theta)$  функцией

$$R(\theta) = R_F(\theta) \exp\left(-\left(4\pi\sigma_{PO} \sin \theta / \lambda\right)^2\right), \quad (1)$$

где  $R_F$  – коэффициент Френеля,  $\theta$  – угол падения излучения,  $\lambda$  – длина волны.

Можно видеть, что полученные разными методами значения шероховатости различаются

довольно существенно. Несмотря на то, что определенная корреляция с точки зрения «лучше-хуже» наблюдается, необходима именно количественная оценка поверхности подложки для отбора сверхгладких образцов, на которые впоследствии будут наноситься многослойные покрытия.

Таблица 1. Анализ среднеквадратичной высоты шероховатости кварцевых подложек различными методами.

Образец	Шероховатость, нм			$R_{Mo/Si}$ , %
	РО	АСМ, $1 \times 1$ мкм	ОИМ	
GO 0	0,4	0,08	0,92	67,5%
GO 1	1,1	0,28	1,02	49,2%
GO 3	0,6	0,15	0,92	66,8%
GO 4	0,65	0,18	0,97	-
GO t	0,48	0,18	1,9	-

Отметим, что подобное расхождение отмечалось и раньше [2, 3]. Известные объяснения сводятся к утверждению, что АСМ описывает именно поверхностные свойства структуры, в то время как  $\sigma_{PO}$  представляет собой некий эффективный параметр, содержащий, в частности, влияние переходных областей на поверхности подложки. Тем не менее, адекватность метода зеркального рентгеновского отражения при описании микрошероховатостей подложек подтверждается экспериментом по нанесению на эти подложки многослойных Mo/Si покрытий. В последнем столбце таблицы приведены коэффициенты отражения  $R_{Mo/Si}$  таких зеркал на длине волны 13,5 нм. Из таблицы видна четкая корреляция между значениями  $R_{Mo/Si}$  и данными шероховатости, полученными методом РО. Если исходить из данных АСМ, шероховатость всех подложек должна была обеспечивать высокие коэффициенты отражения. Наоборот, по данным ИМ высоких значений  $R_{Mo/Si}$  ожидать не приходится.

Для выяснения причин расхождения полученных результатов, для образца GO\_t данным ИМ, АСМ и диффузного рассеяния построим PSD («power spectral density»)-функции [4] – см. рис.1. В случае ОИМ и АСМ PSD – функция получается в результате фурье-анализа карты поверхности, частотный интервал определяется  $N$  и размером кадра  $L \times L$ :  $v \in [1/L, N/2L]$ .

В случае диффузного рассеяния жесткого рентгеновского излучения  $\theta \ll 1$  и для ширины диаграммы рассеяния  $\Phi(\theta, \varphi)$  ( $\varphi$  - азимутальный угол) справедливо соотношение  $\delta\theta \gg \delta\varphi$ . Индикатриса рассеяния  $\Pi(\theta) = \int_0^{2\pi} \Phi(\theta, \varphi) d\varphi$  пропорционально связана с PSD( $\nu$ ) через оптические характеристики материала подложки [5]:

$$\Pi(\theta) = \frac{|\pi(1 - \varepsilon)t(\theta_0)t(\theta)|^2}{2\lambda^3 \sin \theta_0 \sqrt{\cos \theta \cos \theta_0}} PSD(\nu), \quad (2)$$

$$\nu = |\cos \theta - \cos \theta_0| / \lambda,$$

где  $\theta_0$  - угол падения излучения,  $\theta$  - угол рассеяния,  $\varepsilon$  - диэлектрическая проницаемость,  $t$  - френелевский коэффициент прохождения. На практике измеряется сигнал  $\Pi(\theta)$ , проинтегрированный по щели детектора, то есть  $I(\theta) = \Pi(\theta)\delta\theta_{det}$ , где  $\delta\theta_{det}$  - угловой размер детектора.

Доступный спектр пространственных частот  $\nu$  определяется величиной отстройки  $|\theta - \theta_0|$ , при которой измеренные значения индикатрисы рассеяния можно считать достоверными: область низких пространственных частот ограничена аппаратной функцией прибора, высоких - интенсивностью рассеянного сигнала.

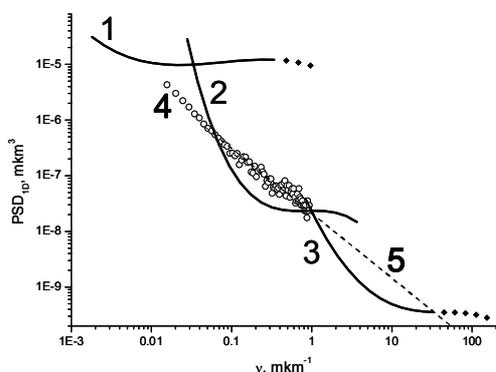


Рис. 1. Одномерные PSD-функции, построенные по данным различных методов. 1 – ОИМ,  $L=450$  мкм,  $N=512$ ; 2 – АСМ,  $L=30$  мкм,  $N=256$ ; 3 – АСМ,  $L=1$  мкм,  $N=256$ ; 4 – диффузное рассеяние, 5 – линейная интерполяция в область высоких частот.

Можно видеть, что кривые, полученные по данным АСМ и рентгеновского рассеяния, довольно близки. Для высоких частот PSD-функция диффузного рассеяния хорошо описывается линейной зависимостью. Если полученную прямую продлить в область больших

значений  $\nu$  и вычислить  $\sigma_\infty^2 = \int_{\nu_{min}}^{\infty} PSD(\nu) d\nu$ , то

высота шероховатости составит  $\sigma_\infty = 0,46$  нм, что хорошо совпадает шероховатостью, рассчитанной для данной подложки по отражению рентгеновского излучения. Значение  $\nu_{min} = 1,3 \cdot 10^{-3}$

мкм<sup>-1</sup> соответствует минимальной частоте, вносящей вклад в кривую зеркального отражения, и определяется размером щели: гармоники с  $\nu < \nu_{min}$ , рассеивают излучение на углы, меньшие угловой ширины детектора, а следовательно не снижают измеряемое значение  $R(\theta)$ .

На основе проведенных исследований можно сделать следующие основные выводы. Практически полную корреляцию между измеренными значениями шероховатости подложек и коэффициентами отражения многослойных зеркал, нанесенных на эти подложки, демонстрирует метод зеркального отражения жесткого рентгеновского излучения. Адекватность этой методики определяется малой длиной волны излучения («зонд субнанометрового размера») и чувствительностью практически ко всем пространственным частотам. Данные диффузного рассеяния жесткого рентгеновского излучения и АСМ могут применяться для изучения шероховатости сверхгладких поверхностей только при условии изучения PSD-функций и их аппроксимации на весь спектр пространственных частот. Широко используемые данные о среднеквадратичной высоте шероховатости, полученные методами ИМ или АСМ в узком частотном диапазоне, могут приводить к ошибке при заключении о годности или негодности подложки для рентгенооптических приложений.

Приведенный анализ позволяет достоверно исследовать сверхгладкие плоские подложки, однако важной особенностью подложек для изображающей оптики дифракционного качества экстремального ультрафиолетового и мягкого рентгеновского диапазона является их кривая форма. Для исследования таких объектов оптическими методами зондирующий пучок должен падать на анализируемую поверхность под углами 10-20° градусов к поверхности, что не позволяет применить жесткое рентгеновское излучение ( $\theta_0 \sim 0,1^\circ$ ,  $\theta \sim 1^\circ$ ). Использование атомно-силовых микроскопов теоретически возможно, однако на практике существующие установки не позволяют проводить такие операции в «штатном» режиме, применение нестандартных схем (например, установка головки микроскопа непосредственно на измеряемую поверхность) приводит к снижению качества измерений и повышает риск повреждения уникальных дорогостоящих подложек.

Кроме того, как мы видим, для полноценной аттестации во всем спектре пространственных частот в любом случае требуется применение как минимум двух различных методик (и дорогостоящих приборов), что неэффективно и зачастую недоступно для большинства лабораторий. Поэтому, несмотря на очевидные успехи традиционных методов исследования шероховатых поверхностей, приходится констатировать отсутствие на данный момент достоверной и универсальной

методики аттестации супергладких подложек для изображающей рентгеновской оптики.

Решение проблемы на данный момент видится в применении метода диффузного рассеяния в «мягком» рентгеновском и экстремальном ультрафиолетовом диапазонах, что, во-первых, должно позволить работать с большими углами падения и рассеяния излучения: наиболее интенсивное рассеяние наблюдается при углах падения вблизи критического, что при  $\lambda = 13,5$  нм для  $\text{SiO}_2$  поверхности составит  $12^\circ$ . Кроме того, все эксперименты в этом диапазоне длин волн проводятся только в вакууме, что исключает ошибки, связанные с рассеянием в воздухе.

Приведем здесь расчет интенсивности согласно (2) диффузно рассеянного сигнала для шероховатой подложки с характерными значениями шероховатости  $\sigma = 5$  нм, корреляционной длины  $a = 20$  мкм, параметра Хёрста  $h = 0,18$  (PSD-функция вырана в виде ABC-модели – см. [4,5]).

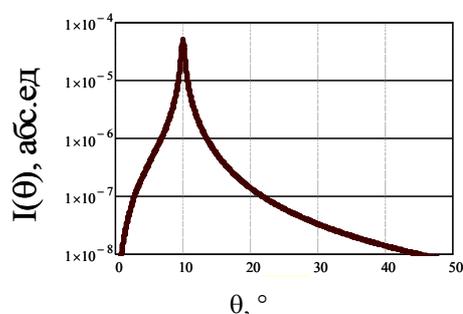


Рис. 2. Расчет интенсивности рассеянного сигнала при  $\lambda = 13,5$  нм для  $\text{SiO}_2$  подложки с параметрами  $\sigma = 5$  нм,  $a = 20$  мкм,  $h = 0,18$ . Угол падения  $\theta_0 = 10^\circ$ ,  $\delta\theta_{\text{det}} = 0,23^\circ$ .

Можно видеть, что динамический диапазон на уровне  $10^{-7}$  позволит проводить измерения частотного спектра шероховатости подложек в диапазоне  $\nu \in [0,05; 20]$  мкм $^{-1}$ , полностью перекрывая возможности АСМ. При больших углах, вообще говоря, нарушается предположение  $\delta\varphi \ll \delta\theta$ , использованное при выводе (2), однако, ошибка приведенной оценки не превышает  $2\pi$ .

В лабораторных рефлектометрах в качестве источников рентгеновского излучения обычно используется рентгеновская трубка, характерные значения интенсивности которой в «мягком диапазоне» обычно порядка нескольких тысяч квантов/сек, что не позволяет производить описанные исследования. Решение на наш взгляд состоит в использовании более мощного лазерно-плазменного источника. Для его применения в ИФМ РАН был разработан рефлектометр, с особенностями оптической схемы которого можно познакомиться в [6]. Важной особенностью прибора являются входная и выходная щели, что позволяет одновременно установить и массивный источник, и камеру гониометра большого объема. В качестве монохроматора используется объектив Шварцшильда.

Оценим интенсивность зондирующего пучка. Для лазера ND:YAG с длительностью импульса  $\tau = 10$  нс, частотой  $f = 10$  Гц и энергией 400 мДж, согласно исследованиям [7], на длине волны 13,5 нм поток излучения  $S = 6 \cdot 10^{13}$  фотонов/(с·страд  $\cdot 0,1$ нм). Число фотонов, приходящих на детектор за один импульс  $N_{\text{фот}} = S \cdot \Omega \cdot T_{\text{опт}} \cdot \Delta\lambda / f$ , где  $\Omega = 10^{-3}$  страд – телесный угол, под которым детектор «видит» источник,  $T_{\text{опт}} = 9,5\%$  – эффективность оптической системы (два зеркала нормального падения с  $R = 65\%$ , фильтры на источнике и детекторе с  $T = 50\%$  и  $T = 45\%$ ),  $\Delta\lambda = 0,38$  нм – полоса пропускания монохроматора, определяемая параметрами зеркал. Соответственно,  $N_{\text{фот}} = 2,2 \cdot 10^9$  фотонов/импульс. В полупроводниковом диоде 1 фотон порождает приблизительно 25 электронов, откуда  $N_{\text{эл}} = 5,5 \cdot 10^{10}$  электрона/импульс, то есть сигнал на уровне  $10^{-7}$  от максимума соответствует  $5,5 \cdot 10^3$  электрона/импульс, что может быть надежно зарегистрировано.

Приведенные оценки показывают, что разработанный рефлектометр позволит проводить изучение кривых рентгенооптических элементов методом диффузного рассеяния в диапазоне пространственных частот, перекрывающим совокупные возможности АСМ и диффузного рассеяния «жесткого» излучения. В настоящий момент рассматривается также возможность установки дополнительного оптического источника (зеленый лазер), что позволит с использованием одной только установки продвинуться также в область пространственных частот, обычно изучаемую методами оптической интерферометрии.

Работа поддержана грантами РФФИ 08-02-00873, 09-02-00912 и ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009-2013 годы».

1. Katsuhiko Murakami. //Proc. of SPIE. 2008. V. 6921, 69210Q.
2. N.I. Chkhalo, A.E. Pestov, N.N., Salashchenko and M.N. Toropov (2010). Manufacturing and Investigating Objective Lens for Ultrahigh Resolution Lithography Facilities, Lithography, Michael Wang (Ed.), ISBN: 978-953-307-064-3, INTECH.
3. А.В. Бирюков, С.В. Гапонов, Б.А. Грибков и др. // Поверхность. Рент., синхр. и нейтр. исслед. – 2003. - №2, - С.17-20.
4. Занавескин, М.Л. // Диссертация на соискание степени к.ф.-м.н. – Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН – Москва. – 2008.
5. V.E. Asadchicov, I.V. Kozhevnicov, Yu.S. Krivonosov et.al. // Nucl. Instrum. and Meth. in Phys. Res. A. – 2004. – V. 530. - P. 575-595.
- [6] А.Г. Алексеев, П.Н. Аруев, Б.Я. Бер и др. Солнечно-слепые кремниевые детекторы для EUV диапазона //Материалы данного совещания.
- [7] L. van Loyen, T. Bottger, S. Braun et.al // Proc. of SPIE. 2003. V. 5038, 12-21.

## Разработка аperiodических многослойных зеркал нормального падения для диапазона $\lambda < 13$ нм

Е. А. Вишняков, М. С. Лугинин, А. С. Пирожков, Е. Н. Рагозин, С. А. Старцев

Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Ленинский проспект 53, 119991 Москва, Россия  
e-mail: [mikhail.luginin@phystech.edu](mailto:mikhail.luginin@phystech.edu)

Широкополосные зеркала нормального падения на основе аperiodических многослойных структур (МС) Mo/Si были введены в практику спектроскопии мягкого рентгеновского (МР) диапазона в работах [1–4]. Области их применения – исследование неоднородной плазмы с использованием стигматических (изображающих) спектрографов [3–5], регистрация спектра высоких гармоник лазерного излучения, отражение и преобразование длительности аттосекундных импульсов МР излучения [6], и др. Рабочий диапазон длин волн Mo/Si многослойных зеркал (МЗ) ограничен L-краем поглощения кремния (125 Å). Достижение отражения при нормальном падении в достаточно широкой области длин волн короче ~12.5 нм потребует применения других материалов.

В работе Артюкова и др. [7] были проанализированы оптические свойства более 1300 неорганических соединений и элементов, и найдены лучшие пары материалов – компонентов периодических МЗ для длин волн 30 – 300 Å. Было показано, что весьма хорошие результаты дают, в частности, зеркала на основе пар U/C, U/B, U/B<sub>4</sub>C, UC/B<sub>4</sub>C (речь идет, разумеется об обедненном уране <sup>238</sup>U), La/B и др., а расчетные коэффициенты отражения на соответствующих длинах волн достигают 0,6–0,8. Из работ [8, 9] ясно, однако, что высокая химическая активность урана чрезвычайно затрудняет изготовление покрытий, содержащих слои химически чистого урана.

Есть сообщения о синтезе периодических МЗ La/B<sub>4</sub>C(B<sub>2</sub>C) на длину волны ≈6.7 нм [10, 11], однако их коэффициенты отражения при нормальном падении оказываются существенно ниже теоретического предела, что связано с образованием переходных слоев.

В настоящей работе мы продолжили поиск пар материалов, пригодных для создания эффективных широкополосных зеркал нормального падения в области длин короче 13 нм. Ставилась цель выяснить принципиальную возможность создания широкополосных зеркал нормального падения в области  $\lambda < 13$  нм и рассчитать их предельно достижимые характеристики, обусловленные оптическими константами соответствующих элементов.

При выборе пар материалов принимались во внимание значения оптических констант на

выбранном интервале оптимизации, положение их краев поглощения, а также рекомендации В.В. Кондратенко и Н.Н. Салашенко относительно совместимости пар материалов с учетом их реакционной способности.

Коэффициент отражения (по интенсивности) от границы раздела двух веществ при нормальном падении определяется формулой

$$R = \frac{(\delta_2 - \delta_1)^2 + (\gamma_2 - \gamma_1)^2}{16}, |\delta_i|, \gamma_i \ll 1$$

Из этой формулы следует, что отражение от каждого интерфейса будет тем больше, чем больше разница  $\delta$  и  $\gamma$  у соответствующих веществ. Поэтому для МЗ следует выбирать пары веществ, обладающих большим коэффициентом отражения от границы раздела и не слишком большим поглощением с тем, чтобы эффективное число интерферирующих лучей было достаточно большим.

Были проанализированы оптические константы 11 веществ (Mo, Si, B<sub>4</sub>C, C, Ti, Co, W, Ni, Cr, Sb, Sc). На рис. 1 и 2 представлены зависимости  $\delta$  и  $\gamma$  от длины волны для наиболее перспективных из них в смысле создания МЗ в области  $8 < \lambda < 13$  нм. Сурьма обладает значительным отличием действительной составляющей показателя преломления от единицы по сравнению с другими элементами, в то время как мнимая часть не очень велика в нужной нам области, что определяет выбор ее в качестве первой из

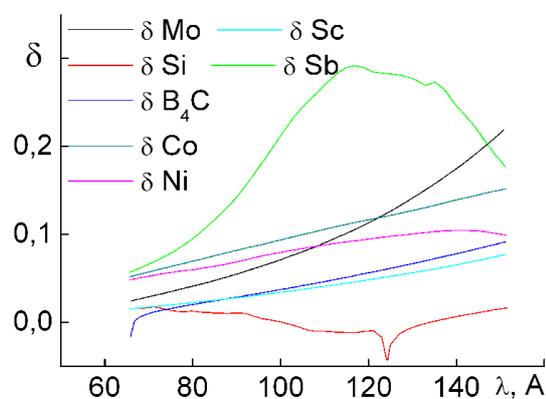


Рис. 1. Добавка к действительной части диэлектрической проницаемости Mo, Si, B<sub>4</sub>C, Co, Ni, Sb и Sc в диапазоне длин волн 65 – 152 Å.

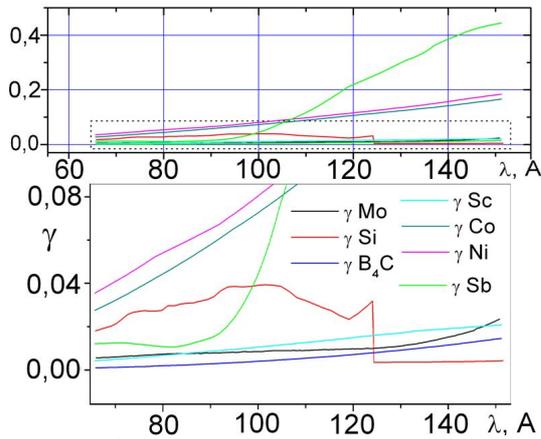


Рис. 2. Мнимая часть диэлектрической проницаемости Mo, Si, B<sub>4</sub>C, Co, Ni, Sb и Sc.

компонент МЗ. Численный эксперимент показал, что лучшей парой для синтеза МЗ в указанной области являются Sb и B<sub>4</sub>C.

Аперiodические МС на основе сурьмы оптимизировались на достижение максимального равномерного коэффициента отражения путем минимизации функционала

$$\mathfrak{S}_1 = \int [R(\lambda) - R_0]^2 d\lambda.$$

При этом количество слоев  $N$  каждой структуры выбиралось таким, чтобы достигался эффект насыщения. Из-за наличия у Sb краев поглощения ( $N_1$ -края при  $\lambda=81$  Å,  $N_2$ - и  $N_3$ -края при  $\lambda=130$  Å) областью оптимизации был диапазон 81–128 Å. Параметрами оптимизации являлись толщины всех монослоев. Оказалось, что аперiodические МС Sb/B<sub>4</sub>C ( $R=13.1\%$ ,  $N=200$ ) значительно превосходят структуры на основе веществ из указанного списка без сурьмы ( $R\sim 2\%$ ) (рис. 3). Интегральный коэффициент

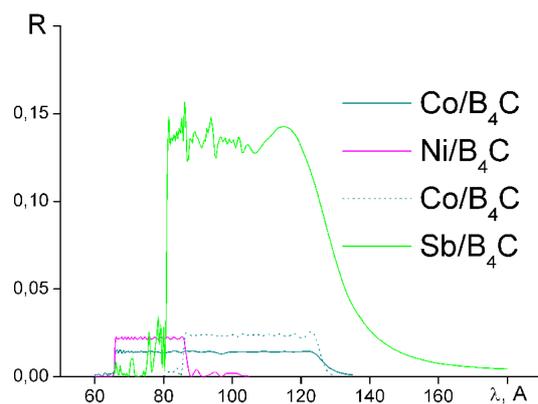


Рис. 3. Коэффициент отражения аперiodических МС Sb/B<sub>4</sub>C (81–128 Å,  $N=200$ ), Co/B<sub>4</sub>C (86–125 Å,  $N=250$ ), Co/B<sub>4</sub>C (66–125 Å,  $N=200$ ) и Ni/B<sub>4</sub>C (66–86 Å,  $N=200$ ).

отражения ( $\mathfrak{S}_2 = \int R(\lambda)d\lambda$ ) структуры на основе сурьмы в диапазоне 80-140 Å составляет 6.8 Å, на порядок превосходя интегральные

коэффициенты структур Co/B<sub>4</sub>C и Ni/B<sub>4</sub>C ( $\mathfrak{S}_2 \sim 1$  Å).

Варьирование второго вещества (первым является Sb) показало, что среди МС на основе Sb, оптимизированных на равномерное отражение, лучшим является Sb/B<sub>4</sub>C. Неплохими коэффициентами отражения также обладают Sb/Sc ( $N=200$ ) и Sb/Si ( $N=150$ ) (рис. 4).

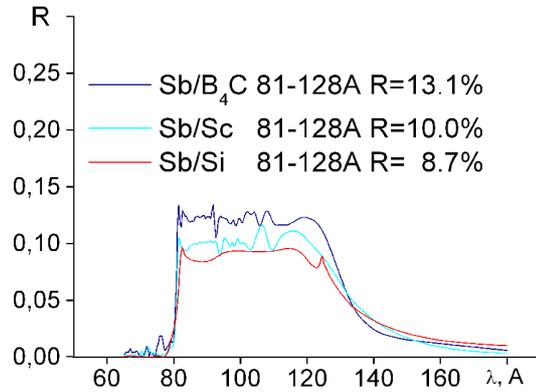


Рис. 4. Коэффициент отражения МС Sb/(B<sub>4</sub>C, Sc, Si), оптимизированных на максимальное равномерное отражение при нормальном падении на интервале 81–128 Å.

Оптимизация МС Sb/B<sub>4</sub>C в более широком диапазоне показала, что средний коэффициент отражения уменьшается, а интегральный коэффициент растет (рис. 5).

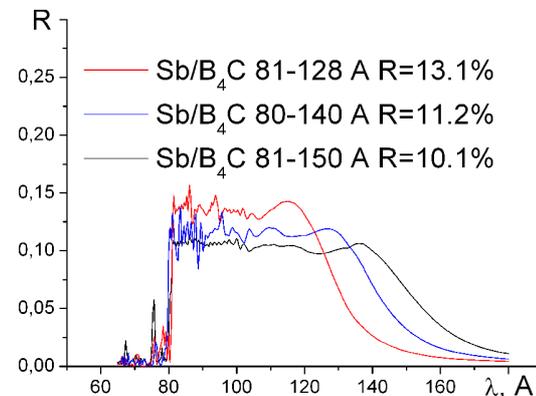


Рис. 5. Коэффициент отражения МС Sb/B<sub>4</sub>C, оптимизированных на максимальное равномерное отражение при нормальном падении на интервалах 81–128 Å ( $N=200$ ), 80–140 Å ( $N=150$ ) и 81–150 Å ( $N=200$ ).

При попытке продвинуться в более коротковолновую область значительно падает средний коэффициент отражения и уменьшается однородность коэффициента отражения. На левой границе спектральной области коэффициент отражения становится меньше, чем на правой, а интегральный коэффициент отражения уменьшается.

При синтезе МС могут образовываться переходные слои, что приводит к уменьшению коэффициента отражения МС. О параметрах переходных слоев в Sb-содержащих МС, насколько нам известно, не сообщалось. При оптимизации программно вводилось ограничение на минимально возможную толщину слоя. Это связано с необходимостью исключить физически абсурдные решения (толщина слоя не может быть меньше размера атома или молекулы) и повысить устойчивость коэффициента отражения синтезируемой МС по отношению к образованию переходных слоев. МС оптимизировались на равномерное отражение при варьировании минимально возможной толщины  $t_{min}$  каждого слоя. Оказалось, что ограничение в 5, 10, 15 и 20 Å приводят к различным структурам, дающим практически идентичные решения с точки зрения спектрального профиля коэффициента отражения (рис. 6). Структура с более толстыми слоями предпочтительнее для синтеза, т.к. неизвестно, образуются ли при синтезе зеркал Sb/B<sub>4</sub>C переходные слои, и если образуются, то каковы их толщины и стехиометрия. При более толстых слоях «чистых» веществ влияние переходных слоев на коэффициент отражения будет слабее. При введении более слабого программного ограничения на минимальную толщину слоев ( $t_{min} > 20$  Å) без изменения остальных параметров оптимизации равномерность решения резко ухудшается (зеленая кривая на рис. 6).

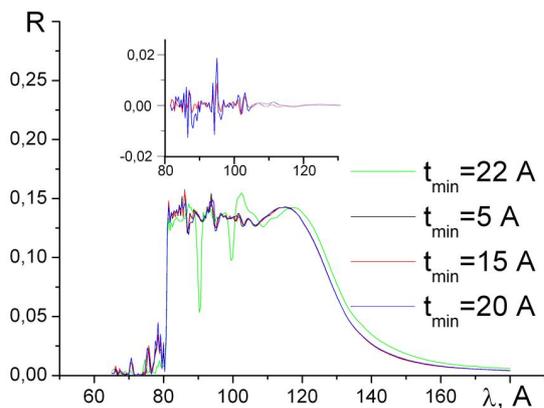


Рис. 6. Влияние ограничения для  $t_{min}$  на коэффициент отражения аperiodических МС Sb/B<sub>4</sub>C (81–128 Å). Внизу: коэффициенты отражения при  $t_{min}=5$  (черная кривая), 15 (красная), 20 (синяя) и 22 Å (зеленая). Вверху: разности коэффициентов отражения  $R(t_{min}=15)-R(t_{min}=5)$  (красная) и  $R(t_{min}=20)-R(t_{min}=5)$  (синяя).

Достаточно высокой равномерности при  $t_{min} > 20$  Å можно достичь за счет понижения среднего коэффициента отражения на интервале оптимизации (при уменьшении  $R_0$ ) (рис. 7).

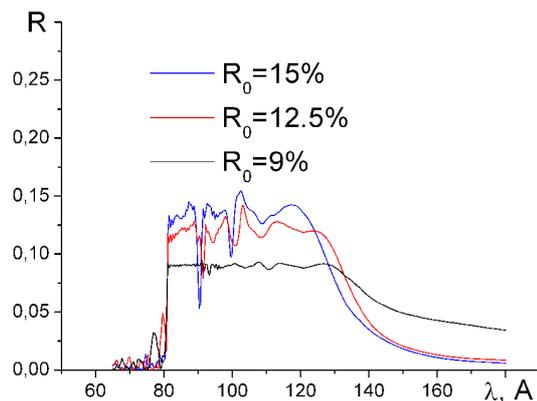


Рис. 7. Коэффициент отражения МС Sb/B<sub>4</sub>C (81–128 Å,  $N=200$ ,  $t_{min}=22$  Å), оптимизированных на максимальное равномерное отражение при различных значениях параметра оптимизации  $R_0$ .

Таким образом, показано, что с принципиально-оптической точки зрения структуры Sb/B<sub>4</sub>C, Sb/Sc, Sb/Si, оптимизированные на максимальное равномерное отражение в диапазоне 80 – 130 Å, способны обеспечить коэффициент отражения  $R \sim 0.1$  при нормальном падении излучения.

- [1] Колачевский Н. Н., Пирожков А. С., Рагозин Е. Н., Кратк. Сообщ. Физ. ФИАН, №12, 55 (1998).
- [2] Колачевский Н. Н., Пирожков А. С., Рагозин Е. Н., Квантовая электрон., **30**, 428 (2000).
- [3] Кондратенко В. В., Левашов В. Е., Першин Ю. П., Пирожков А. С., Рагозин Е. Н., Кратк. Сообщ. Физ. ФИАН, №7, 32 (2001)
- [4] Капралов В. Г., Корде Р., Левашов В. Е., Пирожков А. С., Рагозин Е. Н., Квантовая электрон., **32**, 149 (2002).
- [5] Levashov V. E., Mednikov K. N., Pirozhkov A. S., Ragozin E. N., Radiat. Phys. Chem., **75** (11), 1819 (2006).
- [6] Бейгман И. Л., Пирожков А. С., Рагозин Е. Н., Письма в ЖЭТФ, **74** (3), 167 (2001).
- [7] Артюков И. А., Зеленцов В. В., Крымский К. М., Препринт №14 (Москва: ФИАН, 2000).
- [8] Artiukov I. A., Fechtchenko R. M., Udovskii A. L., Uspenskii Yu. A., Vinogradov A. V., Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. A, (517) 372 (2004).
- [9] Allred D. D., Squires M. B., Turley R. S., Cash W., Shipley A., Proc. SPIE, **4782**, 212 (2002).
- [10] Platonov Yu. Yu., Gomez L., Broadway D. Proc. SPIE, **4782**, 152 (2002).
- [11] Барышева М.М., Андреев С.С., Вайнер С. А., Гусев С. А., Зуев С. Ю., Пестов А. Е., Полковников В. Н., Салашенко Н. Н., Чхало Н. Н. Рентгеновская оптика – 2008 (Черноголовка: ИПТМ РАН, 2008) с.32.

## Солнечно-слепые кремниевые детекторы для EUV диапазона

А.Г. Алексеев, П.Н. Аруев, Б.Я. Бер, Н.В. Забродская, В.В. Забродский, Д.Ю. Казанцев, А.Е. Пестов, В.Н. Полковников, Д.Н. Рогачев, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало  
Институт физики микроструктур РАН, ГСП-105, Нижний Новгород  
e-mail: [aepestov@ipm.sci-nnov.ru](mailto:aepestov@ipm.sci-nnov.ru)

### Введение

Развитие таких направлений как проекционной литографии экстремального ультрафиолетового (ЭУФ) диапазона, рабочая длина волны 13,5 нм, рентгеновская микроскопия сверхвысокого разрешения, рентгеновская астрономия требует совершенствования отражательных характеристик многослойных структур и зеркал скользящего падения, пропускания фильтров, а также методов защиты и очистки оптических элементов от загрязнений различной природы. Изучение чувствительности ЭУФ резистов и интенсивности источников излучения также является важной задачей на пути создания промышленной установки ЭУФ нанолитографии.

Для повышения точности измерений, определения дозы излучения, аттестации абсолютной интенсивности излучения на рабочей длине волны применяются детекторы на основе кремниевых поверхностных диодов AXUV, фирмы IRD. До настоящего времени диоды AXUV являлись единственными полупроводниковыми детекторами для регистрации МР и ЭУФ излучения, обладающими высокой чувствительностью в области энергий <100 эВ и линейностью в широком динамическом диапазоне. В данной работе описываются диоды ФДУК-100УВ (ФТИ им. А.Ф. Иоффе, Россия) [1] с нанесенным, непосредственно на кристалл Zr/Si фильтром (ИФМ РАН), для регистрации излучения в окрестности длины волны 13,5 нм. В ходе работы было проведено сравнение чувствительности ФДУК-100УВ с диодом AXUV-100 (IRD), а также изучена однородность чувствительности по поверхности.

### Методика

Аттестация чувствительности детектора ФДУК-100УВ на длине волны 13,5 нм проводилась посредством сравнения с вторичным эталоном AXUV-100 (IRD). Работа проводилась на экспериментальном стенде [2], оптическая схема которого представлена на рис. 1.

В качестве источника излучения с длиной волны 13,5 нм использовалась рентгеновская трубка с кремниевой мишенью (Si L $\alpha$  линия). Монохроматизация излучения обеспечивалась парой Mo/Si многослойных зеркал, представляющих собой двухзеркальный объектив Шварцшильда (светосила - 0,035 страд, коэффициент увеличения M $\approx$ 10). На рис. 2 приведены спектральные кривые коэффициентов отражения зеркал монохроматора. Каждое зеркало

имеет полосу пропускания, соответствующую спектральному разрешению  $\lambda/\Delta\lambda\approx 26$ . Полная спектральная ширина пучка после двухзеркального монохроматора представляет собой произведение двух этих зависимостей и составляет величину около  $\lambda/\Delta\lambda\approx 33$ .

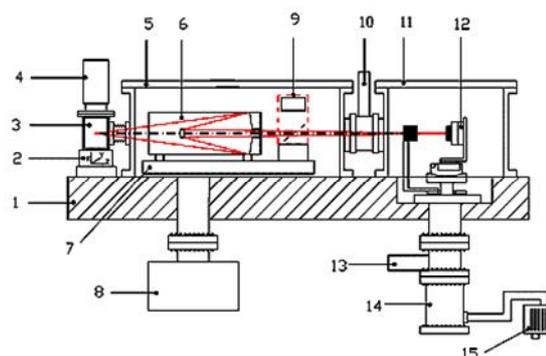


Рис. 1. Схема экспериментальной установки. 1 – плита рефлектометра; 2 – юстировочный элемент рентгеновской трубки (РТ); 3 – РТ; 4 – ионный источник; 5 – камера монохроматора; 6 – монохроматор; 7 – плита монохроматора; 8 – насос магнито-разрядный; 9 – монитор интенсивности падающего пучка; 10 – шибер; 11 – камера гониометра; 12 – гониометр; 13 – шибер; 14 – турбо-молекулярный насос; 15 – форнасос.

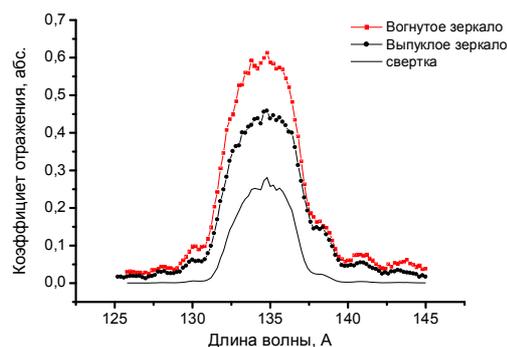


Рис. 2. Спектральные зависимости коэффициентов отражения Mo/Si многослойных зеркал объектива-монохроматора.

### Чувствительность ФДУК-100УВ

Были изучены 3 детектора на основе кремниевых поверхностного диода с нанесенным на поверхность Zr/Si многослойным абсорбционным фильтром, общей толщиной ~ 200 нм, для отрезания длинноволнового фона (коэффициент подавления видимого и ультрафиолетового излучения до 10<sup>6</sup>).

Для изучения равномерности чувствительности детектора по входной апертуре и радиационной стойкости на длине волны 13,5 нм оптическая схема рефлектометра была изменена на противоположную (развернут объектив), для работы с уменьшением. В результате удалось получить размер пучка ЭУФ излучения в плоскости образца порядка 0,1 мм.

На рис.3 представлены изображения пучка рентгеновского излучения в плоскости образца, полученные при расчете оптической схемы в программе ZEMAX и при экспонировании и последующем проявлении ЭУФ-резиста.

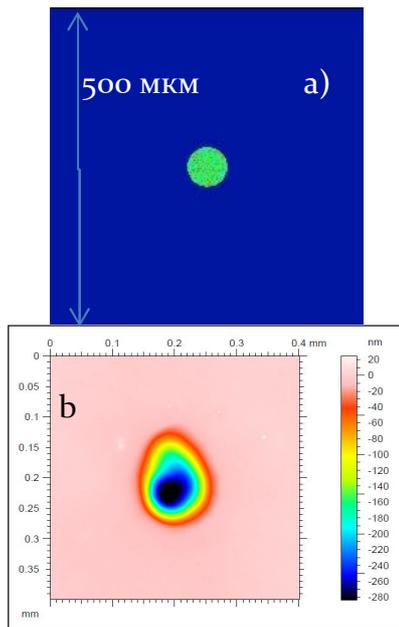


Рис.3. Изображение сечения пучка ЭУФ излучения в плоскости образца: а) расчет в программе ZEMAX; б) литографическое изображение в ПММА-резисте.

Сканирование детектором пучка ЭУФ излучения проводилось по дуге окружности диаметром 120 мм с шагом сканирования 0,5 мм. На рис.3 представлена типичная кривая чувствительности детектора ФДУК-100УВ при сканировании по входной апертуре (детектор находился вне плоскости образца).

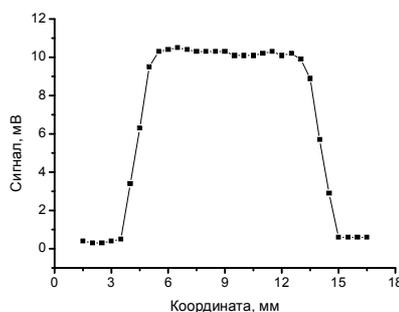


Рис.4. Результаты исследования поверхностной однородности чувствительности детектора ФДУК-100УВ #1.

Для сравнения чувствительности диода ФДУК-100УВ с “эталоном” в одну из позиций вращающегося стола устанавливался детектор рентгеновского излучения – полупроводниковый диод AXUV-100 фирмы IRD, который был прокалиброван на синхротроне BESSY II (Берлин, Германия), в другую – тестируемый детектор – диод ФДУК-100УВ. Непосредственно перед детекторами был установлен фильтр ЭУФ излучения для обрезания длинноволнового фона коэффициент пропускания, которого был заранее измерен на длине волны 13,5 нм.

Была проделана серия измерений, систематику которой можно описать следующим образом: измерялась интенсивность, регистрируемая введенном в пучок “эталонным” детектором, затем измерялась интенсивность, регистрируемая введенным в пучок тестируемым детектором. Определение чувствительности проводилось с использованием соотношения:

$$S = \frac{I_{\text{ОА} \text{О} \text{Е}} - I_{\text{ОА} \text{О} \text{Е}}^T}{I_{\text{AXUV}} - I_{\text{AXUV}}^T}, \text{ где}$$

$I_{\text{ОА} \text{О} \text{Е}}$  – ток тестируемого детектора;  $I_{\text{ОА} \text{О} \text{Е}}^T$  – “темновой” ток тестируемого детектора;  $I_{\text{AXUV}}$  – ток “эталонного” детектора;  $I_{\text{AXUV}}^T$  – “темновой” ток “эталонного” детектора. Значение относительной чувствительности диодов ФДУК-100УВ на длине волны 13,5 нм составило (в центре): 1)  $47,7 \pm 0,10 \%$ ; 2)  $46,7 \pm 0,10 \%$ ; 3)  $44,8 \pm 0,10 \%$  (относительно диода AXUV-100).

Расчетное пропускание нанесенных на поверхность детектора Zr/Si фильтров на длине волны 13,5 нм составляет порядка 50%, таким образом, кремниевый поверхностно барьерный диод ФДУК-100УВ (производства ФТИ им. А.Ф. Иоффе, Санкт-Петербург, Россия) не уступает по квантовой эффективности и однородности мировому лидеру – диоду AXUV-100 (IRD). Диод был применен в качестве детектора и монитора ЭУФ излучения в рефлектометре [1] и используется для задач рефлектометрии, аттестации абсолютной интенсивности излучения рентгеновской трубки с кремниевой мишенью и определения дозы излучения при изучении ЭУФ резистов на длину волны 13,5 нм.

Работа поддержана грантами РФФИ: 08-02-00873-а, 09-02-00912-а и ГК №П1544 от 09.09.09.

[1] Zabrodsky V.V., Aruev P.N., Sukhanov V.L. et al., Proceeding of the 9th International Symposium on Measurement Technology and Intelligent Instruments (ISMTII-2009), St. Petersburg, Russia, 2009

[2] Барышева М.М., Забродин И.Г., Закалов Б.А. и др., материалы совещания “Нанозоника и наноэлектроника – 2010”, Нижний Новгород, т.2, с.602 (2010).

## Термостабильность свободновисящих ЭУФ-фильтров в условиях длительного вакуумного отжига при температуре 600-1000°C

С.А. Гусев, М.Н. Дроздов, Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Д.Е. Парьев,  
А.Е. Пестов, Н.Н. Салащенко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок  
Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия  
PhysTeX, Vaals, Netherlands  
e-mail: [luchin@ipm.sci-nnov.ru](mailto:luchin@ipm.sci-nnov.ru)

Одной из проблем создания промышленных литографических установок, работающих в экстремальной ультрафиолетовой (ЭУФ) области, является значительное преобладание в спектре источника проекционной схемы излучения других спектральных диапазонов – от УФ до ИК. Применение абсорбционных тонкопленочных фильтров, несмотря на определенные успехи в разработке ЭУФ источников и альтернативных вариантов спектральной селекции, остается наиболее простой возможностью обеспечить требуемую монохроматичность экспонирующего фоторезист излучения. С другой стороны, ввиду экстремально малой толщины, использование таких фильтров в схеме связано с риском их разрушения как от случайных механических воздействий, так и из-за деградации свойств тонких пленок в условиях сильного нагрева излучением ЭУФ источника.

Занимаясь разработкой свободновисящих тонкопленочных фильтров для прототипов промышленных литографических схем с рабочей длиной волны 13.5 нм, мы уделяем серьезное внимание вопросам стабильности свойств используемых пленок при вакуумном нагреве. Проводятся тестовые испытания, при которых воздействие на фильтр интенсивного ЭУФ излучения моделируется нагревом образца протекающим по нему электрическим током или, по другой методике, излучением CO<sub>2</sub>-лазера.

Ранее было показано [1], что фильтр на основе свободновисящей многослойной структуры Zr/Si, оптимальный с точки зрения механической прочности и прозрачности при  $\lambda = 13.5$  нм (до 76%), способен выдерживать длительный нагрев в вакууме  $\sim 10^{-8}$  Торр при плотности поглощаемой на единицу площади мощности  $q$  до 1 Вт/см<sup>2</sup>. Это соответствует температуре пленки около 460°C. При более высоких температурах активизируются процессы перемешивания слоев структуры, роста размеров кристаллитов и окисления материалов; последние приводят к снижению рабочей прозрачности фильтра. Так, прозрачность на длине волны 13.5 нм образца, нагреваемого при  $q = 1.5$  Вт/см<sup>2</sup>, уменьшилась с 76% до 56% за 200 часов непрерывного нагрева.

Была также исследована термостабильность многослойных тонких пленок на основе Zr с прослойками ZrSi<sub>2</sub> или MoSi<sub>2</sub>, структур на основе Mo с прослойками Si или силицидов [2]. При этом ставилась цель найти структуру с наибольшей термостабильностью, длительно сохраняющую целостность и оптические характеристики при уровнях тепловой нагрузки, существенно превышающих 1 Вт/см<sup>2</sup>, и оценить предельно допустимый нагрев.

Молибден более устойчив к окислению, чем цирконий. Mo/MoSi<sub>2</sub>-фильтры показали лучшие результаты в тестовых испытаниях при тепловых нагрузках  $q \leq 3.5$  Вт/см<sup>2</sup>. Но, как выяснилось, при большей плотности поглощенной мощности в структуре формируются иголко-подобные кристаллы (рис. 1), не прочно связанные друг с другом, и пленка разрушается. Разрушение в процессе нагрева при  $q \sim 4$  Вт/см<sup>2</sup> происходило и для образцов многослойных фильтров Zr/MoSi<sub>2</sub>. Подобное поведение образцов связано, по нашему мнению, с происходящими при нагреве структурными изменениями в слоях MoSi<sub>2</sub>, что косвенно подтверждается скачкообразным увеличением излучательной способности монопленки MoSi<sub>2</sub> при температуре около 380°C [3]. Поэтому пришлось отказаться от идеальной по стойкости к окислению Mo/MoSi<sub>2</sub> многослойной структуры, а также от других структур с большой общей толщиной MoSi<sub>2</sub>.

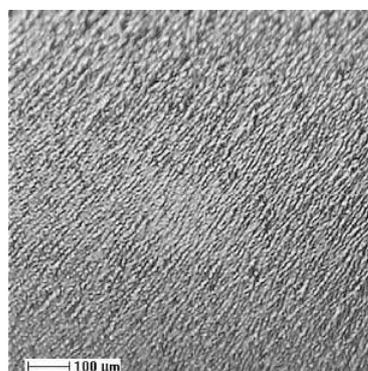


Рис. 1. Микрофотография поверхности отожженной пленки Mo/MoSi<sub>2</sub>.

Механического разрушения при высоких тепловых нагрузках удается избежать для образцов, в которых силицид молибдена сохранен в качестве внешних слоев структуры толщиной до 6 нм, играющих роль защитных покрытий. Многослойные фильтры с покрытиями  $\text{MoSi}_2$  показывают существенно меньшее падение прозрачности при  $\lambda = 13.5$  нм, чем отожженные в тех же и даже более мягких условиях структуры без покрытий (Табл. 1). Защита от окисления с помощью поверхностных слоев силицида циркония менее эффективна. Методом вторично-ионной масс-спектропии (ВИМС) было установлено, что покрытие  $\text{MoSi}_2$  при нагреве до  $920\text{-}940^\circ\text{C}$  длительное время сохраняется на поверхности структуры. Кислород медленнее проникает в многослойную пленку  $\text{Zr}/\text{ZrSi}_2$  и накапливается в этом случае в глубинных слоях, тогда как для структур, не покрытых  $\text{MoSi}_2$ , характерно, наоборот, сильное поверхностное окисление.

Таблица 1. Исходная прозрачность при  $\lambda = 13.5$  нм  $T_0$  и уменьшение прозрачности  $\Delta T$  ряда структур в результате вакуумного отжига ( $t$  – температура,  $\tau$  – длительность нагрева).

Структура (толщины слоев в нм)	$t, ^\circ\text{C}$	$\tau, \text{ч}$	$T_0$ %	$\Delta T$ %
$(\text{Zr-1.5}, \text{ZrSi}_2\text{-1.5}) * 19.5$	700-740	4	74.5	7.3
$\text{ZrSi}_2\text{-6}, (\text{Zr-1.5}, \text{ZrSi}_2\text{-1.5}) * 19.5, \text{ZrSi}_2\text{-6}$	950-980	3.5	73.6	9.3
$\text{MoSi}_2\text{-6}, (\text{Zr-1.5}, \text{ZrSi}_2\text{-1.5}) * 19.5, \text{MoSi}_2\text{-6}$	920-940	4	73.4	4.8

Кроме фильтров  $\text{Mo}/\text{MoSi}_2$ , были изготовлены и изучены и другие образцы многослойных структур на основе молибдена –  $\text{Mo}/\text{Si}$  и  $\text{Mo}/\text{ZrSi}_2$  структуры. В пленках  $\text{Mo}/\text{Si}$  структурные изменения наблюдались уже при температуре вакуумного отжига около  $700^\circ\text{C}$ . Они выражались, например, для структуры  $\text{MoSi}_2\text{-3.1}, (\text{Mo-2.5}, \text{Si-1.0}) * 12.5, \text{MoSi}_2\text{-3.1}$  в исчезновении модуляции элементов по глубине при ВИМС анализе и резком падении прозрачности пленки в ИК области. После 3-х часового отжига при  $710 - 740^\circ\text{C}$  пропускание этой структуры при  $\lambda = 13.5$  нм уменьшилось на 1% (при исходном значении 74.3%), а при  $\lambda = 10.6$  мкм – в четыре раза.

На основе структуры  $\text{Mo}/\text{ZrSi}_2$  был изготовлен образец с  $\text{MoSi}_2$  защитным покрытием, превосходящий по термостойкости разработанные ранее фильтры. В тестовых испытаниях при плотности поглощенной мощности  $3.8 \text{ Вт}/\text{см}^2$  ( $t = 900^\circ\text{C}$ ) новая структура практически не изменила своих оптических характеристик, а на длине волны  $13.5$  нм

прозрачность не изменилась вовсе. Также, как показал ВИМС-анализ, в структуру не проник кислород (рис. 2), и защитное покрытие не перемешалось с другими слоями. Важно, что в процессе отжига не изменился структурный состав пленки: сохранилась модуляция послыонного распределения элементов.

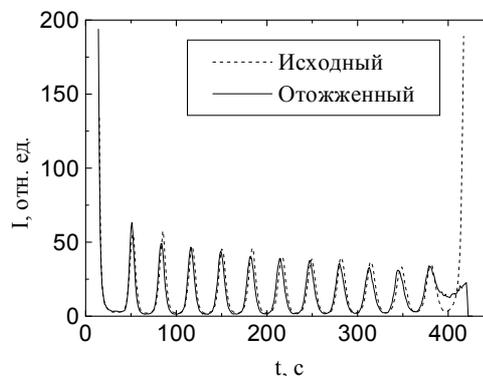


Рис. 2. Распределение кислорода в фильтре на основе  $\text{Mo}/\text{ZrSi}_2$  при  $q = 3.8 \text{ Вт}/\text{см}^2$ .

При  $q = 7 \text{ Вт}/\text{см}^2$  становится заметно перемешивание слоев структуры и проникновение в нее кислорода. Изменяются при этом и оптические параметры. Здесь мы подошли к предельно допустимым тепловым нагрузкам для этой структуры. При больших поглощаемых потоках ( $q = 8.5 \text{ Вт}/\text{см}^2, t = 1150^\circ\text{C}, \tau = 4$  ч) картина теплового воздействия качественно изменяется: полностью пропадает модуляция состава (слои  $\text{Mo}$  перемешиваются со слоями  $\text{ZrSi}_2$ ) (рис. 3), резко уменьшается содержание кремния в структуре (рис. 4), в пленку проникает много кислорода (рис. 5). Существенно изменяются оптические и прочностные свойства: прозрачность тестируемого образца снизилась с 70.6% до 65.8%, и образовалась трещина.

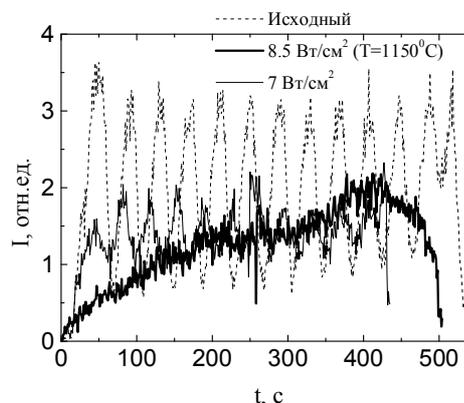


Рис. 3. Послойное распределение  $\text{Mo}$  в структуре при  $q = 7 \text{ Вт}/\text{см}^2$  и  $q = 8.5 \text{ Вт}/\text{см}^2$ .

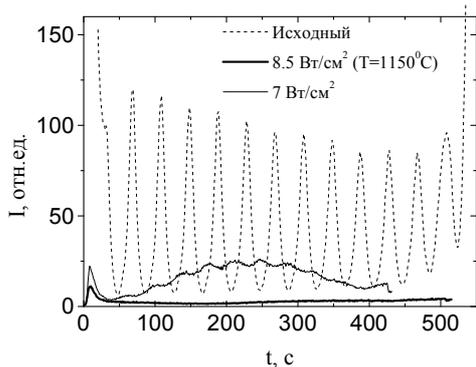


Рис. 4. Уменьшение, по данным ВИМС, содержания Si в образце в результате 4-х часового отжига.

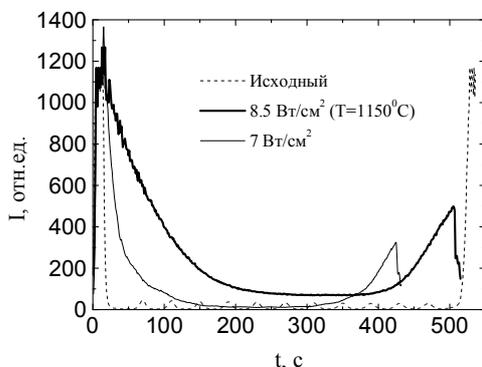


Рис. 5. Распределение кислорода в пленке при  $q = 7 \text{ Вт/см}^2$  и  $q = 8.5 \text{ Вт/см}^2$ .

В работе [4] исследовалась кинетика окисления  $\text{ZrSi}_2$ -порошка в воздушном потоке при температурах до  $1550^\circ\text{C}$  и было установлено, что процесс протекает в две стадии: при температуре  $t > 500^\circ\text{C}$  преимущественно окисляется цирконий, при этом высвобождается кремний, который активно реагирует с кислородом при более высокой температуре ( $t > 800^\circ\text{C}$ ). При тестовых испытаниях многослойных структур  $\text{Mo/ZrSi}_2$  условия окисления силицида циркония существенно отличаются от указанных в цитированной работе: процесс происходит в остаточной атмосфере вакуумной камеры, а толщина свободновисящей пленки много меньше характерного размера частиц порошка. Ввиду многократного уменьшения концентрации кремния в структуре, отожженной при температуре более  $1000^\circ\text{C}$ , можно предположить, что стадия окисления кремния в нашем случае отсутствует. Атомарный кремний диффундирует к поверхности пленки и сублимирует.

Заметное уменьшение содержания Si в структуре наблюдается, по данным ВИМС, начиная с температуры  $970^\circ\text{C}$ , соответствующей плотности поглощенной мощности  $q = 5 \text{ Вт/см}^2$ .

Это значение может служить ориентировочным уровнем тепловой нагрузки, которая допустима для фильтра  $\text{Mo/ZrSi}_2$  в установке проекционной литографии. С учетом этого ориентира и проектной мощности излучения, поглощаемого фильтром, должна выбираться площадь последнего. В рамках проведенных исследований изготовлен демонстрационный образец свободновисящей структуры  $\text{Mo/ZrSi}_2$  с покрытиями  $\text{MoSi}_2$  площадью  $200 \text{ см}^2$ .

Работа поддержана РФФИ, гранты 09-02-00389, 09-02-01473, 10-02-01073.

[1] Bibishkin M.S., Chkhalo N.I., Gusev S.A. et al., Proc. SPIE, 7025, 702502 (2008).

[2] Chkhalo N.I., Gusev S.A., Drozdov M.N. et al., Proc. SPIE, 7521, 752105 (2010).

[3] Ключенков Е.Б., Лопатин А.Я., Лучин В.И. и др., настоящий сборник.

[4] H. Gesswein, A. Pfrengle, J. R. Binder et al., Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 91, 517 (2008).

## Узкополосные многослойные зеркала для диапазона длин волн 25-40 нм

М.Н. Дроздов, С.Ю. Зуев, В.Н. Полковников,  
Н.Н. Салащенко, С.Д. Стариков  
Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия  
e-mail: [kiniokop@rambler.ru](mailto:kiniokop@rambler.ru)

Впервые основы метода рентгеновской изображающей спектроскопии Солнца были заложены в эксперименте ТЕРЕК на межпланетной станции ФОБОС-1 (1987 г). Метод основан на получении изображений солнечной короны с высоким пространственным, спектральным и временным разрешением. Своё развитие он получил в программе фундаментальных космических исследований Солнца КОРОНАС (Комплексные Орбитальные Околосолнечные Наблюдения Активности Солнца). В рамках данной программы было проведено три эксперимента: ТЕРЕК на спутнике КОРОНАС-И (1994 г), СПИРИТ на спутнике КОРОНАС-Ф (2001 г) и ТЕСИС на спутнике КОРОНАС-ФОТОН (2009 г).

Для исследований структуры и динамики солнечной короны в крайнем ультрафиолетовом диапазоне спектра (Extreme Ultra Violet – EUV) в этих экспериментах широко применялась многослойная зеркальная оптика нормального падения. Преимущества многослойной оптики нормального падения перед оптикой скользящего падения или дифракционной оптикой заключаются в большей светосиле, в сравнительной простоте изготовления и контроля, и как следствие, в высоком качестве формируемых изображений. Введение EUV зеркал нормального падения в экспериментальную аппаратуру позволило повысить её разрешение до десятых долей угловой секунды, более чем на порядок сократить времена экспозиции изображения, уменьшить габариты и вес аппаратуры, что имеет большое значение для космических экспериментов.

Обычно проведение диагностики корональной плазмы (определение температуры, плотности) по телескопическим изображениям затруднено ввиду того, что в спектральный диапазон чувствительности телескопа, который определяется, в основном, свойствами зеркал, входящих в состав оптической системы прибора, попадает множество спектральных линий, формируемых в разных условиях. Так, например, в область длин волн 17,7-20,7 нм попадают линии ионов Fe X – XXIV, возбуждаемые в широком диапазоне температур от 1 до 16 МК, а также ряд линий ионов других элементов (O, Ca и Ni), соответствующих температурам 0.3 – 5

МК. [1] Это вносит существенные неопределенности при определении температурного состава наблюдаемой плазмы. Поэтому актуальна разработка аппаратуры для наблюдения корональной плазмы в возможно наиболее узких спектральных диапазонах, а в идеале в отдельных спектральных линиях EUV диапазона спектра.

Основной вклад в спектральное разрешение приборов даёт зависимость коэффициента отражения входящих в состав оптической схемы отражающих многослойных структур МСС от длины волны. С повышением величины спектральной селективности зеркал  $\lambda/\Delta\lambda$  увеличивается чувствительность телескопа. Поэтому одной из важнейших характеристик отражательных покрытий, наряду с пиковым коэффициентом отражения, является спектральная селективность. Выбор материалов, входящих в состав рентгеновских зеркал, а также соотношение толщин материалов в периоде позволяют контролировать отражательные характеристики структур.

Интерес к диапазону длин волн 25-40 нм связан с подготовкой к продолжению исследований Солнца в рамках российского проекта АРКА. [2] Для вырезания узких спектральных диапазонов в телескопах АРКА должна использоваться многослойная оптика нормального падения с эффективной полосой отражения несколько ангстрем и тонкопленочные фильтры. Одновременно с требованиями к спектральной селективности отражательных элементов предъявляются требования и к их коэффициенту отражения, так как временное разрешение оптической системы напрямую зависит от величины отражённого сигнала. Типичные величины пиковых коэффициентов отражения многослойных зеркал в диапазоне длин волн 25-40 нм составляют 20-40% в зависимости от состава структуры. Применение подобных оптических элементов позволит достигать сверхвысокого временного разрешения и в обсерватории АРКА. Эффективность регистрации таких оптических систем очень высока – десятки процентов от исходного потока, что позволяет создавать научную аппаратуру сверхвысокой чувствительности.

Поскольку интересующий нас диапазон длин волн лежит за L-краем поглощения Mg ( $\lambda_L=25$  нм), для обеспечения относительно высокого коэффициента отражения в сочетании с высокой величиной спектральной селективности многослойных отражающих покрытий необходимо использовать в качестве базового элемента зеркал магний.

В рамках подготовки к эксперименту ТЕСИС [3] были изучены многослойные структуры на основе Cr/Mg и Si/Mg, предназначенные заменить традиционно используемые в указанном диапазоне Mo/Si-зеркала, которые не обеспечивают требуемой селективности. Коэффициент отражения зеркал Cr/Mg оказался довольно низким - 19% при теоретическом пределе 44%. Это было объяснено ошибочной оценкой величины диэлектрической проницаемости хрома в указанном диапазоне. Отражательные характеристики Si/Mg-зеркал оказались нестабильными во времени. Наблюдалась стремительная деградация коэффициента отражения, приводящая к его снижению с 36% до 14% за месяц. Введением в структуру буферных слоёв Cr и  $V_4C$  удалось достичь частичной стабилизации коэффициента отражения (снижение лишь до 30%, наблюдения в течение двух лет). Кроме того, был выявлен эффект резкого (до 2%) падения отражения при осаждении слоя хрома на кремний.

В данной работе представлены результаты расчётов и измерений отражательных характеристик многослойных зеркал для диапазона длин волн 25-40 нм. А также проведён анализ причин падения коэффициента отражения Si/Mg-зеркал при нанесении буферного слоя хрома на кремний.

Исходя из предположения о том, что причиной нестабильности отражательных характеристик Si/Mg-зеркал является высокая химическая активность магния представляется предпочтительным заменить чистый магний его соединениями, не имеющими такой способности к окислению или взаимодействию с другим материалом МСС. В качестве базового материала зеркал в диапазоне длин волн 25-40 нм предлагается выбрать силицид магния  $Mg_2Si$ . Результаты теоретических расчетов отражательных характеристик зеркал на основе  $Mg_2Si/Si$  для ряда длин волн приведены в таблице 1.

$\lambda$ , нм	28,4	30,4	33,5
R, %	45	39,7	40
$\lambda/\Delta\lambda$	37	31	31

Таблица 1. Результаты расчетов отражательных характеристик  $Mg_2Si/Si$ -зеркал. Однако напылённая структура имела следующие отражательные характеристики:

$R=20,8\%$ ,  $\lambda/\Delta\lambda=30$ . Причина столь низкого коэффициента отражения может заключаться в перемешивании материалов на границах раздела, что снижает скачок диэлектрической проницаемости. Это предположение требует дальнейших проверок.

Сочетание материалов  $Mg_2Si$  и Al интересно с точки зрения обеспечения высокой спектральной селективности. Проигрывая другим вариантам многослойных зеркал в коэффициенте отражения (теоретический предел 20%), покрытие Al/ $Mg_2Si$  покрытие имеет рекордное значение величины спектральной селективности  $\lambda/\Delta\lambda=70$ .

Кроме того, интересно изучить структуры на основе Al/Mg. Для чистых, без разделительных слоёв структур теоретический расчёт даёт следующий результат:  $R=50\%$ ,  $\lambda/\Delta\lambda=43$ .

Анализ влияния буферного слоя хрома на отражение структуры Si/Mg проводился по следующей схеме. На первом этапе проверялось предположение о перемешивании материалов хрома и кремния. Изготавливалась структура Cr/Si с периодом 7 нм, измерения коэффициента отражения проводились на длине волны 13,5 нм. Он составил 31,6% при теоретическом пределе порядка 33%, из чего неизбежно следует вывод о неперемешивании хрома и кремния на границах раздела. Предположение о неверной оценке диэлектрической проницаемости хрома в диапазоне длин волн 25-40 нм проверялось изготовлением тестовой структуры Cr/Si с периодом 16,5 нм. Измерения на длине волны 30,4 нм показали, что коэффициент отражения такой структуры опять же незначительно отличается от теоретического предела – 11,7% и 13,5% соответственно. Из чего следует заключить, что величина диэлектрической проницаемости, используемая при расчётах, вполне адекватна реальной.

Низкий коэффициент отражения Cr/Mg-зеркал в сочетании с высокой величиной спектральной селективности заставляет предположить наличие перемешивания материалов хрома и магния на границах раздела. Данное предположения также должно быть проверено методами вторичной ионной масс-спектропии и рентгеновской дифракции.

[1] Ораевский В.Н., Собельман И.И., Житник И.А., Кузнецов В.Д // УФН. 2002. Т. 172. С. 949.

[2] Кузин С.В., Богачёв С.А., Шестов С.В. и др. // Материалы XIV международного симпозиума «Нанопластика и нанoeлектроника», Н. Новгород, 2010 г. С. 227.

[3] Зуев С. Ю., Кузин С. В., Полковников В. Н., Салашенко Н. Н. // Известия РАН. Серия физическая, 2010, Т. 74, № 1, С. 58-61.

## Эволюция шероховатости супергладких поверхностей при травлении ионным пучком. Эффекты полировки

М.М. Барышева, Ю.А. Вайнер, М.В. Зорина, А.Е. Пестов, Р.А. Храмов, Д.Н. Рогачев, Н.Н. Салащенко, Н.И. Чхало

Институт физики микроструктур РАН, ГСП-105, Нижний Новгород

e-mail: [aepestov@ipm.sci-nnov.ru](mailto:aepestov@ipm.sci-nnov.ru)

### Введение

Согласно критерию Марешаля для достижения дифракционного предела разрешающей способности оптической системы среднеквадратичная величина деформации волнового фронта объектива не должна превышать  $\lambda/14$  [1]. В экстремальном ультрафиолетовом и мягком рентгеновском диапазоне эта величина лежит в субнанометровой области. Например, для двухзеркального объектива на длину волны  $\lambda = 13,5$  нм среднеквадратическое отклонение формы поверхности зеркал от заданных не должно превышать 0,7 нм. Для доведения формы поверхности до требуемых параметров (коррекции) применяется метод локального ионно-пучкового травления [2], который представляет собой управляемый процесс формирования оптических поверхностей с заданными характеристиками, в основе которого лежит явление распыления атомов вещества с поверхности мишени (подложки) под действием ионной бомбардировки [3]. Зачастую необходимо, чтобы поверхность оптических элементов оставалась атомарно гладкой (для обеспечения высокого коэффициента отражения многослойных зеркал межслоевая шероховатость, а, следовательно, и шероховатость поверхности подложки должна быть на уровне  $\sigma \sim 0,2 - 0,3$  нм).

Данная работа посвящена изучению влияния параметров ионного травления (энергии ионов, угла падения ионов на поверхность мишени, глубины травления) на шероховатость поверхности многослойной структуры Cr/Sc и полированного плавленого кварца.

### Методика

Эксперименты проводились на установке ионно-пучкового травления, описание которой приведено в [2]. В качестве источника ускоренных ионов использовался технологический источник ионов КЛАН-103М ("Платар", Москва) с накальным катодом.

Для определения глубины травления в вакуумную камеру экспериментальной установки помещался образец, часть которого закрывалась маской из фольги, и подвергался ионной бомбардировке. В результате на поверхности формировалась ступенька, высота которой измерялась на интерференционном микроскопе Talysurf CCI 2000.

Измерение шероховатости поверхности Cr/Sc многослойных покрытий проводилось посредством атомно-силовой микроскопии на микроскопе Solver

P47-PRO (NT-MDT, Зеленоград). Для кварцевых образцов применялись методы малоугловой рентгеновской дифракции и диффузного рассеяния рентгеновского излучения с длиной волны 0,154 нм на дифрактометре PANanalytical X'Pert PRO. По аналогии с [4] шероховатость определялась подгонкой экспериментальной кривой теоретическими зависимостями с различными значениями шероховатости.

### Травления многослойной структуры Cr/Sc

Для экспериментов использовались плоские образцы размером  $15 \times 15$  мм<sup>2</sup>, представляющие собой многослойную структуру (МСС) Cr/Sc, нанесенную на кремниевую подложку (исходная шероховатость поверхности образцов составляла  $\sigma = 0,2$  нм). Причина выбора МСС Cr/Sc состоит в том, что этот материал часто используется в качестве подслоя при изготовлении многослойных рентгеновских зеркал. Это связано с рядом важных свойств данного покрытия [5]. В частности, при определенном подборе толщин слоёв Cr и Sc в МСС данная структура позволяет скомпенсировать стресс при напылении на него многослойных Mo/Si зеркал.

Для энергии ионов  $E = 100$  эВ шероховатость поверхности не развивалась, однако скорость травления оказалась мала (около 0,05 нм/мин), что не интересно с точки зрения технологического процесса.

При бомбардировке Cr/Sc образцов ионами с энергией  $E = 300$  эВ, шероховатость поверхности начинает развиваться уже при глубинах съёма материала более 50 нм, а для энергии ионов  $E = 200$  эВ остается неизменной при глубинах съёма до 400 нм (400 - нм это максимальные съёмы материала при коррекции реальных подложек) (рис. 1).

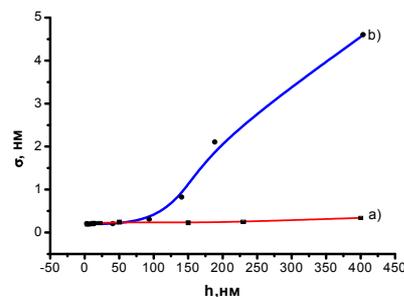


Рис. 1. Зависимость шероховатости  $\sigma$  поверхности МСС Cr/Sc от глубины травления  $h$ , при распылении её ионами аргона ( $Ar^+$ ) с энергией: а)  $E = 200$  эВ; б)  $E = 300$  эВ.  $\theta = 45^\circ$ .

С целью изучения влияния ионно-пучкового травления на поведение коэффициента отражения многослойных интерференционных структур, нанесённых на Cr/Sc подложки, образцы подвергались ионной бомбардировке с энергией ионов  $E = 200$  эВ. При этом углы падения частиц на поверхность образцов составляли  $30^\circ$ ,  $45^\circ$  и  $60^\circ$  от поверхности. Затем на поверхность наносилась МСС Mo/Si (период  $d=7$  нм, число периодов  $N = 50$ , доля сильнопоглощающего вещества в периоде  $\beta = 0,43$ ), для которой измерялась угловая зависимость коэффициента отражения излучения с длиной волны  $\lambda = 13,5$  нм (Si  $K\alpha$ ).

Полученные зависимости представлены на рис.2а. Из графиков видно, что для зеркал, нанесённых на МСС Cr/Sc, при углах травления  $30^\circ$  и  $45^\circ$  происходит деградация коэффициента отражения, а при угле  $60^\circ$  коэффициент отражения, а, следовательно, и шероховатость поверхности, практически не изменяется.

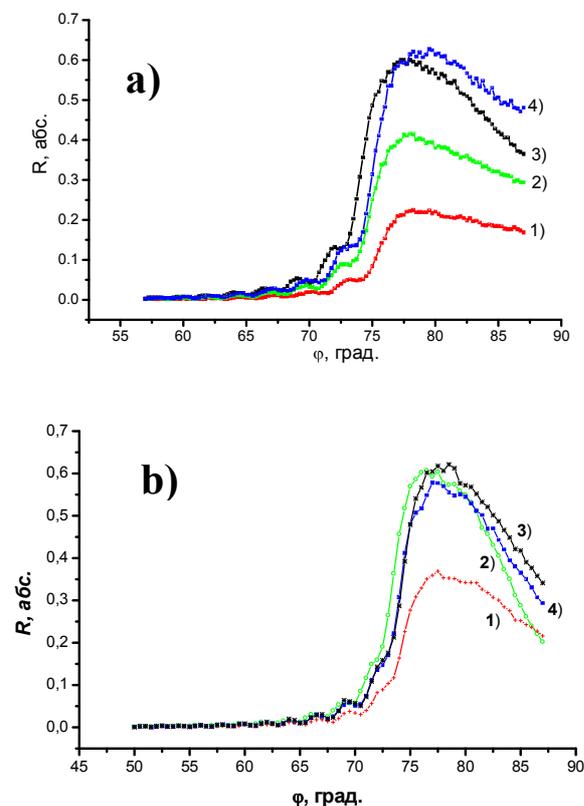


Рис. 2. Угловые зависимости коэффициентов отражения излучения с длиной волны  $\lambda = 13,5$  нм от МСС Mo/Si, нанесенной на подложку: а) - МСС Cr/Sc, подвергнутую ионной бомбардировке; б) - МСС Cr/Sc, подвергнутую ионной бомбардировке + полировку ( $\theta = 60^\circ$ ). 1)  $\theta = 30^\circ$ ; 2)  $\theta = 45^\circ$ ; 3)  $\theta = 60^\circ$ ; 4) не травлённая подложка.  $\phi$  - скользящий угол падения излучения на поверхность исследуемого образца.

Затем образцы с аналогичным воздействием, были подвергнуты ионной бомбардировке под углом  $60^\circ$ , со съемом материала в 40 нм. Затем на поверхность также было нанесено Mo/Si многослойное зеркало и, как можно видеть (рис.2б) проседание коэффициента произошло только на образце, подвергшемся обработке под углом в  $30^\circ$  (кривая 1, рис.2б), но не такому катастрофическому, как в первом случае, а на образце, подвергшемся травлению под углом  $\beta=60^\circ$  (кривая 3, рис.2б), наблюдается даже увеличение коэффициента отражения. Таким образом, можно говорить, что при бомбардировке поверхности ионами с энергией 200 эВ, под углом  $60^\circ$  от поверхности наблюдается полировка микрошероховатости.

#### Травления плавленного кварца

Недостатком процедуры коррекции по МСС Cr/Sc является то, что при возникновении ошибки, например, при нанесении зеркального покрытия, необходимо снимать зеркало, а соответственно мы получаем снова исходную подложку с исходной ошибкой поверхности и всю трудоемкую процедуру формирования поверхности необходимо проводить заново. Поэтому интересно корректировать непосредственно кварцевую подложку. Для компенсации поверхностного заряда, накапливающегося на мишени, применялся дополнительный катод-нейтрализатор, установленный на выходе ионного источника, с помощью которого удаётся полностью скомпенсировать заряд ионного пучка и проводить травление нейтральными атомами.

При изучении режимов травления кварцевых образцов ставилось две задачи:

1. поиск параметров ионно-пучкового травления, позволяющих проводить травления поверхности плавленного кварца, подвергшейся процедуре глубокой полировки, на значительные глубины (сотни нанометров);
2. изучение возможности полировки поверхности плавленного кварца не подвергавшейся процедуре глубокой полировки (исходная шероховатость поверхности порядка 1,5 нм) методом ионно-пучкового травления;

Для решения первой задачи использовались образцы с исходной шероховатостью поверхности порядка 0,4 нм. Эксперименты проводились при энергии распыляющих атомов в 150, 200 и 300 эВ (рис.3), и для углов падения частиц на поверхность образцов  $\theta = 30^\circ - 90^\circ$  (угол  $\theta$  отсчитывается от поверхности образцов). Из графиков видно, что при снижении энергии ионов и приближении угла падения ионов к нормали не наблюдается развития шероховатости поверхности, а в некоторых случаях даже происходит её улучшение.

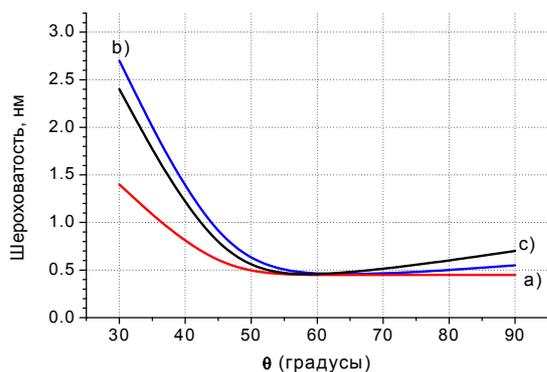


Рис. 3. Зависимость среднеквадратической шероховатости  $\sigma$  поверхности плавленого кварца от угла падения ионов  $\theta$  для энергии: а)  $E = 150$  эВ; б)  $E = 200$  эВ; в)  $E = 300$  эВ.

Вторая задача решалась также с применением метода диффузного рассеяния рентгеновского излучения с длиной волны 0,154 нм (Cu K $\alpha$ ). Данная методика позволяет построить функцию спектральной плотности мощности (PSD-функцию) и представить форму поверхности в виде разложения в спектр по пространственным частотам [6]. На рис.4 представлен набор PSD-функций для поверхности, подвергнутой ионной бомбардировке при различных параметрах (см. Таблицу 1).

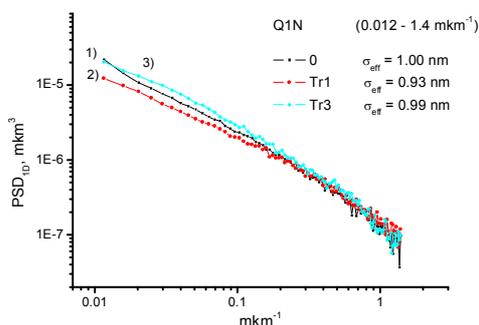


Рис. 4. PSD-функция поверхности полированного плавленого кварца: 1) исходная поверхность; 2) травление Tr1; 3) травление Tr3 (см. Таблицу 1).

Таблица 1. Эволюция поверхности полированного плавленого кварца в результате ионной бомбардировки.

№	Съем, нм	E, эВ	$\theta$ , °	$\sigma$ (nm) (зерк.)	$\sigma_{eff}$ (nm): MSFR	$\sigma_{eff}$ (nm): HSMR
0	-	-	-	1,5	0,99	0,5
Tr1	12,6	150	90	0,9	0,92	0,8
Tr2	11,6	150	60	0,9	0,99	1,0
Tr3	15	150	90	0,9	1,00	0,7
Tr4	74,5	150	90	0,85	1,09	0,6
Tr5	52	120	90	0,8	-	-
Tr6	1000	300	60	0,85	1,09	0,5
Tr7	1000	300	90	0,75	1,17	0,3

Как можно видеть из графика (кривая Tr1) при травлении поверхности полированного плавленого кварца атомами Ag с энергией 150 В наблюдается полировка поверхности в области средних пространственных частот (0,01 – 0,3 мкм<sup>-1</sup>), однако, незначительная деградация в области высоких пространственных частот (>0,5 мкм<sup>-1</sup>), а при энергии атомов Ag в 300 эВ, наоборот (кривая Tr3). Причём шероховатость, измеряемая по методу малоугловой рентгеновской дифракции, остается неизменной (см. Таблицу 1).

#### Заключение

В работе изучалось поведение микрошероховатости поверхности плавленого кварца и МСС Cr/Sc при ионной бомбардировке. Было установлено, что при травлении МСС Cr/Sc ионами аргона с энергией  $E = 300$  эВ шероховатость поверхности начинает развиваться при глубинах съема материала более 50 нм, а при энергии ионов  $E = 200$  эВ – не изменяется до глубин съема 400 нм. Травление МСС Cr/Sc при энергии ионов  $E = 200$  эВ и угле  $\theta = 60^\circ$  обеспечивает “полировку” поверхности, что приводит к заметному росту коэффициентов отражения многослойных зеркал на основе пары Mo/Si, нанесенных на данную подложку.

Для кварца было установлено, что при углах падения атомов Ag на поверхность мишени, приближающихся к нормальным, не наблюдается развитие шероховатости поверхности до глубин травления 0,5 мкм. Был найден оптимальный угол травления  $\theta = 60^\circ$ , при котором шероховатость находится на минимальном уровне, и скорость травления остаётся на заметном уровне (5 нм/мин для  $E = 200$  эВ). Для образцов, не подвергавшихся процедуре глубокой полировки, показано, что при энергии распыляющих атомов Ag в 150 эВ наблюдается “полировка” поверхности в области средних пространственных частот, а при энергии 300 эВ в области высоких, результатом работы стало улучшение “интегральной” шероховатости (по зеркальному отражению) с 1,5 до 0,75 нм.

Работа поддержана грантами РФФИ 07-02-00190, 08-02-00873, 09-02-00912, ГК №П1544 и ФЦП "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009 - 2013 годы".

[1] Борн М., Вольф Э., Основы оптики. Перевод с английского. Изд. 2, М., «Наука», с.420 (1973).

[2] Chkhalo N.I., Klunokov E.B., Pestov A.E. et al. Nucl. Instr. Meth. A, 603, p.62 (2009)

[3] Технология тонких пленок (справочник) Под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. Нью-Йорк, 1970. Пер. с англ. под ред. М.И. Елинсона, Г.Г. Смолко, Т1, М., «Сов. радио», с.664 (1977).

[4] Chkhalo N.I., Fedorchenko M.V., Kruglyakov E.P., et al., Nucl. Instr. Meth. A., 359, p.155 (1995).

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

**ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ  
ЭЛЕМЕНТОВ РЕНТГЕНОВСКОЙ ОПТИКИ**



## Ионное профилирование асферических зеркал для нанофокусировки пучков СИ.

И. В. Кожевников<sup>1</sup>, L. Peverini<sup>2</sup>, E. Ziegler<sup>2</sup>, A. Rommeveaux<sup>2</sup>, N. Vaxelaire<sup>2</sup>,  
P. V. Vaerenbergh<sup>2</sup>, L. Claustre<sup>2</sup>, S. Guillet<sup>2</sup>, J.-Y. Massonnat<sup>2</sup>, J. Susini<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия

<sup>2</sup>European Synchrotron Radiation Facility, BP 220, 38043, Grenoble Cedex, France

e-mail: [ivk@crys.ras.ru](mailto:ivk@crys.ras.ru)

Наличие синхротронных источников 3-го поколения и высокосовершенной рентгеновской оптики дает возможность сфокусировать пучок СИ в пятно чрезвычайно малых размеров вплоть до суб-10 нм и, тем самым, обеспечить предельно высокое пространственное разрешение в рентгеновской микроскопии, микротомографии и спектро-микроскопии. Наиболее перспективными для нанофокусировки пучка СИ являются, по-видимому, зеркала скользящего падения, которые являются ахроматичными, обеспечивают высокий коэффициент отражения, большую входную апертуру и высокую радиационную стойкость.

В то же время, при создании подобных зеркал возникают две принципиальные технологические проблемы: (а) необходимость чрезвычайно высокой точности изготовления сложной асферической поверхности (отклонение в форме не более 10 нм, ошибка наклона не более  $10^{-6}$  рад) и (б) требование предельно малой шероховатости поверхности (среднеквадратичная высота не должна превышать 0.2-0.3 нм). Более того, эти два требования зачастую противоречат друг другу. В нашем докладе мы обсудим подход, который позволяет успешно решить обе эти проблемы одновременно, а именно, ионное профилирование поверхностей кремниевых подложек.

### Эволюция шероховатостей при ионном травлении.

Прежде всего, мы провели ряд исследований по сравнению шероховатости плоских кремниевых подложек после ионного ( $\text{Ar}^+$ ) травления в зависимости от энергии и угла падения ионов и времени травления. Шероховатость поверхности в различных диапазонах пространственной частоты  $p$  анализировалась с помощью атомно-силового микроскопа ( $p=10^{-3}-10^{-1} \text{ нм}^{-1}$ ), интерференционного оптического микроскопа ( $p = 10^{-5} - 10^{-3} \text{ нм}^{-1}$ ) и рентгеновского рассеяния ( $p = 2 \cdot 10^{-4} - 2 \cdot 10^{-2} \text{ нм}^{-1}$ ).

На рис.1 представлены АСМ изображения поверхностей кремниевых подложек после травления ионами  $\text{Ar}^+$  в течение 30 мин. Энергия ионов менялась от 0.4 до 1.2 кэВ, а угол скольжения ионов – от 10 до 90°. Результаты этих исследований позволили нам заключить, что развитие шероховатостей наименее выражено при угле скольжения  $\theta \sim 55-70^\circ$  и энергии ионов 0.8-1 кэВ.

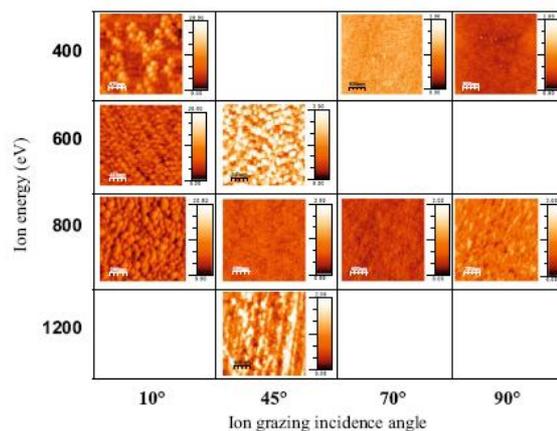


Рис.1. АСМ изображения поверхности подложки Si после травления ионами  $\text{Ar}^+$  в течение 30 мин для различных значений энергии и угла скольжения ионов [1].

На рис.2 представлены результаты in-situ исследований эволюции шероховатостей методом рентгеновского рассеяния. Показано изменение среднеквадратичной высоты шероховатости Si подложки в зависимости от времени травления при энергии ионов  $E = 1 \text{ кэВ}$  и угле скольжения ионов  $\theta=55^\circ$ . Скорость травления составляла около 3.5 нм/сек, так что после травления в течение 350 сек был удален слой Si толщиной около 1.2 мкм.

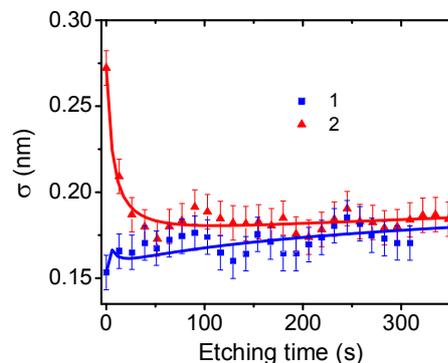


Рис.2. Эволюция среднеквадратичной высоты шероховатости подложки Si в зависимости от времени травления ( $\text{Ar}^+$ ,  $E=1 \text{ кэВ}$ ,  $\theta=55^\circ$ ) [2].

В эксперименте были использованы две кремниевые подложки с разной шероховатостью:

одна из подложек (1) была очень гладкая ( $\sigma = 0.15$  нм в измеряемом диапазоне пространственных частот), а другая (2) – более "грубая" ( $\sigma = 0.27$  нм). Во время травления шероховатость подложки 1 практически не изменилась и возросла от 0.15 до всего лишь 0.17 нм несмотря на высокую скорость и большую глубину травления. Эволюция шероховатости подложки 2 еще более интересная. В течение первых 50 сек травления шероховатость уменьшилась от 0.27 до 0.18 нм, а затем осталась практически постоянной.

В соответствии с [3], эволюция шероховатости поверхности  $\sigma^2(t) = \sigma_S^2(t) + \sigma_E^2(t)$  определяется вкладом от исходной шероховатости, который уменьшается со временем как  $\sigma_S(t) = \sigma_S(0)/(1+t/t_S)^{\beta/\alpha}$ , и вкладом от шероховатостей, возникшими при травлении  $\sigma_E(t) \sim t^\beta$ , где  $\alpha$  и  $\beta$  – так называемые скэйлинговые экспоненты, а параметр  $t_S$  характеризует время травления, при котором радиус корреляции собственных шероховатостей сравнивается с радиусом корреляции исходных шероховатостей. Параметр  $\alpha \approx 0.23$  был найден из анализа асимптотического поведения PSD-функции в области высоких пространственных частот и оказался одним и тем же для обеих образцов [2]. Сплошные кривые на рис.2 – результат подгонки экспериментальных данных по двум неизвестным параметрам  $\beta$  и  $t_S$ , причем обе экспериментальные кривые подгонялись одновременно. Параметр  $\beta$  оказался чрезвычайно малым  $\beta \approx 0.07$ , так что даже после стравливания слоя толщиной 10-20 мкм, что является типичным для наших экспериментов по профилированию подложек, среднеквадратичная высота шероховатости не превышает 0.20-0.23 нм.

Точность изготовления формы поверхности при ионном травлении

Можно представить три простейшие схемы для ионного профилирования подложек. В первой из них (рис.3, слева) щель фиксированной ширины движется с переменной скоростью между подложкой и источником ионов, обеспечивая, тем самым, разное время облучения разных участков подложки. Эта схема обеспечивает наивысшую точность профилирования, но из-за низкой эффективности травления применяется лишь на последней стадии для удаления слоя вещества толщиной в доли микрона. Во второй схеме (рис.3, центр) требуемая форма поверхности обеспечивается одиночной заслонкой, движущейся вдоль подложки с переменной скоростью. Эта схема характеризуется монотонным изменением толщины удаленного слоя от одного края подложки к другому, поскольку время облучения левого края подложки максимально, а правого – минимально. Наконец, в третьей схеме (рис.3, справа)

используются две заслонки,двигающиеся в противоположных направлениях независимо друг от друга. Максимальная глубина травления достигается в точке совмещения заслонок. В этой схеме требуемое время травления минимально.

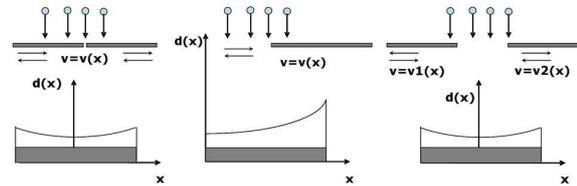


Рис.3. Возможные схемы ионного профилирования.

Для иллюстрации нашего подхода рассмотрим простейшую модель процесса травления, считая падающий пучок ионов параллельным. Тогда соотношение между толщиной удаленного слоя  $R(x)$  и скоростью заслонок  $V(x)$  (для правой схемы на рис.3) может быть записано как

$$R(x) = Q(x) \cdot \begin{cases} \int_0^x \frac{dx'}{V(x')}, & \text{при } 0 \leq x \leq x_1 \text{ (левая заслонка)} \\ \int_L^x \frac{dx'}{V(x')}, & \text{при } x_1 \leq x \leq L \text{ (правая заслонка)} \end{cases}$$

где  $Q(x)$  описывает изменение скорости травления вдоль поверхности подложки, например, из-за неоднородности падающего потока ионов, а точка  $x_1$  соответствует минимуму функции  $R(x)/Q(x)$ .

Представив функции  $1/V(x)$  и  $R(x)/Q(x)$  в виде полиномов

$$\frac{R(x)}{Q(x)} = \sum_{j=1}^{j_{\max}} \frac{\alpha_j}{L} \left(\frac{x}{L}\right)^j; \quad \frac{1}{V(x)} = \sum_{j=0}^{j_{\max}-1} \frac{\beta_j}{L} \left(\frac{x}{L}\right)^j$$

подставив их в приведенное выше выражение и положив  $R(0) = R(L) = 0$ , можно выразить коэффициенты  $\beta_j$  через известные коэффициенты  $\alpha_j$  и, тем самым, определить скорости обеих заслонок.

Поскольку параметры процесса травления трудно определимы (расходимость пучка ионов, его дифракция на краях заслонок, осаждение на подложку распыленных материалов и т.д.), неизбежно возникают неконтролируемые ошибки в профиле поверхности. Чтобы преодолеть эту проблему, мы используем специально разработанную итерационную процедуру. Разделим процесс профилирования на несколько шагов (итераций), так что на каждом шаге мы хотим удалить слой толщиной  $d_0(x) = R(x)/N$ , где  $N$  – число итераций (обычно 3-5). После первой итерации толщина удаленного слоя оказывается равной  $d_1^{\text{exp}}(x) = d_0(x) + \delta d_1(x)$ , где  $\delta d_1(x)$  – ошибка в профиле, вызванная упрощенностью используемой модели движения заслонок. Чтобы скомпенсировать эту ошибку, на следующей итерации мы будем стремиться удалить слой толщиной  $d_1(x) = d_0(x) - 2\delta d_1(x)$ . Эта процедура

продолжается шаг за шагом, причем на каждой последующей итерации принимаются во внимание ошибки в профиле, полученные во всех предыдущих итерациях.

Пример использования итерационной процедуры представлен на рис.4-6. Цель состояла в том, чтобы изготовить эллиптическое зеркало с фокусным расстоянием 6 см и расстоянием от источника до зеркала 52 м. Угол скольжения среднего луча 6.3 мрад. На рис.4 показаны профили, полученные после каждой из трех итераций (кружки) в схеме с двумя независимыми заслонками. Сплошные кривые показывают идеальные профили. Видно, что ошибка резко уменьшается от итерации к итерации, а окончательная ошибка в профиле и угле наклона поверхности эллипса после трех итераций показана кривыми 1 на рис.5 и 6, соответственно.

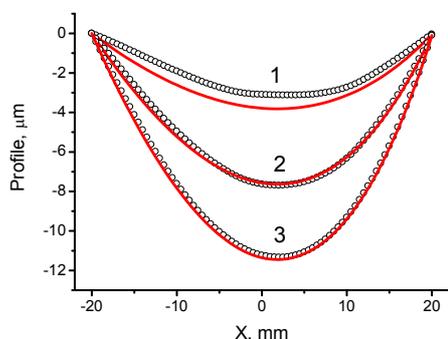


Рис.4. Сравнение идеального профиля (сплошные кривые) и экспериментального (кружки) после каждой из трех проведенных итераций в схеме с двумя заслонками.

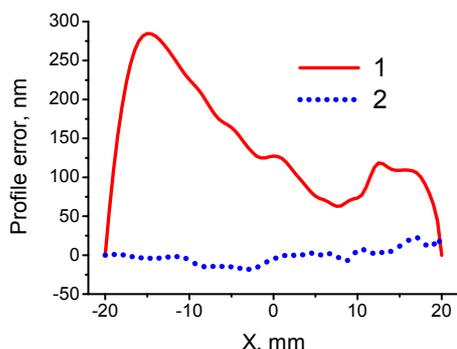


Рис.5. Ошибка в профиле после трех итераций в схеме с заслонками (1) и после дополнительных 4х итераций в схеме со щелью (2).

После этого были проведены четыре итерации с использованием схемы с узкой щелью. Окончательные ошибки в профиле и наклоне поверхности показаны кривыми 2 на рис.5 и 6. Видно, что после профилирования с помощью щели ошибки резко уменьшилась, хотя точность изготовления поверхности все еще недостаточная

для фокусировки пучка СИ в пятно размером менее 100 нм.

Мы полагаем, что увеличение числа итераций в обеих схемах ионного травления позволит уменьшить ошибки в профиле поверхности. Более того, специально проведенные эксперименты показали, что основная причина, ограничивающая точность профилирования, – это винтовая передача недостаточно высокого качества (люфт), используемая для перемещения заслонок и щели.

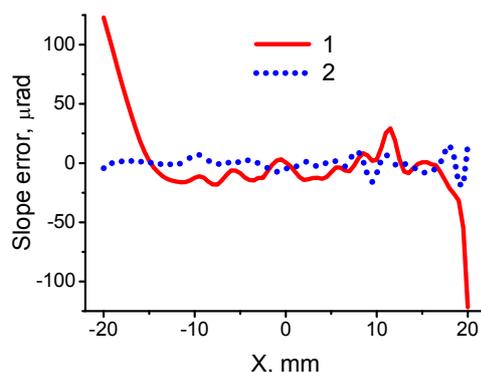


Рис.6. Ошибка в наклоне поверхности после 3х итераций в схеме с двумя заслонками (1) и после дополнительных итераций в схеме со щелью (2).

- [1] Ziegler E., Peverini L., Vaxelaire N., et al. Nucl. Instrum. Methods A, **616**, 188 (2010).
- [2] de Rooij-Lohmann V.I.T.A., Kozhevnikov I.V., Peverini L., et al. Appl. Surf. Sci., **256**, 5011 (2010).
- [3] Majaniemi S., Ala-Nissila T., Krug J. Phys. Rev. B, **53**, 8071 (1996).
- [4] Peverini L., Kozhevnikov I.V., Rommeveaux A., et al. Nucl. Instrum. Methods A, **616**, 115 (2010).

## Перспективы использования лейкосапфира для создания рентгенооптических элементов

Б.С. Рошин, В.Е. Асадчиков, А.Е. Благов, А.В. Буташин, Ю.О. Волков,  
М.В. Декапольцев, В.М. Каневский, И.В. Кожевников,  
А.Э. Муслимов, В.Л. Носик, Е.О. Тихонов

Учреждение Российской академии наук Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН,  
Москва, Россия  
e-mail: [ross@crys.ras.ru](mailto:ross@crys.ras.ru)

В настоящее время одними из самых распространённых материалов для изготовления рентгенооптических элементов, как скользящего падения, так и дифракционных, является монокристаллический кремний [1]. Однако, его применение для зеркал скользящего падения сдерживается недостаточным качеством отечественных методов обработки поверхности. Предельные значения эффективной высоты шероховатости, полученные в нашей стране составляют 0,25 нм.

Монокристаллический лейкосапфир является одним из материалов, технология полировки которого в настоящее время позволяет получать значения эффективной высоты шероховатости поверхности, приближающиеся к 0,1 нм.

Для контроля параметров шероховатости при отработке технологии полировки нами применялся метод рентгеновского рассеяния в условиях полного внешнего отражения (РР). Подход к описанию рассеянного поверхностью рентгеновского излучения основан на теории возмущений [2]. Согласно этой теории, индикатриса рассеяния прямо пропорциональна функции спектральной плотности мощностей высот шероховатости (PSD-функции):

$$\Pi(\theta) = \frac{1}{W_{inc}} \frac{dW_{scat}}{d\theta} = \frac{k^3 |1 - \varepsilon_+|^2 |t(\theta_0)t(\theta)|^2}{16\pi \sin \theta_0 \sqrt{\cos \theta_0 \cos \theta}} \times PSD(\nu), \quad (1)$$

$$t(\theta) = \frac{2 \sin \theta}{\sin \theta + \sqrt{\varepsilon_+ - \cos^2 \theta}}, \quad \nu = \frac{1}{\lambda} |\cos \theta_0 - \cos \theta|,$$

где  $W_{inc}$  – мощность падающего излучения;  $W_{scat}$  – мощность рассеянного излучения;  $\nu$  – пространственная частота;  $PSD(\nu)$  – спектральная плотность мощности поверхностных шероховатостей;  $\varepsilon_+$  – комплексная диэлектрическая проницаемость материала;  $\theta_0$  – угол скольжения;  $\theta$  – угол рассеяния;  $t(\theta)$  – амплитудный коэффициент прохождения для идеально гладкой поверхности.

Для численной оценки шероховатости использован интегральный параметр – эффективная высота шероховатости:

$$\sigma_{эфф}^2 = \int_{\nu_{min}}^{\nu_{max}} PSD(\nu) d\nu, \quad (2)$$

где  $\nu_{min}$  и  $\nu_{max}$  – нижний и верхний пределы диапазона пространственных частот. Для лабораторных рентгеновских дифрактометров эти значения составляют 0,05 и 10  $\text{мкм}^{-1}$  соответственно.

PSD-функции поверхностей лейкосапфировых пластин, полученные на различных этапах отработки технологии полировки представлены на рис. 1.

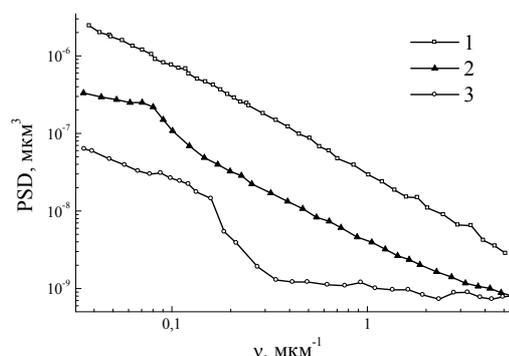


Рис. 1. PSD-функции поверхностей полированных лейкосапфировых пластин на разных этапах отработки технологии полировки, рассчитанные по данным РР: 1 –  $\sigma_{эфф} = 0,51$  нм; 2 –  $\sigma_{эфф} = 0,18$  нм; 3 –  $\sigma_{эфф} = 0,11$  нм.

Такое качество обработки позволяет применять лейкосапфировые пластины для изготовления рентгеновских зеркал полного внешнего отражения.

Важной особенностью полированных пластин из лейкосапфира является возможность получения ступенчатого рельефа на поверхности при температурной обработке. Примеры таких поверхностей показаны на рис. 2.

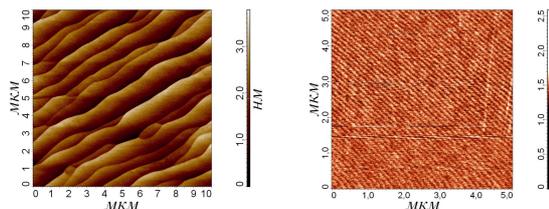


Рис. 2. Атомно-силовые изображения наноструктурированных поверхностей лейкосапфира.

Период рельефа определяется углом разориентации поверхности от базовой кристаллической плоскости. Ввиду того, что кристалл является оксидным, такой рельеф проявляет высокую стабильность на воздухе. При достаточно постоянном периоде по всей поверхности, такая структура представляет собой дифракционную решётку. При облучении пучком в скользющем падении, на индикатрисе рассеяния возникает пик, пространственная частота которого соответствует эффективному периоду ступенчатой структуры (рис. 3). Этот период определяется углом между направлением распространения рентгеновского пучка и направлением поверхностной структуры.

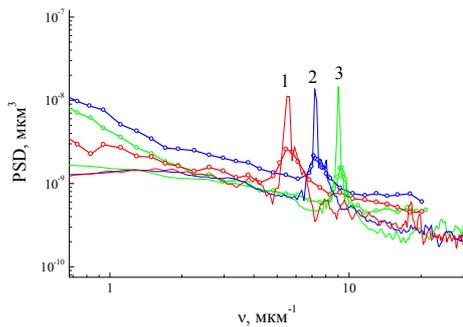


Рис. 3. PSD-функции поверхности лейкоаппафита с регулярным рельефом, полученные по данным РР (точки) и АСМ (линии) при углах  $60^\circ$  (1),  $90^\circ$  (2) и  $105^\circ$  (3) относительного базового среза.

Таким образом, может быть реализована система управления рентгеновским пучком, в которой можно вращением отражающего элемента в азимутальной плоскости менять положение пучка в пределах 1–2 градусов. Эффективность такого элемента во многом определяется совершенством обработки поверхности монокристалла. Здесь критическим моментом является не только значение шероховатости, но и отсутствие коробления и прогиба поверхности.

Показана возможность применения лейкоаппафита в качестве кристалла-монокроматора однократного отражения. Кривые дифракционного отражения представлены на рис. 4.

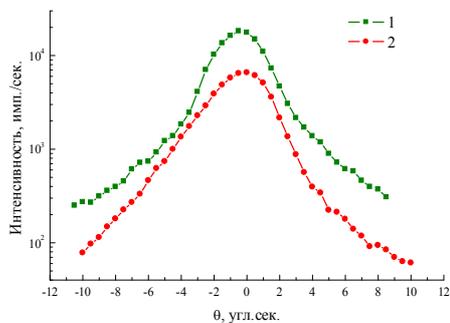


Рис. 4. Кривые дифракционного отражения  $MoK\alpha_1$ :  
1 – для кристалла кремния (220),  
2 – для кристалла лейкоаппафита (110).

Интенсивность отражения ниже чем у кристалла кремния, но благодаря высокой температуре плавления, изделия из лейкоаппафита могут применяться при больших интенсивностях рентгеновских пучков [3,4]. Монокристаллический лейкоаппафир находит применение также в качестве выходных окон для мягкого ультрафиолетового [5] рентгеновского [6] синхротронного излучения, являясь более дешёвой заменой алмаза. Здесь существенную роль играет коэффициент пропускания материала.

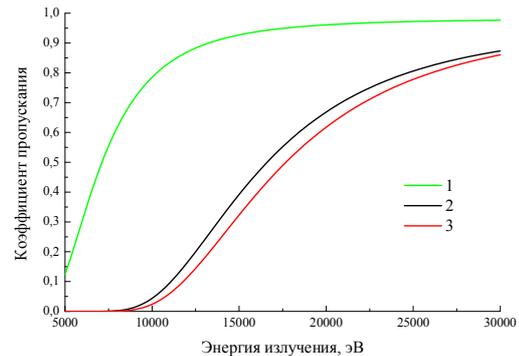


Рис. 5. Рассчитанные коэффициенты пропускания для пластинок толщиной 0,5 мм, изготовленных из алмаза (1), лейкоаппафита (2) и кремния (3).

Как видно из рис. 5, для изготовления окон лейкоаппафир целесообразно применять лишь в случае жёсткого рентгеновского излучения.

Следует отметить, что выходное окно может выполнять и функции первичного кристалла-монокроматора.

Обратим также внимание, что применение лейкоаппафитовых подложек с наноструктурированной поверхностью в ряде случаев упрощает получение на их основе совершенных плёночных покрытий [7], что может быть полезно при изготовлении многослойных рентгеновских зеркал.

- [1] Erko A., Idir M., Krist Th., Michette A.G. Springer Series in Optical Sciences, 137 (2008).
- [2] Виноградов А.В., Кожевников И.В. Труды ФИАН, 196, 31 (1989).
- [3] Lucht M., Lerche M. J. Appl. Cryst. 36, part 4, 1075-1081 (2003).
- [4] van der Linden P., Wille H.-C., Shvyd'ko Yu. V. AIP Conference Proceedings, 879, 915-917 (2007).
- [5] Suleimenov O. M. Rev. Sci. Instrum. 75, 3363 (2004).
- [6] Hosokawa S., Pilgrim W.-C. Nucl. Instrum. Meth. A, 467-468, 1057-1060 (2001).
- [7] Cui J., Sun A., Reshichkov M. et. al. Internet J. Nitride Semicond. Res. 5, 7 (2000).

## Проведение космического эксперимента ТЕСИС на спутнике КОРОНАС-ФОТОН

С. В. Кузин, С. В. Шестов, А. А. Перцов, С. А. Богачев, А. С. Ульянов, А. А. Рева  
Физический институт им. П. Н. Лебедева РАН, Москва, Россия  
e-mail: [sshestov@gmail.ru](mailto:sshestov@gmail.ru)

Российский научный спутник КОРОНАС-ФОТОН [1] был выведен на орбиту Земли 30 января 2009 г. На его борту находилось 12 приборов, предназначенных для регистрации излучения и энергичных частиц Солнца в разных участках спектра и при разных энергиях. Среди них находился комплекс аппаратуры ТЕСИС [2], разработанный в Физическом институте академии наук им. П. Н. Лебедева РАН. ТЕСИС является многоканальным прибором, предназначенным для регистрации изображений и спектрогелиограмм Солнца в различных участках мягкого рентгеновского (МР) и вакуумного ультрафиолетового (ВУФ) диапазона спектра. Для формирования и регистрации изображений в коротковолновой области спектра в аппаратуре ТЕСИС используются многослойная оптика нормального падения, кристаллическая оптика, многослойные тонкопленочные фильтры, детекторы изображений на основе ПЗС-матриц.

В состав комплекса ТЕСИС входит 6 независимых каналов наблюдений. Два телескопа высокого разрешения, на спектральные диапазоны вблизи 132, 171 и 304 Å, обеспечивают регистрацию Солнца с высоким пространственным (1.7 угл. сек. на пиксел) и временным (до 1 секунды) разрешением. Телескоп-коронограф широкого поля зрения (поле зрения 2°) предназначен для регистрации изображений дальней солнечной короны в спектральной линии водородоподобного гелия в линии 304 Å. Рентгеновский спектрогелиограф Mg XII является уникальным в мировой практике прибором, который регистрирует монохроматические изображения Солнца в резонансной линии Mg XII  $\lambda=8.42$  Å. Спектрогелиограф ВУФ диапазона предназначен для регистрации целой серии монохроматических изображений диска Солнца в отдельных линиях диапазона 280-330 Å. Также в состав комплекса ТЕСИС входит рентгеновский спектрофотометр SphinX на диапазон 0.85-15 кэВ, разработанный в Центре космических исследований Польской академии наук [3]. Подробное описание аппаратуры ТЕСИС приведено в работе [4].

В аппаратуре ТЕСИС был впервые применен в космическом эксперименте целый ряд новых технологий и технических решений. Это позволило достичь возможностей наблюдения существенно превышающих предыдущие космические эксперименты (на спутниках SOHO, КОРОНАС-Ф, TRACE). К этим техническим решениям можно

отнести использование широкоапертурных (D=100 мм) асферических зеркал, на которые были нанесены многослойные отражающие покрытия с высоким коэффициентом отражения (до 70%) и высокой спектральной селективностью ( $\lambda/\Delta\lambda\sim 30$ ). В качестве детекторов применяются широкоформатные backside-ПЗС матрицы, непосредственно на поверхность которых нанесены абсорбционные тонкопленочные фильтры. Зеркала телескопов ТЕСИС оснащены прецизионными подвижками, которые позволяют проводить более точную фокусировку изображений в полете. Управление аппаратурой осуществляется мощным бортовым компьютером, который позволяет реализовывать гибкие программы наблюдений, управлять одновременно всеми каналами регистрации и механикой аппаратуры ТЕСИС, сжимать зарегистрированные изображения, в т.ч. с методом сжатия с потерями, при котором существенно (более чем на порядок) увеличивается количество передаваемых на Землю изображений Солнца.

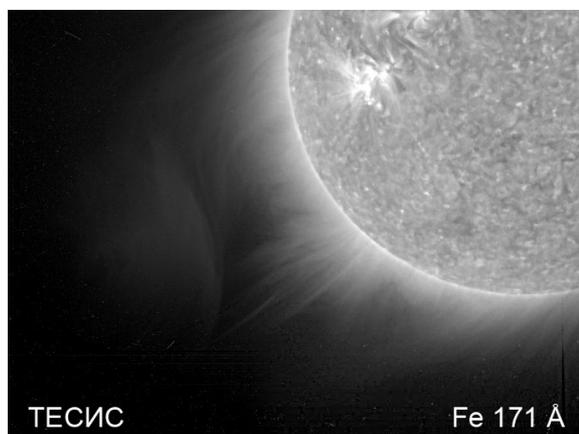


Рис. 1. Изображение дальней солнечной короны по данным наблюдений канала 171 Å прибора ТЕСИС 5 мая 2009 года.

Активная фаза эксперимента ТЕСИС проходила с середины февраля 2009-го вплоть до потери управления спутником 1-го декабря 2009-го года. Аппаратурой ТЕСИС был получен огромный объем наблюдательных данных – зарегистрировано около миллиона коротковолновых изображений Солнца в период глубокого минимума солнечной активности. В том числе, был впервые проведен ряд уникальных наблюдений: проведены наблюдения с высоким временным разрешением 4 сек,

наблюдалась дальняя корона Солнца (на высоте  $\sim 1 R_{\text{солн}}$ ) в ВУФ линии Fe IX 171.07 Å (рис. 1).

Кроме этого, во время эксперимента ТЕСИС был проведен ряд калибровочных наблюдений, в частности определены т.н. функции белого поля для телескопов высокого разрешения (рис. 2), а также отработан новый метод регистрации изображений без использования входных шторок телескопов.

В докладе обсуждаются эти и другие особенности проведения эксперимента ТЕСИС.

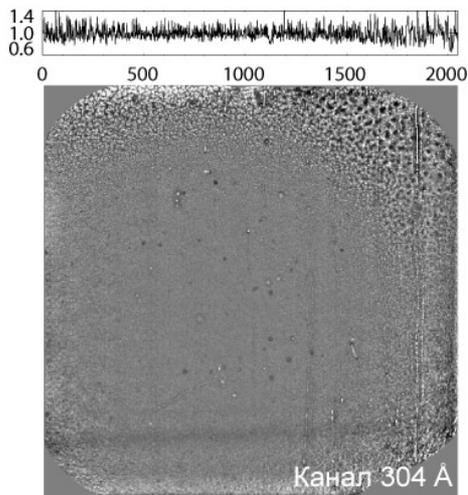


Рис. 2. Функция белого поля канала 304 Å прибора ТЕСИС, рассчитанная во время полета спутника КОРОНАС-ФОТОН по наблюдениям Солнца.

- [1] Yu. D. Kotov. 35th COSPAR scientific assembly, Held 18-25 July 2004, in Paris, France, 128
- [2] С. В. Кузин, С. А. Богачев, И. А. Житник, С. В. Шестов и др. Известия РАН. Серия физическая, 74, 1, 39 (2010).
- [3] J. Sylwester, S. Kuzin, Yu. D. Kotov, F. Farnik et al. J. Astrophys. Astr., 29, 339 (2008).
- [4] С. В. Кузин, И. А. Житник, С. В. Шестов, С. А. Богачев и др., Астр. Вестник, в печати (2010).

## Прогресс в развитии РФА ПВО спектрометров, построенных с использованием рентгеновских волноводов-резонаторов

Е.В. Егоров<sup>1</sup>, В.К. Егоров<sup>1</sup>, М.С. Афанасьев<sup>2</sup>

<sup>1</sup>ИПТМ РАН, Черноголовка, 142432 Россия

<sup>2</sup>МИРЭА, Москва

e-mail: [Egorov@iptm.ru](mailto:Egorov@iptm.ru)

Метод рентгенофлуоресцентного анализа в условиях полного внешнего отражения возбуждающего рентгеновского потока от анализируемой поверхности (РФА ПВО) к настоящему времени приобрел статус стандартного аналитического метода. Его физические основы изложены в монографии проф. Р. Клокенкампера [1], а его практическая методология представлена в руководстве по рентгеноспектральному анализу [2].

Принципиальной особенностью метода является тот факт, что регистрируемый РФА ПВО спектрометром рентгенофлуоресцентный выход характеризует элементный состав тончайшего поверхностного слоя толщиной 3÷5 нанометров. В результате этого фоновая составляющая спектра оказывается ничтожно малой, а сам спектр оказывается свободным от матричных эффектов. Поскольку указанные особенности метода реализуются только в условиях полного внешнего отражения (ПВО) потока возбуждения, а угол ПВО излучений  $MoK\alpha$  и  $AgK\alpha$ , наиболее часто используемых в качестве возбуждающих, для большинства материалов близок к  $0.1^\circ$ , РФА ПВО спектроскопия нуждается в формировании узкого, малорасходящегося возбуждающего потока. Упрощенная рентгенооптическая схема РФА ПВО спектрометра представлена на рисунке 1. Базовыми элементами этой схемы являются: источник возбуждающего рентгеновского излучения, формирователь нитевидного узкого малорасходящегося потока, держатель образца, и система регистрации вторичной рентгенофлуоресценции на базе полупроводникового рентгеновского детектора. Поскольку требования к параметрам потока возбуждения РФА ПВО спектрометра достаточно хорошо сочетаются с возможностями формирователя, построенного на базе плоского рентгеновского волновода-резонатора (ПРВР), одним из перспективных направлений модернизации данного направления рентгеноспектрального анализа явилась разработка таких приборов, включающих в свою схему волноводно-резонансные устройства [3].

Первым шагом в этом направлении была постройка РФА ПВО спектрометра, имевшего в своем составе бесщелевой коллиматор рентгеновского излучения [4]. На его базе предложена оригинальная рентгенооптическая схема спек-

трометра, показанная на рисунке 2, в которой поверхность исследуемого образца фактически представляла собой продолжение коллиматорной конструкции. Такая конструкция позволила существенно поднять интенсивность возбуждения вторичной рентгенофлуоресценции. Однако она характеризовалась существенным недостатком, поскольку исследуемая поверхность частично оказывалась в контакте с одним из рефлекторов коллиматора. Это недостаток был устранен, с разработкой волноводно-резонансных устройств рентгеновской нанопотоники [5]. Использование таких формирователей позволило сохранить главные достоинства оригинальной рентгенооптической схемы РФА ПВО спектрометра при отсутствии прямого контакта поверхности исследуемого образца и рефлектора формирователя.

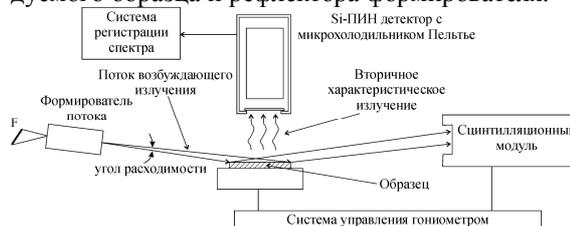


Рис. 1. Упрощенная рентгенооптическая схема РФА ПВО спектрометра.

Дальнейшее развитие этого направления РФА ПВО спектроскопии оказалось связанным с совершенствованием конструкции самого волновода-резонатора. Было показано, что использование ПРВР, построенного на базе разновеликих рефлекторов уменьшает расходимость формируемого потока, существенно изменяет конфигурацию пространственного распределения интенсивности излучения в нем и значительно повышает радиационную плотность потока возбуждения в области поверхности исследуемого объек-

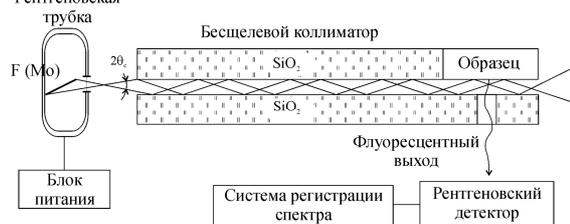


Рис. 2. Упрощенная схема оригинального РФА ПВО спектрометра с бесщелевым формирователем потока.

та. Кроме того, за счет применения входного углового концентратора удалось более чем в пять раз увеличить радиационную светосилу ПРВР. Применение указанных новаций позволило построить малогабаритную высокоэффективную РФА ПВО ячейку для многоэлементного анализа поверхностей твердых тел и сухих остатков жидкостей. На рисунке 3 показана схема этой ячейки.

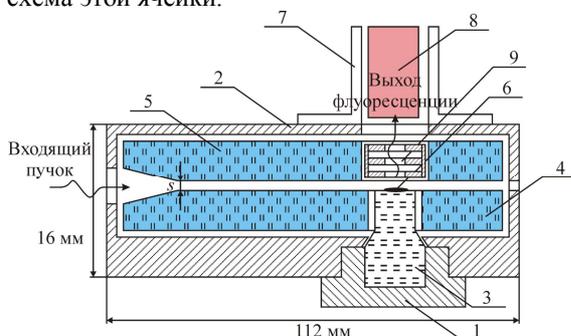


Рис. 3. Упрощенная схема оригинальной конструкции РФА ПВО ячейки для элементного анализа поверхности твердых тел и сухих остатков жидкостей.  $s$  – ширина волноводно-резонансного канала ячейки, 1 – резьбовой фиксатор, 2 – корпус ячейки, 3 – стеклоуглеродная фигурная подложка, 4 – нижний рефлектор, 5 – верхний рефлектор, 6 – исследуемый образец, 7 – держатель для детектора, 8 – рентгеновский ПИП-детектор, 9 – коллимирующее устройство.

В ней в качестве материала подложки для изучения сухих остатков жидкостей был использован стеклоуглерод вместо обычно применяемого кварца. Эта новация позволила снизить импульсную нагрузку регистрирующего тракта. На рисунке 4 представлен РФА ПВО спектр, полученный для чистой стеклоуглеродной подложки с использованием ячейки, показанной на рисунке 3. Для фиксации спектра использовалась система регистрации, аналогичная той, которая применялась в наших предыдущих исследованиях [5]. В этом спектре, наблюдается рентгенофлуоресцентная линия аргона и куполообразная линия, соответствующая рассеянию белой компоненты потока возбуждения на атомах углерода подложек. Кроме того, представлен ряд дополнительных линий, указывающих на наличие в материале подложки Si, S, Ca, Fe и Zn. Чтобы наличие примесных элементов в поверхностном слое подложки не препятствовало проведению элементного анализа сухих остатков растворов, необходимо разработать специальный подход, способный устранить присутствие примесных линий подложек в финальном спектре. Это возможно с использованием ПРВР, поскольку возбуждение поверхностного слоя подложки и тонкой пленки остатка жидкости являются фактически независимыми процессами. На рисунке 5 показано схематическое изображение

взаимного расположения стеклоуглеродной подложки, рефлекторов волноводно-резонансного формирователя потока возбуждения и исследуемого образца, а также диаграмма пространственного распределения интенсивности этого потока в сечении ОО вблизи образца. Диаграмма пространственного распределения интенсивности в потоке на выходе ПРВР, составленного из рефлекторов разной длины, является резко асимметричной. Критический угол полного внешнего отражения излучения  $\text{AgK}\alpha\beta$  для углерода близок к  $0.07^\circ$ . Поэтому часть излучения, претерпевшая ПВО на подложке, практически не участвует в возбуждении вещества пленки сухого остатка раствора. В результате, РФА ПВО спектры, соответствующие возбуждению подложки и анализируемого объекта можно рассматривать как независимые. Следовательно, при анализе сухих остатков растворов вполне законным является прямое вычитание спектра подложки, из спектра, полученного в условиях нахождения этого объекта на поверхности подложки.

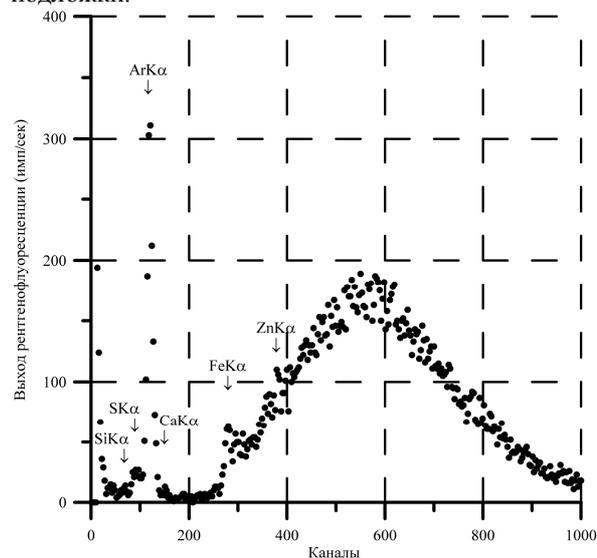


Рис. 4. РФА ПВО спектр, полученный для чистой стеклоуглеродной подложки. Режим работы источника БСВ-27 ( $\text{Ag}$ )  $U=26$  кэВ,  $I=10$  мА, время регистрации  $\tau=300$  сек. Диаметр детекторного коллиматора  $D=2$  мм. Цена канала 23 эВ/канал. Показан каждый третий канал.

Этот подход был применен для анализа сухого остатка водного раствора, содержавшего 10 микрограммов атомов хрома на миллилитр жидкости. Объем анализируемого раствора составлял 0.02 миллилитра. Он растекался по подложке на диаметр около 6 мм и после высыхания образовал пленочный образец указанного диаметра толщиной менее 100 нанометров. Общее количество атомов хрома в нем соответствует 200 нанограммам или  $2 \cdot 10^{15}$  атомов этого элемента. Поскольку диаметр пятна, формирующего регистрируемый детектором рентгено-

флуоресцентный выход, равен 2 мм, общее количество атомов Сг, участвующих в формировании линии  $\text{CrK}\alpha$  в РФА ПВО спектре составляет  $3.5 \cdot 10^{14}$ .

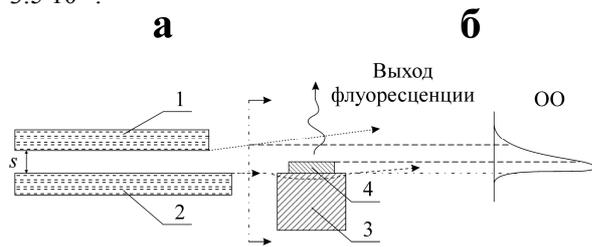


Рис. 5. Расположение верхнего (1) и нижнего (2) рефлекторов волноводно-резонансного формирователя потока возбуждения, стеклоглеродной подложки (3) и пленки анализируемого сухого остатка жидкости в ячейке РФА ПВО спектрометра (а) и реальное пространственное распределение интенсивности возбуждающего потока на выходе ПРВР с разноразмерными рефлекторами (б).

На рисунке 6 показана спектральная диаграмма, полученная прямым вычитанием РФА ПВО спектра, соответствующего чистой подложке, из спектра, зарегистрированного для исследуемого объекта, нанесенного на эту подложку. Характерной особенностью этой диаграммы является полное отсутствие линии  $\text{AgK}\alpha$ . На ней представлены линии  $\text{SK}\alpha$ ,  $\text{CaK}\alpha$ ,  $\text{ZnK}\alpha$  и  $\text{NiK}\alpha$ . Линии кремния и железа, характерные только для подложки, исчезли. Факт сохранения линий кальция и цинка свидетельствует о том, что данные элементы в виде примесей присутствуют не только в материале подложки. Оценка предела обнаружения для атомов Сг в данном случае дает величину около  $3 \cdot 10^{11}$  атомов или 4 нанограмма. Для проведения точных количественных оценок пределов обнаружения примесных элементов необходимо проведение комплексных нормировочных мероприятий с использованием стандартных растворов.

Построение малогабаритной ячейки для РФА ПВО спектроскопии является одним из этапов развития этого аналитического метода в условиях применения плоских рентгеновских волноводов-резонаторов. Дальнейший прогресс, опирающийся на улучшение свойств ПРВР, будет ориентирован на применение в формирователях потока возбуждения составных волноводов-резонаторов, позволяющих резко уменьшить угловую расходимость потока возбуждения и, следовательно, существенно поднять его радиационную плотность. Дальнейшее увеличение радиационной плотности в области поверхности анализируемого объекта может быть достигнуто путем использования многочелевых волноводно-резонансных устройств, а также за счет применения нескольких независимых источни-

ков рентгеновских лучей, работающих параллельно. Дальнейшее понижение фонового вклада в РФА ПВО спектре возможно путем использования специальных волноводно-резонансных структур, устанавливаемых перед детектором, а также в результате суперпозиции спектров, полученных несколькими детектирующими устройствами, регистрирующими эти спектры в параллельном режиме.

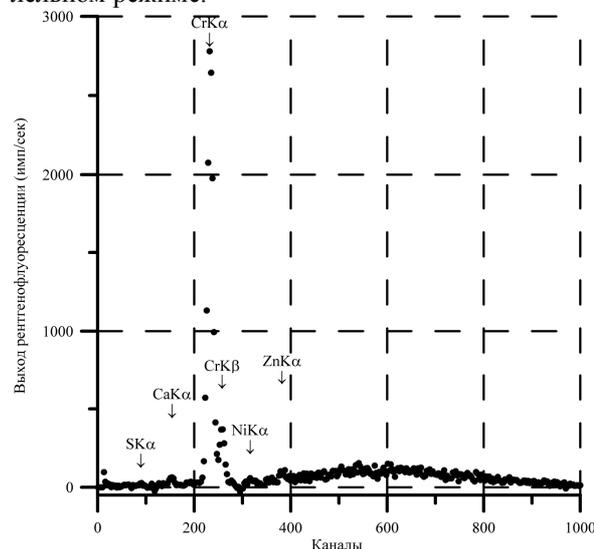


Рис. 6. Спектральная диаграмма, полученная прямым вычитанием РФА ПВО спектра подложки из суммарного спектра пленки и подложки. Спектральные линии, присутствующие на диаграмме, непосредственно характеризуют элементный состав сухого остатка раствора.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (грант №09-08-00952а) и программы фундаментальных исследований Президиума РАН №21.

- [1] R. Klockenkamper. Total reflection X-ray fluorescence analysis. Wiley: New York. 1997. 245 p.
- [2] Handbook of X-ray spectrometry, Methods and Techniques / Eds. By R.E. Grieken, A.A. Markwicz. Dekker: New York. 1993. pp. 453-487.
- [3] Егоров В.К., Егоров Е.В., Аналитика и контроль, т.6 (4), 410 (202).
- [4] Егоров В.К., Зуев А.П., Малюков В.А., Известия ВУЗов, Цветная металлургия, №5, 54 (1997).
- [5] Егоров В.К., Егоров Е.В., Материалы 10 международной научно-технической конференции «Высокие технологии в промышленности России», М.: Техномаш, 106 (2004).

## Рентгеновская некогерентная оптика: фокусирующий и конфокальный коллиматоры

Л. И. Огнев

Институт физики токамаков, РНЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия

e-mail: [liognev@gmail.com](mailto:liognev@gmail.com)

К настоящему времени основным методом получения двумерных изображений излучающей плазмы токамаков является использование камеры-обскуры [1]. Однако для улучшения пространственного разрешения изображения без уменьшения светосилы могут быть использованы многопластинчатые фокусирующие коллиматоры, работающие на эффекте полного внешнего отражения, получившие название «рачий глаз» («lobster eye») по аналогии со структурой органа зрения глубоководного рака [2, 3]. В настоящее время такие системы применяются в орбитальных космических телескопах для обнаружения источников рентгеновского излучения в диапазонах энергий до 6 keV. Разрабатываются системы обнаружения самодельных взрывчатых устройств за различными преградами по обратному комптоновскому рассеянию рентгеновского излучения до 140 keV [4].

Для решения ряда задач находит применение «конфокальный коллиматор», селективирующий излучение из выбранной точки пространства [5]. Пространственная селективность сбора излучения достигается ориентацией коллиматоров на выбранную точку объёма.

Таким образом, под *некогерентной оптикой* подразумеваются устройства, где управление излучением достигается перенаправлением отдельных пучков, а не изменением волнового фронта в целом.

Схема формирования изображения в фокусирующем коллиматоре типа «рачий глаз» показана на рисунке 1. Изображение удалённого источника формируется на детекторе в виде яркого пятна с четырьмя менее интенсивными «хвостами» [6, 7] (Рис. 2). Происхождение «хвостов» связано с многократными отражениями. Возможно также прохождение лучей без отражения через систему пластин в центре.

На Рис. 1 показан ход лучей от источника  $S$  при отражении от пластины  $A$  под критическим углом полного внешнего отражения  $\theta_c$ . Отражающие пластины ориентированы на общий центр в точке  $O$ . Радиус окружности, на которой расположены отражающие пластины, равен  $R$ . Линия, проведенная через точку  $S$  и центральную точку  $O$ , образует локальную оптическую ось. Точка  $B$  соответствует

пересечению отражённого луча с локальной оптической осью. Из рассмотрения треугольников  $SAB$  и  $SAO$  можно получить соотношение между углами [4]

$$\beta = \alpha + 2\gamma. \quad (1)$$

(угол  $AOS$  обозначен как  $\gamma$ ).

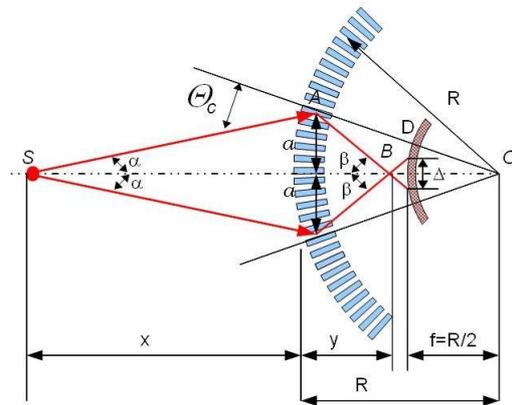


Рис. 1

Схема хода лучей при формировании образа точечного источника рентгеновского излучения  $S$ , находящегося на конечном расстоянии  $x$  от рентгенооптической системы [4] с центром симметрии  $O$  и радиусом  $R$  при отражениях под критическим углом полного внешнего отражения  $\theta_c$ .

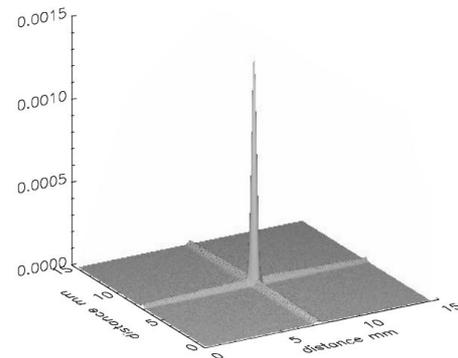


Рис. 2

Изображение точки на фокальной поверхности рентгенооптической системы «рачий глаз», полученное трассировкой лучей от бесконечно удалённого источника [7].

Поскольку величина критического угла  $\theta_c \ll 1$  в рентгеновской области (для энергий излучения 1 и 8 keV величины  $\theta_c$  для золота равны 0.0627 и 0.01 радиан), то уравнение для углов (1) можно переписать в виде соотношения между сторонами соответствующих треугольников. Откуда получаем [4]

$$-\frac{1}{x} + \frac{1}{y} = \frac{2}{R}. \quad (2)$$

В полученное уравнение (2) угол отражения не входит и оно напоминает уравнение для тонкой линзы, где фокусное расстояние  $f = R/2$ .

Величина размытия изображения  $\Delta$  на сферической фокальной поверхности с радиусом  $f = R/2$  для угла отражения  $\theta_c$  равна [4] (Рис. 1)

$$\Delta = \theta_c R \cdot \left(1 + \frac{x}{R}\right)^{-1}. \quad (3)$$

Упрощённую оценку эффективности применения рентгенооптической системы для удалённого объекта можно получить по отношению захваченного потока к площади «пикселя» на детекторе (размер фокусного пятна  $\delta D$  меньше, чем размер «пикселя»  $D$ )

$$G = (2\theta_c f / D)^2. \quad (4)$$

Эффективность применения рентгенооптической системы с золотым покрытием пластин при энергиях излучения 1 и 8 keV в зависимости от разрешения детектора показана на Рис. 3. Для сравнения на рисунке показаны результаты лучевой трассировки и эксперимента чешской группы исследователей [8, 9].

Таким образом, эффективность применения фокусирующего коллиматора для наблюдения процессов излучения в плазме по сравнению с камерой-обскурой в значительной мере определяется пространственным разрешением матрицы рентгеновского детектора, достигая величины 100 – 1000 для энергий до 10 keV.

Оценим глубину резкости изображений, формируемых периферическими лучами рентгенооптической системы. Обозначая как  $\Delta'_y$  размер изображения точки на расстоянии  $y$ , при смещении на  $\delta x$  в сторону рентгенооптической системы (Рис.1) и повторяя рассуждения, приведшие к соотношениям (1)-(3), получаем

$$\delta x = \frac{\Delta'_y (1 + x/R)}{R\theta_c \frac{1}{x+f} + \frac{\Delta'_y}{R}} \quad (5)$$

Для энергии 1 keV в рентгенооптической системе с фокусным расстоянием  $f = 375$  mm [8] при удалении предмета на расстоянии

$x = 2R = 1500$  mm для размера «пикселя» на детекторе  $\Delta'_y = 0.5$  mm подстановка в формулу (5) даёт величину  $\delta x = 25$  mm. Грубая оценка для глубины резкости  $\delta x \geq \Delta'_y / \theta_c$ .

Как уже отмечалось, образом точки для рентгенооптической системы типа «рачий глаз» является пятно с четырьмя «хвостами». И хотя яркость этих «хвостов» почти на 2 порядка меньше, чем в центре, для восстановления изображения необходима процедура деконволюции [7]. Наиболее простой метод может быть построен на основе обращения функции размытия точки в матричном представлении. Допустим, исследуемое изображение может быть представлено в виде матрицы точек («пикселей»)  $\hat{A}$ , тогда как формируемое изображение будет представлено в виде матрицы  $\hat{B}$ . Тогда формирование изображения может быть представлено в виде матричного уравнения

$$\hat{A} \times \hat{T} = \hat{B} \quad (6)$$

Вид матрицы  $\hat{T}$  определяется с помощью преобразования изображения точки, расположенной на оптической оси. Точный вид исследуемого изображения с учётом попадания на детектор излучения от предыдущих и последующих слоёв излучающего объекта, обозначенных индексами  $l$ , можно записать как

$$\hat{A}_0 = \left( \hat{B} - \sum_{l \neq 0} \hat{A}_l \times \hat{T}_l \right) \times \hat{T}_0^{-1}. \quad (7)$$

Для фильтрации длинноволнового излучения находят применение дифракционные фильтры на основе трековых мембран [10]. Такие каналы могут служить также угловыми коллиматорами, формируя угловую картину падающего излучения подобно сложному глазу насекомых или конфокальному коллиматору.

В случае мягкого рентгеновского излучения захваченное излучение формирует небольшое число волноводных мод, канал следует считать тонким и необходимо волновое описание пропускания излучения через шероховатый канал [11]. Используя разложение амплитуды волны  $A(x, z)$  захваченного в диэлектрический канал рентгеновского пучка по волновым модам  $\varphi_l(x)$

$$A(x, z) = \sum_l C_l(z) \cdot \varphi_l(x) \cdot \exp(-ik_{lz}z - \beta_l z), \quad (8)$$

можно описать динамику каждой  $l$ -моды в зависимости от пройденного расстояния с помощью коэффициента убывания  $\beta_l$  (здесь  $x$  — поперечная координата). Как показано в работе [11], коэффициент некогерентного затухания при

рассеянии на шероховатостях с амплитудой  $\sigma$  можно приближенно записать в виде

$$(\beta_{incoh})_l \approx \frac{\pi^2}{d^3} (l+1)^2 \sigma \sqrt{\pi} (\text{Re}(1 - \varepsilon_1 / \varepsilon_0)) \cdot Cl_{corr} \quad (9)$$

где  $\varepsilon_1$  и  $\varepsilon_0$  - диэлектрическая проницаемость стенок и центра канала,  $d$  - ширина канала,  $l_{corr}$  - корреляционная длина шероховатостей стенок,  $C \approx 0.07$ , если корреляционная длина выражена в микронах. Поглощение на стенках

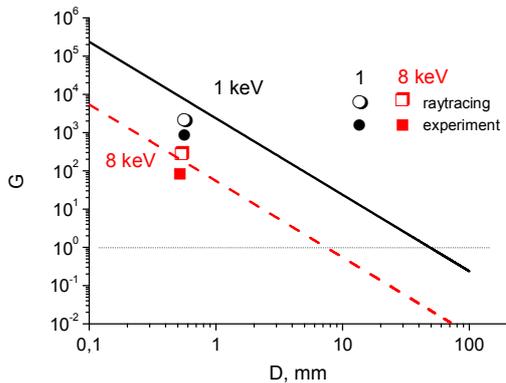


Рис. 3

Усиление интенсивности рентгеновского излучения в фокусе рентгенооптической системы «рачий глаз» с фокусным расстоянием  $f=375$  mm по оценке формулой (4). Полями кружком и квадратиком показаны результаты лучевой трассировки [8], зачернённые кружок и квадратик соответствуют экспериментальным данным тех же авторов для энергий излучения 1 и 8 keV

приводит к ослаблению излучения для  $l$  моды с коэффициентом

$$(\beta_{abs})_l \approx \frac{\pi^2}{d^3} (l+1)^2 \frac{\text{Im}(\varepsilon_1 / \varepsilon_0)}{[\text{Re}(1 - \varepsilon_1 / \varepsilon_0)]^{3/2}} \cdot \frac{\lambda^2}{(2\pi)^2} \quad (10)$$

На Рис. 4 показана зависимость пропускания основной моды ( $l=0$ ) канала  $T$  от длины волны излучения  $\lambda$  при ослаблении рентгеновского пучка за счет поглощения и некогерентного рассеяния в трековых каналах из майлара. Амплитуда шероховатостей взята равной 10 nm, корреляционная длина 0.1  $\mu\text{m}$ . Кружками показаны расчёты пропускания для гладких каналов в приближении параболического уравнения [12]. Из полученных результатов видно, что для расчётов пропускания излучения достаточно учитывать только основную волноводную моду, поэтому угловая коллимация определяется угловым захватом основной моды  $\sim (\lambda/d)$ , причём этот угол в несколько раз меньше критического угла полного внешнего отражения  $\theta_c$ .

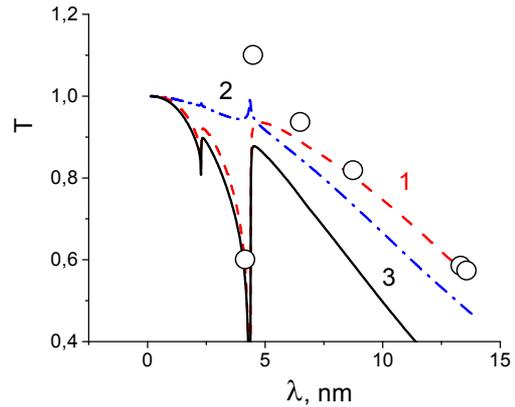


Рис. 4

Зависимость пропускания канала от длины волны излучения с учетом поглощения (1), некогерентного рассеяния (2) и суммарный эффект (3). Диаметр канала равен 200 nm, длина 22.5  $\mu\text{m}$ .

- [1]. Е.В. Попова, П.В. Саврухин, Д.В.Сарычев, Изучение мелкомасштабных осцилляций интенсивности рентгеновского излучения плазмы в токамаке Т-10, XXXVI Междунар. (Звенигород.) конф. по физике плазмы и УТС. 9-13 фев. 2009 г.
  - [2]. W.K.H. Schmidt, NIM, V. 127, n. 2, 285 (1975).
  - [3]. J.P.R. Angel, Astrophys. J. 233, 364 (1979).
  - [4]. M. Gertsenshteyn, Th. Forrester, T. Jansson, K. Lee, G. Savant, Lobster eye X-ray imaging system and method of fabrication thereof. US Patent W0 2007/015784, number A2, Publ. Date 08.02.2007.
  - [5]. M. V. Chukalina, A. Simionovici, S. Zaitsev, Известия РАН. Сер. физ., т. 69, н. 2, с. 237 (2005).
  - [6]. T. H. K. Irving, A. G. Peele, K. A. Nugent, Applied Optics, vol. 42, No.13, p. 2422 (2003).
  - [7]. A. G. Peele, NIM, section A 459, 354 (2001).
  - [8]. L. Šveda, R. Hudec, A. Innerman, L. Pina, Lobster eye all-sky monitor. A proposal for a space experiment based on the innovative X-ray optical technology, 2003. <http://zeus.asu.cas.cz/~woody/repository/leproposal.ps.gz>
  - [9]. R. Hudec, L. Šveda, L. Pina, A. Innerman, V. Šimon, Chin. J. Astron. Astrophys. Vol. 8 Suppl., 381 (2008). (<http://www.chjaa.org>)
  - [10]. А. В. Митрофанов, П. Ю. Апель, Известия РАН. Серия физическая - т. 73, № 1, 61, (2009).
  - [11]. Л. И. Огнев, ПЖТФ, т. 36, в. 3, с. 82 (2010).
  - [12]. Митрофанов А.В., Попов А.В., Труды XIII межд. симп. «Нанопизика и наноплектроника», Н. Новгород, 16 – 20 марта 2009 г., С. 204, 2009.
- Работа проведена при финансовой поддержке Федерального агентства по науке и инновациям РФ в рамках реализации ФЦП „Научные и педагогические кадры инновационной России“ на 2009–2012 гг.

## Френелевская зонная пластинка для дифракции в условиях Брэгга

Д.В. Иржак, М. Князев, Д.В. Рощупкин, А. А. Свинцов, Р.Р. Фахртдинов  
Учреждение Российской академии наук Институт проблем технологии микроэлектроники и  
особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия  
e-mail: [irzhak@iptm.ru](mailto:irzhak@iptm.ru)

Развитие методов локальной рентгеновской диагностики связано с новыми возможностями, которые появляются вследствие совершенствования рентгенооптических фокусирующих устройств. В случае лабораторных источников рентгеновского излучения наиболее перспективным является использование фокусирующих свойств френелевских зонных пластинок [1].

В данной работе представлены результаты исследования составной рентгеновской зонной пластинки, фазосдвигающий слой которой сформирован на поверхности кристалла. С использованием метода электронно-лучевой литографии в резисте формируется топология зон Френеля. После проявления резиста на поверхность кристалла наносится слой металла, обеспечивающий необходимый сдвиг фазы. После чего осуществляется лишнего материала, осадившегося на непроявленные участки резиста (lift-off). В результате описанных выше процедур на поверхности кристалла формируется рельеф, высота которого обеспечивает необходимый сдвиг фазы рентгеновского излучения.

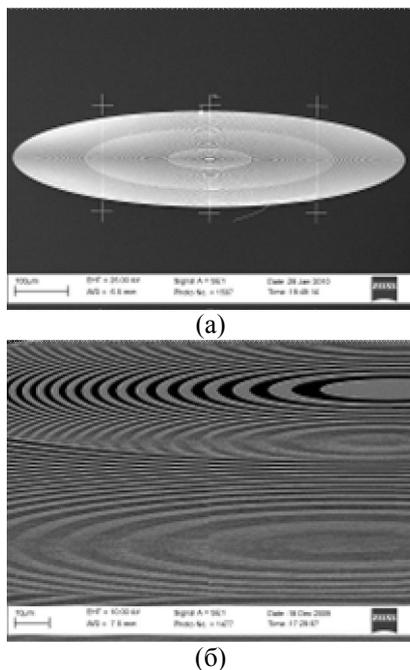


Рис.1. Изображения Брэгг-Френелевской линзы, полученные с использованием растрового электронного микроскопа: (а) общий вид; (б) центральные зоны

Изготовленная составная Брэгг-Френелевская линза (1-3-5 порядки) для длины волны рентгеновского излучения 1,54Å имела фазосдвигающий рельеф, который был сформирован путем нанесения слоя **Au** толщиной 0,2 мкм на подложку **Si** (111). Изображения изготовленной линзы, полученные с использованием растрового электронного микроскопа, представлены на рисунке 1. Фокусное расстояние составляло 5 см, линейные размеры – 180 мкм в вертикальном направлении, 740 мкм в горизонтальном направлении. Такие размеры обеспечивали с учетом угла падения апертуру диаметром 180 мкм.

Особенности фокусировки рентгеновского излучения с использованием данной линзы исследовались на лабораторном источнике рентгеновского излучения с вращающимся медным анодом. Размер источника рентгеновского излучения составлял 150x150 мкм. Расстояние от источника рентгеновского излучения до линзы было 3,5 метра. На рисунке 2 представлено изображение рентгеновской топограммы с фокусировкой рентгеновского излучения при помощи описанной выше линзы.

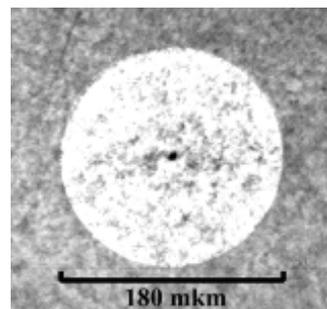


Рис. 2. Изображение рентгеновской топограммы с фокусировкой рентгеновского излучения

Размер фокального пятна составил 2-3 мкм, что соответствует ожидаемому коэффициенту уменьшения оптической схемы.

Работа поддержана грантом РФФИ № 09-02-12251 и грантом Президента Российской Федерации для молодых ученых МК- 1055.2009.2.

1. Aristov V.V., Erko A.I., Martynov V.V., *Revue Phys. Appl.* 23 (1988) 1623

## Численное моделирование оптических свойств рентгеновского билинзового интерферометра

В. Г. Кон

Российский научный центр «Курчатовский Институт», 123182 Москва, Россия  
e-mail: [kohnvict@yandex.ru](mailto:kohnvict@yandex.ru)

Рентгеновская преломляющая оптика существует всего 14 лет [1], однако за это короткое время были достигнуты большие успехи. Начиная с простых конструкций линз в виде ряда отверстий в материале были развиты различные более продвинутое технологии их изготовления [2]. Наиболее интересными являются линзы с параболическим профилем поверхности, а среди них – планарные линзы, позволяющие создавать параболический профиль с очень малым радиусом кривизны и с высокой точностью. В настоящее время линзы такого типа позволяют сфокусировать рентгеновский пучок в размер порядка сотни нанометров и есть перспективы сжатия пучка в фокусе в еще меньший размер [3].

Планарные линзы изготавливаются с помощью современных методов электронной литографии и анизотропного травления. С одной стороны они используют все достижения высоких технологий, с другой сами ставят перед технологиями новые задачи. Появление линз с очень малым радиусом кривизны, и, как следствие, с относительно малой апертурой, позволило сделать следующий шаг, а именно, изготовить рентгеновский билинзовый интерферометр на основе двух линз, близко расположенных друг к другу поперек пучка [4].

Две линзы сжимают волну от реального источника в два фокуса, которые можно рассматривать как вторичные источники когерентного расходящегося излучения. На определенном расстоянии от этих источников волны, генерируемые ими, перекрываются в пространстве и интерферируют, создавая периодическое изменение интенсивности, причем период такой структуры для бесконечно удаленного источника определяется простой формулой  $\Lambda = \lambda z_1/d$ , где  $\lambda$  – длина волны рентгеновских лучей,  $d$  – поперечное расстояние между фокусами,  $z_1$  – продольное расстояние от фокусов до точки наблюдения. Следовательно, просто помещая детектор на разных расстояниях  $z_d = z_f + z_1$  от билинзы, можно получить стоячую волну с разным периодом. Здесь  $z_f$  – фокусное расстояние.

В работе [5] впервые была экспериментально продемонстрирована возможность получения стоячей рентгеновской волны с периодом меньше микрона. Новый прибор был назван рентгеновским наноинтерферометром. Хотя прямых методов детектирования пространственного распределения интенсивности с периодом в нанометровом диапазоне пока не существует, но возможно

использовать тестовый объект. Так в работе использовался тестовый объект в виде периодической решетки из Ta с периодом 400 нм. Была зафиксирована как муаровая картина при небольшом рассогласовании между периодом стоячей волны и периодом Ta решетки, так и периодическое изменение интенсивности при небольшом поперечном сдвиге Ta решетки через периодическую интенсивность поля стоячей волны.

Необходимо отметить, что рентгеновский билинзовый интерферометр имеет свою специфику, частично связанную с недостатками используемой технологии. В частности интерферометр является поглощающим и на фокусировку работает не вся геометрическая апертура, а только ее центральная часть, где поглощение минимально. Это уменьшает угловую расходимость пучков и возможность их перекрытия на малых расстояниях. С другой стороны, между двумя линзами имеется зазор, и если поглощение через полную толщину линзы не полное, то часть пучка, проходящая через этот зазор без фокусировки вносит свою очень сложную специфику в интерференционную картину.

Данная работа представляет компьютерную программу, которая позволяет с достаточной точностью моделировать все оптические свойства рентгеновского билинзового интерферометра. Программа разработана с использованием специального языка программирования ACL для интерпретатора, написанного на языке Java. Кроме версии для локального компьютера программа существует также в виде Java апплета, который непосредственно работает в интернете [6].

Расчет свойств билинзового интерферометра проводится по стандартной схеме, впервые реализованной для моделирования рентгеновского фазового контраста от микрообъектов. Предполагается что сферическая волна от точечного источника падает на объект, в частности, на билинзу. Билинза имеет малую продольную длину по сравнению с ее фокусным расстоянием. При этом преломлением лучей в билинзе можно пренебречь и тогда расчет прохождения сферической волны через билинзу сводится к подсчету набега комплексной фазы  $\varphi(x) = k[-\delta + i\beta]t(x)$ , где  $k = 2\pi/\lambda$  – волновое число,  $\delta$  и  $\beta$  – параметры комплексного показателя преломления материала  $n = 1 - \delta + i\beta$ ,  $t(x)$  – толщина объекта вдоль луча, имеющего поперечную координату  $x$ .

Таким образом, нас не интересует конкретное распределение материала внутри билинзы. Она может быть как двояковогнутой с параболическим

профилем и с радиусом кривизны  $R$ , так и составной, то есть имеющей  $N$  двояковогнутых элементов, каждый с радиусом кривизны  $R_0 = RN$ . В приближении тонкой линзы все такие конфигурации эквивалентны. На практике использование составных линз позволяет получить эффективные линзы с очень малым радиусом кривизны, что необходимо для уменьшения фокусного расстояния, которое в данном приближении определяется как  $F = R/2\delta$ . Теоретический расчет проще делать с однократной двояковогнутой линзой, что мы и будем предполагать в дальнейшем. Для рентгеновского билинзового интерферометра профиль толщины вдоль луча определяется следующей формулой

$$\begin{aligned} t(x) &= (x - x_k)^2/R, & |x - x_k| < A/2 \\ t(x) &= t_0, & |x| < d_0/2 \\ t(x) &= t_1, & |x| > d_0/2 + A \\ x_k &= \pm (A + d_0)/2, & t_0 &= A^2/4R \end{aligned}$$

Здесь  $A$  – апертура линзы,  $d_0$  – ширина разделительной полосы между линзами, необходимая по соображениям технологии,  $t_0$  – полная длина линзы вдоль пучка,  $t_1$  – толщина материала, ограничивающая пучок за пределами апертуры линз (щель), может быть сколь угодно большой.

Пусть  $E_0(x)$  – поперечное распределение амплитуды поля излучения, падающего на линзу. После прохождения линзы эта амплитуды умножается на транспарантную функцию линзы

$$E_1(x) = E_0(x) T(x) = E_0(x) \exp(i\varphi(x)).$$

Последующий перенос амплитуды по пустому пространству вычисляется в виде свертки амплитуды  $E_1(x)$  с пропагатором Киркгофа

$$P(x) = (i\lambda z_d)^{-1/2} \exp(ip x^2/\lambda z_d),$$

где расстояние  $z_d$  определено выше как расстояние от билинзы до точки наблюдения.

Для расчета свертки сначала численно вычисляется преобразование Фурье для функции  $E_1(x)$ , которое затем умножается на Фурье образ пропагатора, известный в аналитическом виде. После этого численно вычисляется обратное преобразование Фурье от произведения. Полученная интенсивность затем усредняется по размеру источника. Усреднение проводится методом вычисления свертки интенсивности с функцией Гаусса, полуширина которой равна проекции размеров источника. Последняя вычисляется умножением размера источника на множитель  $z_d/z_0$ , где  $z_0$  – расстояние источник-билинза.

Программа позволяет вычислить распределение интенсивности при любых расстояниях, длинах волн излучения и любых параметрах интерферометра при условии, что фокусное расстояние билинзы в несколько раз превышает ее длину. Конкретные расчеты были выполнены для реально изготовленных интерферометров [4, 5], имеющих апертуру  $A = 50$  мкм, радиус кривизны

параболического профиля одной поверхности  $R_0 = 6.25$  мкм и ширину плоского участка между ними  $d_0 = 10$  мкм. На одном кристалле кремния было изготовлено 5 билинз с разным числом двояковогнутых элементов 6, 26, 58, 104 и 162. Реальные линзы имели перемычки толщиной 2 мкм между элементами, которые в расчете не учитывались. Они приводят в тривиальную множителью, ослабляющему интенсивность.

Интересные результаты получились для первой билинзы с 6 элементами при энергии излучения 12 кэВ. В этом случае полная длина билинзы  $t_0 = 0.6$  мм невелика и излучение проходит через перемычку, хотя и в ослабленном виде. Амплитуда волны, будучи 1 перед билинзой, равна 0.27 после билинзы. Расчет проводился для конкретных условий эксперимента на источнике синхротронного излучения ESRF. В этом случае размер источника равен 50 мкм,  $z_0 = 5760$  см, а расстояния  $z_d$  варьировались от 0 до 500 см. Фокусное расстояние билинзы  $F = 15.4$  см.

12-6-490

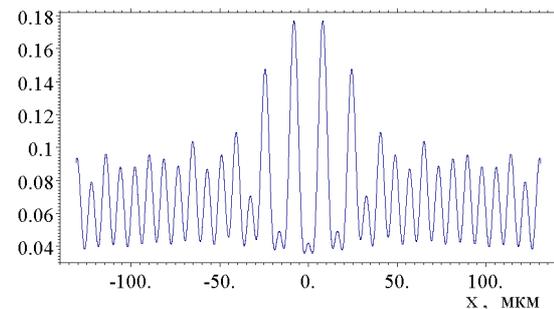


Рис. 1. Профиль интенсивности при  $z_d = 490$  см

На Рис. 1 показан профиль относительной интенсивности в центральной части интерференционной картины на большом расстоянии  $z_d = 490$  см. Период осцилляций в левой и правой частях соответствует расчетному для билинзы, но в центре период фактически удвоенный, одни осцилляции сильно погашены, в то время как другие имеют удвоенный максимум. Очевидно, что имеет место дополнительная интерференция между волнами, сфокусированными билинзой и волной, прошедшей через перемычку. В частности эта интерференция погасила центральную осцилляцию.

Расчеты, выполненные при постепенном уменьшении  $z_d$ , показывают, что обнаруженная аномалия становится все менее выраженной и наконец на расстоянии  $z_d = 400$  см она пропадает совсем. Профиль для этого расстояния показан на Рис. 2. Некоторая неравномерность полос все же присутствует, но период всех полос одинаков.

При последующем уменьшении  $z_d$  аномалия рисунка 1 снова возникает и она наиболее сильно выражена на расстоянии  $z_d = 340$  см, причем на этот раз центральная полоса усилена, а гасятся четные полосы, если отсчитывать от центра. Всего наблюдается 5 увеличенных максимумов. При

дальнейшем уменьшении  $z_d$  аномалия повторно исчезает при расстоянии  $z_d = 285$  см. Следует отметить, что интервал расстояний, на котором аномалия исчезает очень короткий, в то время как интервал расстояний, на котором аномалия выражена сильно и практически не изменяется, достаточно большой.

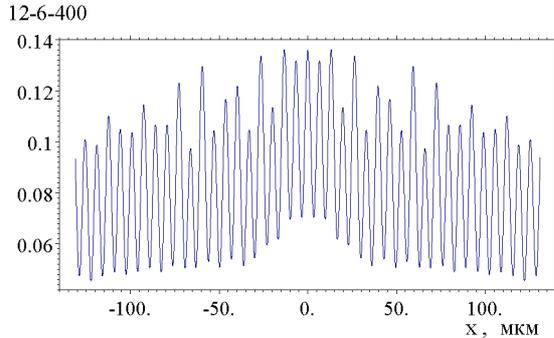


Рис. 2 Профиль интенсивности при  $z_d = 400$  см

Описанная картина повторяется при уменьшении  $z_d$ , причем изменения происходят все быстрее. Так при  $z_d = 250$  см фактически полностью повторяется картина, показанная на Рис. 1, но с уменьшенным периодом, соответствующим данному расстоянию, а при  $z_d = 220$  см аномалия снова пропадает и так далее. Заметим, что указанные аномалии реально наблюдались в экспериментах, выполненных на источнике СИ в Гренобле (ESRF), хотя результаты не опубликованы. Детальный аналитический анализ этих аномалий выходит за рамки настоящей работы. Наша цель состояла в том, чтобы продемонстрировать возможности программы симулировать особенности в работе рентгеновского билинзового интерферометра.

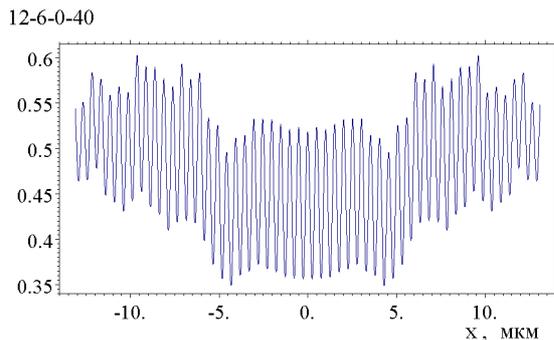


Рис. 3 Профиль интенсивности при  $z_d = 40$  см

Устранить паразитную интерференцию можно двумя способами: либо изготовить билинзу без плоского участка, либо пропускать сфокусированное излучение через двойную щель. При втором способе щель можно изготовить теми же методами, что и билинзу. Как показывают расчеты, билинза без плоского участка действительно дает чистую интерференционную картину в центральной части на всех расстояниях, при которых интерферируют лучи, преломленные вдали от краев

апертуры. Однако на малых расстояниях роль краевых эффектов в апертуре все же приводит к искажениям. На Рис. 3 показан профиль интенсивности для линзы без плоского участка на расстоянии 40 см. Это минимальное расстояние, на котором волны пересекаются своими краями, давая структуру с минимальным периодом 500 нм.

Билинза #2 с 26-ю элементами имеет длину  $t_0 = 2.6$  мм и фокусное расстояние  $F = 3.55$  см при той же энергии. В этом случае амплитуда волны, прошедшая через плоский участок ослабляется в 0.003 раз и практически не портит интерференцию. Но очевидно аналогичные эффекты возникнут при более высоких энергиях. На больших расстояниях данная линза работает замечательно. Интересно определить какой минимальный период можно получить с ее помощью. Хотя фокусное расстояние существенно меньше, но эффективная апертура линзы определяется поглощением и тоже меньше.

Расчет показал, что заметную стоячую волну, хотя и с относительно слабым контрастом можно получить при  $z_d = 14$  см и период этой структуры равен 180 нм. Результат показан на Рис. 4.

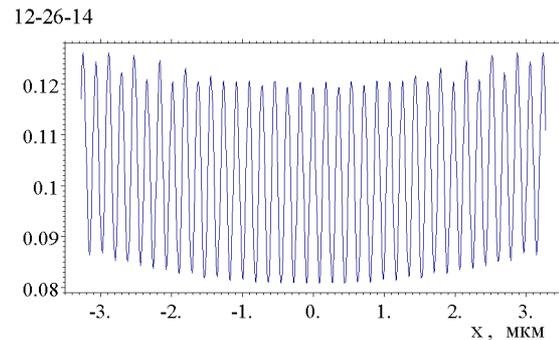


Рис. 4 Профиль интенсивности при  $z_d = 14$  см

В Заключение отметим, что разработанная программа является хорошим инструментом для изучения оптических свойств рентгеновского билинзового интерферометра. Она позволяет не только объяснить имеющиеся экспериментальные результаты, но и прогнозировать новые.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 10-02-01021-а.

- [1] Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Lengeler B., Nature, 384, 49 (1996)
- [2] Аристов А.А., Шабельников Л.Г., УФН, 178, 61, (2008)
- [3] Snigirev A., Snigireva I., Grigoriev M., Yunkin V., Di Michiel V., Vaughan G., Kohn V., Kuznetsov S., J. Phys.: Conf. Series, 186, 012072 (2009)
- [4] Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Grigoriev M., Kuznetsov S., Yunkin V., Roth T., Detlefs C., Vaughan G., in "ESRF Highlights 2008", 125 (2009)
- [5] 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)
- [6] URL: <http://vkacl.narod.ru/applets/00/vkACLA.htm>

## Эллиптические концентраторы для рентгеновского излучения: оптимизация и экспериментальные исследования

И.В.Якимчук<sup>1</sup>, И.В.Кожевников<sup>1</sup>, В.Е.Асадчиков<sup>1</sup>, Ю.С.Скибина<sup>2</sup>,  
В.Ю.Политов<sup>3</sup>, Н.А.Пхайко<sup>3</sup>, О.Н.Гилев<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия

<sup>2</sup>Саратовский Государственный Университет, Саратов, Россия

<sup>3</sup>Институт технической физики, Снежинск, Россия

e-mail: [yaivan@list.ru](mailto:yaivan@list.ru)

Повышение прецизионности современных рентгеновских исследований требует увеличения интенсивности зондирующего пучка и уменьшения его диаметра. Одним из способов эффективного решения обеих этих задач является применение концентраторов рентгеновского излучения. Их теоретическое описание можно найти в работах [1,2]. Одним из видов концентраторов с осевой симметрией являются конические стеклянные капилляры [3-8]. Применение данных рентгенооптических элементов представлено, в частности, в [8-10].

Настоящая работа посвящена оптимизации параметров изготовления эллиптических концентраторов рентгеновского излучения. Несложно показать, что в случае точечного источника коэффициент передачи по мощности  $v_W$  такого элемента описывается выражением:

$$v_W \equiv \frac{W}{W_0} = \int_{\varphi_{\min}}^{\varphi_{\max}} R(\theta) \sin(2\varphi) d\varphi, \quad (1)$$

где  $W_0$  – мощность излучения, испускаемого точечным источником в полупространство концентратора,  $W$  – мощность излучения, собирающегося в фокусе эллипсоида,  $\varphi$  – угол между лучом и осью концентратора,  $\varphi_{\min}$  и  $\varphi_{\max}$  – определяются положениями выходного и входного срезов концентратора,  $\theta$  – угол скольжения рентгеновского луча, при отражении от эллиптической поверхности,  $R(\theta)$  – коэффициент отражения, вычисляемый по формуле Френеля и зависящий от  $\theta$  и комплексной диэлектрической проницаемости вещества концентратора  $\varepsilon$  ( $\varepsilon = 1 - \delta + i\gamma$ ).

Хотя величина  $v_W$  зависит от целого ряда параметров, нет проблем в оптимизации эллиптического концентратора для того или иного конкретного случая. Однако в данной работе рассматривается задача анализа эффективности эллиптического концентратора в общем виде.

Для этого перепишем выражение (1) в параметризованном виде таким образом, чтобы, во-первых, уменьшить число независимых параметров и, во-вторых, в явном виде выделить

зависимость эффективности концентратора и его геометрических параметров от длины волны.

Будем считать, что положение срезов концентратора соответствуют его фокусам, тогда

$$\tan \theta = \frac{1 - e \cos \varphi}{e \sin \varphi}, \quad \tan \varphi_{\min} = \frac{1 - e^2}{2e}, \quad (2)$$

$$\varphi_{\max} = \frac{\pi}{2},$$

где  $e$  – эксцентриситет эллипсоида.

Перепишем (1) с учетом (2) в приближенном виде:

$$v_W = \frac{W}{W_0} = 4\sqrt{\delta^2 + \gamma^2} \cdot Y(\tau_{\min}, \gamma / \delta);$$

$$Y \approx \frac{1}{2} \int_0^\infty R\left(\tau, \frac{\gamma}{\delta}\right) \eta d\eta;$$

$$\tau \equiv \frac{\theta}{|1 - \varepsilon|^{1/2}}; \quad \eta \equiv \frac{\varphi}{|1 - \varepsilon|^{1/2}}; \quad (3)$$

$$\tau = \frac{\eta}{2} + \frac{\tau_{\min}^2}{2\eta}; \quad \tau_{\min} \equiv \left[ \frac{2(1 - e)}{|1 - \varepsilon|} \right]^{1/2};$$

$$R\left(\tau, \frac{\gamma}{\delta}\right) = \left| \tau - \sqrt{\tau^2 - \exp(i\alpha)} \right|^4;$$

$$\exp(i\alpha) \equiv \frac{1 - i\gamma / \delta}{\sqrt{1 + \gamma^2 / \delta^2}}.$$

Основные приближения состоят в замене  $\sin(2\varphi)$  на  $2\varphi$  и в том, что не учитываются эффекты поляризации. Можно ожидать, что в длинноволновой области спектра эти приближения могут привести к существенным ошибкам. Однако, как видно из рисунка 1, различия между (1) и (3) начинают проявляться лишь при  $\lambda > 10$  нм.

Теперь проанализируем ограничения, налагаемые на эффективность конечной длиной концентратора. Источник по-прежнему будем считать точечным. Вместо длины концентратора  $L$  рассмотрим отношение  $L/(2F)$ , где  $2F$  – расстояние между фокусами эллипсоида. Найдем зависимость эффективности концентратора от этого параметра.

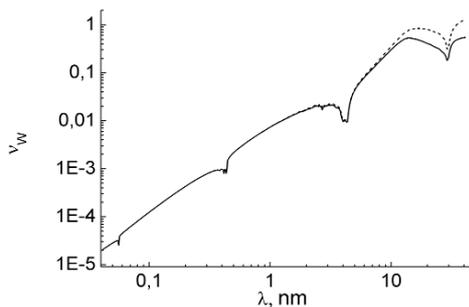


Рисунок 1. Зависимость коэффициента передачи по мощности эллиптического концентратора (материал – рутений) от длины волны излучения. Сплошная кривая рассчитана по точной формуле (1), а штриховая – по приближенной (3).

Вместо (3) получаем интеграл с конечными пределами

$$Y \approx \frac{1}{2} \int_{\eta_{\min}}^{\eta_{\max}} R\left(\tau, \frac{\gamma}{\delta}\right) \eta d\eta \quad (4)$$

При фиксированной длине концентратора пределы интегрирования  $(\varphi_{\min}, \varphi_{\max})$  связаны следующим соотношением:

$$L = \rho(\varphi_{\min}) \cos(\varphi_{\min}) - \rho(\varphi_{\max}) \cos(\varphi_{\max})$$

Считая, что  $\varphi_{\min}, \varphi_{\max} \ll 1$ , приближенно выразим верхний предел интегрирования через нижний:

$$\eta_{\max}^2 = \frac{\eta_{\min}^2 \left(1 + \frac{L}{2F}\right) + \tau_{\min}^2 \frac{L}{2F}}{1 - \frac{L}{2F} \left(1 + \frac{\eta_{\min}^2}{\tau_{\min}^2}\right)} \quad (5)$$

Тогда (4) есть функция только  $\eta_{\max}$ , если остальные параметры  $(\gamma/\delta, \tau_{\min}, L/(2F))$  фиксированы. Поэтому задача о нахождении оптимальных параметров концентратора сводится к тому, чтобы найти значение  $\eta_{\max}$ , обеспечивающее максимум интеграла (4) при заданных  $\gamma/\delta, \tau_{\min}, L/(2F)$ .

На рисунке 2 показана зависимость  $Y(\eta_{\max})$ , рассчитанная по формуле (4), при фиксированных  $\gamma/\delta = 0.1$  и  $\tau_{\min} = 0.4$  и различных  $L/2F$ . Видим, что при  $L/2F > 0.1$  локальный максимум исчезает, а максимум интеграла достигается при максимально возможном  $\eta_{\max}$ .

На рисунке 3 изображена зависимость  $Y(L/2F)$  при различных значениях  $\gamma/\delta$  и  $\tau_{\min}$ , значение  $\eta_{\max}$  выбиралось из условия максимума интеграла (4).

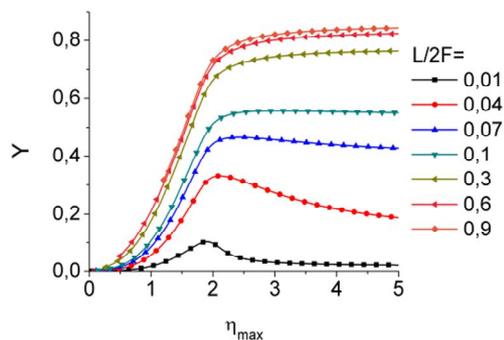


Рисунок 2. Зависимость  $Y(\eta_{\max})$  при фиксированных  $\gamma/\delta = 0.1$  и  $\tau_{\min} = 0.4$  и различных  $L/2F$

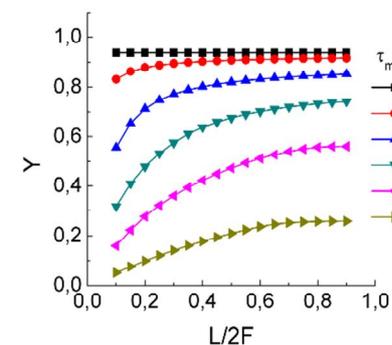
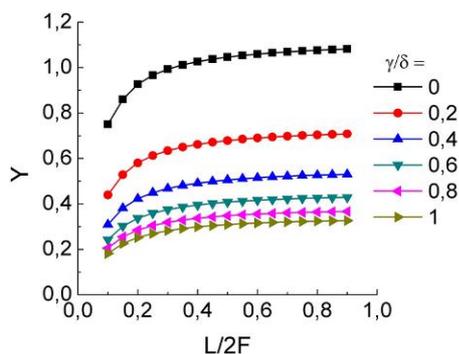


Рисунок 3. Зависимости  $Y(L/2F)$  при различных  $\gamma/\delta$  и  $\tau_{\min} = 0.4$  (сверху); при различных  $\tau_{\min}$  и  $\gamma/\delta = 0.1$  (снизу)

Из рисунка 3 видно, что при длине концентратора большей  $L = 0.4 \cdot (2F)$  значение интеграла (4), а, следовательно, и коэффициента передачи концентратора по мощности имеет практически максимальное значение. Дальнейшее увеличение длины концентратора слабо повышает его эффективность. Кроме того, отметим, что для большей эффективности концентратора необходимо выполнение следующих условий:  $\gamma/\delta < 0.1$ ,  $\tau_{\min} < 0.4$ .

Теперь проведем некоторые оценки влияния конечного размера источника на распределении интенсивности в фокальной плоскости. Будем считать, что источник имеет форму диска

радиуса  $\rho$  и лежит в плоскости, перпендикулярной оси концентратора. Рассматривая центральное сечение эллипсоида, несложно получить связь (6) размеров источника  $\rho$  и изображения  $\rho'$ .

$$\rho' = \rho \frac{\sin 2\alpha}{\sin 2\beta} = \rho \cdot M(\alpha), \quad (6)$$

углы  $\alpha$  и  $\beta$  показаны на рисунке 4.

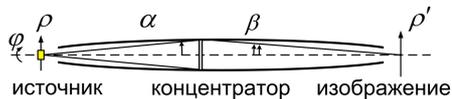


Рисунок 4. К оценке влияния конечного размера источника

Проинтегрировав по азимутальному углу, можно получить окончательное выражение (7) для распределения интенсивности в плоскости изображения.

$$I(\rho') = \int_{\alpha_{\min}}^{\tilde{\alpha}_{\max}(\rho')} d\alpha \cdot \frac{W_0 R(\theta(\alpha)) \sin 2\alpha}{S \cdot M(\alpha)^2}, \quad (7)$$

где  $\alpha_{\min}$  соответствует отражению от выходного края концентратора и определяется лишь геометрическими параметрами эллипсоида, а  $\tilde{\alpha}_{\max}$  сложным образом зависит от значения  $\rho'$ . Зависимость  $\tilde{\alpha}_{\max}(\rho')$  свидетельствует о том, что не для всех углов  $\alpha$  существуют лучи, выходящие из источника и пересекающие фокальную плоскость на расстоянии  $\rho'$  от фокуса.

В рамках данной работы нами были проведены экспериментальные исследования эллиптического концентратора с золотым покрытием (рис. 5) на длине волны  $\lambda = 4.47$  нм.

Экспериментальные результаты показаны на рисунке 6. Коэффициент увеличения плотности потока составил 370, а диаметр фокусного пятна – 0.26 мм (ширина на полувысоте).



Рисунок 5. Центральное сечение исследованного концентратора с золотым покрытием

Таким образом, в параметризованном виде определены условия наибольшей эффективности эллиптических концентраторов. Результаты этой работы позволяют легко рассчитывать рентгеновские концентраторы оптимальные как по переданной мощности, так и по размеру фокусного пятна.

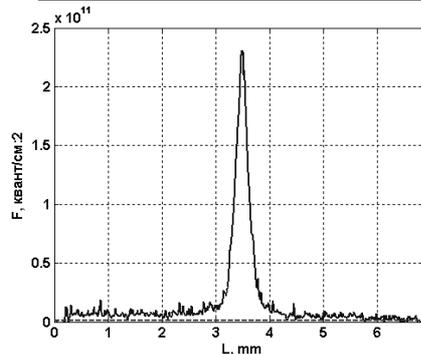
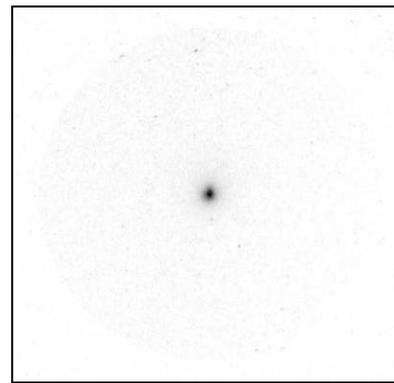


Рисунок 6. Распределение плотности потока рентгеновских квантов в фокальной плоскости (сверху) и его денситограмма в поперечном сечении (снизу).

- [1] Виноградов А.В., Зорев Н.Н., Кожевников И.В., Труды ФИАН, **176**, 195-210 (1986)
- [2] Виноградов А.В., Толстихин О.И., Труды ФИАН, **196**, 168-181 (1989)
- [3] Bilderback D.H., Hoffman S.A., Thiel D.J., Science, Vol. **263**, 201-203 (1994).
- [4] Bilderback D.H., Pahl R., Freeland R., CHESS Newsletter, 41-43 (1995).
- [5] Pahl R., Bilderback D.H., proceedings of SPIE, Vol. **2805**, 202-211 (1996).
- [6] Balaic D.X., Nugent K.A., Barnea Z., Garret R.F., Wilkins S.W., J.Synch.Rad., **2**, 296-299 (1995).
- [7] Balaic D.X., Barnea Z., Nugent K.A., Garret R.F., Varghese J.N., Wilkins S.W., J.Synch.Rad., **3**, 289-295 (1996).
- [8] Bilderback D. H., Fontes E., AIP Conf. Proc. **417**, 147-155 (1997).
- [9] Bilderback D., Fontes E., Pahl R., Novikov D., Materlik G., Frahm R., Hasylab Annual Report **I**, 952-953 (1996).
- [10] Zeng X., Duewer F., Feser M., Huang C., Lyon A., Tkachuk A., Yun W., Appl.Optics, Vol. **47**, N.13, 2376-2381 (2008).

**ПРИМЕНЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКОЙ ОПТИКИ  
ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ  
МИКРО- И НАНОСТРУКТУР**



## Особенности плоских рентгеноводов, образованных ферритовыми рефлекторами с поликристаллической структурой

В.К. Егоров<sup>1</sup>, Е.В. Егоров<sup>1</sup>, М.С. Афанасьев<sup>2</sup>

<sup>1</sup>ИПТМ РАН, Черноголовка, 142432 Россия

<sup>2</sup>МИРЭА, Москва

e-mail: [Egorov@iptm.ru](mailto:Egorov@iptm.ru)

Систематические исследования влияния ширины плоского протяженного щелевого зазора на параметры им сформированного потока излучения, позволили выявить наличие механизма волноводно-резонансного распространения такого потока [1,2]. Оказалось, что этот механизм характерен для сверхузких щелевых зазоров, ширина которых  $s$  меньше половины длины когерентности распространяющегося излучения ( $s < L/2 = \lambda_0^2/2\Delta\lambda$ , где  $L$  – параметр длины когерентности излучения,  $\lambda_0$  – его средняя длина волны, а  $\Delta\lambda$  – фактор степени его монохроматичности). Важнейшей особенностью этого механизма является образование однородного интерференционного поля стоячей рентгеновской волны во всем пространстве протяженного щелевого зазора. Устройства, функционирующие на основе этого механизма, были названы – плоскими рентгеновскими волноводами-резонаторами (ПРВР) [2]. Период интерференционного поля стоячей рентгеновской волны оказывается на несколько порядков больше средней длины волны транспортируемого им рентгеновского излучения. Предварительные исследования показали, что имеются основания полагать, что это интерференционное поле может быть промодулировано за счет внешнего возбуждения объемов или рабочих поверхностей рефлекторов. В качестве одной из возможных возбуждающих субстанций может быть выбрано высокочастотное электромагнитное возмущение. Для резонаторов последнего целесообразно применение волноводов-резонаторов, образованных ферритовыми рефлекторами. В данной работе представлены результаты подготовительных исследований по созданию подобных ячеек. Изучены пространственные распределения интенсивности в пучках  $\text{MoK}\alpha\beta$ , сформированных протяженными ферритовыми рентгеноводами, в которых ширина щелевого зазора варьировала от 10 нанометров до 60 микрометров. В качестве материала использовался поликристаллический никель-цинковый феррит состава  $\text{Zn}_{0.7}\text{Ni}_{0.3}\text{Fe}_2\text{O}_4$ . Результаты исследований ферритовых рентгеноводов сопоставлены с данными, полученными для аналогичных рентгеноводных структур, построенных на базе рефлекторов из аморфного кварцевого стекла. Исследования были выполне-

ны на установке для изучения пространственного распределения интенсивности в потоках рентгеновского излучения на выходе различных формирователей нитевидных рентгеновских пучков, построенной на базе цифрового прецизионного гониометра HZG-4. Параметры установки и особенности проведения измерений подробно изложены в работе [2]. Измерения выполнялись с использованием рентгеновской трубки БСВ-27 (Mo) в режиме  $U=25$  кВ,  $I=10$  мА и применением ослабителя потока (А) с коэффициентом ослабления для  $\text{MoK}\alpha\beta$   $K=70$ . Данные получены в шаговом режиме с дисперсией углового сканирования  $\Delta 2\theta=0.02^\circ$ . Значения полуширины  $\Delta\varphi$  для зарегистрированных распределений пересчитаны с учетом радиуса гониометра  $R=230$  мм и расстояния между осью гониометра и задним срезом исследованных формирователей  $l_2=75$  мм.

На рисунке 1 показана упрощенная схема для тестирования пространственного распределения интенсивности квазимонохроматического вклада ( $\text{MoK}\alpha\beta$ ) в потоке, сформированном плоскими протяженными рентгеноводами наноразмерной ширины, которые были построены на базе никель-цинковых ферритовых рефлекторов, и ряд экспериментально полученных распределений. Во всем исследованном размерном интервале вариации ширины щелевого зазора ферритового рентгеновода (10÷450 нм) пространственное распределение интенсивности излучения  $\text{MoK}\alpha\beta$  имеет однокомпонентное очертание. Для возможности выполнения сравнительного анализа на рисунке 2 показаны экспериментально зафиксированные пространственные распределения интенсивности излучения  $\text{MoK}\alpha\beta$  в потоках, сформированных кварцевыми протяженными рентгеноводами наноразмерной ширины. Рентгенооптическая схема для тестирования кварцевых рентгеноводов в точности совпадает со схемой, использованной для изучения ферритовых устройств. Форма распределений в потоках на выходе кварцевых щелевых зазоров наноразмерной ширины также представляется однокомпонентной. Сравнение двух подборок распределений показывает, что полуширина их огибающих, свойственных потокам, сформированным ферритовыми рентгеноводами, оказывается существен-

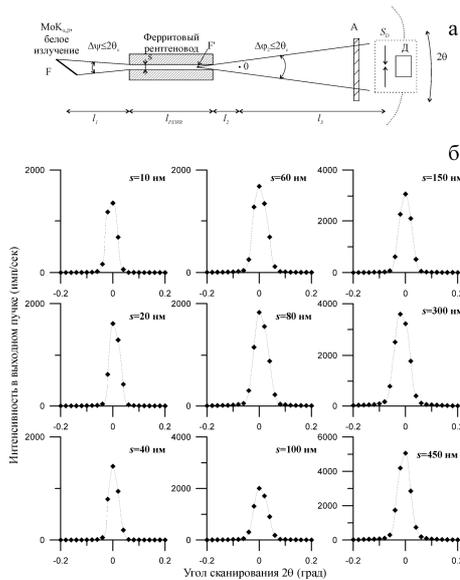


Рисунок 1. Измерительная схема для тестирования пространственного распределения интенсивности в потоках рентгеновского излучения, формируемых ферритовыми рентгеноводами (а) и распределения в потоках  $\text{MoK}\alpha\beta$ , сформированных этими рентгеноводами наноразмерной ширины (б).

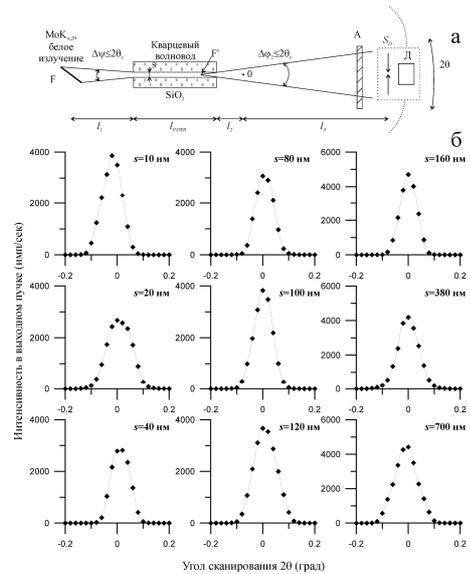


Рисунок 2. Измерительная схема для тестирования пространственного распределения интенсивности в потоках рентгеновского излучения, формируемых кварцевыми рентгеноводами (а) и распределения в потоках  $\text{MoK}\alpha\beta$ , сформированных этими рентгеноводами наноразмерной ширины (б).

но меньше аналогичного параметра, характерного для потоков, фиксируемых на выходе кварцевых щелевых структур. Это наглядно видно на рисунке 3, на котором представлены данные значений угловой полуширины распределений интенсивности  $\text{MoK}\alpha\beta$  для потоков, сформированных обоими типами рентгеноводов. Там же пунктиром показано значение угла захвата излучения рентгеноводными структурами, рассчитанное на основе геометрических параметров тестовой рентгенооптической схемы. Несмотря на значительный разброс полученных значений, для обоих типов рентгеноводов может быть выделена некоторая усредненная величина угловой расходимости потоков, сформированных этими устройствами. Это значение, характерное для кварцевых рефлекторов, соответствует величине угла захвата излучения в щелевой рентгеноводный зазор, а для потока, формируемого ферритовой рефлекторной парой, оно оказывается почти в два раза меньше. Это различие позволяет предположить, что механизмы, отвечающие за транспортировку потоков в щелевых зазорах, образованных кварцевыми рефлекторами с аморфной структурой и составленных из ферритовых рефлекторов, материал которых характеризуется поликристаллической структурой, не являются идентичными.

На рисунке 4 приведены зависимости интегральной интенсивности потоков, сформированных на выходе ферритовых и кварцевых рентгеноводов, от ширины щелевого зазора. Типы этих зависимостей заметно отличаются.

Интенсивность потока излучения  $\text{MoK}\alpha\beta$ , сформированного ферритовыми рентгеноводами, возрастает по мере увеличения ширины щелевого зазора во всей исследованной наноразмерной области его варьирования. В тоже время, интенсивность потока излучения, сформированного кварцевым рентгеноводом с наноразмерным щелевым зазором, начинает демонстрировать реальный рост в районе значения щелевого размера около 100 нанометров. Это значение коррелирует с величиной половины длины когерентности для излучения  $\text{MoK}\alpha\beta$ , составляющей 104 нм [3]. Сопоставление этих данных и результатов исследований рентготранспортных характеристик плоских протяженных кварцевых рентгеноводов наноразмерной ширины для излучения  $\text{CuK}\alpha\beta$  [1,2] позволяет предполагать, что эти зазоры в размерной области  $s < 100$  нм для излучения  $\text{MoK}\alpha\beta$  являются плоскими рентгеновскими волноводами-резонаторами.

Сравнение зависимостей для кварцевых и ферритовых формирователей показывает, что значение интенсивности потока  $\text{MoK}\alpha$  для минимальных щелевых зазоров на выходе кварцевых рентгеноводов оказывается в три раза выше, чем значения интенсивности этого излучения для потоков на выходе ферритовых рентгеноводных устройств. Далее, наблюдается линейная зависимость интегральной интенсивности потока, формируемого ферритовым устройством, от ширины зазора во всей исследованной размерной области. Вблизи критического значе-

ния ширины щелевого зазора ( $s \sim 100$  нм) не наблюдается особенностей, позволяющих ожидать каких-либо изменений в механизме транспортировки потока квазимонохроматического излучения. Таким образом, можно утверждать, что механизмы транспортировки потока рентгеновских лучей кварцевыми и ферритовыми рентгеноводами наноразмерной ширины не совпадают. Можно предположить, что это различие связано со структурными особенностями материалов рефлекторов, составляющих рентгеноводы. Кажется вполне допустимым, что явление полного внешнего отражения (ПВО) потока рентгеновского излучения на плоских материальных интерфейсах, имеющих аморфную и поликристаллическую внутреннюю макроструктуру не будет идентичным. Интерференционное поле стоячей рентгеновской волны, появляющееся при отражении рентгеновского потока на поверхности аморфного рефлектора, распространяется на весь его объем, испытывая экспоненциальное ослабление интенсивности. Амплитуда внутриобъемных стоячих волн будет определяться лишь расстоянием от позиции локализации пятна, соответствующего местоположению падающего на поверхность рефлектора рентгеновского потока. Поликристаллическая макроструктура рефлектора, напротив, предполагает отсутствие однородности распределения атомов в его объеме за счет наличия межзеренных границ. Их наличие приводит к потере однородности интерференционного поля и его некогерентному рассеянию. В итоге интенсивность отраженного потока оказывается существенно меньше интенсивности падающего излучения. Это уменьшение будет расти по мере приближения к критическому углу ПВО, поскольку при этом будут возбуждаться все более глубокие слои рефлектора из-за увеличения параметра глубины проникновения излучения.

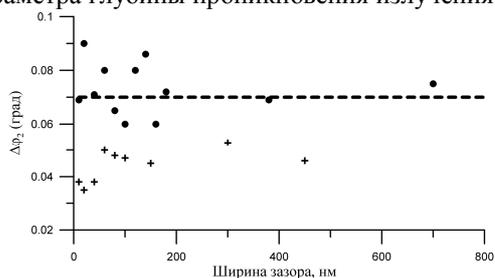


Рисунок 3. Зависимости полуширины пространственных распределений интенсивности излучения  $\text{MoK}\alpha\beta$  в потоках, сформированных ферритовыми ( $\times$ ) и кварцевыми ( $\bullet$ ) рентгеноводами наноразмерной ширины.

В области сверхузких щелевых зазоров ( $s < 100$  нм) в щелевом пространстве между рабочими поверхностями ферритовых рефлекторов образуется однородное интерференционное поле стоячей рентгеновской волны, однако интенсив-

ность этого поля вдоль щелевого зазора спадает быстрее, чем это имеет место в случае кварцевых рефлекторов. В результате при уменьшении ширины щелевого зазора интенсивность формируемого потока стремится не к нулю, а к некоторой конечной величине. Заметный рост интенсивности потока от этой величины при увеличении щелевого зазора в размерном интервале, соответствующим реализации механизма волноводно-резонансного распространения молибденового излучения ( $s < 100$  нм), объясняется уменьшением влияния приповерхностных слоев материала рефлектора на интерференционное поле в щелевом зазоре. Наблюдаемый рост не может быть связан с увеличением вклада прямого пучка, поскольку для максимального значения указанного выше размерного интервала ( $s = 100$  нм) его выход не превышает нескольких процентов от экспериментально наблюдаемой величины. Изменение степени влияния приповерхностных слоев рефлекторов на интерференционное поле стоячей рентгеновской волны в щелевом пространстве зазора при изменении его ширины объясняет и отсутствие каких-либо особенностей на зависимости величины интенсивности от ширины зазора вблизи критического значения его размера. При переходе через критическое значение ширины щелевого зазора границы зерен будут ослаблять вместо однородного интерференционного поля локальные интерференционные поля стоячей рентгеновской волны. То, что такое ослабление действительно имеет место, наглядно демонстрируется рисунком 5.

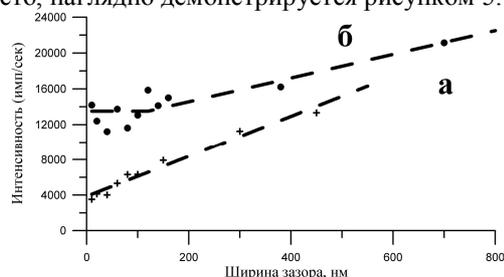


Рисунок 4. Зависимости интегральной интенсивности потоков  $\text{MoK}\alpha\beta$ , сформированных ферритовыми (а) и кварцевыми (б) рентгеноводами наноразмерной ширины.

Показанные на рисунке распределения могут быть представлены суперпозицией относительно узкого центрального пика и широкой линии с обоими максимумами вблизи нулевого значения положения приемной щели детектора излучения. В нижней части рисунка (в) представлена зависимость полной интенсивности сформированного потока от величины щелевого зазора (1), а также аналогичные зависимости для узкой (2) и широкой (3) компонент зафиксированных распределений. Зависимость интенсивности узкой компоненты от ширины щелевого зазора имеет форму, близкую к линейной. Аналогичная зависимость для широкой компо-

ненты распределения приближается к параболической. При этом интенсивность широкой компоненты имеет тенденцию стремления к нулю при уменьшении ширины щелевого зазора.

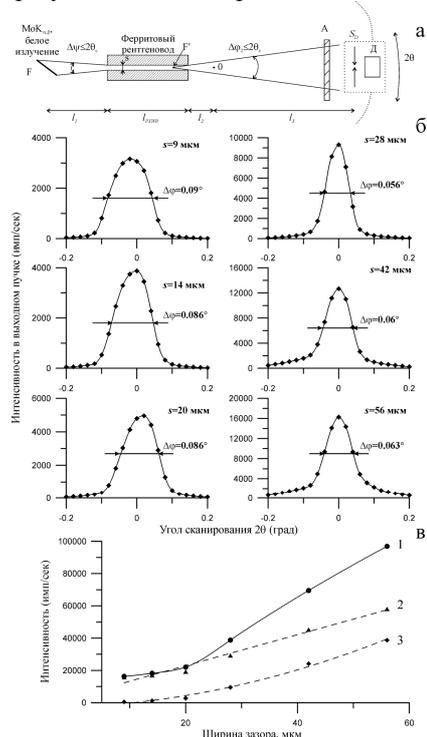


Рисунок 5. Измерительная схема для тестирования пространственного распределения интенсивности в потоках рентгеновского излучения, формируемых ферритовыми рентгеноводами (а), распределения в потоках, сформированных этими рентгеноводами с микронной шириной зазора (б) и зависимость интегральной интенсивности потока от ширины этого зазора (в). 1 – суммарная интенсивность; 2 – интенсивность узкой компоненты; 3 – интенсивность широкой компоненты.

Полуширина узкой компоненты на протяжении исследованного интервала демонстрирует некоторую нестационарность. На начальном участке измерений угловая полуширина этой компоненты оказывалась близкой к углу захвата радиационного потока  $\Delta\varphi=0.07^\circ$ , а на конечном участке измерений она уменьшилась до значений, свойственных углам расходимости потоков, которые формировались наноразмерными щелевыми зазорами. Оценка полуширины распределения, характерного для широкой компоненты, показывает значение  $\Delta\varphi \approx 0.25^\circ$ . Эта оценка близка к величине удвоенного значения критического угла полного внешнего отражения потока излучения  $\text{MoK}\alpha\beta$  для материала ферритового рефлектора. Оценки величин указанных параметров, а также их сопоставление с данными, полученными для потоков молибденового излучения, сформированных системами двух последовательно установленных обрезывающих щелей,

позволяют заключить, что узкая компонента, наблюдаемая на распределениях, представленных на рисунке 5б, характеризует ту часть потока, которая свободно распространяется вдоль щелевого зазора. Широкая компонента, по-видимому, отвечает той части потока, которая распространяется в соответствие с механизмом многократного последовательного полного внешнего отражения. При этом важно иметь ввиду, что увеличение ширины щелевого зазора автоматически уменьшает число последовательных отражений. Ускоренное увеличение интенсивности той части потока, которая связана с многократным последовательным внешним отражением, свидетельствуют о том, что имеет место пониженный коэффициент единичного ПВО на поверхностях ферритовых рефлекторов, который является прямым следствием наличия поликристалличности материала ферритовых рефлекторов.

Таким образом, проведенные исследования выявили, что наличие поликристалличности в материале рефлекторов, образующих рентгеноводный канал, приводит к снижению интегральной интенсивности формируемого потока в сравнении с рентгеноводами, материал рефлекторов которых имеет аморфную структуру. В тоже время выявленный в результате исследований факт малой угловой расходимости потока, формируемого поликристаллическими ферритовыми рефлекторами, остается неясным.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (грант №09-08-00952а) и программы фундаментальных исследований Президиума РАН №21.

[1] Egorov V.K., Egorov E.V., Proceeding of SPIE, **v4502**, 148 (2001).  
 [2] Egorov V.K., Egorov E.V., X-ray Spectrometry, **v33**, 360 (2004).  
 [3] Блохин М.А., Швейцер И.Г., Рентгеноспектральный справочник. М.: Наука. 1982. 376 стр.

## Световые ловушки на основе микро- и нано-структур

А.В. Митрофанов<sup>1</sup>, П.Ю. Апель<sup>2</sup>, О.М. Иванов<sup>2</sup>, В.П. Назьмов<sup>3</sup>, Ф.А. Пудонин<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Учреждение РАН, Физический институт им. П.Н.Лебедева РАН, 119991, Москва, Россия

<sup>2</sup>ОИЯИ, Лаб. ядерных реакций им. Г.Н.Флерова, 141980, Дубна, Россия

<sup>3</sup>Institute for Microstructure Technology, Post box 3640, 76021 Karlsruhe, Germany

e-mail: [mitrofa@sci.lebedev.ru](mailto:mitrofa@sci.lebedev.ru)

В состав аппаратуры рентгеновских телескопов и солнечных радиометров входят, как правило, устройства, которые служат для быстрого вакуумирования внутреннего объема приборов и которые одновременно выполняют роль эффективного «замка» - оптической ловушки электромагнитного излучения во всем диапазоне спектра от рентгеновского до ближнего инфракрасного излучения. Эти устройства для дренажа атмосферного воздуха помогают уменьшить газодинамическую нагрузку на элементы конструкции прибора, прежде всего на тонкопленочные рентгеновские фильтры, при жестких условиях вывода аппаратуры на земную орбиту. Обычно они представляют собой сравнительно массивные механические сборки сквозных черненных металлических каналов или канавок в виде многоходового лабиринта с большой газовой проводимостью. Похожие конструкции бывают нужны для детекторов излучения в лабораторной технике, например, при работе с близко расположенным к детектору магниторазрядным насосом, а также в рентгеновской или вакуумно-ультрафиолетовой спектроскопии, при оптической диагностике плазмы с сильным уровнем оптического фонового излучения.

Современное развитие техники, и прежде всего нанотехнологий, позволяет сейчас изготавливать дренажные устройства для вакуумных приборов с оптическим «замком» в виде миниатюрных узлов на основе тонких пористых пленок (трековых мембран) [1,2] или же тонких пластин с каналами для откачки газа, сформированными литографическими методами [3-5].

В данной работе рассматриваются оптические ловушки, сделанные на основе трековых мембран толщиной 23 микрон из полиэтилентерефталата (ПЭТФ) со специальной геометрией пор и альтернативный подход – рентгенолитографическое изготовление ловушек света из полимерных пленок или слоя SU-8 толщиной порядка 100 - 200 микрон [3]. Рассчитываются физические характеристики устройств (газопропускание и уровень блокировки света).

С целью изготовления ловушек ПЭТФ пленку облучали ускоренными ионами ксенона с энергией 170 МэВ на циклотроне ИЦ-100 ЛЯР им. Г.Н. Флерова ОИЯИ [1]. Облучение

проводили последовательно с двух сторон, под углом 23° к нормали к поверхности пленки. Затем облученную ионами пленку сенсублизировали ультрафиолетовым излучением и подвергали химическому травлению для формирования системы пересекающихся пор [2]. Пробег 170-МэВных ионов Хе в полиэтилентерефталате составляет 20-21 мкм. Пользуясь этим обстоятельством, мы формировали поровую систему, которая не имела прямолинейных каналов, пронизывающих мембрану насквозь, однако обеспечивала высокую проницаемость для молекул газа.

При наличии в пленке нескольких массивов пор, ориентированных под разными углами условие формирования системы взаимно пересекающихся пор можно выразить следующим выражением:

$$2 N d n_i \sin \beta_{ij} / \cos \alpha_i \geq 1. \quad (1)$$

Здесь  $N$  – толщина слоя, в котором происходит пересечение  $i$ -того и  $j$ -того массивов каналов,  $n_i$  – плотность отверстий каналов  $i$ -того массива,  $\beta_{ij}$  – острый угол, образуемый осями пересекающимися каналов,  $\alpha_i$  – угол между нормалью к поверхности пленки и осью канала поры, принадлежащей к  $i$ -тому массиву,  $d$  – диаметр каналов.

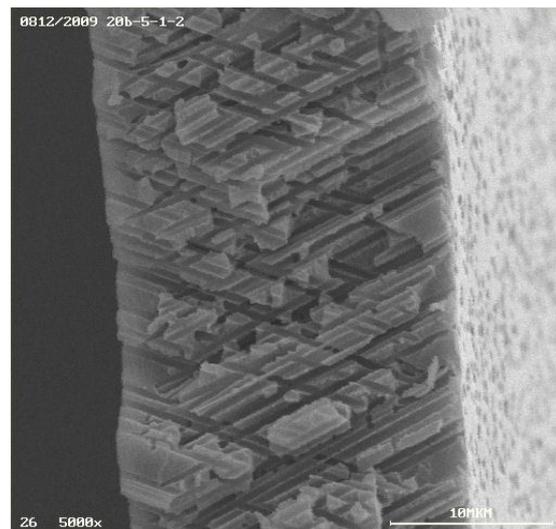


Рис. 1. РЭМ-фотография поперечного скола трековой мембраны с пересекающимися несквозными каналами.

При выполнении условия (1) каждая пора  $j$ -того массива практически наверняка имеет пересечения с пора́ми  $i$ -того массива. В данном симметричном случае ( $\alpha_i = 23^\circ$ ;  $\beta_{ij} = 46^\circ$ ;  $H \approx 17$  мкм) мы выбрали мембраны с параметрами пор  $n_i = n_j = 6 \times 10^7 \text{ см}^{-2}$  и  $d = 0,3-0,5$  мкм. РЭМ-изображение поперечного скола такой мембраны представлено на Рис.1. При диаметре пор 0,3 мкм данная мембрана имеет газопроницаемость 95 мл/мин/см<sup>2</sup> при перепаде давления воздуха 0,01 МПа, а при диаметре пор 0,5 мкм – 550 мл/мин/см<sup>2</sup>. Столь высокие значения газопроницаемости обусловлены тем фактом, что практически все поры одного массива связаны пересечениями с пора́ми другого массива. Как видно из Рис.1, на каждый канал приходится несколько пересечений.

Поглощение фонового излучения в разных участках оптического спектра обеспечивалось разными механизмами и причинами. Прежде всего, на поверхности пористых полимерных объектов наносили непрозрачное двухслойное покрытие. Нанесение слоев алюминия на пористые мембраны проводилось в 2 этапа с помощью RF-распыления в аргоновой плазме на установке диодного типа Sputron-2 (фирма Balzers). Сначала при большом давлении остаточных газов  $\sim 10^{-4}$  mbar наносился первый слой алюминия, так называемый "черный" Al толщиной около 100 нм. Далее, проводилась откачка вакуумной камеры до давления  $\sim 5-7 \times 10^{-6}$  mbar и на первый "черный" слой в чистом аргоне наносился уже стандартный (блестящий) второй слой Al толщиной около 80-100 нм. В результате такого напыления общая толщина металлизации составляла около 200 нм с каждой стороны мембраны.

В каналах пор покрытие на стенках по длине было частичным, что обеспечивало реализацию эффективного поглощающего оптического клина в видимой области спектра [5]. Фоновое излучение в красном и ближнем инфракрасном диапазонах отсекалось металлизированной пористой трековой мембраной благодаря механизму дифракционной фильтрации электромагнитного излучения [6]. Поглощению излучения способствовала специальная геометрия и ориентация каналов пор (отсутствие прямого прохождения оптического излучения) и заметная шероховатость стенок пор, приводящая к дополнительным потерям излучения при его транспорте в каналах пор из-за рассеяния.

Отметим, что использование LIGA технологии позволяет изготавливать аналогичные мелко структурированные пористые устройства из полимеров (Рис.2) и из металла при полном удалении вспомогательного (технологического) полимерного материала [3,4]. В принципе, можно изготовить слои разных

металлов, например золота, меди или никеля, на титановой основе. Максимальная длина пор в образцах, полученных методом рентгеновской литографии, определялась спектром излучения (точнее, спектром поглощения) и условием проявления [7], включая угол смачивания и конвекционный вынос продуктов растворения.

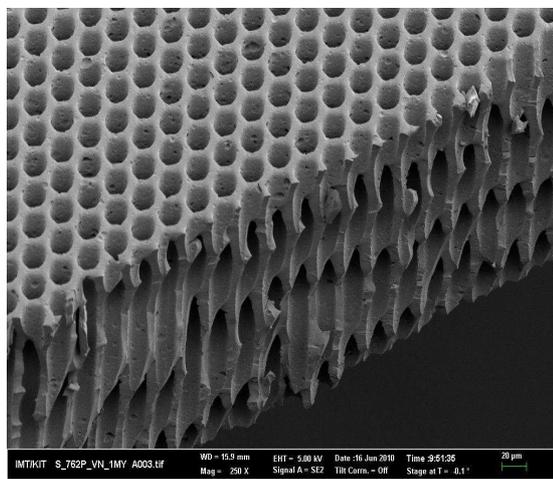


Рис. 2. РЭМ-фотография поперечного скола пленки ПЭТФ толщиной 200 мкм со сквозными каналами, ориентированными под углом 45 градусов к нормали образца.

Считается, что использование LIGA технологии гарантируют аспектное отношение до 1000, начиная приблизительно с 5 мкм поперечного размера каналов. Шероховатость стенок может быть порядка 10 нм и более, вплоть до полного схлопывания каналов (т.е. это уже нельзя определять как шероховатость поверхности).

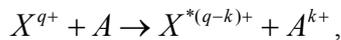
Авторы благодарят Н.Е.Лизунова за проведение анализа мембран и их сколов на РЭМ.

- [1] Гикал Б.Н., С.Н.Дмитриев, Г.Г.Гульбекян, и др. Письма в ЭЧАЯ, 5, №1 (143), 59-85 (2008).
- [2] Apel P. Nucl. Instrum. Meth., B208, 11 (2003).
- [3] Advanced Micro & Nano Systems. Vol.7, LIGA and its Applications - Saile Volker / ed. by Ulrike Wallrabe, Osamu Tabata and Jan Korvink .WILEY WCH Verlag GmbH&Co, Weinheim (2009).
- [4] Menz Wolfgang, Mohr Jurgen, Paul Oliver. Microsystem Technology, WILEY WCH Verlag GmbH&Co, Weinheim. 574 Pages (2001).
- [5] Kravets V.G., Schedin F., Grigorenko A.N. Progress In Electromagnetics Research Symposium Proceedings, Moscow, Russia. 79 (2009).
- [6] Флёров Г.Н., Кузнецов В.И., Веркин Б.И. и др. Инженерно-физический журнал. Т.49, №4, 688 (1985).
- [7] Nazmov V. P., Mezentseva L. A., Pindyurin V. F., Petrov V. V. and Yakovleva E. N., Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. Section A: Vol. 448, Issues 1-2, 493(2000).

## Спектроскопия перезарядки ионов Li и F на атомах Ne с применением широкополосных многослойных зеркал (12.5 – 35 нм)

И. Л. Бейгман, Е. А. Вишняков, М. С. Лугинин, Е. Н. Рагозин, И. Ю. Толстихина  
Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Ленинский проспект 53, 119991 Москва, Россия  
e-mail: [cavish@mail.ru](mailto:cavish@mail.ru), [juk301@mail.ru](mailto:juk301@mail.ru), [ENRagozin@sci.lebedev.ru](mailto:ENRagozin@sci.lebedev.ru)

В данной работе экспериментально исследуется перезарядка ионов фтора и лития на атомах благородного газа по релаксационным спектрам в мягкой рентгеновской (МР) области спектра. Перезарядку (захват электронов на возбуждённые состояния ионов с последующей радиационной релаксацией) можно схематически записать уравнением



где  $X^{q+}$  – налетающий многозарядный ион;  $A$  – нейтральный атом благородного газа (атом-донор);  $X^{*(q-k)+}$  – ион кратности  $(q-k)$  в возбуждённом состоянии (в случае одноэлектронной перезарядки характеризуется главным  $(n)$  и орбитальным  $(l)$  квантовыми числами  $X_{nl}^{*(q-k)+}$ );  $A^{k+}$  – образующийся  $k$ -зарядный ион. Различные значения  $k=1, 2, \dots$  соответствуют одно-, двух- и многоэлектронной перезарядке. В эксперименте регистрируется линейчатое излучение, возникающее при радиационном распаде заселяемых при перезарядке возбуждённых состояний ионов.

Эксперименты проводились в вакуумной камере ИКАР при остаточном давлении газа не более  $10^{-4}$  Тор. Поток ионов лития и фтора получался при облучении твердотельной мишени LiF импульсами лазера на кристалле Nd:YAlO<sub>3</sub> (0.5 Дж, 6 нс, 1.08 мкм). Лазерный пучок фокусировался на мишени в пятно эффективной площадью  $S_{\text{eff}} \sim 10^{-5}$  см<sup>2</sup> при помощи линзы из тяжёлого флинта с фокусным расстоянием  $f=75$  мм. Максимальная интенсивность лазерного излучения в центре фокального пятна составляла  $\sim 10^{13}$  Вт/см<sup>2</sup>.

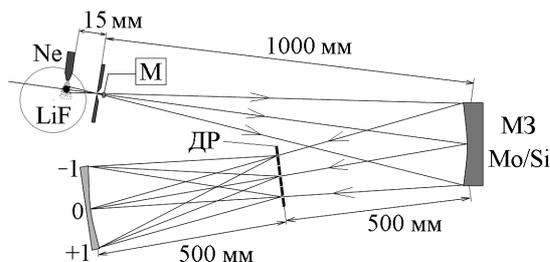


Рис. 1. Схема дифракционного МР спектрографа на область  $\lambda > 125$  Å. М – мотор для электромагнитного прерывателя (ЭМП).

Регистрация МР спектров производится при помощи стигматического (изображающего) дифракционного спектрометра [1] с пространственным разрешением по одной из осей (Рис. 1). Спектрограф собран на оптическом столе 0.6×3.6 м в вакуумной камере ИКАР и включает входную щель, вогнутое широкополосное многослойное зеркало (МЗ) нормального падения ( $R=1$  м, угол падения  $\sim 0.1$  рад), широкоапертурную свободновыисящую дифракционную решётку (ДР) на пропускание (1000 лин./мм, площадь 5 см<sup>2</sup>), и установленную на расстоянии 500 мм от неё кассету радиусом 167 мм с рентгеновской фотоплёнкой УФ-4.

Фокусирующим элементом в схеме выступает вогнутое широкополосное сферическое МЗ, выполненное на основе Mo/Si с оптимизацией на максимальное равномерное отражение в интервале 125-250 Å [1-4]. Спектр отражения этого МЗ при угле падения  $\sim 0.1$  рад приведён на Рис. 2. Коротковолновая граница рабочего диапазона спектрографа определяется L-краем поглощения Si ( $\lambda=125$  Å). В области  $\lambda > 250$  Å резкого падения отражающих свойств не наблюдается, поэтому данный спектрометр может использоваться и при  $\lambda > 250$  Å.

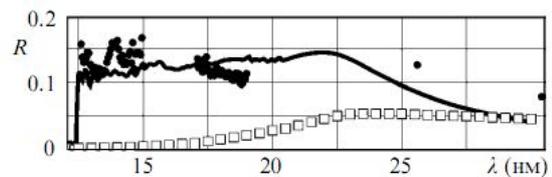


Рис. 2. Спектр отражения МЗ. Кривая – расчёт, точки – результаты измерений, выполненных в ИФМ РАН, квадраты – спектр отражения сплошного слоя Mo (для сравнения).

Струя Ne в работе создавалась при помощи импульсного электромагнитного клапана со сверхзвуковым соплом, открытие которого синхронизировано с лазерной вспышкой. В клапане используется коническое сопло длиной 10 мм с диаметром выходного отверстия 1.0 мм и отношением площадей выходного и входного отверстий  $S_{\text{out}}/S_{\text{in}} \approx 5.0$ . Продолжительность открытого состояния клапана  $\sim 1.5$  мс, давление стагнации неона 1.0-2.2 атм. Распределение плотности газа в струе было исследовано в [5] по

поглощению просвечивающей струи излучения  $\lambda = 135 \text{ \AA}$ . Плотность атомов Ne на оси струи составляет  $(1.2) \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ . Ось струи параллельна плоскости мишени и отстоит от неё на  $\sim 12 \text{ мм}$ . Поток многозарядных ионов Li и F направляется на сверхзвуковую струю Ne, при взаимодействии с которой происходит перезарядка (Рис. 3).

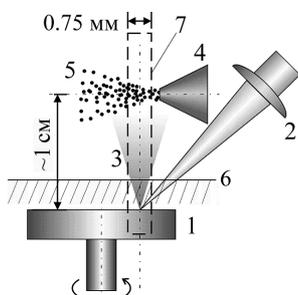


Рис. 3. Взаимное расположение конуса разлёта лазерной плазмы 3 и струи Ne 5. 1 – вращающаяся мишень LiF, 2 – линза, 4 – газовое сопло, 6 – уровень прерывателя, 7 – поле зрения спектрографа.

Поле зрения спектрографа (20 мм по высоте и 0.75 мм в ширине) охватывает как область свечения лазерной плазмы вблизи мишени, так и область перезарядки, что позволяет регистрировать пространственную картину взаимодействия «плазма-газ». Одновременная регистрация большого числа спектральных линий в области перезарядки даёт информацию о распределении продуктов перезарядки по кратностям ионизации и уровням энергии с различными  $n$  и  $l$ .

Общая интенсивность линейчатого излучения в области перезарядки примерно на порядок ниже, чем в области свечения горячей плазмы вблизи мишени. Поэтому спектры регистрируются на плёнку УФ-4 посредством экспонирования нескольких десятков вспышек в области свечения плазмы, и нескольких сотен вспышек в области перезарядки. Такой подход реализуется путём перекрытия участка поля зрения 2-3 мм от поверхности мишени при помощи ЭМП (электромагнитного прерывателя, Рис. 3).

Основным индикатором перезарядки является пространственный ход спектральных линий [6]. При удалении от поверхности мишени их интенсивности быстро убывают. Однако в области взаимодействия «плазма-газ» интенсивности некоторых линий снова начинают возрастать, что указывает на активное заселение возбуждённых состояний ионов плазмы при перезарядке.

Основным предметом исследования была перезарядка ионов фтора на атомах благородного газа. Твердотельная мишень LiF была выбрана для удобства: во-первых, ионы Li I – Li III имеют в области 125-350 Å очень мало спектральных линий, что позволяет отождествлять практически все линии с линиями ионов фтора. Во-вторых, линии  $1s-2p$  в Li III (135.0 Å) и  $1s^2-1s2p$  в Li II

(199.28 Å) являются хорошими реперами, что упрощает процедуру определения кривой дисперсии и идентификацию длин волн линий.

Эксперименты проводились для случая острой и неострой фокусировки лазерных импульсов на мишень LiF. В случае неострой фокусировки зарегистрированные спектры содержали в области перезарядки линии ионов Li II – Li III и F III – F VI, что указывает на перезарядку ионов Li III, Li IV и F IV – F VII на атомах Ne. Стоит отметить наличие достаточно интенсивных перезарядочных линий ионов F III и F IV, которые при повышении остроты фокусировки существенно ослабевают.

Наиболее яркой линией перезарядочного типа в случае острой фокусировки оказывается переход  $1s^2 2p-1s^2 3d$  в ионе F VII (127.7 Å). При этом на смену линиям ионов F III-F IV приходят сильные перезарядочные линии ионов F V-F VIII, то есть регистрируется перезарядка ионов F VI-F IX.

Одним из наиболее интересных результатов работы оказывается регистрация в области взаимодействия «плазма-газ» линий ионов F IV – F VI, обусловленных переходами с уровней с незаполненной (частично или полностью)  $2s$ -оболочкой. Это переходы  $1p^2-2p4s$  (F VI,  $\lambda = 129.5 \text{ \AA}$ ),  $2s2p^2-2p^2 3p$  (F V,  $\lambda = 136.9 \text{ \AA}$ ),  $2s2p^2-2s2p4s$  (F V,  $138.2 \text{ \AA}$ ),  $2s2p^3-2s2p^2 3d$  (F IV,  $208.5 \text{ \AA}$ ). Длины волн переходов, использованные нами при расшифровке спектров, были взяты из [7].

Подобные состояния (с полностью или частично незаполненной  $2s$ -оболочкой) не заселяются при столкновениях с электронами в холодной разреженной плазме. В области взаимодействия «плазма-газ» заселение таких уровней может происходить двумя путями. Во-первых, это последовательная одноэлектронная перезарядка (когда частота актов перезарядки больше характерной вероятности радиационного перехода). Во-вторых, это двух-, трёх- и многоэлектронная перезарядка ( $k = 2, 3, \dots$ ) в состоянии с  $k$  возбуждёнными электронами. По количеству возбуждённых электронов в ионах  $X^{*(q-k)+}$  можно судить о кратности перезарядки  $k$  (строго говоря, она может быть и больше, если часть электронов успела отрелаксировать или уйти в непрерывный спектр в результате оже-перехода).

В нашем эксперименте длина пробега ионов фтора относительно одноэлектронной перезарядки существенно меньше диаметра струи Ne, а частота актов одноэлектронной перезарядки в приосевой области струи ( $\sim 10^{10} \text{ с}^{-1}$ ) намного превышает вероятность разрешённых радиационных переходов  $A(2p \rightarrow 2s) \sim 10^8-10^9 \text{ с}^{-1}$ . Поэтому в наших условиях, наряду с многоэлектронной перезарядкой, возможна и последовательная одноэлектронная перезарядка, которая также обеспечивает возможность заселения уровней с незаполненной  $2s$ -оболочкой в многозарядных ионах фтора.

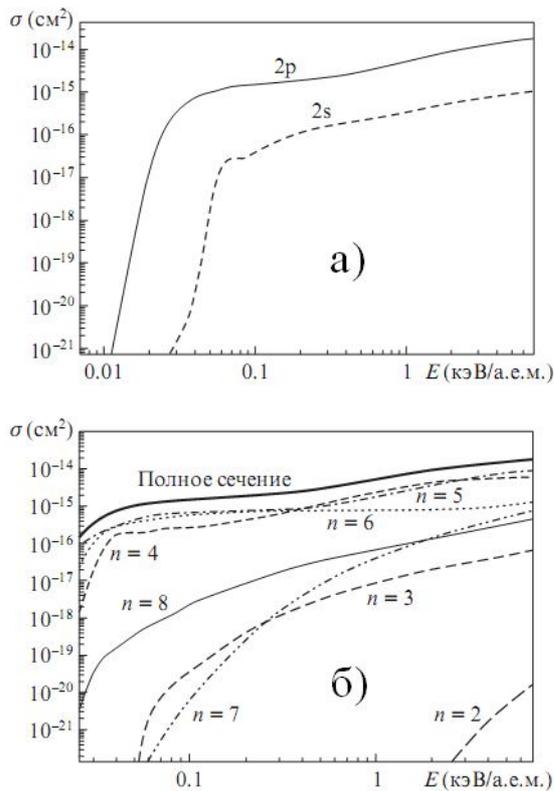


Рис. 4. Сечение одноэлектронной перезарядки иона F VIII на атомах неона в зависимости от энергии столкновения. (а) вклад s- и p-электронов Ne, (б) парциальные сечения перезарядки на уровни F VII.

В плазме, генерируемой в центральной части фокального пятна, преобладают Ne-подобные ионы F VIII. Расчёты парциальных сечений перезарядки показали, что полное сечение одноэлектронной перезарядки ионов F VIII на атомах Ne практически полностью обусловлено p-электронами неона, и в интересующем нас диапазоне энергий составляет  $\sim 10^{-15}$  см<sup>2</sup> (Рис. 4). При этом основной вклад дают парциальные сечения перезарядки на уровни  $n = 5, 6$  иона F VII (ближайшие к энергии ионизации атома Ne), в также на уровень с  $n = 4$  (при энергии столкновений  $\sim 0.3$  кэВ/нуклон и выше). Парциальные сечения одноэлектронной перезарядки рассчитывались по программе ARSENY [8], разработанной Соловьёвым Е.А. на основе эффекта скрытых пересечений уровней квазимолекулы, впервые обнаруженного в [9].

Основным аргументом в пользу наличия двух- и многоэлектронной перезарядки оказывается резонансное (в пределах 1-2 эВ) совпадение энергии захвата  $k$  электронов в возбуждённое состояние  $X^{*(q-k)+}$  и энергии отрыва  $k$  электронов от атома неона (энергии  $k$ -кратной ионизации Ne). Расчёты уровней энергии методом Хартри-Фока показали наличие резонансов между некоторыми термами основной электронной конфигурации  $k$ -кратно ионизованного атома Ne и  $k$ -кратно возбуждённого многозарядного иона F, получаемого в результате перезарядки. Под основной конфигурацией иона Ne

в большинстве случаев стоит понимать  $2s^2 2p^{6-k}$ . Аналогия с одноэлектронной перезарядкой подсказывает, что вклад конфигураций  $2s 2p^{6-(k-1)}$  и  $2p^{6-(k-2)}$  может оказаться заметно меньше, чем конфигурации без возбуждённых s-электронов.

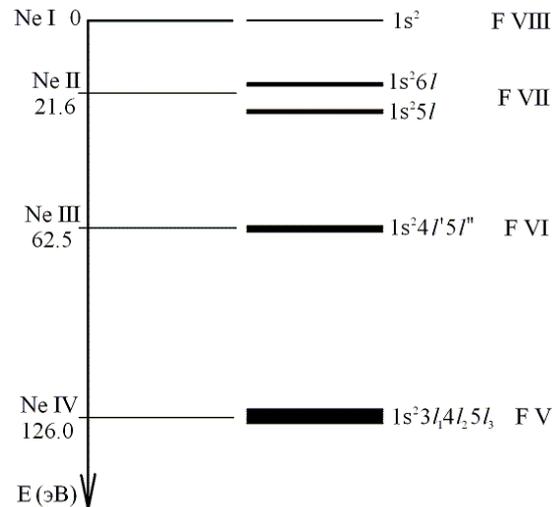


Рис. 5. Энергетическая схема резонансов двух- и трёхэлектронной перезарядки F VIII ( $1s^2$ ) + Ne. Показаны резонансы лишь с наименьшими термами.

На Рис. 5 изображены резонансы между состояниями  $k$ -кратно возбуждённых ионов фтора и только наименьшими термами основной электронной конфигурации ионов Ne III и Ne IV. Качественные соображения подсказывают, что многоэлектронная перезарядка, идущая резонансным образом, может иметь достаточно большие сечения ( $\sim 10^{-15}$  см<sup>2</sup>).

- [1] Кондратенко В.В., Левашов В.Е., Першин Ю.П., Пирожков А.С., Рагозин Е.Н., Кр. сообщ. по физ. ФИАН, **7**, 32 (2001).
- [2] Вишняков Е.А., Медников К.Н., Перцов А.А., Рагозин Е.Н., Рева А.А., Ульянов А.С., Шестов С.В. Квантовая электрон., **39** (5), 474 (2009).
- [3] Ragozin E.N., Kondratenko V.V., Levashov V.E., Pershin Yu.P., Pirozhkov A.S., Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng., **4782**, 176 (2002).
- [4] Ragozin E.N., Mednikov K.N., Pertsov A.A., Pirozhkov A.S., Reva A.A., Shestov S.V., Ul'yanov A.S., Vishnyakov E.A., Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng., **7360**, 73600N (2009).
- [5] Болдарев А.С., Гасилов В.А., Левашов В.Е., Медников К.Н., Пирожков А.С., Пирожкова М.С. Рагозин Е.Н., Квантовая электрон., **34**, 679 (2004)
- [6] Левашов В.Е., Медников К.Н., Пирожков А.С., Рагозин Е.Н., Физ. плазмы, **30** (2), 1 (2004).
- [7] Kelly R.L., J. Phys. Chem. Ref. Data, **16**, Suppl. 1 (1987); [http://physics.nist.gov/PhysRefData/ASD/levels\\_form.html](http://physics.nist.gov/PhysRefData/ASD/levels_form.html)
- [8] Solov'ev E.A., Proc. XIX ICPEAC. Ed. by Dube L.J. et al. (New York: AIP Press, 1995, p. 471)
- [9] Соловьёв Е.А., УФН, **157** (3), 437 (1989).

г. Черноголовка, 20-23 сентября 2010

## **РЕНТГЕНОВСКАЯ ЛИТОГРАФИЯ**



## Модифицированные резисты полиметакрилатного семейства в ЭУФ-литографии

С.А. Булгакова<sup>1</sup>, М.М. Джонс<sup>1</sup>, Е.А. Киселева<sup>1</sup>, А.Я. Лопатин<sup>2</sup>, В.И. Лучин<sup>2</sup>,  
А.Е. Пестов<sup>2</sup>, Д.Н. Рогачев<sup>2</sup>, Н.Н. Салащенко<sup>2</sup>, А.С. Скрыль<sup>2</sup>,  
М.Н. Торопов<sup>2</sup>, Н.И. Чхало<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Научно-исследовательский институт химии Нижегородского государственного университета, Нижний Новгород, Россия

<sup>2</sup>Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия  
e-mail: [sbulg@mail.ru](mailto:sbulg@mail.ru)

ЭУФ-литография признана на сегодняшний день самой передовой технологией микроэлектроники для производства структур с топологическими нормами 32 нм и менее. Однако ее внедрение в массовое производство микросхем требует разработки более прогрессивного фоторезиста, сочетающего высокую чувствительность, разрешающую способность (контраста), плазмостойкость и низкую шероховатость. На сегодняшний день нет четко обозначенной позиции, какие резисты подходят для задач ЭУФ-литографии: традиционные резисты деструктивно-структурирующегося типа или химически усиленные. Первые основаны на изменении молекулярной массы (ММ) полимера за счет разрывов и сшивок макромолекул, а вторые – на изменении полярности полимера при сохранении длины цепей. Каждый из этих типов резистов имеет свои преимущества и недостатки. Так, резисты деструктивного типа на основе полиметилметакрилата (ПММА) способны давать разрешение на уровне 3-5 нм [1-3] с практически нулевой шероховатостью края линии, но имеют недостаточную чувствительность, в то время как химически усиленные, напротив, обладают чрезвычайно высокой чувствительностью, но далеки от желаемых параметров по шероховатости. Стратегическая задача совершенствования свойств резистов обоих типов состоит в прецизионном контроле размеров и строения молекул полимерного резиста и в однородном распределении их по ММ.

Для совершенствования свойств резистов деструктивного типа нами был предложен способ модификации полиметакрилатов добавками органогидриддисиланов общей формулы  $H_{3-n}R_nSi-SiR'_mH_{3-m}$  (где R, R' – алкил, оксиалкил; n, m = 1 – 3) при синтезе полимеров, который позволил повысить чувствительность ПММА к EUV-излучению с 55 до 40 мДж/см<sup>2</sup> при одновременном улучшении контрастности ( $\gamma$ ) с 3 до 4 [4-6]. Роль гидридов кремния в очувствлении полимера сводится к тому, что в процессе его синтеза они участвуют в реакции передачи цепи, в результате которой в

макромолекулы полимера внедряются связи Si–Si, Si–C и Si–H, менее прочные, чем C–C связи. Эти лабильные связи инициируют разрывы основной цепи, тем самым, способствуя повышению чувствительности резиста к излучению за счет увеличения радиационно-химического выхода реакций деструкции. Кроме того, гидриды кремния приводят к снижению полидисперсности полимера до уровня  $M_w/M_n = 1.5-1.7$ , что также благоприятно отражается на чувствительности и контрастности резиста.

Другие причины повышения чувствительности модифицированных полимеров были выявлены при исследовании их физических свойств и стереохимии цепи. Оказалось, что гидриды кремния вызывают снижение плотности, температуры стеклования и доли синдиотактических триад в макромолекулах полимеров. Уменьшение температуры стеклования означает увеличение подвижности полимерных сегментов, способствующее возрастанию скорости растворения резиста. Снижение плотности модифицированного полимера показывает, что при формировании его структуры возрастает свободный объем. Рыхлая упаковка макромолекул, как и снижение доли синдиотриад в полимерных цепях при модификации их гидридами кремния, приводит к ослаблению клеточного эффекта радикалов при экспонировании и проявлении. Это способствует повышению радиационно-химического выхода реакций деструкции полимера.

Наиболее эффективным способом повышения чувствительности ПММА является сополимеризация ММА с мономерами, содержащими полярные группы с сильным сродством к электрону, как в  $\alpha$ -положении, так и в эфирной группе. В качестве сомономеров ММА нами были исследованы метакриловая кислота (МАК), бутилакрилат, акрилонитрил (АН), винилиденхлорид (ВДХ), гептафторизобутилметакрилат (ГФИБМА),  $\alpha$ -хлор-2,2,3,3-тетрафторпропилакрилат (ТФПХА), этил- $\alpha$ -цианакрилат (ЭЦА), гептил- $\alpha$ -цианакрилат (ГЦА), октил- $\alpha$ -цианакрилат (ОЦА), метилвинилкетон (МВК) и винилхлорид и

установлено, что все сополимеры в зависимости от их состава, строения и качества проявителя более чувствительны к излучению по сравнению с ПММА, но они при этом заметно теряют в контрастности [7, 8]. Наиболее близкими по контрасту к ПММА оказались резисты на основе сополимеров с МАК и МВК.

Было найдено, что наибольшая чувствительность сополимера ММА-МАК к ЭУФ-излучению достигается при содержании МАК 13 мас.%. Другой мономер - МВК повышает чувствительность ПММА в 1.5 раза при введении лишь 5% его звеньев. Дальнейшее увеличение содержания МВК (до 20 мас.%) ухудшает чувствительность резиста, но заметно увеличивает коэффициент контрастности, который более чем в два раза превышает контраст ПММА в проявителе метилэтилкетон (МЭК) - изопропиловый спирт (ИПС) одного и того же объемного состава 1:2.

Известно [9,10], что атомы галогенов и CN-группа в  $\alpha$ -положении или в боковой эфирной группе мономера, втрое увеличивают число разрывов цепей ПММА благодаря диссоциативному захвату вторичных электронов при экспонировании. Однако, влияние галоид(мет)акрилатов – ГФИБМ и ТФПХА на чувствительность сополимеров с ММА к ЭУФ-излучению оказалось довольно посредственным из-за повышенного поглощения атомов фтора в области 13.5 нм, а также особенностей их растворения. Оказалось, что для проявления этих резистов пригодны только очень слабые проявители, содержащие четырех - пятикратный избыток нерастворителя ИПС, из-за их высокой растворимости, вызванной снижением температуры стеклования полимеров. Проведенные исследования подтвердили вывод Матцузавы с соавт. [11], что введение в состав деструктирующего резиста сильно поглощающих атомов в области ЭУФ-излучения не оказывает благоприятного влияния на его литографические характеристики.

В отличие от галоид(мет)акрилатов для группы резистов, содержащих цианакрилаты, оказалось возможным использовать более сильный проявитель МЭК:ИПС = 2:3. Это свидетельствует о том, что растворимость ПММА от введения цианакрилатов заметно снижается из-за высокой полярности цианогруппы, т.е. увеличение чувствительности резистов с  $\alpha$ -цианакрилатами связано не только с высокой электроноакцепторной способностью этой группы, но и со снижением скорости растворения неэкспонированного слоя  $w_0$ . Установлено, что увеличение длины углеводородного радикала в эфирной группе цианакрилата способствует росту чувствительности резиста, что, по-видимому, связано с проявлением пластифицирующего

эффекта алкильных групп и возрастанием скорости растворения экспонированных участков резиста  $w$ , т.е. с увеличением отношения  $w/w_0$ , являющегося показателем улучшения его чувствительности.

Для более существенного повышения чувствительности ПММА-резиста к ЭУФ-излучению была использована и тройная сополимеризация, которая открывает еще большие возможности в модификации свойств полимеров по сравнению с бинарной системой. Основным компонентом тройных систем также являлся ММА, как мономер, отвечающий за высокое разрешение резиста. Второй компонент тройного сополимера – МАК был выбран как компонент, обеспечивающий достижение оптимальных характеристик по чувствительности и контрастности. В качестве третьего сомономера исследованы АН и МВК. При выборе составов тройных систем главным ограничением было содержание МАК в сополимере не более 13% и не более 10% третьего компонента.

Результаты по оптимизации состава тройных сополимеров ММА-МАК-АН и ММА-МАК-МВК показали, что от соотношения компонентов тер-сополимера зависит и чувствительность, и контрастность резиста. Для сополимера ММА-МАК-АН установлено, что при приблизительно равном соотношении МАК и АН в сополимере, высокой ММ ( $2.8 \times 10^6$ ) и низкой полидисперсности ( $M_w/M_n = 1.7$ ) сополимера резист обладает наилучшей чувствительностью к ЭУФ-излучению ( $D = 0.6-1$  мДж/см<sup>2</sup> без заметного ухудшения коэффициента контрастности).

В отличие от сополимеров ММА-МАК-АН чувствительность сополимеров ММА-МАК-МВК мало зависит от концентрации компонентов в выбранном интервале составов и изменяется от 5 до 9.5 мДж/см<sup>2</sup>. Наибольший интерес в изученном ряду представляет резист ММА-МАК-МВК = 82:13:5 мас.%, который в проявителе МЭК:ИПС = 1:2.5 имеет высокий коэффициент контрастности  $\gamma = 5$  при удовлетворительной чувствительности  $D = 5$  мДж/см<sup>2</sup>, также как и в проявителе другого состава МЭК:ИПС = 1:2:  $\gamma = 2.1$ ,  $D = 3.3$  мДж/см<sup>2</sup>.

Полученные результаты показали, что стратегия эффективного повышения чувствительности полиметакрилатных резистов состоит в достижении высокой ММ (со)полимера (ММ  $\sim 10^6$ ) и узкого молекулярно-массового распределения (ММР) ( $M_w/M_n \rightarrow 1$ ), а также в отсутствие сильно поглощающих атомов и групп в составе (со)полимера.

Рассмотренные приемы модификации резистов деструктивного типа позволяют существенно повысить их чувствительность, но

неизбежно снижают контраст по причине фундаментальных ограничений. Для химически усиленных резистов также существует проблема взаимозависимости параметров в ряду чувствительность – разрешение - шероховатость, называемая в англо-язычной литературе “RLS-trade off” (R - resolution, L - line edge roughness, S - sensitivity), которая встает особенно остро при освоении техпроцессов с топологическими нормами 32, 22 нм и ниже с применением ЭУФ-литографии. Моделирование ЭУФ-процессов показало, что одновременное достижение минимальных значений указанных выше параметров в принципе неосуществимо, и возможно лишь в определенных границах, тем не менее, мировое литографическое сообщество связывает научно-технический прогресс в полупроводниковой технологии с использованием именно химически усиленных резистов, хотя разработка высококачественного ЭУФ-резиста остается все еще важной задачей.

Проводимые нами исследования в данной области направлены на изучение процессов формирования изображений в химически усиленных резистах в зависимости от химического строения полимерной матрицы, типа и концентрации фоточувствительного генератора кислоты и режимов термообработки резистов. С помощью методов ДУФ- и электронно-лучевой литографии выявлен ряд общих закономерностей:

- чем ниже ММ и полидисперсность полимера и чем сильнее фотогенерированная кислота, тем больше различие в скорости растворения пленок в необлученной и облученной областях в водно-основном проявителе и выше контрастность проявления изображения в резисте;
- чем больше размер аниона ониевого соли, используемой в качестве фотогенератора кислоты и выше ее концентрация, тем эффективнее протекают реакции каталитического гидролиза функциональных групп полимера и тем выше чувствительность резиста;
- применение высоких температур постэкспозиционного прогрева может привести к обращению изображения в водно-основном проявителе.

Из числа изученных систем в качестве перспективных для использования в ЭУФ-литографии могут быть рекомендованы две резистивные композиции на основе метакриловых тер-сополимеров и трифенилсульфоний трифлата в качестве фотогенератора кислоты. Первая имеет чувствительность к электронному лучу 1.7 мкКл/см<sup>2</sup> и коэффициент контрастности  $\gamma = 11$ , а вторая характеризуется чувствительностью к УФ-излучению (254 нм) 2.5 мДж/см<sup>2</sup> и  $\gamma = 17$ .

- [1] Chen W., Ahmed H., Appl. Phys. Lett., 62, 1499 (1993).
- [2] Cumming D. R. S., Thoms S., Beaumont S. P., Weaver J. M. R., Appl. Phys. Lett., 68, 322 (1993).
- [3] Yasin S., Hasko D. G., Ahmed H. Appl. Phys. Lett., 72, 2760 (2001).
- [4] Булгакова С.А., Семчиков Ю.Д., Семенов В.В., Новожилов А.В., Корсаков В.С., Максимов С.И., Высокомолек. Соед. Б, 37, 706 (1995).
- [5] Семчиков Ю.Д., Булгакова С.А., Семенов В.В., Ладиллина Е.А., Новожилов А.В., Корсаков В.С., Максимов С.И. Патент РФ № 2044340, БИ № 26 (1995).
- [6] Булгакова С.А., Мазанова Л.М., Лопатин А.Я., Лучин В.И., Семчиков Ю.Д. Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтрон. исследования. № 1, 140 (2000).
- [7] Булгакова С.А., Мазанова Л.М., Лопатин А.Я., Лучин В.И., Салащенко Н.Н. Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтрон. исследования. № 1, 133 (1999).
- [8] Бичуч Н.А., Булгакова С.А., Кронман А.Г., Лопатин А.Я. Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтрон. исследования. № 1, 97 (2003).
- [9] Моро У. Микролитография. М.: Мир, 1990. Т.1, 2.
- [10] Field F., Franklin F. Electron impact phenomena. Academic Press. New York. 1957
- [11] Matsuzawa N.N., Irie S., Yano E., Okazaki S., Ishitani A. Proc. of SPIE. 4343, 278 (2001).

## Применение LIGA для создания селективных элементов ТГц-диапазона – металлических и псевдометаллических толстых сеточных структур

А.Н. Генцелев<sup>1</sup>, Б.Г. Гольденберг<sup>1</sup>, А.Г. Зелинский<sup>2</sup>, С.А. Кузнецов<sup>3</sup>, А.И. Маслий

<sup>1</sup>Институт ядерной физики СО РАН, Новосибирск, Россия

<sup>2</sup>Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск, Россия

<sup>3</sup>Новосибирский государственный университет, Новосибирск, Россия

e-mail: [goldenberga@inp.nsk.su](mailto:goldenberga@inp.nsk.su)

Для проведения экспериментов с применением излучения терагерцового диапазона актуально развитие методов изготовления селективных элементов, обеспечивающих решение задач пространственной и частотной фильтрации ТГц-излучения. Перспективными элементами, позволяющими решить поставленные задачи, представляются 1-мерные и 2-мерные регулярные свободновисящие металлические сеточные структуры (МСС) с характерным периодом ячеек десятки – сотни микрометров, при толщине сетки несколько десятков-сотен микрометров. Помимо обеспечения требуемых оптических свойств, следующих из специфики взаимодействия электромагнитного излучения с МСС, такие толстые структуры имеют значительно более высокие механо- и теплопрочностные характеристики в сравнении с тонкопленочными МСС с малой толщиной металлизации (~1 мкм), получаемыми методом фотолитографии и традиционно применяемыми для работы с излучением малой мощности [1].

Кроме того, большая толщина металлического слоя позволяет обеспечить “самонесущность” толстых МСС, устраняя необходимость применения несущих подложек (вносящих дополнительное поглощение), присутствие которых неизбежно в случае тонких МСС.

В настоящей работе представлены два направления развития технологии изготовления образцов селективных элементов ТГц-диапазона на основе методов LIGA-технологии.

Разработан технологический процесс формирования свободновисящих медных сеточных структур. На заготовку из алюминия наносится слой резиста SU-8. В результате экспонирования через шаблон синхротронным излучением формируется массив столбиков на поверхности алюминиевой подложке, являющийся матрицей для последующего электрохимического выращивания медного покрытия. Толщина медного слоя определяется высотой резистивной заготовки. На следующем этапе подложка растворяется в щелочи, резист удаляется из медной сетки в органическом

растворителе. Получены образцы полосовых пропускающих фильтров с высоким коэффициентом пропускания толщиной 50-80 мкм.

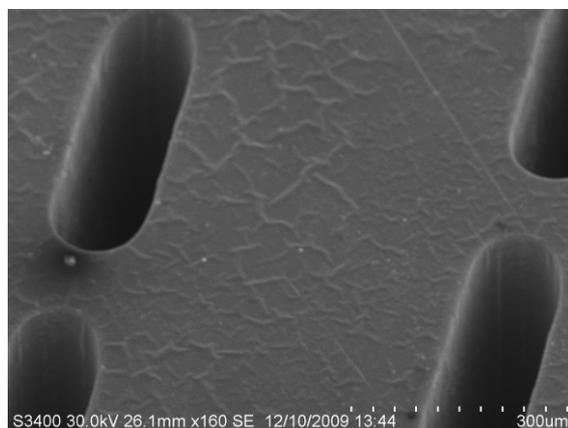


Рис. 1. Фрагмент псевдометаллического полосового пропускающего фильтра из ПММА с серебряным покрытием.

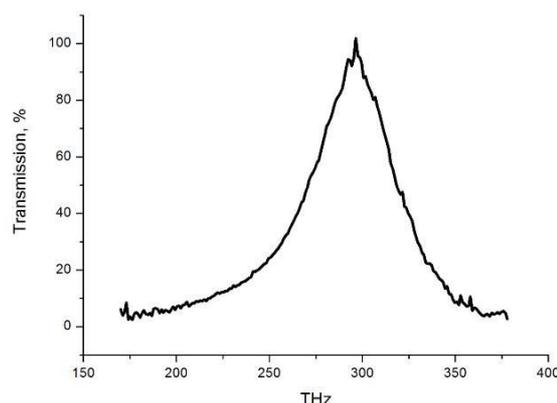


Рис. 2. Пропускание медного полосового фильтра толщиной 70 мкм.

Предложен оригинальный метод формирования псевдометаллических сеточных структур (ПМСС) – покрытие проводящим слоем серебра полимерные пленки ПММА или майлар, от 10 до 1000 мкм толщиной, со сквозными отверстиями полученными посредством рентгеновской литографии.

Преимуществом такого способа является исключение технологических этапов травления подложки в щелочи, что может приводить к ухудшению качества медного слоя, кроме того использование пленок калиброванной толщины позволяет задавать толщину получаемых ПМСС.

Измерения свойств полученных образцов полосовых пропускающих фильтров проводились с использованием суб-ТГц ЛОВ-спектрометра в полосе 0.1-1.5 ТГц. Продемонстрировано пропускание на уровне 96% при относительной полосе пропускания 10-25%.

[1] С. А. Кузнецов, Б. Г. Гольденберг, П. В. Калинин, В. С. Елисеев, Е. В. Петрова. Разработка селективных элементов терагерцовой квазиоптики методами LIGA-технологии для применений на мощном новосибирском лазере на свободных электронах // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, №9, 2009, с.38.

## Формирование наноструктур методом проекционной ЭУФ литографии. Первые результаты

Д.Г. Волгунов, С.А. Гусев, А.Ю. Климов, А.Я. Лопатин, А.Е. Пестов, А.С. Скрыль, Н.Н. Салащенко, М.Н. Торопов, Н.И. Чхало

Учреждение Российской академии наук Институт физики микроструктур РАН, Н. Новгород, Россия  
e-mail: [chkhalo@ipm.sci-nnov.ru](mailto:chkhalo@ipm.sci-nnov.ru)

В рамках контракта с РосАтомом по развитию элементной базы микроэлектроники нового поколения стартовавшего в 2004 г. [1] в ИФМ РАН был разработан стенд нанолитограф-мультипликатора с рабочей длиной волны 13,5 нм и расчетным разрешением 30 нм. Главной целью данного проекта являлась демонстрация принципиальной возможности создания в стране нанолитографа с рабочей длиной волны 13,5 нм и с расчетным разрешением (размер минимального рисунка топологии микросхемы) 30 нм. Актуальность этой задачи связана, как с современными тенденциями развития микроэлектроники, переход на технологические нормы 32-22 нм, так и рядом ограничений на экспорт технологий и оборудования в Россию.

Для решения этой задачи в рамках проекта был разработан ряд технологий до этого отсутствующих в России. К ним можно отнести технологию суперполировки подложек, обеспечивающую микрошероховатость поверхности на уровне 0,2 нм [2], метрологию и технологию коррекции (исправления) формы поверхностей сферических и асфериасферических подложек с субнанометровой точностью [3].

Оптическая схема литограф-мультипликатора приведена на рис. 1. Его работа происходит следующим образом. Электронный пучок с помощью магнитоэлектрической линзы фокусируется на кремниевую мишень, припаянную к водоохлаждаемому держателю. Флуоресцентное излучение в области L-линии кремния ( $\lambda=13,5$  нм) собирается в телесном угле 1 град коллектором, который представляет собой сферическое зеркало с отражающим Mo/Si покрытием. Отраженное от зеркала-коллектора излучение падает на зеркало-осветитель, состоящее из 25-ти мини-зеркал с отражающими Mo/Si покрытиями, которое формирует на маске излучение с равномерным распределением интенсивности размером  $3 \times 3$  мм<sup>2</sup>.

Маска представляет собой многослойное Mo/Si зеркало, покрытое поглощающим ЭУФ излучение слоем, в котором методами электронной литографии и плазмо-химического травления вскрыты окна с требуемым рисунком. Уменьшенное изображение рисунка на маске с помощью проекционного объектива формируется на пластине с фоторезистом.

Проекционный объектив разработан по схеме Шварцшильда и состоит из двух асферических,

выпуклого M1 и вогнутого M2, зеркал. Асферическая форма зеркал обеспечивает поле зрения объектива на маске  $3 \times 3$  мм<sup>2</sup>. В данном случае под полем зрения понимается область на маске, которая передается проекционным объективом с разрешением 30 нм.

После облучения части пластины с фоторезистом необходимой дозой излучения (для массового производства планируется 5-10 мДж/см<sup>2</sup>) пластина с фоторезистом и, при необходимости, маска, с помощью 2D-столов могут переместиться, и процесс засветки может быть повторен.

В настоящее время отсутствует система согласованного сканирования пластины с фоторезистом и маски, так что нанолитограф работает в режиме мультипликатора, т.е. формируется наноструктура и далее этот рисунок может мультиплицироваться на пластине на площади  $5 \times 5$  мм<sup>2</sup>. Точность установки координат между различными рисунками составляет около 1 мкм.

Для обеспечения изображения дифракционного качества положение ряда оптических элементов в проекционной схеме относительно друг друга (см. рис. 1) должно контролироваться с точностью  $\pm 50$  нм или в относительных единицах  $\sim 10^{-7}$  от номинальных значений. Для решения этой проблемы была выбрана следующая концепция построения оптической схемы прибора. Объектив изготавливался из инвара. На обратные стороны зеркал приклеивались обкладки емкостных датчиков положения, ответные обкладки с помощью инваровых кронштейнов устанавливаются на ситалловые колонны, у которых ТКЛР  $\approx 2 \cdot 10^{-8}$ . В случае отклонения положения зеркал от заданных значений производится коррекция их положения с помощью пьезоэлектрических актуаторов.

Для защиты оптической схемы от вибраций стенд смонтирован на платформе, подвешенной на системе пружин к станине которая, в свою очередь, установлена на накаченных воздухом ногах на отделенном от здания фундаменте. Температура в помещении поддерживается с помощью кондиционера в пределах  $\pm 0,5$  °C. В настоящее время нанолитограф собран, настроен и начаты работы по получению рисунков. Фотография установки приведена на рис. 2.

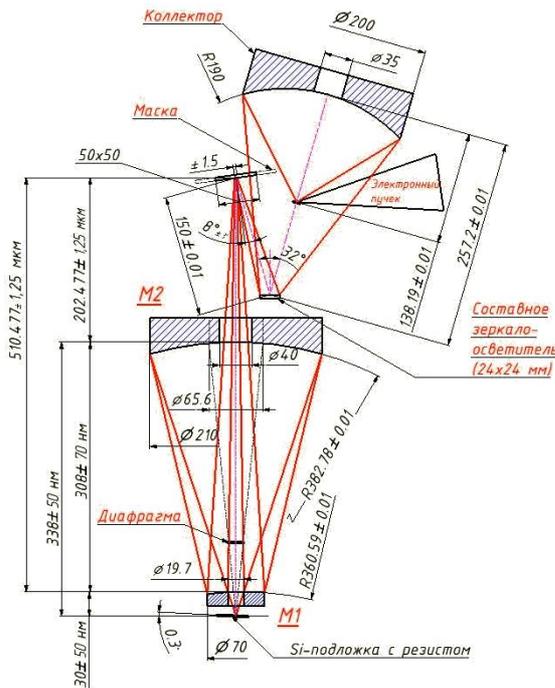


Рис. 1. Оптическая схема нанолитографа-мультипликатора.



Рис. 2. Фотография нанолитографа-мультипликатора

Эксперименты проводятся с фоторезистом ПММА13, разработанным в Институте химии ННГУ им. Н.И. Лобачевского с чувствительностью 4-5 мДж/см<sup>2</sup> [4].

К настоящему времени изготовлена маска, представляющая собой многослойное Mo/Si

зеркало покрытое фоторезистом на котором методом контактной ультрафиолетовой литографии нанесены 25 групп, состоящих из полос шириной 20, 10, 5 и 2 мкм, расположенные равномерно по полю 3×3 мм<sup>2</sup>. Вид одной группы полос, снятый на интерференционном микроскопе Talysurf CCI 2000, приведен на рис. 3.

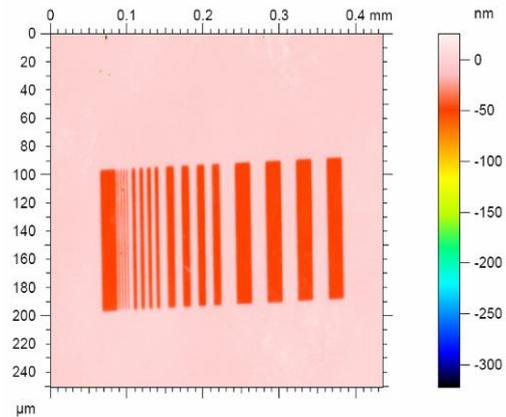


Рис. 3. Вид фрагмента маски, снятый на интерференционном микроскопе.

В докладе будут приведены последние данные, полученные при формировании наноструктур в фоторезисте.

Работа поддержана грантами РФФИ 07-02-00190, 08-02-00873, 09-02-00912 и ФЦП "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009 - 2013 годы".

[1] Гапонов С.В., Клюенков Е.Б., Салашенко Н.Н. и др. Материалы симпозиума «Нанозифика и нанозлектроника», Н. Новгород, 25-29 марта 2005, 1, 44 (2005).

[2] Барышева М.М., Вайнер Ю.А., Грибков Б.А. и др. Материалы симпозиума «Нанозифика и нанозлектроника», Н. Новгород, 15-19 марта 2010, 1, 55 (2010).

[3] Клюенков Е.Б., Пестов А.Е., Полковников В.Н. и др. Российские нанотехнологии, т. 3, № 9-10, 90 (2008).

[4] Булгакова С.А., Лопатин А.Я., Лучин В.И. и др. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, №1, 133 (1999).

г. Черноголовка, 20-23 сентября 2010

# **РЕНТГЕНОВСКАЯ МИКРОСКОПИЯ И ТОМОГРАФИЯ**



## К задаче об определении формы рентгеновского зонда

М.В. Чукалина<sup>1</sup>, Д.П. Николаев<sup>2</sup>, Д.В. Иржак<sup>1</sup>, М.А. Князев<sup>1</sup>, Д.В. Рошупкин<sup>1</sup>.

<sup>1</sup>Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия

<sup>2</sup>Институт проблем передачи информации имени А.А. Харкевича РАН, Москва, Россия  
e-mail: [chukalinamarina@mail.ru](mailto:chukalinamarina@mail.ru)

Локальные методы диагностики с применением рентгеновских зондов для корректной интерпретации получаемых результатов требуют знаний об используемом инструменте. Чтобы охарактеризовать зонд (правда, электронный), в работе [1] было предложено разделить задачу на 3 части: 1) определить понятие “размер зонда” на основе математической модели описания формы; 2) найти калиброванный объект, с помощью которого будут проведены измерения размера; 3) выбрать метод измерения. В первом пункте понятие размера выглядит привлекательным для количественных рентгеновских методов и хотелось бы применить такую логику для характеристики сфокусированных рентгеновских зондов.

Однако, обратимся к изображениям плотности распределения фотонов в фокальной плоскости фокусирующей системы (рис.1).

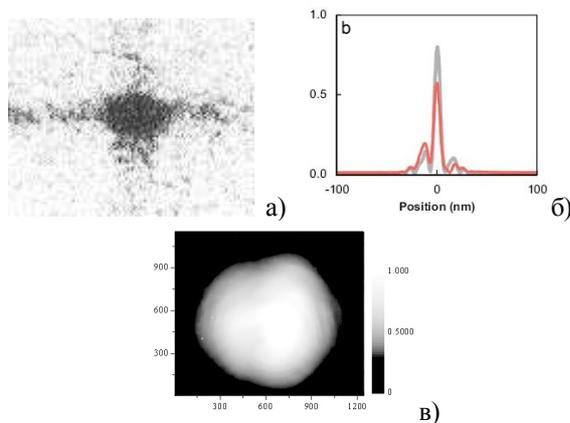


Рис.1 Изображения фокальных пятен для нескольких фокусирующих систем: а) - [2], б) - [3], в) - [4].

Трудно однозначно подобрать математическое описание каждому из этих распределений и предлагается переформулировать первую часть, сохранив количественное описание. В новой постановке подзадача звучит как “определение формы зонда”. Статистическая природа процессов излучения фотонов рентгеновского излучения подсказывает приемы количественной интерпретации результатов экспериментов по фокусировке. Чтобы представить характер распределения фотонов в фокальной плоскости, вычислим первые 4 момента распределения. Первый момент укажет центр тяжести, второй – охарактеризует величину разброса вокруг центра,

третий – определит наличие асимметрии и четвертый – эксцесс (островершинность).

Вторая подзадача, связанная с выбором калиброванного объекта для проведения измерений, остается актуальной также как и третья – выбор метода измерения. Для характеристики сфокусированных рентгеновских зондов сегодня используются ножевые диафрагмы в схемах с интегральными и позиционно-чувствительными [5] детекторами, сканирование щелью фокальной плоскости [6], применяются элементы структур, созданных методами микроэлектроники [7] или проволока [8, 9].

В докладе будут представлены результаты реконструкции формы сфокусированного рентгеновского зонда с использованием рентгенофлуоресцентных карт, полученных при сканировании фокальной плоскости “тонкой” пластинкой с нанесенным по некоторому шаблону флуоресцирующим слоем в виде уголка (т.е. с использованием микроструктуры (рис.2)).

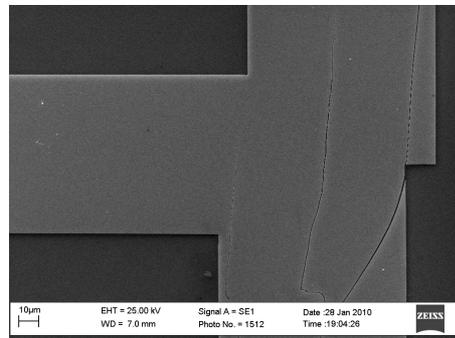


Рис.2 Изображение участка структуры, созданной методами микроэлектроники.

Выбор уголка в предлагаемом подходе обусловлен требованием на вырожденность ядра в уравнении (1), которое решается для восстановления формы рентгеновского зонда по рентгенофлуоресцентному сигналу. Фокальная плоскость сканируется уголком в 4 схемах (рис. 3). Схемы сканирования определяются алгоритмом решения уравнения:

$$S(x_0, y_0) = \iint K(x - x_0, y - y_0) I(x, y) dx dy \quad (1)$$

Здесь  $(x_0, y_0)$  - текущее положение уголка;  $S(x_0, y_0)$  - регистрируемое количество флуоресцентных квантов энергии  $E^1$  при

указанном положении структуры;  $I(x, y)$  - распределение рентгеновских квантов энергии  $E^0$  (энергии фокусируемого монохроматического пучка) в фокальной плоскости фокусирующей системы;  $K(x - x_0, y - y_0)$  описывает структуру с точки зрения геометрии шаблона, флуоресцирующих свойств регистрируемой линии  $E^1$  и включает параметры телесного угла, под которым видны элементы структуры при ее текущем положении  $(x_0, y_0)$ .

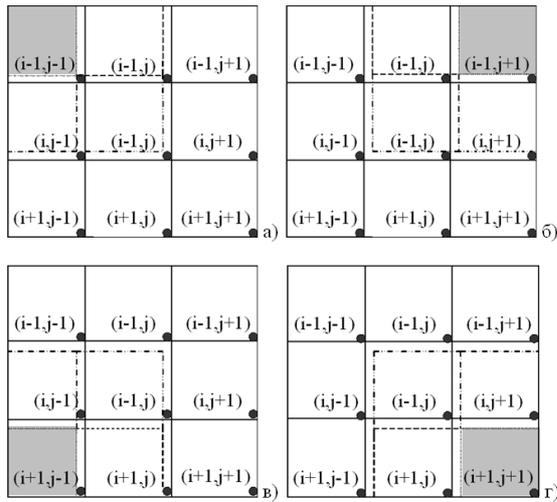


Рис.3 Иллюстрация четырех схем сканирования фокальной плоскости объектом.

Рис.3а – начальное положение структуры – левый верхний угол, направление сканирования слева-направо и сверху-вниз, рис.3б – начальное положение структуры – правый верхний угол, направление сканирования справа-налево и сверху-вниз, рис.3в – начальное положение структуры – правый нижний угол и направление сканирования справа-налево и снизу-вверх, рис.3г – начальное положение структуры левый нижний угол и направление сканирования – слева-направо и снизу-вверх. Серый пиксел с координатами  $(i - 1, j + 1)$  на рисунке 3в соответствует положению уголка на рис.4. Используя обозначения рис.3, приведем расчетную формулу для оценки значения  $I^1(i, j)$  при условии, что  $K = 1$  для темной части структуры (рис. 4) и  $K = 0$  для светлой ее части. Из полученных ниже выражений будет видно, что константы, характеризующие телесный угол при каждом конкретном положении структуры, могут быть опущены при модельных расчетах, результаты которых представлены ниже. Здесь верхний индекс, в данном случае "1", указывает

на номер схемы сканирования. Схемы сканирования пронумерованы согласно рис.3.

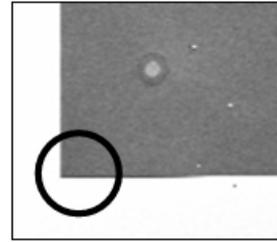


Рис.4 Положение структуры для третьей схемы сканирования, соответствующей рис.3в.

Запишем выражение для величины регистрируемого сигнала в схеме сканирования 1 (рис.3а) при положении уголка  $(i - 1, j - 1)$

$$S^1(i - 1, j - 1) = S^{i-1} + I_{i-1, j-1}^1(i - 1, j - 1)$$

Из-за наличия шума в распределении фотонов фокусируемого пучка, величина  $S^{i-1}$ , входящая в данное выражение и выражения ниже, не может считаться константой, но каждый раз описывает реализацию сигнала, поступившего от одной и той же площади объекта, оставшейся за пределами вынесенной на рисунок 3 части тестового объекта. В расчетах использовано распределение Пуассона для учета шумовой составляющей тестируемого модельного зонда. Запишем выражения для величины регистрируемого сигнала при смещении положения уголка в 3 соседние положения:

$$S^1(i - 1, j) = S^{i-1} + I_{i-1, j}^1(i - 1, j - 1) + I_{i-1, j}^1(i - 1, j)$$

$$S^1(i, j) = S^{i-1} + Str^i + I_{i, j}^1(i - 1, -1) +$$

$$I_{i, j}^1(i - 1, j) + I_{i, j}^1(i, j) + I_{i, j}^1(i, j - 1)$$

$$S^1(i, j - 1) = S^{i-1} + Str^i + I_{i, j-1}^1(i, j - 1)$$

После смещения объекта вниз на один шаг, площадь объекта, оставшаяся за пределами рисунка увеличится, и вклад в сигнал от приращенной части обозначен  $Str^i$ .

Исходя из изложенного выше, оценка значения

$$I^1(i, j) \text{ может быть записана как}$$

$$I^1(i, j) \approx S^1(i, j) - S^1(i - 1, j) - S^1(i, j - 1) + S^1(i - 1, j - 1)$$

Аналогично записываются выражения для оставшихся трех схем сканирования. В качестве результата реконструкции берется среднее арифметическое четырех рассчитанных значений.

В качестве модельного примера для иллюстрации работы алгоритма восстановления формы зонда рассмотрим распределение, представленное на рис. 5а. На рис.5б приведена реализация модельного зонда – распределение ( $10^6$  фотонов на изображении) + шум (распределение

Пуассона). На рис.5в представлена оценка шума как разность двух реализаций.

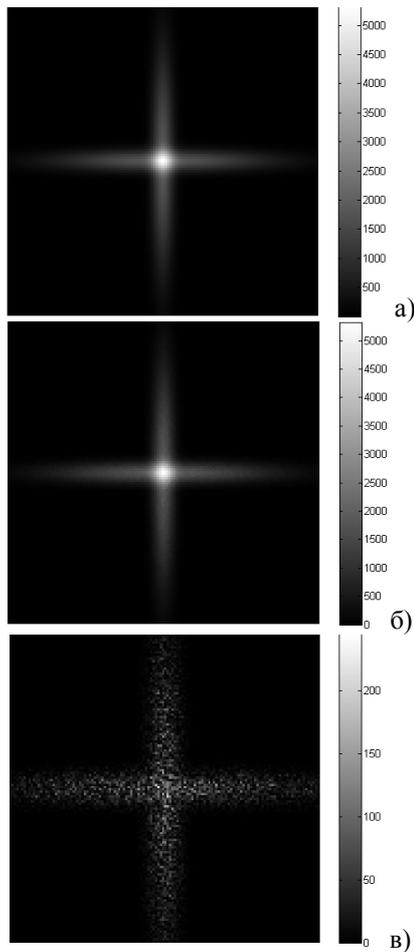


Рис.5 а) Модель зонда, б) реализация модельного зонда, в) оценка шума.

На рис.6 представлены а) рассчитанный согласно выражению (1) сигнал для 1-ой схемы сканирования, б) оценка значения интенсивности при использовании только этой схемы сканирования и в) результат реконструкции – оценка исходного распределения интенсивности в фокальной плоскости с учетом результатов 4 схем сканирования.

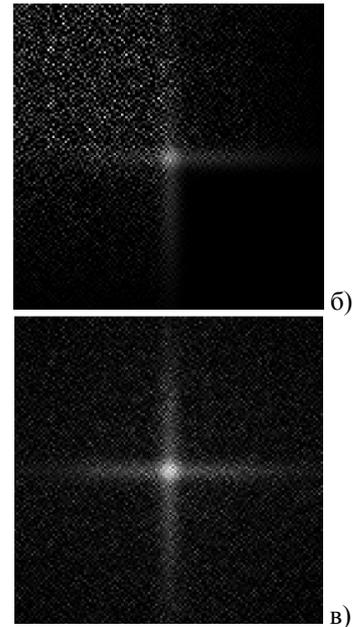
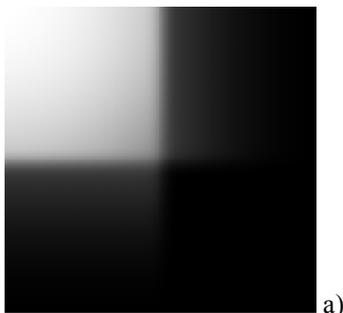


Рис.6 Иллюстрация работы алгоритма реконструкции формы зонда.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ 09-02-12251-офи\_м, PICS 3470.

- [1] Волк Ч.П., Горнев Е.С., Новиков Ю.А., Плотников Ю.И., Раков А.В., Тодуа П.А., Труды института общей физики имени А.М. Прохорова, том 62, 77(2006).
- [2] Schelokov I.A., D.V. Roschupkin, A.S. Kondakov, A.E. Yakshin, R. Tucoulou, M. Brunel, *Optics Commun.* 155, 1-3, 115(1998).
- [3] S. Handa, T. Kimura, H. Mimura, H. Yumoto, S. Matsuyama, Ya. Sano, K. Tamasaku, Yo. Nishino, M. Yabashi, T. Ishikawa, K. Yamauchi, *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Research A* (2009)accepted.
- [4] Jarre A., C. Fuhse, C. Ollinger, J. Seeger, R. Tucoulou, T. Salditt, *Phys. Rev. Lett.* 94, 074801-1 (2005).
- [5] H. Uchida, K. Hasuike, K. Torii and H. Tsunemi. *Japanese J. of Appl. Phys.* 1, 45, 6A, 5277(2006).
- [6] Snigirev A., V. Kohn, I. Snigireva, A. Souvorov, and B. Lengeler, *Appl. Opt.* 37, 4, 653(1998).
- [7] Chu Y. S., J. M. Yi, F. De Carlo, Q. Shen, Wah-Keat Lee, H. J. Wu, C. L. Wang, J. Y. Wang, C. J. Liu, C. H. Wang, S. R. Wu, C. C. Chien, Y. Hwu, A. Tkachuk, W. Yun, M. Feser, K. S. Liang, C. S. Yang, J. H. Je and G. Margaritondo, *Appl. Phys. Lett.* 92, 103119(2008).
- [8] Аврутин В.С., Гартман Я.М., Зайцев С.И., Зуев А.П., Изюмская Н.Ф., Ушаков Н.Г., Чукалина М.В., *Изв. Ак. наук, сер. физ.* 61, 10, 1999(1997).
- [9] Lankosza M., Sieber J., *Rev. of scient. Instr.* 71, 7, 2640(2000).

## Обработка сигналов в методе фазоконтрастной томографии на лабораторных источниках рентгеновского излучения.

Н.В.Цвигун, Е.В.Минеев, А.В.Бузмаков, А.С.Геранин, В.Е.Асадчиков, М.В.Ковальчук  
 Учреждение Российской академии наук Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН,  
 Москва, Россия  
 e-mail: [n\\_tsvigun@mail.ru](mailto:n_tsvigun@mail.ru)

В последнее время для получения рентгеновских изображений всё чаще применяются двумерные ПЗС-детекторы. ПЗС матрица регистрирует не сами рентгеновские кванты, а выбитые ими электроны. Каждый пиксель матрицы представляет собой квантовую яму в кремниевой подложке, которая может накапливать до  $10^5$  электронов. Таким образом, основное ограничение, накладываемое ПЗС-детектором, состоит в том, чтобы количество фотоэлектронов в каждом пикселе за время экспозиции не превышало глубину квантовой ямы. Рентгеновские кванты разных энергий могут порождать различное количество фотоэлектронов. Поэтому перед нами стояла задача сопоставить число отсчётов ПЗС-детектора с числом поглощённых рентгеновских квантов.

При этом стоит учесть, что ПЗС показывает распределение рентгеновского пучка в матрице из пикселей, каждый из которых размером порядка  $10 \times 10$  мкм.

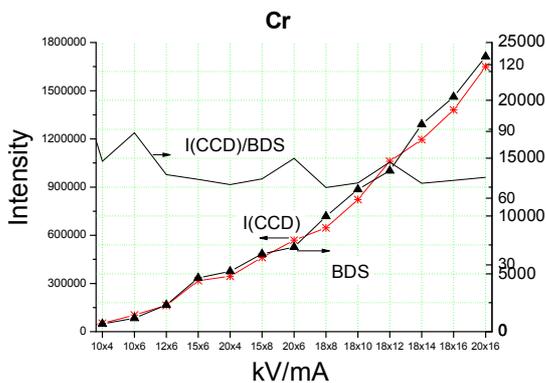


Рис.1. Измеренные на разных детекторах интенсивности и их соотношение для хромового излучения.

Мы считали, что общее число отсчётов ПЗС-детектора должно соответствовать числу квантов, зарегистрированных сцинтилляционным детектором (БДС-9). Для двух энергий мы их сопоставили. Эти значения получены при разных интенсивностях рентгеновского излучения, что, естественно, соответствует и разным нагрузкам

сцинтилляционного детектора. Диапазон измерения интенсивностей сцинтилляционного детектора был увеличен применением фильтров, калиброванных по величине поглощения. Результаты измерений представлены на рис. 1 и 2.

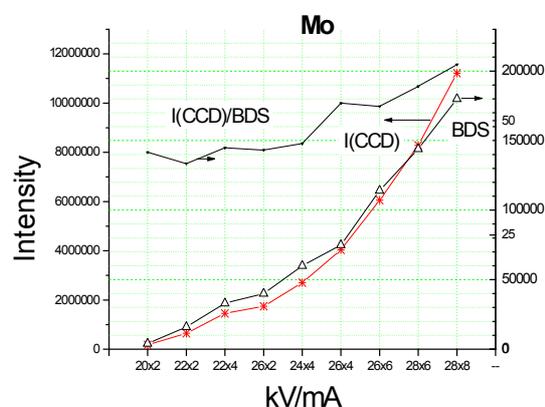


Рис.2. Измеренные на разных детекторах интенсивности и их соотношение для молибденового излучения.

Эти измерения позволяют определить число отсчётов матрицы, приходящихся на 1 рентгеновский квант. Для молибденового излучения оно равно  $49 \pm 8$  отсчётов/квант, а для хромового  $72 \pm 7$  отсчётов/квант.

Таким образом, мы получаем возможность количественно оценить точность проводимых нами измерений. Это особенно важно при анализе слабых сигналов, что имеет место, в частности, при фазоконтрастных томографических измерениях [1, 2].

Для проведения таких измерений нами была создана соответствующая экспериментальная установка (Рис.3).

Её оптическая схема состоит из двух монокристаллов кремния, один из которых служит кристаллом-монокроматором для выделения характеристической линии излучения рентгеновской трубки, а второй является кристаллом-анализатором, реализующим фазовый контраст.

При этом первый кристалл является асимметричным, что дает не только большую

пространственную ширину, но и меньшую угловую расходимость рентгеновского пучка.

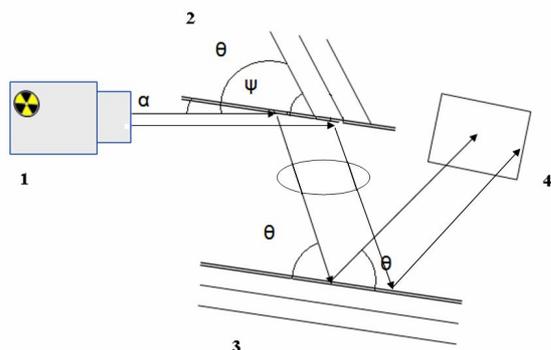


Рис.3. Схема установки с двухкристальной системой: 1 - источник рентгеновского излучения, 2 - монохроматор, 3 - кристалл-анализатор, 4 - детектор.

В эксперименте на детекторе получаются изображения с градиентом фазы вдоль поперечной координаты (соответствующей отстройке от брэгговского отражения). В предложенном алгоритме обработки данных предполагается, что восстановление проходит в два этапа. На первом шаге берется интеграл от проекционных экспериментальных данных, которые пропорциональны производной от коэффициента линейного поглощения исследуемых образцов. На втором шаге происходит реконструкция изображения с применением традиционного метода обратных проекций.

Нами были исследованы тестовые образцы с цилиндрической симметрией. Полученные результаты подтверждают возможность проведения исследований методом фазоконтрастной томографии на лабораторных установках.

[1] В.Н. Ингал, Е.А. Беляевская «Метод фазодисперсной интроскопии» ЖТФ, 1997, т.67, №1

[2] В.А.Бушуев, А.А. Сергеев «Обратная задача в методе рентгеновского фазового контраста» ЖТФ,1999,т.25, №3

## Обработка сигналов в томографии при использовании различных рентгенооптических схем

А.В. Бузмаков<sup>1</sup>, В.Е. Асадчиков<sup>1</sup>, Д.А. Золотов<sup>1</sup>, Р.А. Сенин<sup>2</sup>, М.В. Чукалина<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия

<sup>2</sup>РНИЦ "Курчатовский институт", Москва, Россия

<sup>3</sup>Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, Черноголовка, Россия  
e-mail: [buzmakov@gmail.com](mailto:buzmakov@gmail.com)

Разрешение современных микротомографов зачастую ограничено пространственным разрешением детектора и составляет 6-10 мкм.[1] На синхротронных источниках часто используют детекторы, где рентгеновское изображение конвертируется в световое, которое затем оптическим путём увеличивается или уменьшается до размера CCD-матрицы. Это позволяет достичь разрешения порядка 1 мкм. Однако и эффективность таких систем невелика.

Другой путь повышения разрешения связан с использованием увеличивающих рентгенооптических элементов. Применяемые на синхротронных станциях зонные пластинки Френеля позволяют достичь субмикронного разрешения.

При увеличении разрешения поток рентгеновских квантов в один чувствительный элемент уменьшается, как квадрат коэффициента увеличения. В связи с этим уменьшается также соотношение «сигнал-шум» и как следствие контрастность получаемых рентгеновских изображений. Однако, качество получаемой томографической реконструкции зависит также и от числа получаемых рентгеновских проекций. Т.о. следует искать оптимум, между качеством одной проекции и количеством проекций. Этот выбор можно сделать на основании свойств выбранного математического алгоритма реконструкции, который таким образом становится важной частью самого томографического эксперимента.

Разработка и оптимизация алгоритмов восстановления рентгеновского микротомографического изображения абсолютно необходима для повышения качества реконструкции, устранения артефактов и, следовательно, повышения достоверности результатов исследований, что создаёт возможность применения данных результатов широком кругом пользователей.

В последнее время классические Фурье-методы обработки томографических данных, в том числе метод свёртки и обратного проецирования, стали уступать позиции более гибким алгебраическим методам [2]. Разработка новых алгебраических алгоритмов реконструкции позволяет использовать методы адаптивной обработки изображений, учитывать

морфологию и априорные данные об объекте. Отметим, что алгебраические методы требуют для реконструкции меньшее число проекций, чем метод свёртки и обратного проецирования, и менее чувствительны к высокочастотным шумам в экспериментальных данных.

Нами предлагается новая модификация (RegART) [3] алгебраического метода реконструкции (SART). Известно, что алгебраические методы основаны на решении систем линейных алгебраических уравнений и являются итерационными. Суть внесённых улучшений состоит во введении этапа нелинейной фильтрации между итерациями метода SART. На этапе фильтрации применялся медианный фильтр с размером анализируемой области 3 на 3 пикселя. Причём влияние этого фильтра уменьшалось по мере увеличения номера итерации. Это позволило на начальных шагах работы алгоритма отсеять резкие шумовые пики, а в конце работы алгоритма выявить тонкие детали изображения.

Было проведено восстановление стандартного в томографии фантома Шеппа-Логана размером 200 пикселей с внесённым в проекции 1% аддитивным шумом. Показано, что классический метод свёртки и обратного проецирования даёт изображение, искажённое высокочастотным шумом, алгебраический метод SART даёт размытое изображение, а модифицированный алгебраический метод даёт изображение с самыми резкими краями. Следует также отметить, что алгебраический метод (SART и RegART) почти лишён радиальных артефактов, которые неизбежно возникают при использовании метода свёртки и обратного проецирования.

Метод RegART является итерационным и поэтому обработка 180 проекций 1000 на 1000 px на процессоре AMD Opteron 275 (2.4 ГГц) занимает порядка 5 минут. Для повышения производительности нами была написана реализация RegART с использованием технологии CUDA, т.е. для расчетов использовалась графическая карта. Это позволило на видеокarte Nvidia GeForce GTX280 получить ускорение порядка 300 раз и сократить время реконструкции до 1 сек.

Высокая скорость работы, низкий уровень шумов и необходимость меньшего

числа проекций, чем в методе свёртки и обратного проецирования, делает RegART оптимальным методом для реконструкции томографических данных, получаемых как в обычной томографии, так и в схемах с увеличением.

[1] Senin R. A. , Buzmakov A.V., Konovko A.V., Smirnov I.S., Geranin A.S. and Asadchikov V.E., "Gain in spatial resolution of X-ray laboratory microtomographs with enlarging X-ray optical elements", *Journal of Physics: Conference Series*, 186, 2009, 012035, pp. 1-3.

[2] Klaus Mueller. "Fast and accurate three-dimensional reconstruction from cone-beam projection data using algebraic methods" //The . Dissertation. 1998

[3] Chukalina M., Nikolaev D., Simionovici A. (2007) "ART in X-ray tomography: image noise reduction", European Conference on Modelling and Simulation, 309-312.

## X-Ray and Ion Optics for Reconstruction 3-Dimension Images Biologic and Cristal Objects

A.V. Kuyumchyan<sup>a,b</sup>, V.L. Arvanian<sup>c</sup>, D.A. Kuyumchyan<sup>d</sup>, V.V. Aristov<sup>a</sup>, E.V. Shulakov<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Institute of Microelectronics Technology, RAS, 142432, Chernogolovka, Russia;

<sup>b</sup>American NanoScience and Advanced Medical Equipment, INC, CA 91206, USA;

<sup>c</sup>SUNY Stony Brook, NY 11794, USA ;

<sup>d</sup>Riverside Community College, 4800 Magnolia Avenue, CA 92506, USA

e-mail: [arkuyumchyan@inbox.ru](mailto:arkuyumchyan@inbox.ru)

### ABSTRACT

A new hard X - ray hologram with using crystal Fresnel zone plates (ZP) has been described. An image of Fourier hologram for hard X- ray is presented. X-ray phase contrast methods for medical diagnostics techniques are presented. We have developed an X-ray microscope, based on micro focus source which is capable of high resolution phase-contrast imaging and holograms. We propose a new imaging technique with the x-ray energy 8 keV. The method is expected to have wide applications in imaging of low absorbing samples such as biological and medical tissue. We used FIB for reproduction of three dimension structures of damaged spinal cord of adult rats that received lateral hemi section spinal cord injury and treatment with neurotrophin NT3.

X-ray microscopy is a powerful imaging method for life, materials and environmental sciences. High-resolution 3D images of nano size and biological samples are currently made by: ZP X-ray microscopy, transmission electron microscopy and atomic-force microscope. The wave front reconstruction process first proposed by Gabor [1] and subsequently enhanced by Leith and Upatnieks [2] which produces three-dimensional imagery. The recent times soft X-ray hologram have been carried out at Jacobsen [3], Watanabe [4] and hard X-ray hologram have been carried out at Snigirev [5] and Kuyumchyan [6]. In work [6] crystal ZP was used to reproduction of a hologram image for hard X-ray radiation and recorded for the first time.

In this paper, we describe a new special geometry for recording hard X-ray hologram with using crystal ZP. As shown practically [7], such ZP had advantages like small absorption, high efficiency and high spatial resolution. We note the low efficiency ZP can be used only with synchrotron radiation. For laboratory source we need to have the efficiency about few tens percents. In works [6,7], ZP from silicon mono-crystal for axis geometry having 39% efficiency was prepared for the first time by means of electron lithography and ion plasma etching. In experiment on the beam line BL29XU of the synchrotron source SPring-8 (Japan) the resolution of this lens was measured by means of knife scan which good corresponds to the theoretical estimation  $\delta = 1.22\Delta r$ . In this paper, we recording X-ray Fourier hologram were prepared silicon crystal ZP which has 50nm resolution. The relative efficiency of the first order zone plate is 29.86 %, the absolute efficiency is 28.6 % for X-ray energy 8 keV.

Two objects have been tested in this study. First type for development nanotechnology and the second type for visualization of images damaged spinal cord of adult rat. First objects consisted of the

word-combination "X - Ray Fourier hologram". They were prepared on the silicon crystal membranes by electron-beam lithography and ion-plasma etching. Second object, the damaged spinal cords of adult rat, with and without treatment with neurotrophin NT3 secreting from genetically engineered fibroblast [8, 9]. We recorded the image of X-ray phase contrast of the damaged spinal cords from adult rats that received a lateral hemisection injury and the NT3 treatment. Present time the resolution of transmission electron microscopy, atomic-force microscope and focused ion beam (FIB) microscopy are better that the X-ray microscopy. We used the image of FIB of the damaged spinal cords to visualize the site of injury and the effects of gene therapy with engineered fibroblasts secreting NT-3.

**THE EXPERIMENT.** The experimental study X-ray hologram and phase contrast on the based micro focus source. We consider two different experimental setups. The first setup was used for investigation X-ray hologram by means of ZP made from silicon at the X-ray energy 8 keV (Fig. 1). The second setup was used for obtaining the phase contrast of the damaged spinal cords with and without gene therapy, at the x-ray energy 17 keV. The procedures of spinal cord injury and treatment administration have been performed in accordance with protocols approved by Institutional Animal Care and Use Committee at SUNY/SB, and described in details in [8, 9].

The images of the test silicon object consisting of the word-combination "X - Ray Fourier hologram" (Fig. 2a). The test objects have been prepared on the silicon crystal membranes 2 $\mu$ m thick by electron-beam lithography and ion-plasma etching. The width of the letters is from 100nm to 2 $\mu$ m and the height is from 50nm to 30 $\mu$ m which gives a different phase shift from 0.1 $\pi$  to 2 $\pi$ . In our experiments, we used cercal ZP for recording

Fourier holograms. A cercal ZP of the first and third orders for X-ray radiation 8 keV has been made. At this energy the relief height shifting the phase to  $\pi$  is  $10.5 \mu\text{m}$ . The parameters of the compound ZP used are the following: the focal distance of first and third orders ZP is  $f=13.229\text{m}$  for  $0.1\text{nm}$  wavelength. The entire aperture is  $400.0016\mu\text{m}$ . The width of the last zones of the first and third orders is  $100\text{nm}$ , the number of the first and third order zones is 1223, the relief height is  $7\mu\text{m}$  and phase shift is  $0.685 \pi$ . The relative efficiency of the first order zone plate is 29.86 %, the absolute efficiency is 28.6 % for X-ray energy 8 keV. The optical image of the biological object, i.e. the injured spinal cord from the rat that received the treatment with NT-3, is show in Fig. 2b.

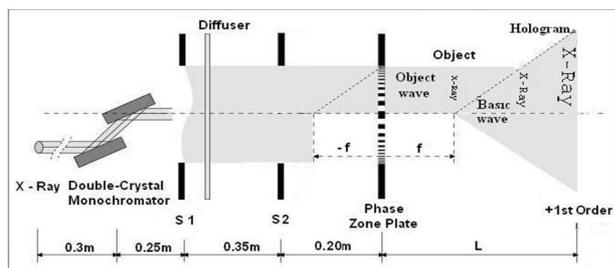


Fig.1. Scheme of experiment for recording a hologram mage



Fig. 2. SEM image of the test object (a), Optical image of the damaged spinal cord from rat that received lateral hemisection injury at thoracic T10 level (b).

In first case the reproduction of the test object image has been carried out experimentally using the first order phase ZP. In this case the hologram produces by means of zero and first order of ZP. We used zero order as an object wave and first order as a basic wave. Behind the test object an interference image (hologram) is formed which is recorded by a CCD-camera with the resolving power  $1\mu\text{m}$  at the distance from  $L = 2f$  up to  $L = 4f$  (Fig.3a). The hologram is formed when a subject wave field  $E_S$  scattered by the sample and a coherent basic wave field  $E_B$  are made to interference. We design photo resist (under patent) for recording X-ray hologram

from 6 keV up to 8 keV. The photo resist is used to record the X-ray hologram which consists of the interference between the object wave from zero order ZP and the basic wave from first order ZP Fig.1. We also record the image of X-ray phase contrast of the damaged spinal cord that received either no treatment or after gene therapy. For record the X-ray phase contrast is used two asymmetric monochromators Si(220) with factor asymmetry  $b_1=b_2=9$  at the x-ray energy 17 keV. The image of X-ray phase contrast of the damaged spinal cord with no treatment is shown in Fig.3b

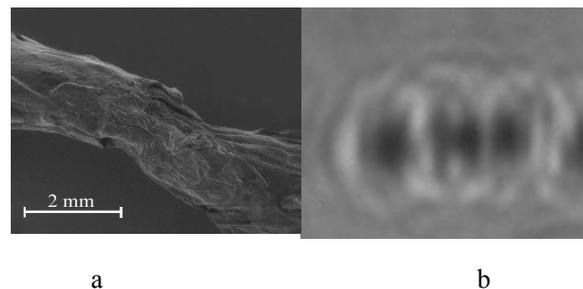


Fig. 3. The experimental results. The hologram image of the test object for Fresnel region, X-ray energy is 8 keV (a) and X-Ray phase contrast of the damaged spinal cord without gene therapy, X-energy is 17 keV (b)

We present the results of both experimental and theoretical to retrieval hologram at the X-ray energy 8 keV. A numerical calculation method is used to retrieval X-ray Fourier hologram [10]. The process of reconstructing the real image consists of illuminating the hologram with a same basic wave  $E_B$ . The sketch of the principal to retrieval X-ray hologram is shown on Fig.4. After illuminating the hologram with wave  $E_B$  we recorded intensity  $I(x, y)$  of diffraction wave which consist three different waves (formula 1). The imaginary image:  $E_B E_S(x, y) e^{i\Phi(x, y)}$  we can not use this image. Basic wave:  $e^{i\alpha x} [E_B^2 + E_S^2(x, y)]$  gives radiation background. Reproduction of hologram:  $E_B E_S(x, y) e^{-i(2\alpha x + \Phi(x, y))}$  which gives three dimension structures of test object.

$$I(x, y) = E_B E_S(x, y) e^{i\Phi(x, y)} + e^{i\alpha x} [E_B^2 + E_S^2(x, y)] + E_B E_S(x, y) e^{-i(2\alpha x + \Phi(x, y))} \quad (1)$$

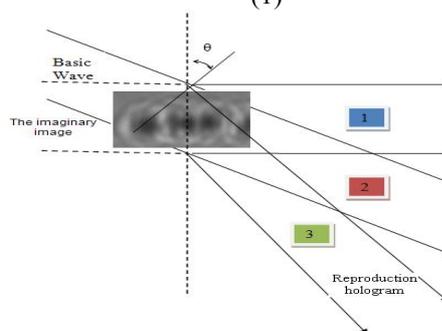


Fig 4. The sketch of the principal to retrieval X-ray hologram

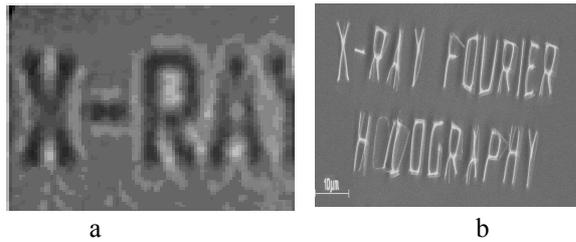


Fig.5. The theoretical and experimental results. (a) Calculated results to retrieval hologram for X-ray energy 8 keV. (b) Experimental results to retrieval hologram for X-ray 8 keV.

In our experiments, we used focused ion beam, also known as FIB for reproduction three dimension structures of damaged spinal cord of rats that received a lateral hemisection injury and treatment with NT3. This FIB technique had been used particularly in the semiconductor and materials science fields for site-specific analysis. The common smallest beam size of FIB is 2.5-6 nm. In this study we have attempted to visualize the damaged spinal cords of experimental animal that received gene therapy with engineered neurotrophin-3 (NT-3), which was found previously to enhance transmission in the spinal cord of uninjured rat, and strengthen function of synaptic connections in the injured cord [8, 9]. Visualization of fibers at different time points following incomplete spinal injury will facilitate development of treatments targeting recovery of function after spinal cord injury. The experimental results 3D FIB of the damaged spinal cord is shown in Fig.6 a-b

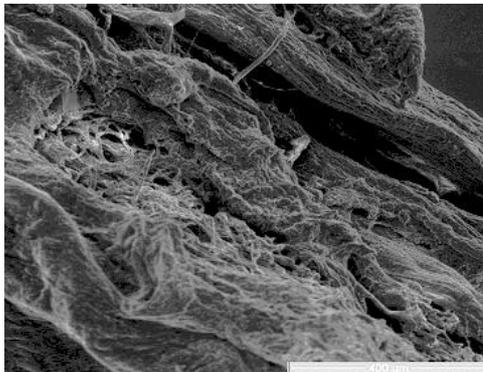
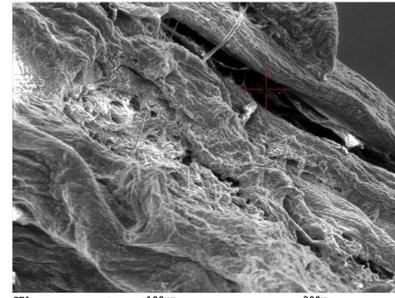


Fig.6a



EDS Quantitative Results

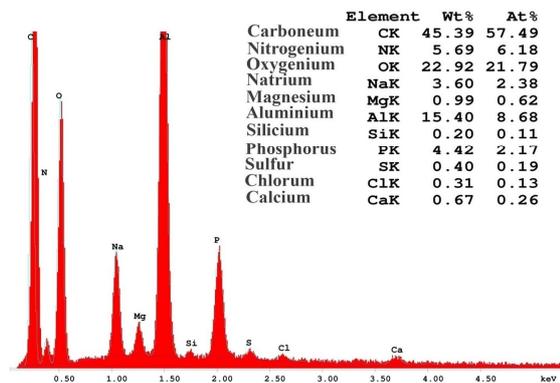


Fig.6b

The authors are grateful to financial support of RFBR: Pr. № 07-02-01015, and of NY State DOH.

- [1] D. Gabor, Proc. Roy. Soc. (London) A197, 454 (1949).
- [2] E. Leith and J. Upatnieks, J. Opt. Soc. Am. 54, 1295 (1964).
- [3] C. Jacobsen, M. Howells, J. Kirz, S. Rothman, J. Opt. Soc. Am., A7, 1847-1861 (1990).
- [4] N. Watanabe, K. Sakurai, A. Takeuchi, S. Akoi, X-ray Microscopy and Spectromicroscopy, Spring Verlag, Heidelberg, (1996).
- [5] W. Leitenberger, T. Weitkamp, M. Drakopoulos, I. Snigireva, A. Snigirev, Optics Communications, 180, 233-238 (2000).
- [6] A. Kuyumchyan, Souvorov, T. Ishikawa, A. Isoyan, V. Aristov, J. Applied Physics, Japan, 417-419 (2005).
- [7] A. Kuyumchyan, A. Isoyan, E. Shulakov, V. Aristov, A. Snigirev, I. Snigireva, A. Souvorov, K. Tamasaku, M. Yabashi, T. Ishikawa, K. Trouni, Proc. of SPIE vol. 4783, 92 (2002).
- [8] V. Arvanian, W. Bowers, J. Petruska, V. Motin, H. Manuzon, W. Narrow, H. Federoff, L. Mendell. J. Neurophysiol. 92, 2394-2404, (2004).
- [9] V. Arvanian, W. Bowers, A. Anderson, P. Horner, H. Federoff, L. Mendell, Experimental Neurology vol.197, 347-352 (2006).
- [10] J. Fienup, Opt. Engineering, 19, 297-305 (1980).

## **Рентгеновская микротомография биологических объектов в монохроматическом излучении на лабораторных источниках**

В.Е. Асадчиков

Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия

e-mail: [asad@crys.ras.ru](mailto:asad@crys.ras.ru)

Рентгеновская микротомография в последние годы интенсивно развивается на синхротронных источниках рентгеновского излучения. В лабораторных рентгеновских микротомографах наиболее часто используется жёсткое тормозное излучение с достаточно широким спектром. Нами показано, что при исследовании биологических объектов, целесообразнее всё же использовать более мягкое и монохроматическое рентгеновское излучение в диапазоне длин волн 0.7-2.5 Å, что соответствует K-линиям возбуждения Cr, Fe Co, Ni, Cu, Mo, т.е. тем самым материалам, наиболее часто используются в качестве анодов для лабораторных рентгеновских трубок. Продемонстрирована возможность создания на базе этих трубок лабораторных микротомографов с использованием кристаллов-монокроматоров. Показано, что разрешение таких микротомографов может быть повышено применением увеличивающих рентгенооптических элементов. Впервые продемонстрирована возможность проведения рентгеновских томотомографических экспериментов в лабораторных условиях. Представлены результаты исследования ряда объектов.

## Рентгеновская томография и топо-томография слабопоглощающих кристаллов на лабораторных источниках

Д. А. Золотов,<sup>1</sup> В. Е. Асадчиков,<sup>1</sup> А. В. Бузмаков,<sup>1</sup> А. Э. Волошин,<sup>1</sup>  
А. А. Ширяев,<sup>1</sup> И. С. Смирнов<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Учреждение Российской академии наук институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия

<sup>2</sup>Московский государственный институт электроники и математики, Москва, Россия  
e-mail: [zolotovden@ns.crys.ras.ru](mailto:zolotovden@ns.crys.ras.ru)

Ранее нами было показано, что рентгеновская абсорбционная томография на лабораторных источниках в диапазоне длин волн 0.5–2.5 Å перспективна для исследования биологических объектов [1]. Однако существуют кристаллические материалы, например, природные алмазы, у которых линейный коэффициент поглощения близок по значению с биологическими объектами. Поэтому метод абсорбционной томографии в названном диапазоне длин волн может быть успешно применен и для исследования их объемной структуры и особенно микровключений таких кристаллов.

В работе нами исследовались так называемые природные волокнистые алмазы, которые представляют особенный интерес из-за уникального состава микровключений богатых CO<sub>2</sub>, водой, карбонатами, силикатами или хлоридами. Для построения детальных моделей алмазообразования важно иметь информацию о пространственном распределении микровключений по сечению кристаллов. Для волокнистых алмазов данная информация в литературе почти отсутствует.

Методика рентгеновской компьютерной томографии основана на законе поглощения рентгеновского излучения и состоит из регистрации большого количества двумерных проекций, полученных при вращении образца в диапазоне углов от 0 - 180°. Использование в конструкции нашего микротомографа (рис.1) кристалла-монохроматора дает возможность получить количественную оценку величины линейного коэффициента поглощения в исследуемых образцах. Трехмерное распределение линейного коэффициента поглощения может быть восстановлено по набору проекций с использованием известных алгоритмов обработки данных, например, метода свертки и обратных проекций.

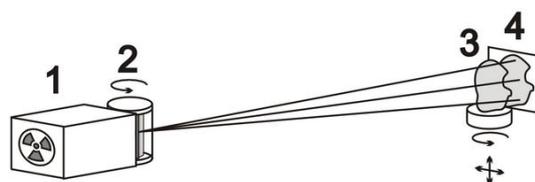


Рис. 1. Схема лабораторного микротомографа.  
1 – источник рентгеновского излучения с кристаллом монохроматором; 2 – образец, закрепленный на гониометре; 3 – ПЗС-матрица (1024×1152 ячеек с размером 13×13 мкм<sup>2</sup>).

Нами исследовались кристаллы с характерными размерами 3 – 5 мм. На лабораторном микротомографе впервые получены рентгеновские томограммы ряда природных волокнистых алмазов 3-х разновидностей (классификация по Ю. Л. Орлову [2]). При проведении экспериментов выяснилось, что целесообразно использовать характеристическое рентгеновское излучение молибдена (MoK $\alpha$   $\lambda=0,71$  Å) во избежание появления артефактов, возникающих в результате сильного поглощения. Полученное на томограммах разрешение составило ~15 мкм. Продолжительность одного томографического эксперимента составляла не более 3 часов.

На рис. 2. показано, что в волокнистых кристаллах присутствуют большие (десятки микрон) гетерогенные минеральные включения. Эти включения несут ценную информацию об условиях роста кристаллов. Обнаружена значительная неоднородность пространственного распределения микровключений по объему кристаллов, что указывает на переменную скорость роста кристаллов и/или изменения химического состава ростовой среды.

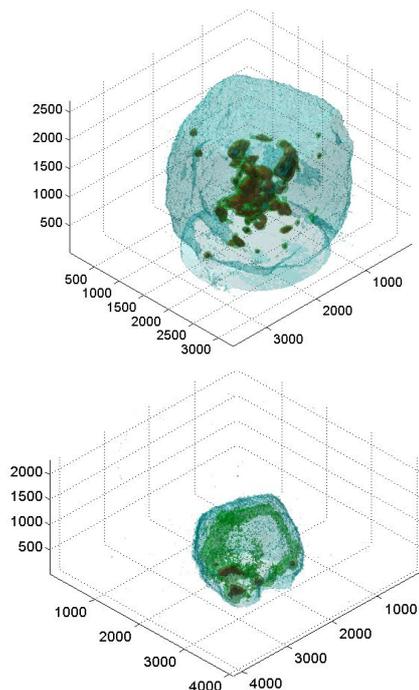


Рис.2. Рентгеновские томограммы исследуемых образцов (MoK $\alpha$   $\lambda=0,71$  Å). Представлена богатая микровключениями внутренняя структура. Шкала указана в микронах.

Для повышения информативности данного метода важно использовать более высокое ( $\sim 1$  мкм) пространственное разрешение. Для этого в рентгеновской оптике широко применяются ассиметрично срезанные кристаллы, которые позволят расширить рентгеновский пучок и тем самым увеличить пространственное разрешение в обоих направлениях пропорционально коэффициенту асимметрии. Схема лабораторной установки показана на рис.3.

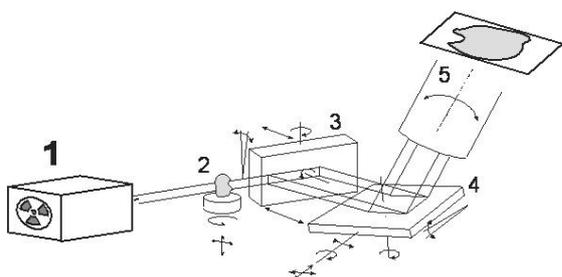


Рис.3. Схема лабораторного увеличивающего микротомографа. 1 – источник рентгеновского излучения; 2 – образец, закрепленный на гониометре; 3 – первый кристалл; 4 – второй кристалл; 5 – ПЗС-матрица ( $2048 \times 2048$  ячеек с размером  $13 \times 13$  мкм $^2$ ).

На данной установке исследовался кристалл природного алмаза с характерными размерами

$1 \times 1$  мм. В экспериментах использовалось характеристическое рентгеновское излучение меди (CuK $\alpha$   $\lambda=1,54$  Å). Использование такого подхода позволило нам достигнуть пространственного разрешения  $\sim 1$  мкм.

На рис. 4. представлена трехмерная реконструкция исследуемого природного алмаза. Видно, что внутри образца присутствуют включения размером  $>50$  мкм и плотность их в несколько раз выше, чем у алмазной матрицы.

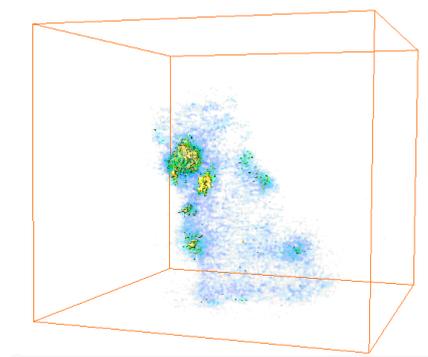


Рис.4. Восстановленная трехмерная структура природного алмаза.

Таким образом, метод рентгеновской компьютерной томографии с использованием монохроматического излучения может быть с успехом использован для детального неразрушающего исследования трехмерной микроструктуры природных алмазов и их включений.

Однако, в объеме синтетических кристаллов наличие микровключений практически исключено. В то время как вопрос о пространственном распределении иных дефектов в их структуре является актуальным. Для решения этой проблемы целесообразно воспользоваться методом дифракционной томографии или «топо-томографии» [3].

Основным отличием этого метода от традиционной томографии является то, что ось вращения образца в процессе эксперимента должна быть параллельна вектору обратной решетки одной из отражающих плоскостей кристалла. Это достигается путем поворота гониометра на угол  $90^\circ - \theta_B$  к падающему рентгеновскому пучку, где  $\theta_B$  – соответствующий угол Брэгга.

На рис. 5. представлена схема соответствующей лабораторной экспериментальной установки.

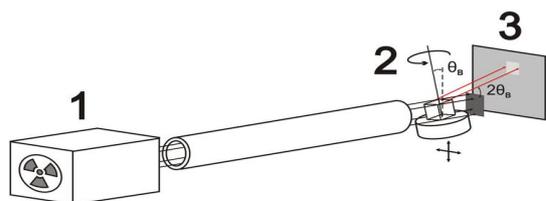


Рис. 5. Схема эксперимента: 1 – источник рентгеновского излучения; 2 – образец, закрепленный на гониометре; 3 – ПЗС-матрица (1024×520 ячеек с размером 13×13 мкм<sup>2</sup>).

Нами исследовался кристалл кубической формы фтористого лития (LiF) с характерными размерами 3 мм и кристаллографической ориентацией 100 (второй порядок отражения). Исследуемый кристалл крепился на гониометре, и освещался полихроматическим («белым») рентгеновским излучением с возбужденной характеристической К-линией молибдена. При этом исследуемый кристалл поглощает не более, чем  $e$  раз. Гониометр был повернут относительно пучка на угол Брэгга 10.14° (рис.5). Автоматическое вращение образца осуществлялось в диапазоне углов от 0° до 360° с угловым шагом 1°. Каждый раз при повороте на двумерном детекторе регистрировались проекция в отраженном пучке.

Для восстановления использовался известный в абсорбционной томографии метод ART (Algebraic Reconstruction Technique) с учетом наклона оси вращения [4]. В результате была получена реконструкция трехмерной структуры объекта в дифрагированном пучке (рис. 6.).

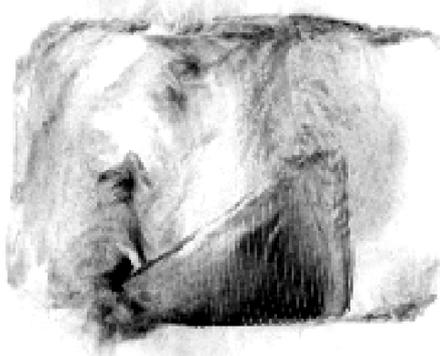


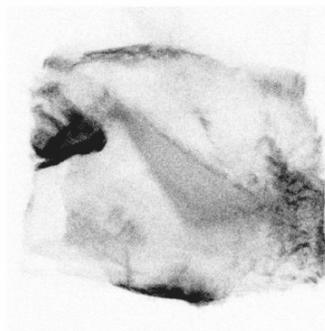
Рис. 6. Реконструкция кристалла LiF. по топографическим данным. Пространственное разрешение ~ 30 мкм.

Следует отметить, что полученные дифракционные отражения носят кинематический характер, а поверхность кристалла состоит из сильно разориентированных блоков (ориентационный контраст).

Полученные результаты сопоставлялись с топографическими исследованиями по методу Ланга (рис. 7а.).



а)



б)

Рис. 7. Топограммы кристалла LiF. а) по методу Ланга; б) по методу «топо-томографии», полученные на длине волны рентгеновского излучения MoK $\alpha$  ( $\lambda = 0.71 \text{ \AA}$ ).

Видно, что полученные топограммы практически совпадают. Но в отличие от двумерных секционных топограмм Ланга метод «топо-томографии» позволяет получать трехмерную картину распределения дефектов внутри кристалла.

Таким образом, нами, с одной стороны, показана возможность использования лабораторного источника для проведения топо-томографических экспериментов, а с другой - возможность применения томографических алгоритмов для реконструкции внутреннего строения кристаллических дефектов по дифракционным данным.

- [1] В.Е. Асадчиков, А.В. Бузмаков, Д.А. Золотов и др. Кристаллография. 2010. т. 55. № 1. с. 167–176.
- [2] П.П. Вечерин, В.В. Журавлев, В.Б. Квасков и др. Природные алмазы России: Научно-справ. изд. М.: Полярон. 1997. с. 219-241.
- [3] W. Ludwig, P. Cloetens, J. Hartwig et. al. J. Appl. Cryst. 2001. 34. p. 602-607.
- [4] K. Mueller. Dissertation. The Ohio State University. 1998.

## Рентгенофлуоресцентная томография: особенности решения обратной задачи при учете формы зонда

М.В. Чукалина<sup>1</sup>, Д.П. Николаев<sup>2</sup>, С.О. Емельянов<sup>3</sup>, А. Симионовичи<sup>4</sup>.

<sup>1</sup>Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Россия

<sup>2</sup>Институт проблем передачи информации имени А.А. Харкевича РАН, Москва, Россия

<sup>3</sup>Московский авиационный институт, Москва, Россия

<sup>4</sup>Observatoire des Sciences de l'Univers de Grenoble, France

e-mail: [chukalinamarina@mail.ru](mailto:chukalinamarina@mail.ru)

В работе [1], опубликованной в 2009 году, авторы доложили о проведении рентгенофлуоресцентного томографического эксперимента с использованием зонда 200 нм. Параллельно в печати появляется все больше результатов, полученных с применением рентгеновских нанозондов в измерительных схемах (например, [2-6]). В некоторых работах для оценки пространственного разрешения методов, использующих нанозонд, применяется понятие “индикатора качества изображения” - визуализируется калиброванная структура. В последующих измерениях разрешение заявляется как достигнутое при измерении калибровочной структуры. Такой подход не применим в случае томографических измерений. В данной работе предлагается взгляд на проблему томографических измерений с последующей обработкой результатов для случая использования зондов, размеры которых не позволяют использовать в схемах напрямую позиционно-чувствительные детекторы без потери пространственного разрешения.

Начнем рассмотрение вопроса со случая компьютерной томографии в параллельной схеме. Объект сканируется зондом в латеральном направлении с некоторым шагом  $\Delta_p$ , по завершении скана объект смещается по высоте на величину  $\Delta_z$  и вновь сканируется в латеральном направлении. После того, как объект полностью отсканирован в данных направлениях, он поворачивается вокруг оси вращения на некоторый проекционный угол  $\Delta_\theta$ . Это стандартная схема с применением зонда, но есть одно условие - размер зонда меньше, чем размер ячейки позиционно-чувствительного детектора, т.е. сама ячейка работает как интегральный детектор. Рассмотрим двумерный случай (рис.1), т.е. томографический срез, например, зажатый щелями. Выражение, которое связывает точку на томографической проекции с распределением интенсивности в монохроматическом зонде имеет вид:

$$S(p_0, \theta) = \int dp \{ I(p - p_0) \times \iint dx dy f(x, y) \delta(x \cos \theta + y \sin \theta - p) \}, \quad (1)$$

здесь  $S$  точка на томографической проекции, зарегистрированная при текущем положении зонда  $p_0$ ,  $I(p)$  - распределение интенсивности в зонде в латеральном направлении,  $f(x, y)$  описывает поглощение рентгеновского излучения, энергия которого равна энергии используемого в эксперименте зонда,  $\delta(\cdot)$  - дельта функция Дирака от одного переменного.

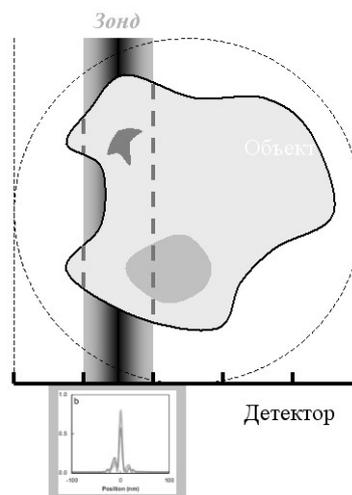


Рис.1 Схема формирования точки на проекции в методе компьютерной томографии (2D латеральный срез при некотором проекционном угле).

Записанное выражение (1) больше не является преобразованием Родона  $f(x, y)$ , а значит нельзя применять традиционные алгоритмы для реконструкции изображения по набору флуоресцентных проекций. Однако, известно, что если функция  $I(p)$  - гауссиана, то операция свертки становится перестановочной относительно изображения в пространстве проекций, а именно - становятся идентичными два следующих

изображения на сетке, размер пиксела которой  $dp$  (дискретная реализация выражения (1)). Первое изображение получается с использованием дискретной реализации выражения (1) для расчета каждой точки. Второе изображение строится следующим образом – сначала на сетке с размером пиксела  $dp$  рассчитывается набор проекций для бесконечно-тонкого зонда, а затем каждая строчка (т.е. для фиксированного значения  $\theta$ ) сворачивается с функцией  $I(p)$ . Последнее позволяет нам при известных характеристиках пучка использовать реализацию алгебраического метода реконструкции например, RegART [7], дополнив каждую итерацию операцией свертки с  $I(p)$ . Алгебраический метод не получал широкого распространения из-за больших затрат вычислительного времени, однако с появлением алгоритмов, использующих для вычисления технологию nVidia CUDA [8], проблема утратила свою остроту.

Однако, нельзя не обратить внимания на то, что в компьютерной томографии можно попытаться избежать такого учета формы зонда, если, например, использовать схему “с увеличением” + позиционно-чувствительный детектор. В случае же рентгенофлуоресцентной томографии для описанного выше случая тонкого зонда нельзя обойтись без учета формы зонда (для корректной интерпретации результатов) и невозможно свести задачу к двумерной. Ни рис.2 представлена схема формирования точки на рентгенофлуоресцентной проекции в “идеальном” не реализуемом на практике сечении.

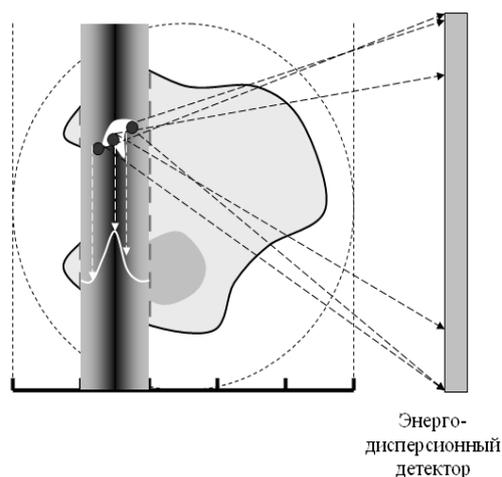


Рис.2 Схема формирования точки на рентгенофлуоресцентной проекции (2D латеральный срез (возможен только для иллюстрации) при некотором проекционном угле).

Разделим прямую задачу на 2 этапа – строим функцию распределения источников флуоресценции, а затем записываем выражение для

эмиссионной томографии. Запишем выражение, которое связывает распределение источников флуоресценции  $I'$  с распределением интенсивности в зонде  $I$  при его текущем положении  $(x_0, y_0)$ :

$$I'(x, y, z) = I(x' - x_0, y - y_0) \times \exp\left\{-\int_{-\infty}^0 d\xi \mu(x - \xi \sin \theta, y, z - \xi \cos \theta)\right\} K(x, y, z) \quad (2),$$

где  $x' = x \cos \theta + y \sin \theta$ ,  $\mu$  - линейный коэффициент ослабления первичного излучения объектом,  $K$  описывает вероятность флуоресцентной эмиссии. При записи математической модели считаем объект неподвижным, зонд вращается вокруг объекта и смещается в латеральных направлениях (рис.3). Для решения обратной задачи используется алгебраический метод решения.

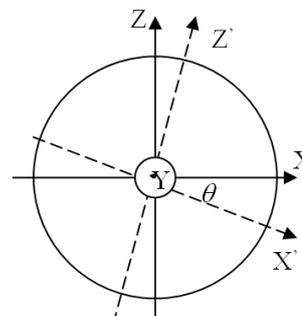


Рис.3 Обозначения к выражению 2.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ 09-02-12251-офи\_м, PICS 3470.

[1] Silversmit G., Vekemans B., Brenker F.E., Schmitz S., Burghammer M., Riekel Ch. and L. Vincze, Anal. Chem. 81, 15, 6107(2009).  
 [2] Kalukin A.R., Winn B., Wang Y., Jacobsen C., Zachary H., Fu L., Fu J., J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. 105, 867(2000).  
 [3] Kim K.G., Kim J.H., Jong H.R., Jong H.M., Kyong W.K., Yoon K., World Congress on Med. Phys. and Biomed. Eng. 14, 1417(2006).  
 [4] Falkenberg G., Reimers N., Schroer Chr., HASYLAB Ann. Reports, 185(2007).  
 [5] Wang S., Lau S.H., Tkachuk A., Druewer F., Chang H., Feser M., Yun W., Xradia, Inc., US. NSTI Nanotech. The Nanotechnology Conference and Trade show, Boston (2008).  
 [6] Chu Y. S., J. M. Yi, F. De Carlo, Q. Shen, Wah-Keat Lee, H. J. Wu, C. L. Wang, J. Y. Wang, C. J. Liu, C. H. Wang, S. R. Wu, C. C. Chien, Y. Hwu, A. Tkachuk, W. Yun, M. Feser, K. S. Liang, C. S. Yang, J. H. Je and G. Margaritondo, Appl. Phys. Lett. 92, 103119(2008).

[7] Чукалина М.В., Бузмаков А.В., Николаев Д.П., Чуличков А.И., Каримов М.К., Расулов Г.А., Сенин Р.А., Асадчиков В.Е., Изм. техн. 2, 19(2008).

[8] Бузмаков А.В., Асадчиков В.Е., Золотов Д.А., Сенин Р.А., Чукалина М.В., в данном сборнике (2010) в печати.

## Рефракционная интроскопия на синхротронном излучении для визуализации перестройки костной ткани.

К.М. Подурец<sup>1</sup>, А.Н. Торгашин<sup>2</sup>, Д.К. Погорелый<sup>1</sup>, С.С. Родионова<sup>2</sup>.

<sup>1</sup>- Российский научный центр «Курчатовский институт», Москва, Россия

<sup>2</sup>- Центральный научно-исследовательский институт травматологии и ортопедии им. Н.Н.Приорова », Москва, Россия

e-mail: [podurets@yandex.ru](mailto:podurets@yandex.ru)

В работе описан метод рефракционной интроскопии на синхротронном излучении (СИ) применительно к визуализации костных аллотрансплантатов на лабораторных животных. Показано, что применение метода дает возможность уверенной визуализации границ аллотрансплантатов и собственной костной тканью. Метод проверен на более чем 200 образцах бедренной кости крыс.

Актуальность проблемы использования аллотрансплантатов для замещения дефектов костной ткани определяется увеличением в структуре патологии опорно-двигательного аппарата доли множественной и сочетанной травмы, сопровождающейся высокой частотой нарушений костной регенерации [1-5]. Самым распространенным методом оценки процесса перестройки аллотрансплантата является рентгенография, однако этот метод неэффективен при работе с экспериментальными животными. В то же время интерес к местному применению ряда препаратов может быть удовлетворен только в экспериментальных исследованиях. В связи с этим возникает необходимость в визуализации процессов, происходящих на границе имплантат-кость. Сейчас развиваются применения рефракционной [6-8] рентгеновской интроскопии, использующей для формирования изображения не только поглощение рентгеновских лучей, но и их преломление на внутренних границах раздела, что приводит к значительному росту контраста на изображениях.

Целью нашей работы является адаптация метода рентгеновской рефракционной интроскопии на синхротронном излучении для исследования перестройки аллотрансплантата в кости лабораторных животных.

В эксперименте использовались самки белых нелинейных крыс, весом 130-150 г. В средней трети большеберцовой кости при помощи бора выполнялся костный дефект, который замещался костным имплантатом. Через 12 недель животные усыплялись.

Выполнялась резекция конечности крысы на уровне нижней трети бедренной кости. Конечность фиксировалась в формалине,

помещалась в пробирку, и проводилось его исследование на источнике СИ.

В методе рентгеновской рефракционной интроскопии используется то, что лучи, проходящие через объект, преломляются на границах раздела, причем углы отклонения составляют доли угловой секунды. На стандартных рентгеновских снимках такое отклонение никак не проявляется. При использовании рентгенооптической схемы с угловым разрешением на уровне долей угловой секунды преломление лучей в объекте оказывает существенное влияние на формирование изображения объекта. Такой схемой является двухкристальный спектрометр на совершенных кристаллах (Рис.1). Если в объекте, расположенном между кристаллами, часть пучка испытывает преломление, она в простейшем случае не отражается вторым кристаллом и, соответственно, выбывает из пучка.

Съемку изображений выполняли на установке для рефракционной интроскопии [9] Курчатовского источника СИ. Для получения большого равноосного поля зрения в качестве первого кристалла использована пластина кремния с расположением отражающих плоскостей под углом к поверхности кристалла (асимметричное отражение).

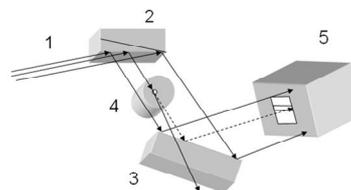


Рис. 1. Схематическое изображение двухкристального рентгеновского спектрометра. 1- падающий «белый» пучок СИ, 2- кристалл-монокроматор в асимметричной геометрии, 3- кристалл-анализатор, 4- исследуемый объект, 5- 2D-детектор

Трудностью в использовании асимметричного отражения является невозможность оперативной перестройки прибора на разные значения энергии излучения.

Поэтому для перестроения прибора были изготовлены варианты первого кристалла с разными углом между отражающей плоскостью (511) и поверхностью. Использовался кристалл-анализатор с отражающими плоскостями (333), параллельными поверхности кристалла. Были получены значения энергии пучка  $E=17$  кэВ и  $25$  кэВ. При расположении объекта между вторым кристаллом и детектором регистрировалось абсорбционное изображение, сформированное только за счет поглощения рентгеновских лучей в объекте. Изображения регистрировали позиционно-чувствительным детектором на основе ПЗС-матрицы размерностью  $1024 \times 1024$ . Пространственное разрешение детектора составляло около  $50$  мкм, поле зрения составляло  $30 \times 30$  мм.

Результаты сравнительных исследований представлены на рисунках 2-5. На рентгенограмме, полученной на стандартном рентгеновском аппарате (Рис.2), проявляется общий контур большеберцовой и малоберцовой костей, но зона дефекта, структура костного ложа и костного имплантата не прослеживается. Это обуславливается тем, что генерируется пучок с широким распределением значений энергии квантов, со средним значением, близким к  $30$  кэВ. Абсорбционное изображение, полученное на синхротронном излучении при  $E=17$  кэВ (Рис.3), было более контрастным за счет меньшей энергии, однако, вследствие малой прозрачности костной ткани, его информативность оставалась низкой. В зоне дефекта структурные различия между собственной костной тканью крысы и костным имплантатом не визуализировались. При  $E=17$  кэВ (Рис. 4), рефракционное изображение стало еще более контрастным по сравнению с абсорбционным изображением. Однако, вследствие того, что определяющим механизмом формирования контраста является поглощение, изображение по-прежнему оставалось малоинформативным, хотя при данном способе исследования появляется возможность четкого разделения собственной костной ткани крысы и костного имплантата. Увеличение энергии излучения до  $E=25$  кэВ, позволило сделать рефракционное изображение более детальным, из-за снижения поглощения и увеличения доли рефракционного контраста (Рис. 5). Рефракционные изображения, полученные при этой энергии, являются наиболее информативными при изучении перестройки аллотрансплантата. Отчетливо видна граница имплантата и кости реципиента, что позволяет с достаточной достоверностью судить о перестройке костной ткани. По-видимому, для данной толщины объектов дальнейшее повышение энергии излучения представляется нецелесообразным, так как приведет лишь к

увеличению прозрачности тканей и ужесточению требований к угловому разрешению экспериментальной схемы.

Таким образом, сравнительная оценка изображений полученных разными способами, показала, что рефракционная рентгеновская интроскопия на энергии  $25$  кэВ является наиболее эффективным методом исследования костных тканей лабораторных животных. Помимо получения общей информации о состоянии трансплантата и окружающей его костной ткани после изготовления образцов для исследования, метод может применяться также и для исследования динамика перестройки костной ткани в течение значительного периода после операции на живом лабораторном животном.

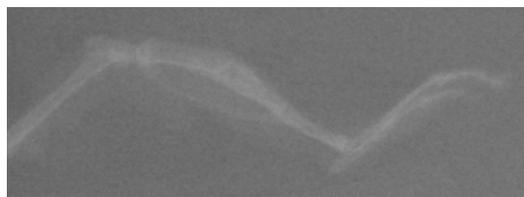


Рис.2 Рентгенограмма костей голени крысы, выполненная на стандартном рентгеновском аппарате.

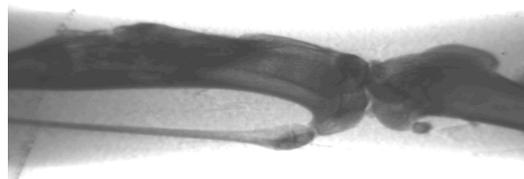


Рис.3 Абсорбционное изображение фрагмента задней конечности крысы, полученное при энергии излучения  $E=17$  кэВ.

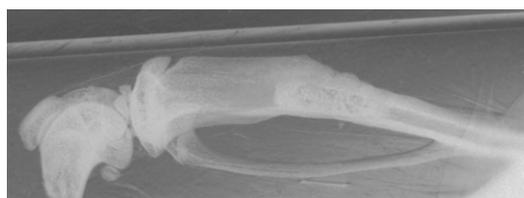


Рис.4 Рефракционное изображение большеберцовой и малоберцовой костей крысы, полученное при энергии излучения  $E=17$  кэВ.

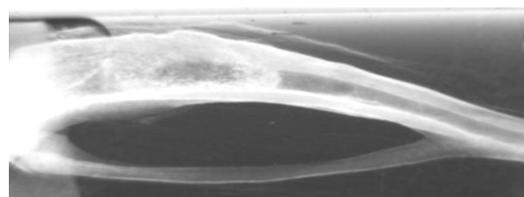


Рис.5 Рефракционное изображение большеберцовой и малоберцовой костей крысы, зоны дефекта, костного имплантата, полученное при энергии излучения  $E=25$  кэВ.

Кроме увеличения общей информативности изображений, рефракционная интроскопия при энергии излучения  $E=25$  кэВ также позволяет производить весьма точную оценку таких важных для трансплантологии медицинских параметров как однородность тканей в области дефекта (Рис. 6), толщины кортикального (внешнего плотного трубчатого слоя кости) слоя над дефектом, степени восстановления костномозгового канала; наблюдать переостальную реакцию кортикала, отсутствие или наличие эндостального склероза и т.д.



Рис. 6 В зоне дефекта ткани: а-неоднородны, б-однородны.

Таким образом, использование рефракционной интроскопии на источнике СИ перспективно в плане замещения трудоемкого метода морфологического исследования и расширяет возможность проведения исследований (в том числе *in vivo*) на мелких животных, таких как мыши или крысы.

1. Е.Д.Склянчук, В.И.Зоря, В.В.Гурьев, А.А. Просвирин, Вестник травматологии и ортопедии им. Н.Н. Приорова 2009 № 3 стр. 80-85.
2. А.И. Снетков, М.В. Лекишвили, И.А. Касымов и др., Вестник травматологии и ортопедии им. Н.Н. Приорова. 2003, №4, стр. 74-80.
3. S.J. Paprosky, W.G. Jablonsky, W.S. Magnus, R.G. Journal of Arthroplasty. Vol. 16 No 3. P379-383. 2001.
4. Barden B, Fitzek J.G, Huttegger C, Loer F. CORR. No 387. P148-155. June 2001.
5. T. N. Board, P. Rooney, J. N. Kearney, P. R. Kay. J Bone Joint Surg [Br] 2006;88-B:852-7.
6. К.М.Подурец, В.А.Соменков, С.Ш.Шильштейн. ЖТФ 1989. Т. 58. №6. С.115
7. R.A. Lewis, C.J. Hall, A.P. Hufton et al, The British Journal of Radiology, 76 (2003), 301

8. T.J.Davis, D.Gao, T.E.Gureyev, W.Stevenson, S.W.Wilkins Nature 1996. V.384. P.335.
9. A.A. Manushkin, D.K. Pogoreliy, K.M. Podurets et al, NIM A 575 (2007) 225

**НОВЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ  
МИКРО- И НАНОСТРУКТУР  
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИНХРОТРОННЫХ И ЛАБОРАТОРНЫХ  
ИСТОЧНИКОВ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ**



# Влияние статистических свойств фемтосекундных импульсов рентгеновского лазера на свободных электронах со случайной временной структурой на их прохождение через двукратный Лауэ-монокроматор

В. А. Бушуев<sup>1</sup>, Л. Самойлова<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия

<sup>2</sup>European XFEL GmbH, Notkestrasse 85, 22607 Hamburg, Germany

e-mail: [yabushuev@yandex.ru](mailto:yabushuev@yandex.ru)

Генерация излучения в рентгеновском лазере на свободных электронах (РЛСЭ) основана на явлении самоиндуцированного усиления спонтанного излучения (SASE) сгустков электронов с энергией  $\sim 17.5$  ГэВ при их прохождении через систему ондуляторов с общей длиной  $\sim 150$  м [1]. Излучение РЛСЭ имеет вид коротких импульсов с длительностью  $\tau_0 \sim 100$  фс, имеющих крайне нерегулярную многопиковую структуру с длительностью субимпульсов (спайков)  $\sim 0.1-0.2$  фс, разделенных интервалами  $\sim 0.3-0.4$  фс (рис. 1). Длина волны излучения  $\lambda_0 = 0.1$  нм, поперечный размер импульса на выходе из ондулятора  $r_0 \approx 40$  мкм, угловая расходимость  $\Delta\theta_0 \approx 1$  мкрад (в канале SASE 1) [1, 2]. Ожидаемая пиковая яркость излучения РЛСЭ будет на 9 порядков превышать яркость современных источников синхротронного излучения 3-го поколения [1].

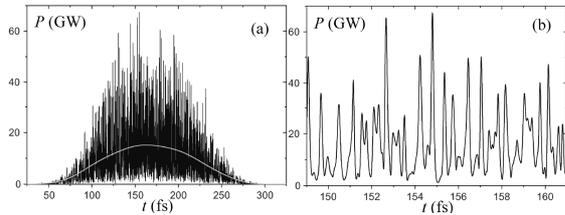


Рис.1. Временная структура одиночного импульса РЛСЭ (а) и его фрагмента (б) [2].

Эксперименты с временным разрешением и получение фазоконтрастных изображений в значительной степени зависят от когерентных свойств рентгеновских импульсов (РИ). Излучение РЛСЭ является практически полностью пространственно когерентным и характеризуется весьма посредственной временной когерентностью [2]. Длина пространственной (поперечной) когерентности  $\rho_0 \sim r_0$ , тогда как время когерентности (продольная когерентность)  $\tau_c \approx 0.16$  фс  $\ll \tau_0$ .

В настоящей работе рассмотрена трансформация РИ и его статистических свойств при распространении РИ в свободном пространстве и при дифракционном Лауэ-отражении от кристаллов. Особое внимание уделено зависимости этих характеристик РИ от длины пути, так как рассто-

яния от РЛСЭ до первых элементов рентгеновской оптики, а затем и до измерительных станций очень велики (порядка 400-500 м).

Рассмотрим вначале распространение РИ от РЛСЭ до произвольной плоскости  $z$ . Представим поле РИ на выходном окне ондулятора (источник) в виде  $E(\mathbf{r}, 0, t) = A_s(\mathbf{r}, t)\exp(-i\omega_0 t)$ , где  $\mathbf{r} = (x, y)$ ,  $\omega_0$  – средняя частота,  $A_s$  – медленно меняющаяся в общем случае случайная и комплексная функция. Представим это поле в виде разложения по плоским волнам, удовлетворяющим волновому уравнению. В итоге в квазиоптическом приближении для поля в плоскости  $z$  получим:

$$E(\mathbf{r}, z, t) = A(\mathbf{r}, z, t)\exp(ik_0 z - i\omega_0 t), \quad (1)$$

где  $k_0 = \omega_0/c = 2\pi/\lambda_0$ , амплитуда

$$A(\mathbf{r}, z, t) = \iint A_s(\mathbf{q}, \Omega)\exp(i\mathbf{q}\mathbf{r} - iq^2 z/2k) \times \exp[-i\Omega(t - z/c)]d\mathbf{q}d\Omega. \quad (2)$$

Здесь  $k = (\omega_0 + \Omega)/c$ , спектрально-угловые амплитуды поля излучения источника РИ

$$A_s(\mathbf{q}, \Omega) = (1/8\pi^3) \iint A_s(\mathbf{r}, t)\exp(-i\mathbf{q}\mathbf{r} + i\Omega t)d\mathbf{r}dt. \quad (3)$$

Представим амплитуду поля на источнике РИ в виде произведения временной и пространственной функций:  $A_s(\mathbf{r}, t) = A(t)B_s(\mathbf{r})$ . Тогда из (2) и (3) следует, что поле РИ в плоскости  $z$  также имеет вид произведения двух функций:

$$A(\mathbf{r}, z, t) = A(t - z/c)B(\mathbf{r}, z), \quad (4)$$

$$B(\mathbf{r}, z) = \iint B_s(\mathbf{r}')G(\mathbf{r} - \mathbf{r}', z)d\mathbf{r}', \quad (5)$$

где  $G(\boldsymbol{\xi}) = (i\lambda_0 z)^{-1}\exp(i\pi\xi^2/\lambda_0 z)$ ,  $\boldsymbol{\xi} = (x - x', y - y')$ .

Импульс (4) является неоднородным в пространстве и нестационарным во времени, так как его корреляционные функции (КФ)  $\Gamma(t, \tau) = \langle A(t)A^*(t + \tau) \rangle$  и  $\langle B(\mathbf{r}, z)B^*(\mathbf{r} + \boldsymbol{\rho}, z) \rangle$  зависят от  $t$  и  $\mathbf{r}$ . Представление (4) и КФ в виде произведений, т.е. отсутствие влияния неполной временной когерентности на пространственную когерентность, справедливо на расстояниях  $z \ll z_c$ , где, как следует из (2),  $z_c \approx 2(\omega_0/\Delta\Omega)k_0 r_0^2$ . При монохроматичности  $\Delta\Omega/\omega_0 \sim 10^{-3}-10^{-4}$  и размере РИ  $r_0 \geq 10$  мкм условие  $z \ll z_c$  выполняется во всех практически интересных случаях ( $z_c \geq 10$  км).

Из (4) видно, что временная структура РИ сохраняется по мере распространения в свободном

пространстве. Гауссовский импульс с регулярными огибающей  $|B_s(\mathbf{r})| = \exp(-r^2/2r_0^2)$ , фазой  $\varphi_0(\mathbf{r}) = \alpha_0 r^2/2r_0^2$  и с гауссовской функцией пространственной когерентности  $\mu(\mathbf{p}) = \exp(-\rho^2/\rho_0^2)$  в плоскости источника  $z = 0$  остается гауссовским и на других расстояниях  $z$  [3, 4]. При этом его поперечный размер и длина пространственной когерентности увеличиваются в  $M$  раз:  $r_1(z) = r_0 M$ ,  $\rho_1(z) = \rho_0 M$ , где  $M(z) = [(1 + \alpha_0 D)^2 + D^2 + 2DW]^{1/2}$ ,  $D = \lambda_0 z/2\pi r_0^2$ ,  $W = \lambda_0 z/\pi \rho_0^2$ , а ширина углового спектра РИ  $\langle |B(\mathbf{q})|^2 \rangle$  не зависит от  $z$  [4]:

$$\Delta\theta_0 = (\lambda_0/2\pi r_0)[1 + \alpha_0^2 + 4(r_0/\rho_0)^2]^{1/2}. \quad (6)$$

При типичных для РЛСЭ параметрах  $r_0 \approx 40$  мкм,  $\rho_0 \sim r_0$  и  $\alpha_0 \leq 1$  [1, 2] угловая расходимость РИ  $\Delta\theta_0 \leq 1$  мкрад, что много меньше ширины дифракционного отражения. Поэтому происходит лишь дальнейшее дифракционное увеличение поперечного размера РИ после отражения:  $r_2(z + z_1) = r_1(z)M(z_1)$ . Если, например, расстояния  $z \approx z_1 \approx 500$  м, то  $r_1 \approx 0.5$  мм и  $r_2 \approx 1$  мм.

Гораздо более существенным является влияние временной некогерентности и нестационарности РИ на его дифракционное отражение. Представим случайную амплитуду РИ  $A(t)$  в (4) в виде разложения в интеграл Фурье:

$$A(t) = \int A(\Omega) \exp(-i\Omega t) d\Omega,$$

где спектральная амплитуда

$$A(\Omega) = (1/2\pi) \int A(t) \exp(i\Omega t) dt.$$

Так как амплитуда РИ  $A(t)$  случайная, то  $A(\Omega)$  также является случайной функцией. Поскольку каждая плоская волна с амплитудой  $A(\Omega)$  отражается от кристалла с амплитудным коэффициентом Лауэ-отражения  $R(\Omega)$ , то амплитуда отраженного РИ в прямом пространстве определяется интегралом [3]

$$A_R(x, z, t) = \int A(\Omega) R(\Omega) \exp[-i\varphi(\Omega, t)] d\Omega, \quad (7)$$

где

$$\varphi(\Omega, t) = \Omega(t - z/v) + D_F \Omega^2 (z - xt \operatorname{tg} \theta_B), \quad (8)$$

$v = c/(1 + 2\sin^2 \theta_B)$ ,  $D_F = 2K_0(\operatorname{tg} \theta_B/\omega_0)^2$ , ось  $z$  направлена вдоль  $\mathbf{K}_h = \mathbf{K}_0 + \mathbf{h}$  (подробнее см. в [3]).

Получим выражение для временной корреляционной функции поля отраженного импульса, которая определяется следующим образом:

$$\Gamma_R(t, \tau) = \langle A_R(t) A_R^*(t + \tau) \rangle. \quad (9)$$

Очевидно, что интенсивность РИ  $I_R(t) = \Gamma_R(t, 0)$ . Подставим сюда (7) и проведем статистическое усреднение:

$$\Gamma_R(t, \tau) = \iint \Gamma(\Omega, \Omega') R(\Omega) R^*(\Omega') \times \Phi(\Omega, \Omega'; t, \tau) d\Omega d\Omega', \quad (10)$$

где введена спектральная корреляционная функция падающего импульса

$$\Gamma(\Omega, \Omega') = \langle A(\Omega) A^*(\Omega') \rangle, \quad (11)$$

а  $\Phi$  является регулярной функцией частоты, времени и координат:

$$\Phi(\Omega, \Omega'; t, \tau) = \exp[-i\varphi(\Omega, t) + i\varphi(\Omega', t + \tau)]. \quad (12)$$

Соотношения (10)-(12) в общем виде решают задачу о нахождении интенсивности и функции временной когерентности отраженного импульса

$$\gamma_R(t, \tau) = |\Gamma_R(t, \tau)|/[I_R(t)I_R(t + \tau)]^{1/2}. \quad (13)$$

На основе анализа данных [2] (см. рис. 1) можно предложить следующую модель нестационарного РИ со случайной субструктурой:  $A(t) = F(t)a(t)$ , где  $F(t)$  описывает огибающую импульса и является регулярной функцией времени,  $a(t)$  – случайный стационарный процесс, для которого среднее  $\langle a(t) \rangle = 0$ , интенсивность  $\langle a(t)a^*(t) \rangle = 1$  и КФ  $\gamma(t) = \langle a(t)a^*(t + \tau) \rangle$  не зависят от времени. Для такого случайного сигнала  $\langle a(\Omega)a^*(\Omega') \rangle = G(\Omega)\delta(\Omega - \Omega')$ , где, согласно теореме Винера-Хинчина, спектральная плотность (спектр мощности) сигнала  $G(\Omega) = (1/2\pi) \int \gamma(\tau) \exp(-i\Omega\tau) dt$ .

Наличие  $\delta$ -образного коррелятора позволяет перейти от двукратного интеграла в (11) к однократному и получить следующее выражение для спектральной корреляционной функции:

$$\Gamma(\Omega, \Omega') = \int F(\Omega - \Omega_1) F^*(\Omega' - \Omega_1) G(\Omega_1) d\Omega_1. \quad (14)$$

В дальнейшем будем считать, что огибающая импульса  $F(t)$  и функция временной когерентности (ФВК) случайного стационарного процесса  $a(t)$  имеют вид функций Гаусса:

$$F(t) = \exp(-t^2/2\tau_0^2), \quad \gamma(\tau) = \exp(-\tau^2/\tau_c^2), \quad (15)$$

где  $\tau_0$  – длительность импульса,  $\tau_c$  – время когерентности. Величина  $\tau_0$  связана с полной шириной  $\Delta t_0$  интенсивности РИ  $I(t) = \langle |A(t)|^2 \rangle = F^2(t)$  на половине высоты соотношением  $\tau_0 = 0.6\Delta t_0$ .

Интенсивность дифракции случайного импульса существенным образом зависит от соотношений между  $\tau_0$  и  $\tau_c$  или, что то же самое, от соотношений между ширинами спектра огибающей  $\Delta\Omega_0 = 1/\tau_0$ , спектральной плотности шума  $\Delta\Omega_c = 2/\tau_c$  и характерной шириной  $\Delta\Omega_B$  кривой дифракционного отражения  $P_R(\Omega) = |R(\Omega)|^2$ .

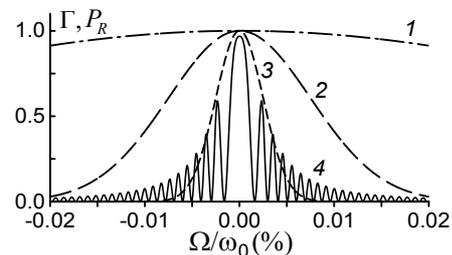


Рис. 2. Спектральная плотность падающего импульса  $\Gamma(\Omega)$  с длительностью  $\tau_0 = 100$  фс и временем когерентности  $\tau_c = 0.16$  фс (1), 1 фс (2) и  $\tau_c = 3$  фс (3); кривая 4 – функция  $P_R(\Omega)$ .

С уменьшением времени  $\tau_c$  ширина функции спектральной плотности  $\Gamma(\Omega) = \Gamma(\Omega, \Omega)$  увеличивается по сравнению с  $\Delta\Omega_B$  (рис. 2), что приводит к уменьшению интенсивности отраженного РИ, а

также к кардинальному изменению формы ФВК  $\gamma_R(t, \tau)$  и к многократному увеличению интегрального времени когерентности  $\tau_{cR}^{int} = \int \gamma_R(t, \tau) dt$  (рис. 3, 4). Здесь и ниже рассматривается симметричное Лауэ-отражение (111) от кристалла алмаза с толщиной  $L = 98$  мкм,  $\theta = \theta_B$ ,  $\lambda_0 = 0.1$  нм.

Наличие слагаемого с  $\Omega^2$  в (8) приводит к расплыванию и деградации отраженного РИ с увеличением расстояния  $z \geq z_F$  [3]. Если  $\tau_c \ll \tau_0$ ,  $1/\Delta\Omega_B$ , то  $z_F \approx 1/(2D_F\Delta\Omega_0\Omega_B)$ . В случае, например,  $\tau_0 = 100$  фс и  $\tau_c \approx 0.16$  фс импульс начинает “разваливаться” на расстоянии  $z_F \approx 4$  м от кристалла.

Отражение от 2-го кристалла в двухкристальном монохроматоре описывается аналогичным образом. Каждая спектральная гармоника  $A(\Omega)$  в спектре падающего импульса отражается от 1-го кристалла с амплитудой  $A(\Omega)R_1(\Omega)$  и при падении на 2-й кристалл отражается от него с амплитудой  $A(\Omega)R_1(\Omega)R_2(\Omega)$ . Самым замечательным здесь является отсутствие квадратичного по  $\Omega$  слагаемого в фазе (8), что приводит к полному отсутствию временного расплывания отраженного РИ на любых расстояниях от 2-го кристалла. Корреляционная функция двукратно отраженного импульса близка по форме к (10).

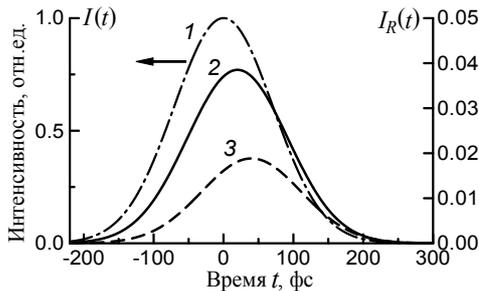


Рис. 3. Дифракционное отражение падающего импульса ( $I$ ) с длительностью  $\tau_0 = 100$  фс и временем когерентности  $\tau_c = 0.16$  фс от 1-го (2) и от 2-го (3) кристаллов.

Из рис. 3 видно, что падающий “длинный” импульс с очень малым временем когерентности отражается с большой потерей интенсивности после 1-го и 2-го отражений (0.038 и 0.019 в максимуме  $t_{max}$ ). Второе отражение приводит к еще большему увеличению интегрального времени когерентности (рис. 4). Форма ФВК отраженного импульса при  $\tau_c \ll \tau_0$  кардинально отличается от гауссовского вида  $\gamma(\tau)$  (15) для падающего РИ. Она имеет характерный “треугольный” вид с симметрично расположенными затухающими осцилляциями на краях, причем  $\gamma_R(t, \tau) = 0$  при  $|\tau| > \tau_B = 2(L/c)\sin^2\theta_B/\cos\theta_B$  [3], где  $\tau_B = 39.9$  фс.

В данном случае функция  $\gamma_R(t, \tau)$  не зависит от времени  $t$ . Это свидетельствует о том, что в амплитуде  $A_R(t) = F_R(t)a_R(t)$  функция  $a_R(t)$  является случайным стационарным процессом. Интегральное время когерентности отраженных им-

пульсов (11.9 фс и 19.5 фс) значительно (в 42 и 69 раз) превышает интегральное время когерентности падающего импульса  $\tau_c\pi^{1/2}$  (0.28 фс).

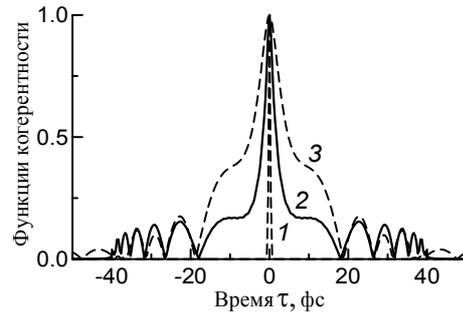


Рис. 4. Функции временной когерентности падающего импульса  $\gamma(\tau)$  (1) и отраженного импульса  $\gamma_R(t_{max}, \tau)$  от 1-го (2) и от 2-го (3) кристаллов.

Однако для более коротких импульсов с  $\tau_0 \sim 1/\Delta\Omega_B$  форма ФВК  $\gamma_R(t, \tau)$  зависит от времени  $t$ , т.е. случайная амплитуда  $a_R(t)$  становится нестационарной. Ранее аналогичный результат был получен для функции пространственной когерентности при дифракционном отражении стационарного во времени узкого пучка со случайной амплитудой в поперечном направлении [4].

С увеличением времени когерентности  $\tau_c$  (например, до 10 фс) отраженные импульсы имеют гораздо большую интенсивность (0.77 и 0.67 после 1-го и 2-го отражений), а ФВК по форме и ширине мало чем отличаются от функции когерентности  $\gamma(\tau)$  для падающего импульса.

В частном, но наиболее интересном для нас случае  $\tau_c \ll \tau_0$  легко показать, что интегральная по времени интенсивность отраженного импульса  $I_{Rint}$  пропорциональна  $\tau_0$  и зависит от  $\tau_c$ . Так как для падающего РИ  $I_{int} = \tau_0\sqrt{\pi}$ , то отношение  $f(\tau_c) = I_{Rint}/I_{int}$  зависит только от времени когерентности  $\tau_c$  (практически линейно при  $\tau_c \leq 3$  фс). Таким образом, по экспериментально измеренным интегральным интенсивностям РИ до и после 1-го и (или) 2-го отражения можно из сравнения с теоретической кривой  $f(\tau_c)$  определить время когерентности  $\tau_c$  импульса РЛСЭ.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты № 09-02-12297-офи\_м, № 10-02-00768). Авторы признательны М. Юркову за предоставление результатов расчетов импульсов РЛСЭ.

[1] Altarelli M., et al. (eds.) XFEL, Technical Design Report, 2006, (DESY 2006-097, Hamburg, Germany, [http://xfel.desy.de/tdr/index\\_eng.html](http://xfel.desy.de/tdr/index_eng.html)).  
 [2] Geloni G., Saldin E., Samoylova L., et al., New Journal of Physics 12, 035021 (2010).  
 [3] Bushuev V.A., J. Synchrotron Rad., 15, 495 (2008).  
 [4] Бушуев В.А., Известия РАН. Сер. физ., 73, 56 (2009).

## Исследования структурных особенностей и атомного состава нанокompозитных материалов с использованием синхротронного излучения

В.Н.Сивков<sup>1</sup>, С.В. Некипелов<sup>2</sup>, Б.С. Каверин<sup>3</sup>, А.М. Объедков<sup>3</sup>, В.А. Егоров<sup>3</sup>, А.И.Кирилов<sup>3</sup>, О.В. Петрова<sup>1</sup>, Д.В. Вялых<sup>4</sup>, С.Л. Молодцов<sup>4</sup>.

<sup>1</sup>Коми научный центр УрО РАН, Сыктывкар, Россия

<sup>2</sup>Коми педагогический институт, Сыктывкар, Россия

<sup>3</sup>Учреждение Российской академии наук институт металлоорганической химии имени Г.А.Разуваева, Нижний Новгород, Россия

<sup>4</sup>Institut für Festkörperphysik, Technische Universität Dresden, D-01062 Dresden, Germany  
e-mail: [svn@dm.komisc.ru](mailto:svn@dm.komisc.ru)

Разработка методов тестирования и контроля синтезируемых наноструктур с заданными физическими свойствами является актуальной проблемой развития нанотехнологий. Многостенные углеродные нанотрубки (МУНТ) привлекают особое внимание благодаря своим уникальным физико-химическим и механическим свойствам. Одним из перспективных направлений практического использования МУНТ представляется их применение для создания различных композиционных материалов. В настоящее время получило широкое использование поверхностных свойств композитов на основе МУНТ в качестве сорбентов и катализаторов. В связи с этим модифицирование поверхности МУНТ неорганическими и органическими покрытиями, позволяющее изменять свойства композитов, является актуальным. В отношении МУНТ такая модификация путем нанесения однородных и контролируемых металлических покрытий и покрытий из соединений металлов оказывается затрудненной, вследствие химической инертности боковой поверхности углеродных нанотрубок [1]. Ранее в работе [2] сообщалось о возможности осаждения покрытий пиролитического хрома на поверхность МУНТ с использованием метода химического осаждения из паровой фазы бис-аренхромовых соединений. Целью настоящей работы являлось исследование ближней тонкой структуры рентгеновских спектров поглощения (near edge x-ray absorption fine structure, NEXAFS) с использованием синхротронного излучения (СИ) на выходе Русско-Немецкого канала монохроматизации СИ на BESSY-II [3] и получение из них данных о структурных особенностях и атомном составе интерфейса образцов МУНТ с покрытием пиролитического хрома. Метод NEXAFS спектроскопии характеризуется атомной селективностью, дипольными правилами отбора и высокой чувствительностью к ближайшему окружению поглотившего рентгеновский квант

атома и является эффективным методом изучения наноразмерных материалов и структур [4]. Образцы МУНТ с покрытием пиролитического хрома были предварительно охарактеризованы методами рентгеновской дифракции, а морфология их поверхности исследовалась с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) Supra 50 VP фирмы ZEISS. Исследование фазового состава покрытия показало, что оно рентгеноамморфно. На рис.1. видно, что морфология композита включает помимо однородно покрытых хромом нанотрубок также «спайки» соприкасающихся нанотрубок и структуры типа «бусы». Последние возникают на нанотрубках диаметром ниже критического (порядка 100 нм).

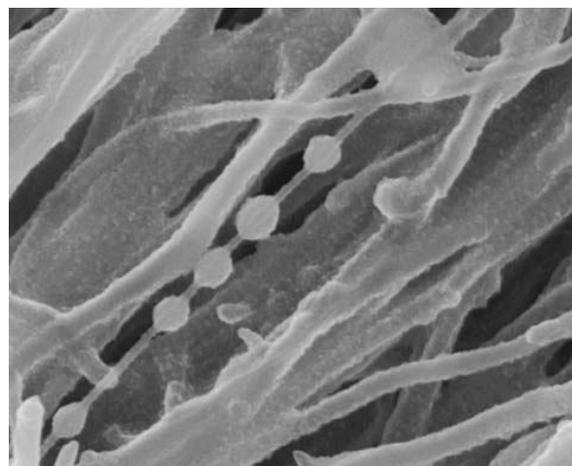


Рис. 1. РЭМ – микрофотография образца композиционного материала из МУНТ с покрытием из пиролитического хрома.

Исследования NEXAFS C1s- и Cr2p-спектров поглощения проводились методом полного электронного выхода (Total Electron Yield, TEY). Область применения метода TEY ограничена глубиной выхода фотоэлектронов [4]. В случае, когда толщина покрытия составляет несколько монослоев, этим методом оказывается

возможным исследовать строение интерфейса МУНТ – металлическое покрытие и определить эффективную толщину покрытия. Для этого необходимо измерить спектральные зависимости сечений поглощения чистой МУНТ и композита в одинаковых относительных единицах, что возможно только при условии корректного учета немонохроматического фона и вклада излучения во втором порядке дифракции. Последнее особенно важно для образцов нанокompозита МУНТ-пиролитический хром, так как интенсивные  $CrL_{2,3}$  – полосы поглощения накладываются во втором порядке дифракции на область NEXAFS  $C1s$  края поглощения МУНТ. Это хорошо видно из рис.2, где приведена зависимость сигнала TEY от композита в широком интервале энергий квантов без абсорбционного титанового фильтра и с Ti-фильтром толщиной 230 нм. Использование фильтра позволяет существенно подавить излучение в коротковолновой части спектра и по провалу в области  $Ti2p$  – края поглощения измерить уровень рассеянного немонохроматического фона. Однако в случае композита МУНТ с хромом необходимо выделить вклад излучения второго порядка в виде спектральной зависимости (кривая 4 на рис.2).

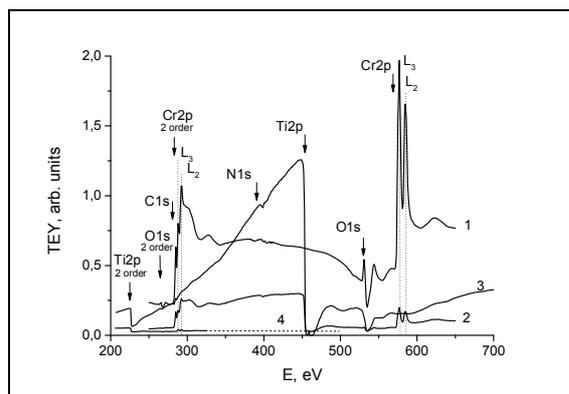


Рис. 2. Спектральные зависимости сигнала TEY от композита без фильтра (1), с фильтром (2), интенсивности СИ по золоту (3) и интенсивности во 2-м порядке дифракции (4). Вертикальными линиями указаны положения  $L_2$  и  $L_3$  полос поглощения хрома в 1 и 2 порядках дифракции. Стрелками отмечены положения краев поглощения.

Эта зависимость была получена в результате деления зависимости TEY на коэффициент  $\beta$  ослабления интенсивности коротковолнового излучения при полном внешнем отражении от отражающих оптических элементов в канале фокусировки и монохроматизации СИ. Величина  $\beta$  определялась экспериментально, как отношение скачков в спектральной зависимости интенсивности СИ (кривая 3) в области  $Ti2p$  - края поглощения (454 эВ) и в области его второго

порядка (227 эВ). Спектральная зависимость интенсивности СИ в относительных единицах получена путем деления спектральной зависимости сигнала TEY на сечение поглощения атома Au [5]. Методика получения спектральной зависимости интенсивности СИ из TEY от Au с использованием Ti – фильтров подробно описана в работе [6].

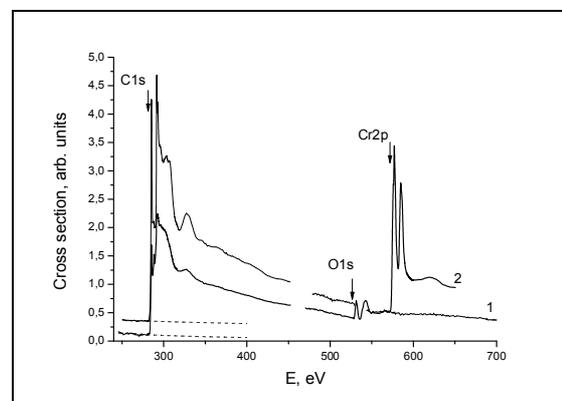


Рис. 3. Спектральные зависимости сигнала TEY от МУНТ (1) и от композита МУНТ-пиролитический хром (2). Штриховыми линиями указана экстраполяция из длинноволновой области спектра. Стрелками отмечены положения краев поглощения.

На рис.3 представлены спектральные зависимости сечения поглощения МУНТ и композита в одинаковых относительных единицах. Из рисунка видно изменение хода этой зависимости при переходе от МУНТ к композиту, появление структуры в области  $O1s$  и  $Cr2p$ - края поглощения, а также явное уменьшение (в 2.1 раза) рарциальных сил осцилляторов  $1s \rightarrow 2p$  переходов в атоме углерода. Последнее обусловлено уменьшением сигнала TEY от поверхности МУНТ из-за поглощения фотоэлектронов и рентгеновского излучения в покрытии из

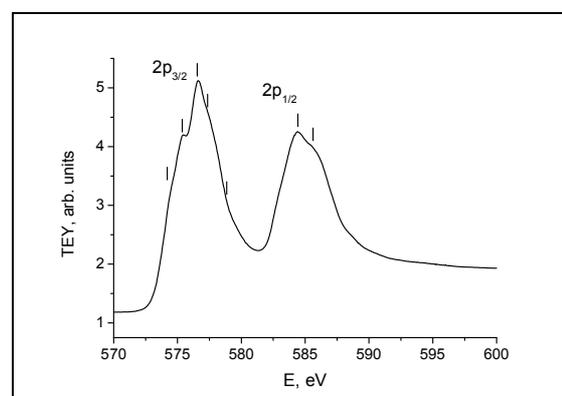


Рис. 4. NEXAFS Cr 2p –спектра поглощения от композита МУНТ - пролитический хром. Вертикальными отрезками отмечены положения элементов тонкой структуры характерной, для оксида хрома [7].

пиrolитического хрома. Появление тонкой структуры в области O1s - края поглощения и наличие в NEXAFS Cr2p-края поглощения (рис.4) элементов характерных для Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [7] указывает на полное окисление пиrolитического хрома, вероятно, в результате контакта с атмосферным кислородом. Это позволяет нам воспользоваться при определении толщины покрытия оксида хрома данными работы [8] по глубине выхода фотоэлектронов ( $\lambda=1$  нм) из поверхности Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. На рис.5 приведены спектральные зависимости парциальных C1s - сечений поглощения МУНТ и композита МУНТ-пиrolитический Cr. Пренебрегая поглощением рентгеновского излучения в слое оксида, и, полагая равномерную толщину слоя d оксида хрома на поверхности МУНТ, из отношения площадей под парциальными C1s зависимостями МУНТ ( $S_M$ ) и композита ( $S_K$ ), равного 2.1, можно рассчитать толщину покрытия d используя соотношение:

$$S_M / S_K = \text{Exp}(d / \lambda)$$

Толщина слоя оксида Cr оказывается равной 0.8 нм. Из рис.5 хорошо видно, что энергетические положения основных элементов NEXAFS C1s – спектра характерных для МУНТ сохраняются в спектре композита. Это определенно указывает на то, что при формировании слоя пиrolитического хрома и его последующем окислении верхние слои МУНТ сохраняются. При этом, происходит формирование в области 287 – 289 эВ новой структуры, в частности, узкого пика С с энергией 288.4 эВ и полос А (287.1 эВ) и В (287.7 эВ), появление которой, вероятно, обусловлено незначительным окислением верхнего слоя нанотрубки в композите. Энергии полос А и С соответствуют энергиям переходам на  $\pi^*$ -орбитали гидроксильной группы С-ОН [9,10] и карбоксильной группы СООН [11], соответственно. Это позволяет предполагать образование

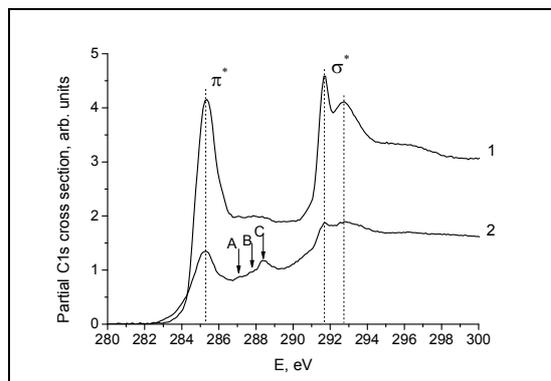


Рис. 5. Парциальные сечения поглощения в области NEXAFS C1s–края поглощения МУНТ (1) и композита МУНТ-пиrolитический хром (2). Вертикальными отрезками отмечены положения элементов тонкой структуры характерной для МУНТ.

одинарных и двойных связей между углеродом на поверхности МУНТ и кислородом в слое оксида Cr. Пик В, возможно, относится к эпоксидной связи [12], когда атом кислорода связывает два соседних атома углерода.

Проведенные исследования показали, что методы NEXAFS-спектроскопии могут эффективно использоваться для исследования интерфейса композитных материалов на основе МУНТ, получать оригинальную информацию об атомном составе, химическом состоянии и структурных параметрах металлических покрытий и верхних слоев МУНТ, а также химической связи между ними.

Работа была выполнена в рамках двухсторонней программы Русско-Германской лаборатории на BESSY II и при частичной финансовой поддержке Программы фундаментальных исследований Президиума РАН №21 и Государственного контракта П337.

- [1] Wong E.W., Sheehan P.E., Lieber C.V., *Science*, 277, 1971 (1997).
- [2] Обьедков А.М., Каверин А.С., Гусев С.А., Езерский А.Б., Семенов Н.М., Зайцев А.А., Егоров В.А., Домрачев Г.А., *Поверхность*, №7, 67, (2009).
- [3] Fedoseenko S.I., Vyalikh D.V., Iossifov I.F., Follath R., Gorovikov.S.A., Püttner R., Schmidt, J.-S., Molodtsov S.L., Adamchuk V.K.; Gudat W., Kaindl G., *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A*, 505,718 (2003).
- [4] Stohr, J. *NEXAFS Spectroscopy* (Springer, Berlin, 1992)
- [5] Henke B.L., Gullikson E.M., Devis J.L., *At.Data.Nucl.Data.Tables*. 54, 181(1993)
- [6] [Kummer K.](#), [Sivkov V.N.](#), [Vyalikh D. V.](#), [Maslyuk V. V.](#), [Bluher A.](#), [Nekipelov S. V.](#), [Bredow T.](#), [Mertig I.](#), [Mertig M.](#), [Molodtsov S. L.](#), *Physical Review B* 80, 15433 (2009) (8 pages)
- [7] Figurienco M.O., Correlia dos Santos A., Carmezim M.J., Abbate M., F. de Groot F.M., Petersen H., Draun W., *Analyst*, 119, 609, (1994).
- [8] Ruihua Cheng B.Xu., Borca C.N., Sokolov A., Yang C.-S., Yuan L., LiuS.-H., Doudin B., Dowben P.A., *Applied Physics Letters*, 79, 3122 (2001).
- [9] Francis J.T., Hitchcock A. P., *J. Phys. Chem.*, 96, 6598 (1992).
- [10] Christl I., Kretzchmar R. *Environ. Sci. Technol.*, 41, 1915, (2007).
- [11] Kaznacheev K., Osanna A., Jacobsen C., Plachkevich O., Vahtras O., Agren H., Carravetta V., Hitchcock A. P., *J. Phys. Chem. A*, 106, 3153, (2002).
- [12] Jeong Y.K., Non H.J., Kim J.Y., Jin M.H., Park C.Y., Lee Y. H., *EPL*, 82, 67004 (2008).

## К вопросу об антикомптоновском рассеянии

Аристов В.В.<sup>1</sup>, Шулаков Е.В.<sup>1</sup>, Якунин С.А.<sup>2</sup>, Субботин И.А.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка, Россия

<sup>2</sup> Институт кристаллографии РАН, Москва, Россия

e-mail: [aristov@iptm.ru](mailto:aristov@iptm.ru)

Известно, в спектрах комптоновского рассеяния иногда наблюдается “антикомптоновская” линия с длиной волны  $\lambda_a$  меньшей, чем длина волны первичного излучения  $\lambda_0$  [1-3]. На рис.1 приведены экспериментальные кривые, представляющие нормированные распределения интенсивности для ряда веществ с различными атомными номерами [4, рис.95].

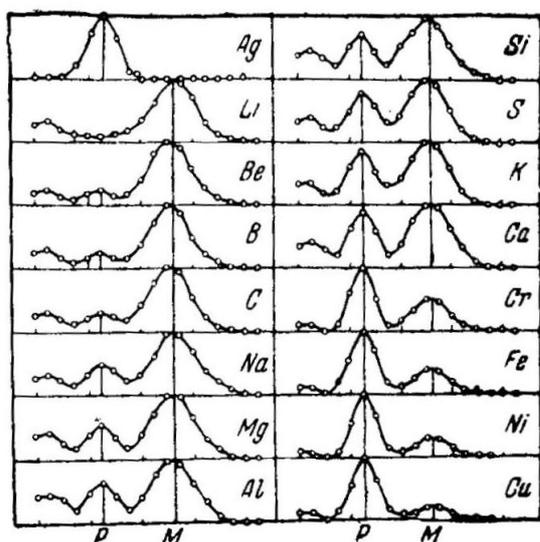


Рис.1. Относительные интенсивности рассеянного излучения  $MoK\alpha$  для разных элементов. Центр несмещенной компоненты обозначен как P, а комптоновской линии - M.

Смещенная компонента  $\lambda_c$  определяется как

$$\lambda_c = \lambda_0 + \Delta\lambda, \quad \Delta\lambda = \Lambda(1 - \cos \varphi) \quad (1)$$

где  $\Lambda = 2.42 \cdot 10^{-12}$  м – комптоновская длина волны, а  $\varphi$  - угол рассеяния. При  $\varphi = 0^\circ$   $\lambda_c = \lambda_0$ , при  $|\varphi| > 0$  линия  $\lambda_c$  смещена относительно  $\lambda_0$  в длинноволновую часть спектра. Для  $90^\circ$   $\lambda_c = \Lambda$ , а для  $180^\circ$   $\lambda_c = 2\Lambda$ . Отметим, в выражениях (1) отражена идеализированная ситуация – наличие фиксированной длины волны  $\lambda_c$ . На самом деле комптоновская линия имеет ширину, сравнимую с величиной смещения  $\Delta\lambda$ . Кроме того в уширение всех линий широкие щели 0.2-0.4 мм и мозаичный анализатор.

Видно, что на всех графиках, кроме Ag, слева от несмещенной компоненты присутствует еще один относительно слабый максимум. Амплитуда этого максимума достаточно велика для легких элементов и уменьшается с увеличением номера Z. Как правило, эта особенность комптоновского спектра в оригинальных статьях не обсуждалась.

Эти наблюдения достаточно большого количества исследователей до сих пор вызывают большой интерес. Высказываются различные предположения о возможных механизмах появления аномального рассеяния.

Нами был поставлен эксперимент, повторявший эксперименты Комптона и Ву, результаты которых приводятся во различных обзорах и монографиях. Мы измерили спектры в более широком диапазоне длин волн, чем это делалось ранее, и при различных углах  $\varphi$ .

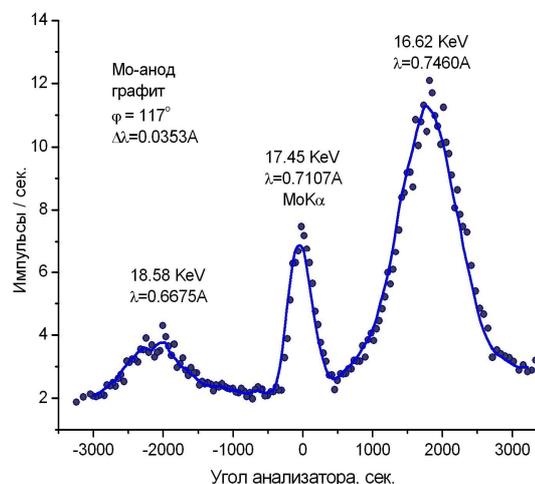


Рис.2. Спектральное распределение интенсивности рассеянного излучения молибдена на графите. Угол рассеяния  $\varphi = 117^\circ$ . Точки – экспериментальные данные, сплошная кривая – линейный фильтр по трем точкам.

На рис.2 приведен спектр рассеяния Mo - излучения на графите при угле  $\varphi = 117^\circ$ . Слева от несмещенной компоненты (дублет  $K\alpha_1, K\alpha_2$ ) хорошо виден широкий модифицированный пик. Оба модифицированных максимума имеют примерно одинаковую ширину и шире центрального пика примерно в два раза.

Сравним полученный график со спектром графита на рис.1. Они похожи друг на друга, но имеется два отличия. Первое - на рис.1 левый пик расположен ближе к центральному максимуму, чем правый, а на рис.2 их положения выглядят иначе - ближе к линии  $K\alpha$  расположен правый пик. Второе - распределения существенно различаются по относительной высоте пиков. Попробуем в этом разобраться, предполагая, что левый пик формируется другой спектральной линией.

Пусть в спектре падающего излучения присутствуют две характеристические линии с длинами волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  ( $\lambda_1 < \lambda_2$ ). Обозначим как  $\lambda_{1C}$  и  $\lambda_{2C}$  их модифицированные компоненты. Согласно (1) их положения в спектре будут описываться выражениями:

$$\lambda_{1C} = \lambda_1 + \Delta\lambda, \quad \lambda_{2C} = \lambda_2 + \Delta\lambda \quad (2)$$

Таким образом при увеличении угла  $\varphi$  указанные линии будут тандемом перемещаться в длинноволновую область. На их положение в спектре будет существенным образом влиять величина  $\delta\lambda = \lambda_2 - \lambda_1$ . При условии  $\delta\lambda < 2\Delta\lambda$ , решая уравнение:

$$\delta\lambda < \Delta\lambda \quad (3)$$

можно найти область углов  $\varphi$  при которых обе модифицированные линии будут лежать правее линии  $\lambda_2$ . По отношению к дублету  $\alpha_1$ - $\alpha_2$ , указанное выше условие будет выполняться для всех структурных анодов. Если взять в качестве анализатора Ge220, то дублет линии  $K\alpha$  должен разрешаться на несмещенной компоненте.

В случае, если  $\delta\lambda < 4\Delta\lambda$ , тогда можно из уравнения:

$$\delta\lambda = 2\Delta\lambda \quad (4)$$

найти условия, когда модифицированные пики будут симметрично расположенными относительно линии  $\lambda_2$ . Для спектральных линии  $K\alpha$  и  $K\beta$  это условие выполняется для Mo и Ag анодов и соответствующие углы  $\varphi$  равны  $126^\circ$  и  $106^\circ$ . И, наконец, измеряя смещения модифицированных компонент относительно спектральных линии, из уравнений (2) вычислить угол  $\varphi$ , при котором получен комптоновский спектр.

Возвращаясь к спектру графита на рис.1 можно вычислить соответствующий угол  $\varphi$ . Он приблизительно равен  $135^\circ$ , что объясняет разное положение линий  $\lambda_{1C}$  и  $\lambda_{2C}$  относительно несмещенной компоненты  $\lambda_{2C}$ . Далее как экспериментально показал Ву [3] отношение интенсивностей смещенной и несмещенной компонент растет с увеличением угла  $\varphi$ . Для

графита при  $\varphi = 117^\circ$  оно приблизительно равно 2, а при угле  $\varphi = 135^\circ$  - увеличивается до значения 3.6. Для угла  $\varphi = 95^\circ$  отношение равно 1.6. Добавляя к выше приведенным сведениям отношение интенсивностей  $MoK\beta$  и  $MoK\alpha_1$  составляет 26.5% мы привели почти все аргументы в пользу того, что "антикомптоновская" линия в спектрах комптоновского рассеяния является модифицированной компонентой спектральной линии  $MoK\beta$  ( $\lambda = 0.63225\text{А}$ ,  $E = 19.61\text{кэВ}$ ). И последний аргумент приведен экспериментом, показанным на рис.3.

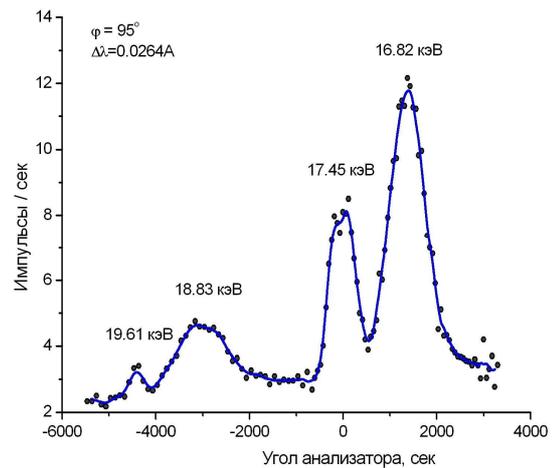


Рис.3. Спектральное распределение интенсивности рассеянного излучения молибдена на графите. Угол рассеяния  $\varphi = 95^\circ$ .

**Выводы.** Установлено, что часто наблюдаемый в спектре рассеяния широкий пик с длиной волны  $\lambda$  меньшей линии  $K\alpha$  является модифицированным пиком, индуцированным  $K\beta$  излучением. Это еще раз подчеркивает высказанное многими авторами утверждение о том, что для объяснения наблюдаемых спектров необходимо учитывать все особенности эксперимента и спектральный состав первичного излучения [5]. Полученный результат интересен тем, что он позволяет сузить круг возможных механизмов рассеяния. Не исключено, что существуют механизмы уменьшения длины волны при рассеянии. Но для их обнаружения необходимы более прецизионные эксперименты.

Работа поддержана грантами РФФИ 09-02-12090 офи\_м и № 09-02-90445 Укр\_ф\_а.

- [1] А.Н. Compton. Phys. Rev. 21(5), 453, 1923.
- [2] А.Н. Compton. Phys. Rev. 22(5), 409, 1923.
- [3] Y.H. Woo. Phys. Rev. 27(2), 119, 1926.
- [4] Дж.Дж.Странатан. "Частицы в современной физике". М.-Л., Гостехиздат, 1949. 611с., 155 рис., 58 табл. пер. с англ. Г.Б. Жданова и В.А. Трофимовой; под ред. С.З. Беленького
- [5] Бушуев В.А., Кузьмин Р.Н. УФН, 122, 81, 1977.

## Нанофокусировка жесткого рентгеновского излучения на SPring-8: последние достижения и новые перспективы.

А.Ю. Суворов<sup>1</sup>, В.Г. Кон<sup>2</sup>, Х. Охаши<sup>1</sup>, С. Гото<sup>1</sup>, К. Ямаучи<sup>3</sup>, Т. Ишикава<sup>4</sup>

<sup>1</sup>SPring-8/JASRI, 1-1-1 Кото, Сайо, Хиого 679-5198, Япония

<sup>2</sup>Российский научный центр "Курчатовский институт", 123182 Москва, Россия

<sup>3</sup>Факультет точных наук и технологий, Осакий университет, Суита, Осака 565-0871, Япония

<sup>4</sup>SPring-8/RIKEN, 1-1-1 Кото, Сайо, Хиого 679-5148, Япония

email: [suovorov@spring8.or.jp](mailto:suovorov@spring8.or.jp)

Чувствительность и разрешение многих рентгеновских методов, таких как дифракция, спектроскопия и пр., напрямую зависит от интенсивности и локальности облучения образца рентгеновским излучением. В связи с этим, создание высоко эффективных фокусирующих элементов является актуальной задачей современной рентгеновской оптики. На сегодняшний день существует достаточно большое разнообразие рентгеновских фокусирующих оптических систем с пространственным разрешением ~15-50 нм, таких как зеркала [1], зонные пластины [2], рефракционные линзы [3] и многослойные Лауэ линзы [4].

Несмотря на то, что фокусировка жесткого рентгеновского излучения в пятно размером менее одного нанометра теоретически возможна, практическая реализация таких фокусирующих элементов остается большой проблемой. В докладе демонстрируется технология производства профилированных зеркал, разработанная в центре современных технологий при университете г. Осака. Эта технология носит название Elastic Emission Machining (EEM) и позволяет получать профили поверхности со среднеквадратичным отклонением от заданного профиля < 2 нм (Рис. 1) [5].

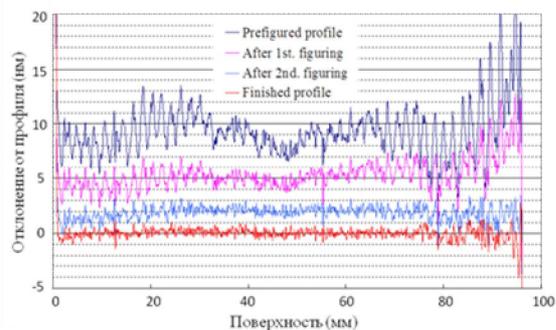


Рис. 1. Отклонение профиля поверхности от заданного на разных этапах обработки.

Несмотря на относительно высокую точность изготовления фокусирующих зеркал,

абберации, возникающие из-за несовершенства оптической системы, существенно ухудшают качество фокусировки. В докладе также демонстрируется метод in-situ коррекции волнового фронта, с помощью адаптивного зеркала скользящего падения на составной пьезоэлектрической подложке (Рис. 2).

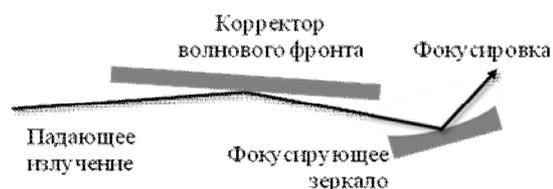


Рис.2. Схема коррекции волнового фронта.

В ряде публикаций [6-8] было показано, что минимальный размер фокусного пятна, который можно получить с помощью оптики на основе эффектов преломления и полного внешнего отражения, имеет фундаментальное ограничение и равен ~10 нм. Поэтому фокусировка в 10 нм является своего рода границей, отделяющей дифракционную оптику от отражающе-преломляющей. В докладе демонстрируются экспериментальные результаты измерения линейной фокусировки с размером пятна 7 нм (Рис. 3) при энергии падающего излучения 20 кэВ, полученные на зеркалах с градиентным многослойным покрытием [9].

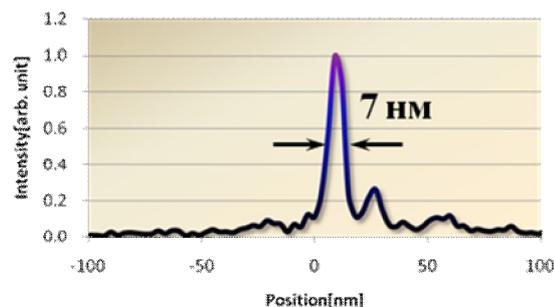


Рис. 3. Профиль интенсивности линейной фокусировки.

Таким образом, экспериментально продемонстрировано, что, используя оптическую систему с адаптивной коррекцией волнового фронта и профилированные зеркала с многослойным покрытием, можно преодолеть 10 нм барьер и получить фокусировку с размером в несколько нанометров.

Классическая фокусирующая оптика на основе изогнутых кристаллов не способна получить нано-фокусировку. Это связано с тем, что угловая апертура отражения кристаллов очень мала и находится в диапазоне углов, измеряемых угловыми секундами. Чтобы получить нано-фокусировку, числовая апертура изогнутого кристалла должна находиться в диапазоне углов, измеряемы градусами. Этого можно достичь, используя обратное отражение от кристалла, т.е. отражение при Брэгговском угле  $\theta = 90^\circ$ . Чтобы избежать наложение отраженного пучка на падающий, в схему фокусировки был добавлен еще один плоский кристалл (Рис. 4).

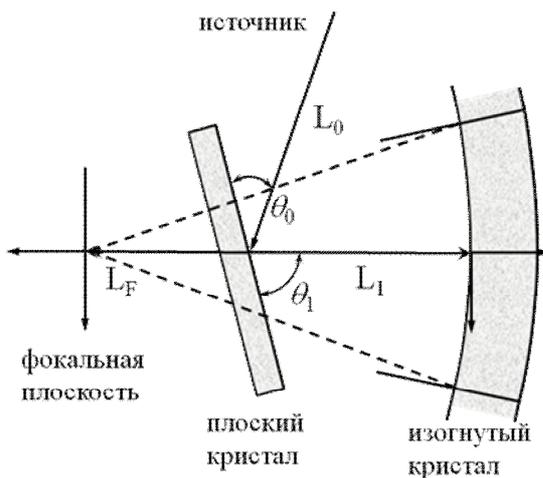


Рис. 4. Дифракционная геометрия линейной фокусировки изогнутым кристаллом в обратном отражении.

В докладе демонстрируется теоретический анализ и численное моделирование двух-кристальной фокусирующей схемы с обратным отражением от изогнутого кристалла. Показано, что при определенных условиях можно получить линейную фокусировку с поперечным размером в несколько нанометров [10].

[1] Mimura H., Yumoto H., Matsuyama S., Sano Y., Yamamura K., Mori Y., Yabashi M., Nishino Y., Tamasaku K., Ishikawa T., Yamauchi K., Appl. Phys. Lett., 90, 051903 (2007).

[2] Suzuki Y., Takeuchi A., Takano H., Takenaka H., Jpn. J. Appl. Phys., 44, 1994 (2005).

[3] Schroer C.G., Kurapova O., Patommel J., Boye P., Feldkamp J., Lengeler B., Burghammer M., Riekkel C., Vincze L., van der Hart A., Kuchler M., Appl. Phys. Lett., 87, 124103 (2005).

[4] Kang H.C., Maser J., Stephenson G.B., Liu C., Conley R., Macrander A.T., Vogt S., Phys. Rev. Lett., 96, 127401 (2006).

[5] Yamauchi K., Mimura H., Inagaki K., Mori Y., Rev. Sci. Instrum., 73, 4028 (2002).

[6] Bergemann C., Keymeulen H., van der Veen J.F., Phys. Rev. Lett., 91, 204801 (2003).

[7] Schroer C.G., Lengeler B., Phys. Rev. Lett., 94, 054802 (2005).

[8] Morawe Ch., Guigay J.-P., Mocella V., Ferrero C., Opt. Exp., 16, 16138 (2008).

[9] Mimura H., Handa S., Kimura T., Yumoto H., Yamakawa D., Yokoyama H., Matsuyama S., Inagaki K., Yamamura K., Sano Y., Tamasaku K., Nishino Y., Yabashi M., Ishikawa T., Yamauchi K., Nature Physics, 6, 122 (2010).

[10] Suvorov A., Ohashi H., Goto S., Ishikawa T., Nucl. Instrum. and Meth. A, 616, 105 (2010).

## Параллельный спектрометр в диапазоне мягкого рентгеновского излучения с фемтосекундным временным разрешением.

Алексей Ерко, Александр Фирсов

Научный Центр им. Гельмгольца (HZB), Источник синхротронного излучения BESSY II,  
ул. Альберта Эйнштейна 15, Берлин, Германия.

E-mail: [erko@bessy.de](mailto:erko@bessy.de)

### Абстракт

Представлены выполненные в HZB результаты разработок последних лет в области создания оптических элементов для рентгеновской спектроскопии в мягком диапазоне длин волн с ультракоротким временным разрешением. Уникальные результаты удалось получить используя Френелевскую дифракцию от структуры на поверхности зеркала в условиях полного внешнего отражения. Прототип такого спектрометра, система внеосевых отражающих зонных пластинок - линз, был установлен на линии излучения BESSY II с источником излучения рентгеновских импульсов длительностью порядка 100 фемтосекунд. В фокальной плоскости отражающей зонной пластинки удалось получить поток излучения в 20 раз превышающий поток с аналогичными характеристиками в схеме монохроматора с линейной дифракционной решёткой. Экспериментально показано, что система отражающих зонных пластинок позволяет выполнять прецизионные XANES измерения спектров поглощения с фемтосекундным временным разрешением на тонких магнитных плёнках, возбуждаемых короткими (~30 фсек) оптическими импульсами лазерного излучения.

### Введение

Экспериментальная станция с 100 фсек временным разрешением для рентгеновской спектроскопии поглощения для изучения ультрабыстрых процессов, таких как обмен угловыми моментами между спинами и решёткой в ферромагнетиках и других материалах, была создана недавно на источнике синхротронного излучения BESSY II. Эта станция предназначена для измерений магнитного дихроизма в циркулярно поляризованном рентгеновском излучении (XMCD) как разницы спектров рентгеновского поглощения в излучении с левой и правой круговой поляризации. [1].

Короткие импульсы рентгеновского излучения ~ 50 пикосекунд генерируются источником синхротронного излучения BESSY II в режиме накопления только одного электронного сгустка (single-bunch mode). В режиме "low-alpha mode" импульсы рентгеновского излучения сжимаются до 1-2 пикосекунд. Временное разрешение

порядка 100 fs было достигнуто благодаря специальному фемто-секундному источнику [2,3]. В этом источнике электронный сгусток длительностью 50 псек возбуждается коротким импульсом (~ 30 фсек) излучения оптического лазера. Электрическое поле лазерного импульса вызывает энергетическую модуляцию в части электронного сгустка. В реализованной на BESSY II схеме энергетически модулированные электроны отделяются от основного сгустка электронов в поворотном магните и, соответственно, генерируют фемтосекундные импульсы при прохождении через ондулятор-усилитель.

Такие источники получили название фемтослайсинговой схемы (Femto-Slicing). Основное преимущество фемтослайсинговой схемы состоит в идеальной синхронизации импульсов фемтосекундного оптического лазера с фемтосекундными импульсами рентгеновского излучения. Импульсы одного и того же оптического лазера используются одновременно для возбуждения электронного сгустка и для оптической накачки образца. Временной сдвиг между импульсом лазера и моментом взаимодействия рентгеновского излучения с образцом регулируется разностью оптического хода между оптическим и рентгеновским импульсами в оптической линии задержки. Фемтослайсинговый излучатель в BESSY II линии UE56 оптимизирован для поляризационной спектроскопии в мягком диапазоне рентгеновского излучения с интенсивностью излучения ~  $10^6$  фот/сек. За монохроматором на основе плоской дифракционной решётки, расположены ещё 3 оптических элемента, так что поток рентгеновского излучения в фемтосекундном временном диапазоне уменьшается до величины  $<10^4$  фот/сек, что приводит к ограничению на выполнение многих экспериментов. Отсюда возникает необходимость создания оптических элементов с меньшими потерями при передаче рентгеновского излучения от источника до образца. Новые оптические элементы должны осуществлять фокусировку монохроматического рентгеновского излучения, обладать энергетической дисперсией и иметь минимальные потери. Естественным решением оказалось

использование единичного дифракционного элемента – внеосевой отражающей зонной пластинки Френеля, предложенной в [4, 5]. (Рис. 1).

#### Экспериментальная установка

Установка для рентгеновской спектроскопии поглощения в образце с лазерной накачкой показана на рисунке 1. Рентгеновский спектр поглощения регистрируется по изменению интенсивности прошедшего через образец излучения. В качестве чувствительного элемента используется лавинный фотодиод. Рентгеновские импульсы фемтосекундной длительности формируются в ондуляторе-усилителе за счёт возбужденных электронов, которые смещаются на оптическую ось ондулятора с помощью специального управляемого поворотного магнита, осуществляющего горизонтальное отклонение этих электронов. Фотоны возникающие при движении основного сгустка электронов на ось линии излучения при этом не попадают.

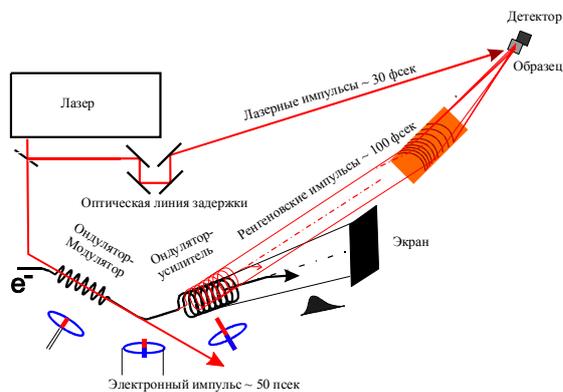


Рис. 1. Оптическая схема эксперимента

Источник излучения на основе ондулятора UE56 имеет энергетический диапазон от 50 эВ до 1400 эВ с абсолютным контролем поляризации излучения. Частота импульсов лазерного излучения составляет 3 кГц. При этом количество фотонов в импульсе рентгеновского излучения длительностью 100 фемтосекунд составляет 10-30 фот/имп.. Поляризация излучения может меняться от линейной (горизонтальной или вертикальной) до лево- или право- направленной круговой. Отражающая зонная пластинка, работающая на полном внешнем отражении, имеет одну важную особенность – она не изменяет поляризацию рентгеновского излучения. Эллиптические зонные пластинки Френеля, сформированные на полированной поверхности подложки и работающие на углах полного внешнего отражения, являются эффективным инструментом для монохроматизации и фокусировки рентгеновского излучения с энергией меньше и порядка 1000 эВ. Такого рода оптические элементы целесообразно применять

на линиях излучения, имеющих специфические условия эксплуатации, такие как высокая радиационная нагрузка или наоборот, очень малый поток излучения. Наличие только одного оптического элемента выполняющего роль и монохроматора и фокусирующего устройства позволяет снизить потери в оптических элементах на порядок. Кроме того, внеосевые отражающие зонные пластинки Френеля обеспечивают требуемое энергетическое и пространственное разрешение.

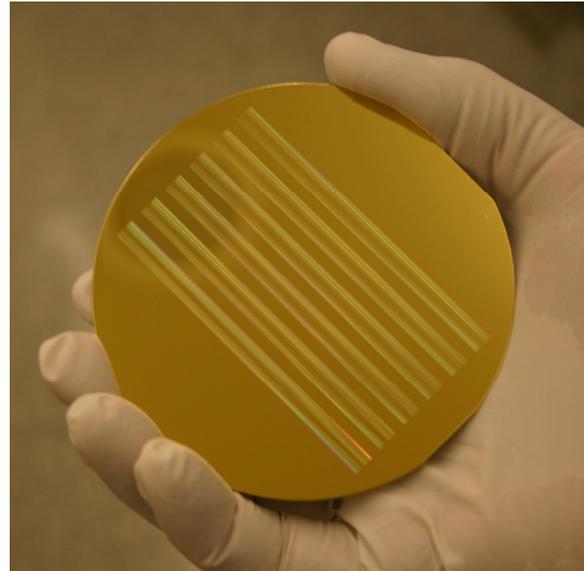


Рис. 2. Отражающие зонные пластинки Френеля, изготовленные для 6 различных энергий краев поглощения от 500 эВ до 1200 эВ

Принципиальная оптическая схема экспериментов с временным разрешением с использованием отражающих зонных пластинок показана на рисунке 1. Внеосевые зонные пластинки Френеля изготовлены на полированной поверхности кремния (рисунок 2). Рентгеновское излучение фокусируется на образце расположенном на расстоянии 9,2 метра от системы зонных пластинок. Благодаря хроматическим свойствам зонной пластинки разные энергии отклоняются под разными углами по отношению к оптической оси и фокусируются на разных расстояниях от дифракционной линзы. Таким образом, волновая дисперсия в плоскости образца, может быть использована для непрерывной регистрации спектра поглощения. Необходимо только расположить позиционно чувствительный детектор позади образца или двигать детектор со щелью вдоль линии дисперсии и осуществлять пошаговую регистрацию интенсивности. Эффективная область энергии ограничена глубиной фокуса. В нашей экспериментальной схеме эта область для 715 эВ составляет  $\pm 10$  эВ с разрешением 1.2 эВ (линейное разрешение 50 мик-

рон). Среди важных характеристик фемтосекундного монохроматора, кроме высокой эффективности, следует отметить также энергетическое разрешение и временную задержку рентгеновского импульса, возникающую на дисперсионном элементе. Оптика монохроматора не должна существенно "размывать" во времени короткие рентгеновские импульсы, которые в нашем случае имеют длительность порядка 100 фемтосекунд. Чтобы удовлетворять этому требованию число периодов дифракционной структуры вдоль направления распространения пучка не должно превышать величины:

$$N_{\max} = \frac{\Delta t_{\text{pulse}}}{\Delta t_{\lambda}} \quad (1)$$

Где  $\Delta t_{\text{pulse}}$  длительность рентгеновского импульса а  $\Delta t_{\lambda}$  есть временная задержка.

Для Fe L II-края поглощения ( $\sim 708$  эВ)  $\Delta t$  равно

$$\Delta t_{\lambda} = \frac{\lambda_{\text{Fe}}}{c} \approx 0.578 \cdot 10^{-17} \text{ s} \quad (2)$$

Таким образом, максимальное число линий структуры не должно превышать  $N_{\max} < 5200$ . Эта величина определяет максимальную апертуру и максимальное энергетическое разрешение. Для геометрических параметров реального эксперимента (Рис. 1) в энергетическом диапазоне от 500 эВ до 1200 эВ средняя величина периода решёток варьируется от 15 микрон до 25 микрон. Таким образом, максимальная длина отражающей зонной пластинки не должна превышать 80 миллиметров.

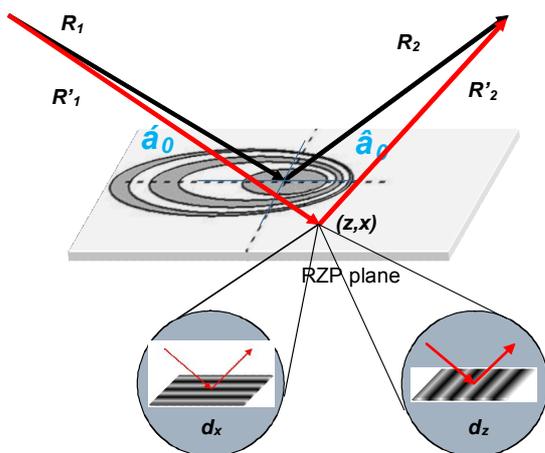


Рис. 3. Принцип расчета отражающей зонной пластинки и соответствующие параметры оптической схемы.

В случае, если луч эмитируется не из идеального точечного источника и в произвольном направлении, его направление дифракции вычисляется с помощью программы, включенной в стандартный пакет расчета дифракционных решеток. Моделирование позволяет рассчитать не только размер пучка в плоскости исследуемого объекта, но и энергетическое разрешение, а также необходимую точность настройки оптического элемента (отражающей зонной пластинки).

С помощью разработанной на BESSY II программы моделирования свойств различных оптических элементов в линиях синхротронного излучения был проведён анализ предложенной схемы монохроматора с отражающей зонной пластинкой [6]. Для расчёта был использован специальный алгоритм, основанный на принципе комбинированной дифракции на двух локальных решётках ориентированных вдоль и перпендикулярно рентгеновскому пучку. В каждой точке оптического элемента программа может рассчитать период соответствующей пары локальных решёток которые отвечают условиям дифракции рентгеновского излучения из точечного источника в точку фокуса (Рисунок 3). Компьютерный код для расчета отражающих зонных пластинок был создан совместно с King's College London [7].

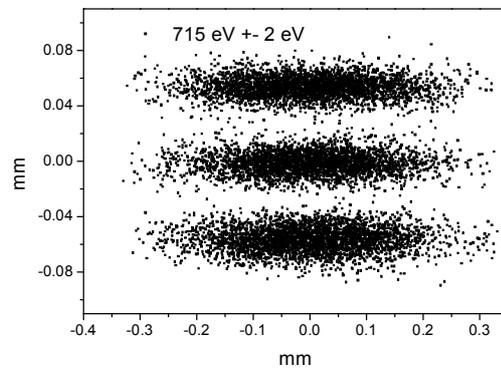


Рис. 4. Расчетное распределение интенсивности в фокальной плоскости ОЗП для трёх энергий рентгеновского пучка.  $715 \pm 2$  эВ

На рисунке 4 представлен пример распределения интенсивности в фокальной плоскости отражающей зонной пластинки (ОЗП) для трёх энергий:  $715 \text{ эВ} \pm 2 \text{ эВ}$ . Энергетическое разрешение монохроматора, получаемое в результате моделирования, составляет 1.2 эВ при размере вертикальной щели равном 50 микрон. Типичная дисперсия в такой геометрии составляет порядка 35 эВ/мм.

Топология отражающей зонной пластинки (ОЗП) была рассчитана с использованием

компьютерной программы описанной в [8]. Расчётные параметры ОЗП: расстояние от источника до ОЗП  $R_1=22.5$  м, расстояние от РЗП до плоскости фокусировки  $R_2=9.02$  м, угол падения излучения на ОЗП 2 градуса. Топология отражающей зонной пластинки имеет смещение равное 400 мм по отношению к её оптической оси, что позволяет эффективно устранить влияние как нулевого порядка диффракции так и тормозного излучения электронного пучка синхротрона. Отражающая зонная пластинка с размерами 80 мм x 10 мм имеет фокусное расстояние 6.4 метра. Период решётки в центральной части линзы 15 – 25 микрон и во внешней части линзы порядка 1,1 микрона.

#### Экспериментальные результаты.

Первые отражающие зонные пластинки были изготовлены в сотрудничестве с Институтом обработки поверхностей (ИОП) общества Лейбница в Лейпциге, Германия и фирмы Microlithography and Consulting (ML&C), Йена, в 2004 году [9]. Позднее мы разработали собственную технологию создания отражающей фокусирующей оптики. В основе этой технологии лежит фотолитография и плазмохимическое травление в релаксирующей плазме. Маски для оптической литографии изготавливаются в (ML&C) методом электронной литографии. Топология зонных пластинок рассчитывается с помощью программы, разработанной в ИПТМ РАН. Эта программа успешно применяется также для создания топологии Брэгг-Френе-левских оптических элементов. На одной суперполированной подложке диаметром 100 мм были изготовлены шесть френелевских линз для фокусировки рентгеновского излучения с энергиями 546 эВ, 713 эВ, 786 эВ, 861 эВ, 943 эВ and 1206 эВ. Эти энергии соответствуют краям поглощения элементов O, (Pd), Fe, Co, Ni, Cu, и Gd. В настоящее время эта система оптических элементов установлена на фемто-слайсинговой линии излучения (Рис. 2). Отражающие зонные пластинки были изготовлены в двух вариантах: с глубиной профиля 8 нанометров и глубиной профиля 15 нанометров, чтобы обеспечить максимальную эффективность в диапазонах (500-800) эВ и (700-1200) эВ. Вся линия излучения с такой системой оптических элементов была испытана как в режиме прямого ондуляторного излучения так и в фемто-слайсинговом режиме. В режиме прямого ондуляторного излучения для предварительной настройки положения линз использовался флуоресцентный экран, а для более точного определения краёв поглощения элементов: тонкая мембрана с напылённым на поверхность исследуемым элементом.

На рисунке 5 представлена фотография флуоресцентного экрана, на которой видны гармоники ондуляторного излучения: первая, 262 эВ, третья, 785 эВ и пятая, 1308 эВ. Отражающая зонная пластинка рассчитана для энергии 785 эВ и фокусирует эту энергию в центре экрана. Аналогичным образом работают и остальные пять зонных пластинок, каждая на своей расчетной энергии.

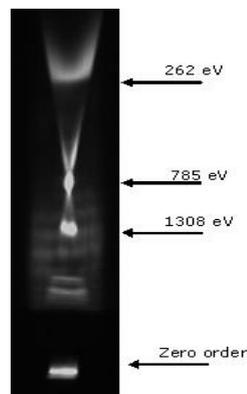


Рис. 5. Фотография флуоресцентного экрана (phosphor P43), помещенного в фокальную плоскость ОЗП.

В реализованной схеме линия излучения имеет только один оптический элемент, что позволяет увеличить поток излучения в 20 раз по сравнению с традиционной схемой, в которой присутствуют четыре оптических элемента включая плоскую диффракционную решётку.

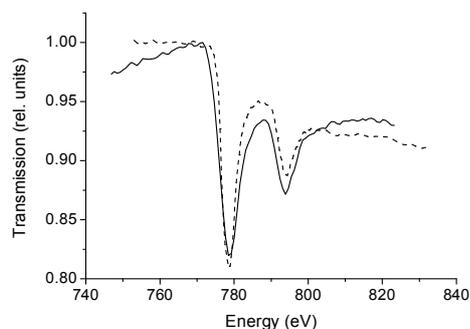


Рис. 5. Нормализованный спектр L-края поглощения кобальта, измеренный с помощью обычного монохроматора с плоской решёткой 150 л/мм (пунктирная линия) и монохроматора на ОЗП (сплошная линия)

На рисунке 6 приведены примеры спектра края поглощения кобальта для двух линий излучения: с отражающей зонной пластинкой и со стандартным монохроматором на основе диффракционной решётки и тремя дополнительными оптическими элементами: зеркалами. Из приведенных графиков следует, что оба монохроматора обладают равным энергетическим разре-

шением. Разница в том, что монохроматор с отражающей зонной пластинкой позволяет получить большой поток излучения в плоскости объекта исследования а также осуществлять параллельную регистрацию спектра поглощения. Для параллельной регистрации спектра была создана линейная матрица состоящая из 25 лавинно-пролетных диодов. Матрица соединена с оптоволоконным элементом, на одной из поверностей которого рентгеновское излучение трансформируется в оптический сигнал видимого диапазона длин волн и передается с оптическим увеличением в 6 раз на фотодиодную матрицу. Пространственное разрешение такой системы на входе составляет 50 микрон, что соответствует энергетическому разрешению 1,2 эВ. Увеличение потока излучения в режиме фемто-слайсинга в 20 раз по сравнению с классической схемой позволяет дает возможность проведения нового класса экспериментов с фемтосекундным временным разрешением.

#### Благодарности

Авторы очень признательны Александру Александровичу Свинцову и Сергею Ивановичу Зайцеву за их помощь в модификации программного обеспечения для решения поставленной задачи, а также Франку Зиверту за проведение метрологии подложек для оптических элементов.

- 
- [1] C. Stamm, T. Kachel, N. Pontius, R. Mitzner, T. Quast, K. Holldack, S. Khan, C. Lupulescu, E. F. Aziz, M. Wietstruk, H. A. Dürr & W. Eberhardt, *Nature Materials*, 6, 740-743, (2007)
- [2] K. Holldack, T. Kachel, S. Khan, R. Mitzner, and T. Quast, *Phys. Rev. ST Accel. Beams*, 8, 040704 (2005)
- [3] S. Khan, K. Holldack, T. Kachel, R. Mitzner, and T. Quast, *Phys. Rev. Lett.* 97, 074801 (2006).
- [4] B. A. Bryunetkin, A. I. Erko, A. R. Mingaleev, S. A. Pikuz, V. T. Romanova, I. Yu. Skobelev, A. Ya. Faenov, and T. A. Shelkovenko, *Quantum Electron.* (1993), 23, 172
- [5] Yu. A. Basov, D. V. Roshchupkin, I. A. Schelokov, A. E. Yakshin *Optics Communications*, 114, 1-2, (1995), 9-12
- [6] F. Schäfers “The BESSY Raytrace Program RAY” in “*Modern developments in X-ray and Neutron Optics*” edited by A. Erko, Th. Krist, M. Idir, A. Michette, Berlin, Spinger, 2008, 9-39.
- [7] Sh. Sahraei, Raytracing routine for reflection zone plates, *WG & MC Meeting COST MP0601*, Dresden, 27-28 November 2008

- 
- [8] A. I. Erko, V.V. Aristov, B. Vidal, *Diffraction X-Ray Optics*, IOP Publishing Bristol, 1996.
- [9] A. Firsov, A. Erko, A. Svintsov, *Design and fabrication of the diffractive X-ray optics at BESSY*, Proc. SPIE Vol. 5539, (2004), p. 160-164

## Проект источника рентгеновского излучения на базе электростатического ускорителя

С.А. Вершинский, В.Е. Сторижко, В.Л. Денисенко, М.В. Ильяшенко  
Институт прикладной физики НАНУ, Сумы, Украина  
E-mail: [topicer@rambler.ru](mailto:topicer@rambler.ru)

Лабораторные источники рентгеновского излучения находят широкое применение в различных областях науки и техники. Для рентгеновских трубок и других источников, в которых излучение генерируется под действием электронных пучков, существенной проблемой является высокий уровень тормозного излучения электронов, подавить которое возможно с помощью применения монохроматоров или фильтров, что приводит к снижению интенсивности.

Однако возможно создание источника, который изначально может генерировать квазимонохроматическое рентгеновское излучение. Генерация рентгеновского излучения в таком источнике может осуществляться под действием ионного пучка [1, 2]. Оценка выхода излучения под действием электронного и протонного пучков приведена в таблице 1, более подробно метод проведения расчетов освещен в [3].

Таблица 1. Сравнение выходов фотонов от электронного и протонного пучков [3]

Выход, фотонов/ (частица·стер.)	Протоны		Электроны	
	1 МэВ	2 МэВ	30 КэВ	40 КэВ
$N_I(\text{Cu}), 10^{-4}$	0.10	1.66	1.26	2.60
$N_I(\text{Ti}), 10^{-4}$	0.85	8.10	3.70	5.55

Из таблицы видно, что применение протонных пучков с энергией 2 МэВ позволяет получить одинаковый с электронным пучком 30-50 КэВ выход фотонов К-серии, но при этом на два порядка снизить фон тормозного излучения [4].

Работы по созданию источника, в котором генерация квазимонохроматического рентгеновского излучения осуществляется под действием ускоренного ионного пучка, проводятся в ИПФ НАН Украины совместно с ИПТМ РАН (Черногловка) в рамках проекта ФФИ с РФ. В качестве источника ионного пучка используется аналитический ускорительный комплекс (АУК) ИПФ НАН Украины [5]. Для увеличения интенсивности рентгеновского излучения на исследуемой мишени предполагается использовать поликапиллярную оптику.

Важным этапом в создании источника является проведение работ по фокусировке

ионного пучка на твердотельном конверторе. В качестве ионно-оптического элемента для фокусировки был выбран дублет электростатических квадрупольных линз (ЭКЛ), фокусирующие свойства которого не зависят от отношения заряда к массе ионов.

Расчет размеров ионного пятна на конверторе проводился с использованием численного кода PROBFORM [6], который позволяет рассчитывать коэффициенты уменьшения и абберации с применением метода матрицантов, изложенного в [7].

Начальные параметры частиц генерировались на основании экспериментально измеренного эмиттанса пучка АУК ИПФ НАН Украины [5].

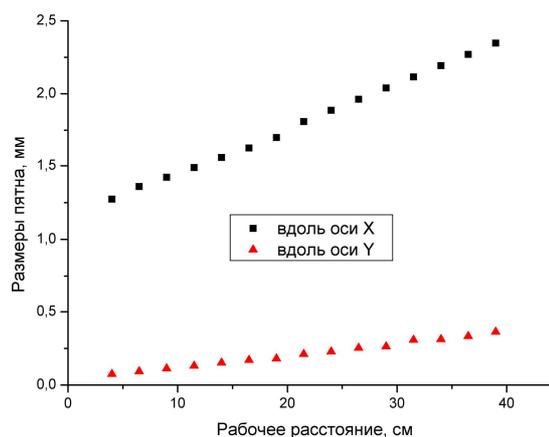


Рис. 1. Размеры ионного пятна на конверторе в зависимости от рабочего расстояния в случае применения дублета ЭКЛ.

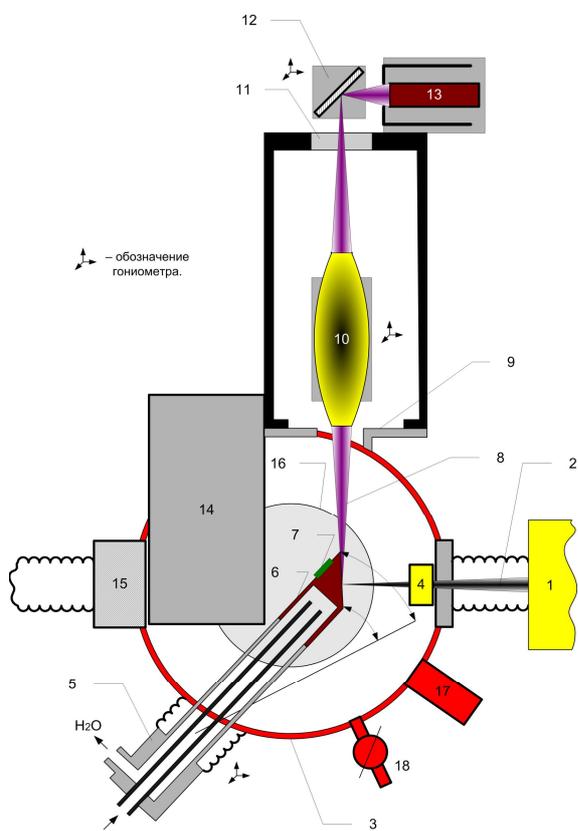
Результаты расчетов показывают, что для получения меньших размеров ионного пятна на конверторе необходимо реализовать как можно меньшее рабочее расстояние в экспериментальной установке. Следует заметить, что при использовании квадруплета ЭКЛ существует диапазон оптимальных рабочих расстояний, при которых размеры ионного пучка на конверторе принимают минимальные значения, и в этом случае выбор требуемого рабочего расстояния и параметров ионно-оптической системы не так очевиден.

Кроме того, в случае использования дублета ЭКЛ для получения формы эффективного фокусного пятна, близкой к окружности, необходимо выбрать определенный

малый угол наклона конвертора по отношению к ионному пучку (т.к. это источник с линейным фокусным пятном).

На первом этапе источник будет использоваться для реализации метода РФА.

Функциональная схема источника приведена на рисунке 2.



- 1 – дублет ЭКЛ;  
 2 – протонный пучок;  
 3 – камера конвертора;  
 4 – цилиндр Фарадея на подвижном держателе;  
 5 – конвертор;  
 6 – съемная часть конвертора;  
 7 – датчик температуры (термопара);  
 8 – ХРИ;  
 9 – главный фланец;  
 10 – поликапиллярная рентгеновская линза;  
 11 – бериллиевое окно;  
 12 – исследуемый образец на гониометре;  
 13 – детектор рентгеновского излучения;  
 14 – щелевое устройство магнитного анализатора;  
 15 – вакуумный затвор;  
 16 – фланец вакуумного насоса;  
 17 – датчик вакуума;  
 18 – вакуумный клапан.

Источник работает следующим образом: ионный пучок фокусируется дублетом ЭКЛ (1) на съемной части конвертора (6), в результате чего происходит генерация ХРИ, часть которого в пределах некоторого телесного угла захвата поликапиллярной линзы (10) фокусируется на исследуемом образце (12). Рентгеновское излучение, образованное в результате взаимодействия первичного излучения с материалом образца, регистрируется полупроводниковым детектором рентгеновского излучения (13).

- [1] Сторишко В.Е., Ильяшенко М.В., Дрозденко А.А., Денисенко В.Л., Вершинский С.А., декларационный патент на полезную модель, UA 49031, H05G 2/00, H01J 35/00, u200911832 (12.04.2010, бюл. № 7).  
 [2] Сторишко В.Е., Ильяшенко М.В., Дрозденко А.А., Денисенко В.Л., Вершинский С.А., декларационный патент на полезную модель, UA 49032, H05G 2/00, H01J 35/00, u200911833 (12.04.2010, бюл. № 7).  
 [3] Шабельников Л.Г., Денисенко В.Л., Ильяшенко М.В., Сторишко В.Е., Дрозденко А.А., Вершинский С.А., *Металлофиз. новейшие технол.*, 32, 1 (2010).  
 [4] Folkmann F., Gaarde C., Huuns T. and Kemp K., *Nucl. Instr. and Meth.*, 116, 487 (1974).  
 [5] Сторишко В.Е., Дрозденко А.А., Мирошниченко В.И., Пономарев А.Г., *Proc. Int. Conf. Current Problems Nucl. Phys. At. Energy NPAE'2006*, 29.05-3.06.2006, Kyiv, Ukraine - Kyiv, 2007. – P. 745-753.  
 [6] Ponomarev A.G., Melnik K.I., Miroshnichenko V.I., *Nucl. Instr. and Meth. B*, 231, 86 (2005).  
 [7] Дымников А.Д., Осетинский Г.М., *Физика элементарных частиц и атомного ядра*, 20, 694 (1989).

## Развитие рентгеновских наноинтерферометров на основе планарных кремниевых преломляющих линз

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

<sup>1</sup>Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка, Россия

<sup>2</sup>Российский научный центр «Курчатовский Институт», Москва, Россия

<sup>3</sup>Европейский центр синхротронного излучения ESRF, Гренобль, Франция

e-mail: [yunkin@iptm.ru](mailto:yunkin@iptm.ru)

Рентгеновская преломляющая оптика является сравнительно молодой и быстро развивающейся наукой. Первая линза имела простую конструкцию в виде ряда отверстий в материале [1]. За последние 12 лет были предложены и развиты разнообразные конструкции и технологии изготовления рентгеновских линз [2].

Одним из наиболее успешных и перспективных направлений развития рентгеновской преломляющей оптики являются кремниевые планарные преломляющие линзы и системы [3-4]. Благодаря предложенной в ИПТМ РАН концепции планарных линз в комплексе с кремниевой технологией микроэлектроники и микросистем впервые в мировой практике были разработаны и созданы совместно с ESRF планарные линзы с параболическим преломляющим профилем, которые являются наиболее интересными из-за возможности формирования с высокой точностью параболических профилей с очень малым радиусом кривизны в апексе параболы. В настоящее время линзы такого типа позволяют сфокусировать рентгеновский пучок в размер порядка ста нанометров в диапазоне энергий 10-100 кэВ и есть перспективы сжатия пучка в фокусе в еще меньший размер [5].

Планарные линзы изготавливаются с помощью современных методов микроструктурирования пластин кремния, основными из которых являются электронно-лучевая литография и глубокое анизотропное плазменное травление. Тем не менее, дальнейшее развитие преломляющей оптики требует совершенствования существующих и поиска новых технологических решений.

Появление линз с очень малым радиусом кривизны, и, как следствие, с относительно малой апертурой, позволило сделать следующий шаг, а именно, изготовить рентгеновский билинзовый интерферометр на основе двух линз, близко расположенных друг к другу поперек пучка (аналог билинзы Бийе) [6, 7]. Две линзы сжимают падающую плоскую волну в два фокуса, которые являются вторичными источниками когерентного расходящегося излучения с заданной угловой апертурой. На определенном расстоянии от этих источников волны, генерируемые ими, перекрываются в пространстве и интерferируют, создавая периодическое изменение интенсивности (Рис. 1).

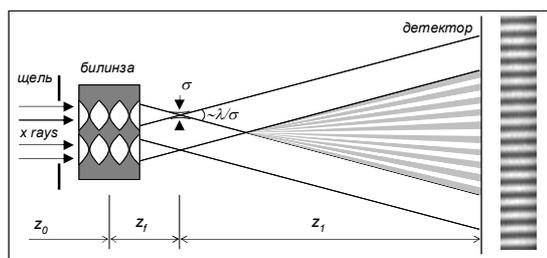


Рис. 1. Схема формирования интерференционной картины.

Период такой интерференционной картины определяется простой формулой  $\Lambda = \lambda z/d$ , где  $\lambda$  – длина волны рентгеновских лучей,  $d$  – поперечное расстояние между фокусами,  $z$  – продольное расстояние от фокусов до точки наблюдения. В результате, если фокусное расстояние линзы равно  $z_f$ , то помещая детектор на разных расстояниях  $z_d = z_f + z$  от билинзы, можно наблюдать стоячую волну с разным периодом.

Для расходящегося излучения от точечного источника, расположенного на расстоянии  $z_0$  от объекта, в частности билинзового интерферометра, все формулы сохраняются с тем отличием, что продольное расстояние после объекта  $z_1$  увеличивается по формуле  $z_1 = z_1'/(1 - z_1'/z_0)$ , где  $z_1'$  – расстояние для плоской волны, а поперечное расстояние увеличивается умножением на коэффициент  $(1 + z_1/z_0)$ .

В работе [6] нами впервые была реализована экспериментально возможность получения стоячей рентгеновской волны с периодом меньше микрона. Новый прибор был назван рентгеновским наноинтерферометром. Для детектирования пространственного распределения интенсивности с периодом в нанометровом диапазоне был использован тестовый объект в виде решетки из Та толщиной 500 нм и периодом 400 нм. Была зафиксирована как муаровая картина при небольшом рассогласовании между периодом стоячей волны и периодом Та решетки, так и периодическое изменение интенсивности при небольшом поперечном сдвиге Та решетки через периодическую интенсивность поля стоячей волны.

Первый наноинтерферометр (Рис. 2) состоял из набора двояко-вогнутых кремниевых планарных параболических линз с длиной 100 мкм, физической

апертурой 50 мкм и глубиной 50 мкм. Между физическими апертурами линз имелся небольшой (10 мкм) промежуток, обусловленный необходимостью подавления центральной части проходящего излучения.

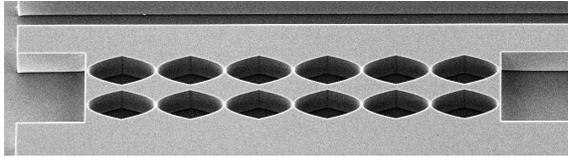


Рис. 2. РЭМ фото первого нанointерферометра, состоящего из 12-ти параболических линз.

Как показали эксперименты с использованием достаточно жесткого рентгеновского излучения, этот промежуток, пропуская излучение через себя, вносит нежелательные артефакты в интерференционную картину, особенно в центральной ее части. В связи с этим была предложена и реализована другая конструкция билинзы, не имеющая промежутка между апертурами. При этом одна из линз смещена относительно другой вдоль направления пучка на половину длины единичной двояко-вогнутой параболической линзы (Рис. 3). Такое смещение весьма мало и оно приводит лишь к очень слабому сдвигу полос из центра, причем этот сдвиг даже невозможно зафиксировать.

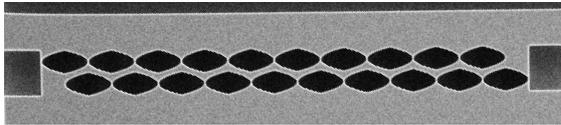


Рис. 3. РЭМ фото нанointерферометра, состоящего из 20-ти параболических линз.

Дальнейшее развитие рентгеновских нанointерферометров связано с переходом к более короткофокусным линзам с меньшей апертурой. В частности, разработаны наборы двояко-вогнутых линз с длиной 60 мкм и физической апертурой 30 мкм (Рис. 4). Интерферометр на их основе дает возможность уменьшить расстояние между вторичными источниками  $d$ . Если в первом нанointерферометре  $d = 60$  мкм, то в новом типе интерферометра  $d = 30$  мкм, то есть в два раза меньше. Это позволяет получить стоячую волну с заданным периодом на меньшем расстоянии или для более жесткого излучения.

Одним из важных применений интерферометра является измерение пространственной когерентности, или, другими словами, поперечной длины когерентности, которая является конечной из-за относительно больших угловых размеров некогерентного источника. Этот параметр можно измерять по контрасту интерференционных полос [6, 7].

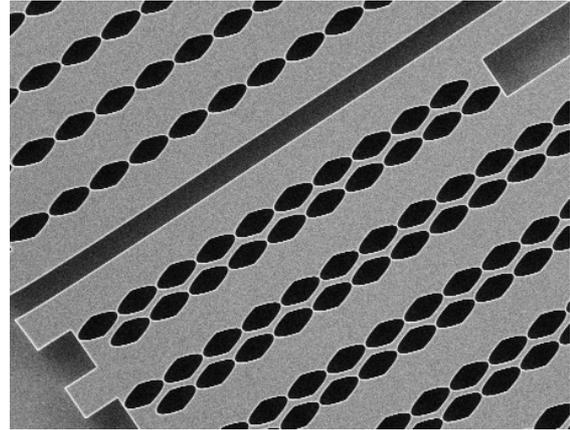


Рис. 4. Общий вид наборов линз и билинз, изготовленных на одной кремниевой пластине.

Для этой цели была разработана универсальная компьютерная программа, позволяющая проводить численное моделирование работы нанointерферометра с учетом реальных угловых размеров источника [8].

Наряду с угловыми размерами источника программа учитывает вклад дифракционного предела в размер фокусов, связанный с конечностью апертуры линз, и приводящий к конечной угловой ширине расходящихся после фокусов пучков. При этом необходимо отметить, что часто угловая ширина пучка определяется не геометрической апертурой линз, а эффективной апертурой, связанной с поглощением рентгеновского излучения в линзе. При этом программа аккуратно вычисляет эту эффективную апертуру и реальную угловую ширину пучков. Важной особенностью интерферометра является тот факт, что из-за слабой расходимости пучков период интерференционной структуры сохраняется на достаточно больших расстояниях вдоль оптической оси, что позволяет исследовать достаточно толстые образцы.

Компьютерная программа проводит расчеты линз нанointерферометра в приближении тонкой линзы, то есть через трансмиссионную функцию, которое справедливо в том случае, если реальная длина линзы значительно меньше фокусного расстояния. Расчет распространения излучения в пространстве проводится методом интеграла Кирхгофа, что является практически точным методом в случае рентгеновских лучей. Тем не менее, нами разработан метод рекуррентных соотношений для расчета линз с учетом их конкретной структуры. Этот метод позволяет проводить точные расчеты даже для таких линз, которые фокусируют пучок на своем конце.

Кроме того, для тонких линз нами получены аналитические оценки на поперечную ширину фокуса (дифракционный предел) и на глубину резкости фокуса. Важным параметром является отношение эффективности преломления линзы к величине поглощения линзы, который можно

записать как  $\gamma^{-1} = \delta/\beta$ , где  $\delta$  и  $\beta$  определяются формулой для комплексного коэффициента преломления  $n = 1 - \delta + i\beta$ . В частности можно показать, что полуширина гауссового пучка в фокусе в  $\gamma$  раз меньше полуширины гауссового пучка на выходе из линзы. В этом смысле необходимо стремиться к изготовлению линз из материалов с максимально малыми значениями  $\gamma$ .

Для оценки применимости того или иного материала в качестве основы для создания элемента преломляющей оптики была разработана и использована интерактивная Web-система помощи в проектировании и создании элементов рентгеновской оптики высокого разрешения, моделировании оптических схем на их основе [9]. С помощью системы можно рассчитывать параметры взаимодействия рентгеновского излучения с веществом для широкого круга материалов по выбору пользователя, оценивать поглощение и пропускание для выбранных длины волны рентгеновского излучения и материала, проектировать элементы преломляющей и оценивать их оптические характеристики, рассчитывать параметры однолинзовых и двухлинзовых оптических схем.

В интервале энергий фотонов от 10 до 30 кэВ наиболее подходящими материалами являются бериллий, алмаз и бор. Однако, у этих материалов, получаемых стандартными методами, очень низкая однородность материала и рассеяние на неоднородностях приводит к потерям излучения в фокусе и к фоновому излучению.

Монокристаллический кремний лишен этих недостатков, поэтому, несмотря на то, что для него параметр  $\gamma$  не слишком мал, особенно для низких энергий, кремний все же является перспективным материалом для развития наноинтерферометрии. Кроме того, кремний имеет высокие показатели радиационной и температурной стабильности.

Проведенные эксперименты показали, что интерференционная структура наблюдается даже при использовании преломляющих линз с большим числом (196) двояко-вогнутых параболических линз с длиной 100 мкм и физической апертурой 50 мкм. Это говорит о том, что точность изготовления линз находится на достаточно хорошем уровне.

С увеличением числа элементов составной линзы происходит накопление погрешностей изготовления индивидуальных линз (случайные и систематические отклонения геометрических параметров преломляющих профилей от расчетных), причем суммарное отклонение преломляющего профиля составной линзы от идеального возрастает в зависимости от типа погрешности линейно или пропорционально корню квадратному числа линз. Необходимо отметить, что значительное отклонение преломляющего профиля от идеального может привести к ухудшению, а иногда и к полной деградации оптических характеристик планарных составных рентгеновских линз и устройств на их основе.

Поскольку в интерферометрах нового типа максимальное число двояко-вогнутых параболических линз с длиной 60 мкм и физической апертурой 30 мкм достигает 311, то для их изготовления были предложены и применены новые технологические решения, направленные на минимизацию возможных погрешностей формирования преломляющих профилей линз.

Для определения параметров новых линз и наноинтерферометров на их основе на ID6/ESRF станции были разработаны новые экспериментальные схемы. Результаты фокусировки рентгеновского излучения и формирования интерференционных картин будут приведены в последующих публикациях.

Представленные в данной работе результаты по развитию рентгеновских наноинтерферометров на основе кремниевых планарных параболических преломляющих линз позволяют говорить о перспективности данного направления с целью создания высоко-разрешающей рентгеновской оптики для совершенствования методов диагностики источников синхротронного излучения и лазеров на свободных электронах, а также локальной диагностики наноматериалов, наноструктур и наносистем на станциях современных источников синхротронного излучения в энергетическом диапазоне 10 - 100 кэВ.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, гранты № 10-02-01021-а и №09-07-00359-а.

- [1] Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Lengeler B., *Nature*, **384**, 49 (1996).
- [2] Snigirev A., Snigireva I., *C. R. Physique*, **9**, 507 (2008).
- [3] Aristov V.V., Grigoriev M.V., Kuznetsov S.M., Shabelnikov L.G., Yunkin V.A., Hoffmann M., Voges E., *Opt. Comm.*, **177**, 33 (2000).
- [4] Aristov V., Grigoriev M., Kuznetsov S., Shabelnikov L., Yunkin V., Weitkamp T., Rau C., Snigireva I., Snigirev A., Hoffmann M., Voges E., *Appl. Phys. Lett.*, **77**, 4058 (2000).
- [5] Snigirev A., Snigireva I., Grigoriev M., Yunkin V., Di Michiel M., Vaughan G., Kohn V., Kuznetsov S., *J. Phys.: Conf. Series*, **186**, 012072 (2009).
- [6] Snigirev A., Snigireva I., Kohn V., Yunkin V., Kuznetsov S., Grigoriev M., Roth T., Vaughan G., Detlefs C., *Phys. Rev. Lett.*, **103**, 064801 (2009).
- [7] Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Grigoriev M., Kuznetsov S., Yunkin V., Roth T., Detlefs C., Vaughan G., in "ESRF Highlights 2008", 125 (2009).
- [8] URL: <http://vkacl.narod.ru/applets/00/vkACLa.htm>
- [9] URL: <http://www.iptm.ru/xcalc>

## Современное рентгеновское аналитическое оборудование фирмы Bruker AXS

Голованов Д.Г., Прибора В.Н.  
ООО “Брукер”, Москва, Россия  
e-mail: [dg@bruker.ru](mailto:dg@bruker.ru), [vpribora@bruker.ru](mailto:vpribora@bruker.ru)

Компания ООО “Брукер” на протяжении долгих лет официально представляет группу компаний Bruker на территории России и стран СНГ. Одним из направлений работы компании является подразделение Bruker AXS, производящее и разрабатывающее современные рентгеновские аналитические системы.

Спектр продукции Bruker AXS достаточно широк: рентгеновские дифрактометры для фазового анализа и исследования тонкой структуры многослойных покрытий, монокристалльные дифрактометры, компактные настольные дифрактометрические системы, а также рентгенофлуоресцентные спектрометры, позволяющие решать любые задачи как в лаборатории, так и на производстве.

Дифрактометры Bruker AXS установлены в ведущих научных центрах России и всего мира, что позволяет компании реагировать даже на малейшие изменения в направлении исследований и вносить конструктивные изменения, а также адаптировать и постоянно совершенствовать программное обеспечение.

В настоящее время, для обычного фазового анализа при стандартных условиях, оптимальным выбором будет настольный дифрактометр D2 Phaser. Данный прибор позволяет проводить количественный фазовый анализ в геометрии Брегг-Брентано, но сильно ограничен в области изменения условий анализа, таких как температура. Дифрактометр сочетает компактные размеры с твердотельным многоканальным детектором и стандартной рентгеновской трубкой. При этом рентгеновская трубка работает в пониженном режиме и не требует внешнего водяного охлаждения. Сочетание многоканального детектора и рентгеновской трубки позволяет получить ускорение съемки в 20 – 30 раз по сравнению с обычным дифрактометром, работающим с точечным детектором. В комплект поставки входит полный набор программного обеспечения для количественного фазового анализа и полнопрофильного уточнения по методу Ритвельда.

Для решения более сложных задач фазового анализа, компания производит профессиональный дифрактометр широкого назначения D8 Advance. Удобная конструкция рабочей зоны прибора позволяет легко размещать различные держатели образцов, включая подвеску Эйлера, а также устанавливать

температурные и реакционные камеры. В зависимости от задач, прибор конфигурируется различной рентгеновской оптикой: классическая щелевая геометрия; фокусирующий  $K_{\alpha 1}$  монохроматор; зеркало Гёбеля для работы в геометрии параллельного пучка; а также ряд других приспособлений. Помимо рентгеновской оптики, компания предлагает широкий выбор детекторов: классический сцинтилляционный счетчик, линейные твердотельный и газонаполненный детекторы, а также энергодисперсионный счетчик, избавляющий от необходимости использования вторичного монохроматора. Отдельно стоит отметить, что в большинстве случаев смена конфигурации происходит без перенастройки прибора, а современное оснащение позволяет распознавать тип модуля, установленный в дифрактометр.

Любые другие задачи, выходящие за пределы классического рентгено-фазового анализа, решаются на серии дифрактометров D8 Discover. Такие задачи, как микроанализ и картирование поверхности предъявляют высокие требования к интенсивности и качеству точечного источника рентгеновского излучения, а также к детектирующей системе. В этом случае, в зависимости от пожеланий, прибор оснащается классической керамической рентгеновской трубкой, микрофокусным источником или генератором с вращающимся анодом. Маломощный микрофокусный источник приближается по интенсивности к генератору с вращающимся анодом, но требует значительно меньших затрат на постоянное и периодическое обслуживание, а также избавляет от активного внешнего водяного охлаждения.

Анализ тонкослойных многоплечных структур очень чувствителен к качеству прямого пучка, а именно: угловая расходимость и “чистота”  $K_{\alpha 1}$  излучения. Немаловажным фактором является точность механики. Наши приборы серии D8 Discover удовлетворяют всем предъявляемым требованиям для проведения исследований на высоком мировом уровне.

Помимо оборудования, компания ООО “Брукер” осуществляет полную техническую поддержку оборудования: установка и введение приборов в эксплуатацию, методическая поддержка пользователей, а также все виды гарантийного и пост-гарантийного обслуживания.

## Сравнение дифрактограмм при нормальном и наклонном освещении объектов когерентными пучками

А. Н. Митрофанов.

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

e-mail: [mitrofanovan@gmail.com](mailto:mitrofanovan@gmail.com)

В настоящее время быстрое развитие источников когерентного рентгеновского излучения влечёт за собой развитие методов восстановления изображений без линз (lens-less imaging), методов восстановления фазы, и пр. В тоже время, малая длина пробега фотонов в материалах в мягком рентгеновском диапазоне затрудняет получение изображений образцов на просвет. Возможность получения изображений в отраженном свете приводит к необходимости создания методов моделирования систем, в которых плоскость объекта расположена под углом к направлению излучения.

В данной работе для вычисления поля в пространстве (двумерный случай) используется параболическое волновое уравнение.

$$2ik \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = 0. \quad (1)$$

В качестве начального условия задаётся распределение поля на наклонной плоскости.

$$u_0(s) = \int C(\mu) e^{i\mu s} d\mu, \quad (2)$$

$$x = s \sin \theta, \quad z = -s \cos \theta.$$

Тогда решение уравнения (1) можно записать в виде:

$$u(x, z) = \int C(\mu) \exp(i\sqrt{2k\kappa(\mu)}x - i\kappa(\mu)z) d\mu, \quad (3)$$

$$\kappa(\mu) = \frac{k \tan^2 \theta}{2} \left( \sqrt{1 + \frac{2\mu \cos \theta}{k \sin^2 \theta}} - 1 \right)^2.$$

На рисунках 2-4, 6-8 изображено распределение поля в пространстве создаваемое начальным распределением поля, заданным на плоскостях, наклонённых под различными углами  $\theta$ . Для рисунков 2-4 фаза начального распределения постоянна, а амплитуда изображена на рис.1. Для рисунков 6-8 амплитуда начального распределения постоянна и равна 1, а распределение фазы изображено на рис. 5.

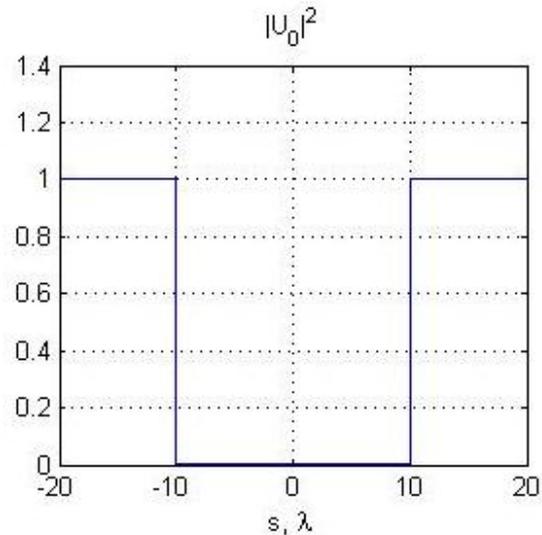


Рис. 1.

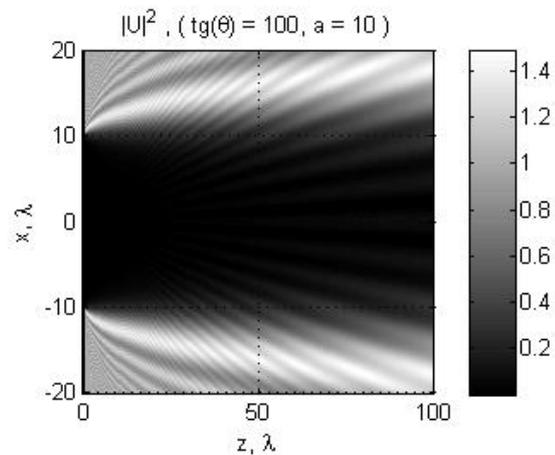


Рис. 2.

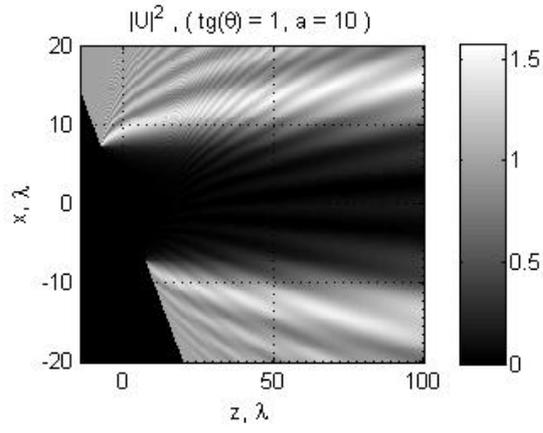


Рис. 3.

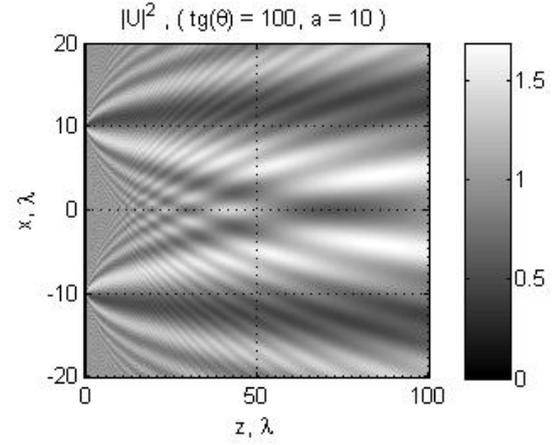


Рис. 6.

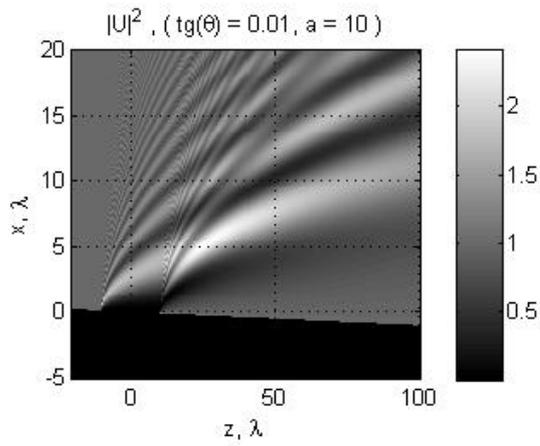


Рис. 4.

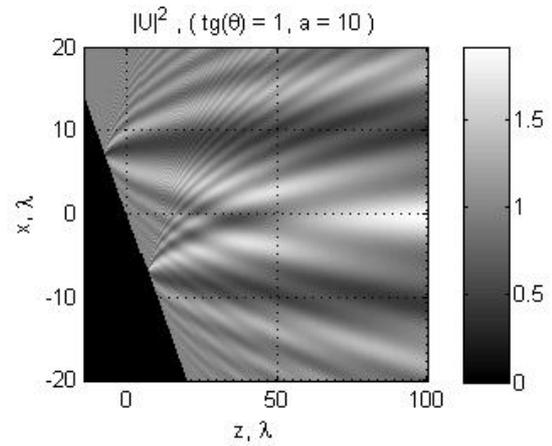


Рис. 7.

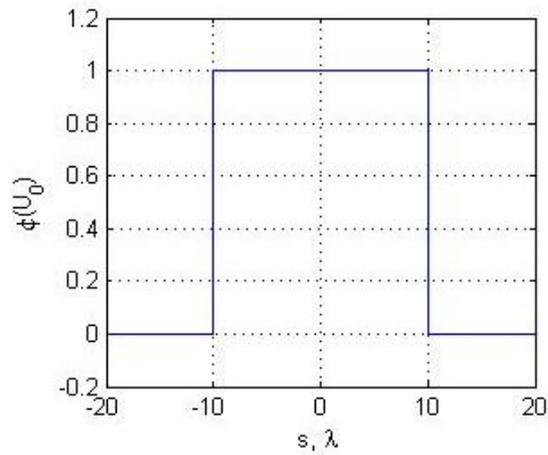


Рис. 5.

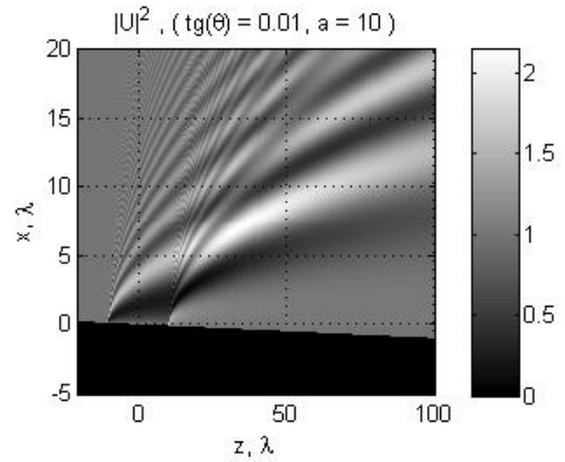


Рис. 8.

## Фундаментальные проблемы рассеяния жесткого рентгеновского излучения

В.В.Аристов

Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, Черноголовка, Россия

e-mail: [aristov@iptm.ru](mailto:aristov@iptm.ru)

**Аннотация.** В докладе на основе анализа данных по рассеянию рентгеновского и оптического излучений, полученных ранее различными авторами, ставится задача пересмотра сложившихся представлений о механизмах рассеяния, и, прежде всего – механизма эффекта Комптона.

В настоящее время особенности рассеяния рентгеновского излучения в рентгенофазовом и рентгеноструктурном анализе, рентгеновской топографии и т.д. обычно не обсуждаются. Известен считающийся “экзотическим” эффект Комптона, который рассматривается как эффект некогерентного рассеяния и наряду с фотоэффектом учитывается в коэффициенте поглощения для легких элементов. Такое положение отчасти объясняется тем, что обычно в рентгеновских исследованиях используется достаточно мягкое излучение с энергией  $E < 17 \text{keV}$  ( $\lambda > 0.7 \text{Å}$ ), где этот эффект незначителен. Тем не менее, вопрос о том, как рассеивается и поглощается рентгеновское излучение остается актуальным сегодня, как и 100 лет назад, тем более что стало доступным и используется более жесткого излучения.

Известно, что интенсивные исследования особенностей рассеяния рентгеновского излучения проводились длительное время – с начала и до середины прошлого века. Был выявлен ряд характерных и фундаментальных свойств рассеяния, а их трактовка оказала решающее влияние на формирование современных вариантов интерпретации квантовой механики. Напомним факты, демонстрирующие отличие угловых, спектральных характеристик рассеяния жесткого рентгеновского излучения от тех, к которым мы привыкли, имея дело с более мягким излучением ( $E \leq 10 \text{keV}$ ).

1. Наблюдается явная угловая анизотропия рассеяния, причем угловые диаграммы рассеяния на электронах таких элементов, как Al, Fe соответствуют тем, которые можно было бы получить при рассеянии света с длиной волны  $\lambda$  на диэлектрических шариках радиуса  $R \leq \lambda$  [1].
2. Наблюдается заметное увеличение длины волны рассеянного излучения – “softening” по сравнению с первичным на достаточно легких

элементах. Это явление было обнаружено Баркла в 1904 г. [2] и исследовалось рядом ученых.

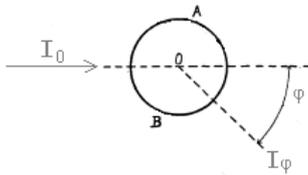
3. Наблюдается угловая зависимость изменения длины волны рассеянного излучения. Угловые зависимости  $\Delta\lambda(\varphi)$  объясняются как с квантовой (Дебай, Комpton [3]), так и с классической точек зрения, по аналогии, например, с эффектом Парселла - Смита, как результат интерференции при рассеянии на протяженном электроде, который представляет собой периодическое распределение электронной плотности [4].

В числе интерпретаторов этих явлений кроме Комптона и Баркла числятся и другие лауреаты Нобелевских премий - Бор, Шредингер. Наиболее признанным объяснением этого явления является квантовая гипотеза Комптона о рассеянии фотонов излучения на электронах, хотя наличие других вариантов его трактовки наводит на мысль, что почти наверняка теория Комптона неверна, а с ней неверна и Борновская интерпретация квантовой механики, возникшая в результате квантово-механической трактовки эффекта “softening” рассеянного рентгеновского излучения. Чрезмерное внимание к эффекту “softening” в связи с интерпретацией его Комптоном с точки зрения рассеяния квантов привело к разделению наших представлений о рассеянии рентгеновского излучения. С одной стороны, нормальное - это явление брэгговской дифракции, формирование показателя преломления, которые предполагают коллективное рассеяние всеми электронами электромагнитной волны. С другой – Комpton предложил, и с этим предложением большинство физиков согласилось, считать рассеяние процессом столкновения фотонов с отдельными электронами, что исключает нормальные явления. Разумно исключить кванты-фотоны излучения из рассмотрения, при этом необходимо пересмотреть свое отношение и к точечным квантам-электронам, рассеивающим излучение. Сомнения в точечной структуре электрона не новы. Достаточно вспомнить соответствующие работы Фейнмана, Шредингера и др.

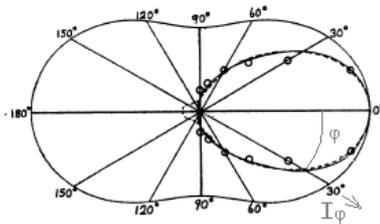
Впервые задачу рассеяния излучения “большим” электроном рассмотрел Комpton по аналогии с теорией Ми и Дебая, решавшими задачу рассеяния света на диэлектрических шариках радиусом  $R \leq \lambda$ . Комpton, опираясь на

полученные ранее различными авторами данные по диаграммам рассеяния жесткого излучения и поглощения, показал, что экспериментальные данные при рассеянии на таких элементах, как Fe, Ni, Al хорошо описываются в предположении, что электрон является “spherical perfectly flexible”, т.е. сферичен с равномерно распределенной электронной плотностью. При этом каждая часть электрона  $dr$  рассеивает независимо. Роль радиуса электрона - шарика играет комптоновская длина волны  $\Lambda_e = \frac{h}{mc} = 2.4 \cdot 10^{-12} \text{ м}$  (“классический” радиус почти на три порядка меньше). На Рис.1 представлена угловая зависимость интенсивности рассеяния от отношения  $\frac{\lambda}{R}$ , которое рассчитано по теории Ми-Дебая-Комптона при  $\lambda=0.09 \text{ \AA}$  и соответствующие экспериментальные результаты, полученные Флоренсом [5].

a)



b)



c)

$$I(\varphi) = I_0 \sigma_0 \frac{(\sin^2(\frac{4\pi \cdot R}{\lambda} \cdot \sin \frac{\varphi}{2}))}{(\frac{4\pi \cdot R}{\lambda} \cdot \sin \frac{\varphi}{2})^2}$$

Рис.1 а) Схема рассеяния.  $I_0$ ,  $I_\varphi$  - интенсивности первичной и рассеянных волн под углом  $\varphi$ , АВ диаметр электрона; б) диаграмма рассеяния: внешняя сплошная кривая соответствует рассеянию неполяризованной волны на точечном электроне, кружками обозначены экспериментальные данные Флоренса; в) формула Комптона (1919) зависимости  $I(\varphi)$ , R - радиус электрона,  $\sigma_0$  томпсоновское сечение рассеяния.

Как эксперимент, так и расчеты показывают, что при рассеянии на большие углы отличия от рассеяния на точечном электроне достаточно заметны уже при  $\lambda/R = 20-30$ . В случае рентгеновского излучения это соответствует

длинам волн  $\lambda \approx 0.5-0.7 \text{ \AA}$  (AgK $\alpha$ , MoK $\alpha$ ). Согласно экспериментальным данным радиус электрона следовало считать примерно равным  $1.7-2 \cdot 10^{-12} \text{ м}$ . Исходя из современных представлений, этим радиусом должен быть параметр  $\frac{\Lambda_e}{2} \leq R \leq \Lambda_e$ . Теория Ми-Дебая-

Комптона давала хорошие совпадения с экспериментами при рассеянии излучения на достаточно тяжелых элементах, но при рассеянии на легких, таких, как Li, C, не описывала ни угловое распределение интенсивности рассеяния, ни, что главное, угловую зависимость длины волны рассеянного излучения. Это побудило Комптона отказаться от своей первоначальной теории “большого” электрона и предложить новую теорию. Выше было отмечено, что его теория не является удовлетворительной, поскольку она постулирует механизмы излучения и рассеяния, не вытекающие ни из классической, ни из квантовой теории.

Первый постулат: коллапс (редукция) волнового электромагнитного поля на конкретном электроне с превращением волны, излученной атомом в фотон с мгновенной концентрацией энергии и импульса излучения в одну точку (в теории Планка атом излучает квант энергии  $h\nu$ , но излучение представляет собой не “Nadelstrahlung” - “игольчатое” излучение, а волну имеющую большую протяженность  $l$  в направлении распространения  $l = \lambda^2/\Delta\lambda$  и распространяющуюся в большой телесный угол – волна сферическая, дипольная и т.п.).

Второй постулат: электрон переизлучает падающий на него фотон, как и атом, порцией  $h\nu'$  и в определенном направлении, хотя в классической электродинамике электрон при взаимодействии с электромагнитной волной переизлучает дипольную волну.

Третий постулат: электрон поглощает фотон, и эта новая частица распадается далее на новый фотон и движущийся в некотором направлении электрон отдачи. Если при распаде новый фотон движется в направлении движения первичного фотона скорость электрона равна нулю. Этот вывод теории Комптона также противоречит выводам классической электродинамики. Электрон должен получать импульс только в направлении вектора Пойтинга, то есть в направлении распространения рассеиваемой волны.

Покажем, что, отказавшись от этих “ad hoc” постулатов, и приняв за основу структуру рассеивающих электронов, представленную на рис.2, можно объяснить как явление “смягчения” рассеянного излучения, так и другие его особенности.

Эта структура – структура интерференции двух сферических волн, с длиной  $2\Lambda_e$ ,

сходящейся и выходящей из центра  $r=0$  и соответствующих “опережающему” и “запаздывающему” потенциалам в решении одного и того же волнового уравнения.

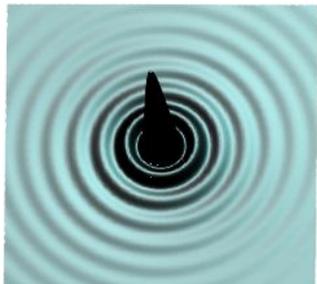


Рис.2. Сечение электронной плотности электрона  $\rho(r_1)=e \sin^2(\pi r_1)/\pi^2 r_1^2$ , плоскостью  $z_1=0$

Впервые на возможность использования этих решений в электродинамике указывал еще Дирак, позднее Фейнман и Уиллер [6]. Подобное представление электрона реальной волной электронной плотности соответствует квантовой механике в интерпретации де Бройля, Шредингера, Эйнштейна, в отличие от представления функцией вероятности нахождения электрона в том или ином объеме, предложенного Борном и принятого в “копенгагенской” интерпретации, узаконенной в наше время. При рассеянии на такой структуре – голограмме волны с длиной  $\lambda=2\Lambda_e$ , сходящейся в точку  $r=0$  “восстановится” другая сферическая волна. Нас интересует случай рассеяния плоской электромагнитной волны с частотой  $\nu_0$  при  $\lambda_0 > \Lambda_e$  на такой электронной голограмме (Рис.3).

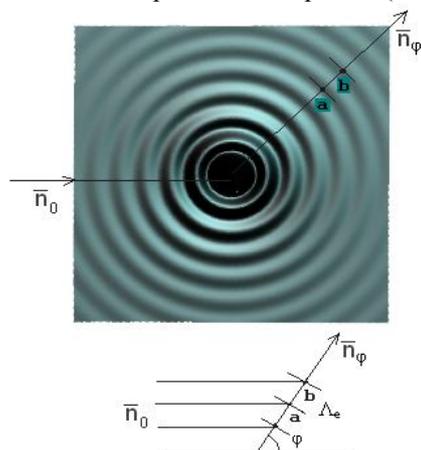


Рис.3. Схема рассеяния плоской рентгеновской волны, распространяющейся в направлении вектора  $n_0$  в направлении вектора  $n_\phi$ . Период структуры  $a$   $b$  равен  $\Lambda_e$ , разность хода  $\Delta r$  лучей из точек  $a$  и  $b$  равно  $\Lambda_e(1 - \cos\phi)$ .

Решая задачу в рамках классической электродинамики, мы получим, что в абсолютно “flexible” электроне в каждом объеме  $dr$  возникнет колебание заряда с частотой  $\nu_0$  и соответственно дипольное излучение. В силу сферической симметрии структуры вторичное

излучение будет также симметрично, но в каждом из направлений  $r$  когерентные колебания диполей  $dr$ , разделенных периодом  $r_a - r_b = \Lambda_e$  будут запаздывать на время  $c \cdot \Delta t = \Lambda_e \cos \phi$ , так, что суммарное запаздывание составит  $c \cdot \Delta t = \Lambda_e (1 - \cos \phi)$ . В результате наблюдаемое под углом  $\phi$  излучение будет иметь длину волны  $\lambda = \lambda_0 + \Lambda_e(1 - \cos \phi)$ . С одной стороны, этот новый вариант переизлучения периодической структурой электрона с изменением длины волны напоминает эффект Парселла-Смита. С другой стороны, преобразование длины волны (частоты) рассеянного излучения формально описывается преобразованиями Лоренца. Последнее обстоятельство привело к ошибочному, на наш взгляд, представлению о преобразовании излучения при рассеянии лазерного излучения на релятивистских электронах, как об одном из вариантов комптоновского рассеяния.

Итак, в нашей теории эффект “softening” рассеянного излучения столь же естественен, как и явление брэгговского рассеяния. Он описывается в рамках классической электродинамики и является когерентным. Предполагаемая теория позволяет объяснить наблюдающиеся особенности рассеяния жесткого излучения и позволяет предложить новый класс экспериментов расширяющих возможности применения этого излучения.

**Выводы.** В течение длительного времени как экспериментальные, так и теоретические исследования проводились в основном с целью подтвердить квантовый механизм рассеяния, предложенный Комптоном. Несмотря на почти общее признание теории Комптона, поиски других механизмов, объясняющих эффект “смягчения” рассеянного излучения не прекращаются до настоящего времени. Ведется дискуссия и по поводу объяснения некоторых деталей этого явления. Нами начаты теоретические и экспериментальные исследования, имеющие целью подтверждение и уточнение, как предложенной модели рассеяния жесткого излучения, так и структуры электрона. Первые результаты этих исследований содержатся на представленных на семинаре докладах.

Работа поддержана грантом РФФИ № 09-02-12090 офи\_м.

- [1] Compton A.H. Phys. Rev. 14, 20 (1919)
- [2] Barkla C.G. Phil. Mag. 7, 550 (1904)
- [3] Debye P.J. Phys. Zeits. 24, 161 (1923); Compton A.H., Phys. Rev., 21, 207, 22, 483 (1923)
- [4] Аристов В.В. ДАН, т. 425, № 6, 1 (2009)
- [5] Florence D.C. Phil. Mag., 20, 921 (1910)
- [6] Wheeler J.A., Feynman R.P. Rev. Mod. Phys. 17, № 2, 157 (1945)

## Первые изображения полученные с помощью «рентгеновской цветной камеры» – детектор с высоким пространственным и энергитическим разрешением

Р. Б. Губжоков<sup>2</sup>, О. Шарф<sup>1</sup>, З. Бжеумихова<sup>2</sup>, Р. Веделл<sup>3</sup>, Х. Зольтау<sup>4</sup>, С.Илле<sup>4</sup>,

М. Радке<sup>1</sup>, У. Райнхолц<sup>1</sup>, Х. Риземайер<sup>1</sup>, Н. Лангхофф<sup>2</sup>

<sup>1</sup> BAM - Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung,  
Richard-Willstätter-Straße 11, 12489 Berlin, Germany

<sup>2</sup> IFG – Institute for Scientific Instruments GmbH,  
Rudower Chaussee 29/31, 12489 Berlin, Germany

<sup>3</sup> IAP – Institut für angewandte Photonik e.V.,  
Rudower Chaussee 29/31, 12489 Berlin, Germany

<sup>4</sup> PNSensor GmbH, Römerstr. 28, 80803 München, Germany  
e-mail: [gubzhokov@ifg-adlershof.de](mailto:gubzhokov@ifg-adlershof.de)

Представлен прибор для регистрации рентгеновского изображения с высоким энергетическим и пространственным разрешением – рентгеновская цветная камера. Такая рентгеновская цветная камера комбинирует в себе энергодисперсионный pn-CCD детектор с поликапиллярной оптикой.

Изображение реализуется с помощью многоканальной регистрацией отдельных фотонов падающих на активную площадь pn-CCD чипа. Поликапиллярная оптика позволяет получать отображение объектов в масштабе 1:1, а так же с увеличением или с уменьшением.

Картины регистрируемые на CCD считываются с частотой 400Гц. Камера измеряет 69696 спектров одновременно с энергетическим разрешением 155 эВ для линии Mn K<sub>α</sub> и пространственным разрешением 48 мкм на активной площади 11,9 x 12,3 мм<sup>2</sup>.

С помощью программного обеспечения обрабатываются данные измерения и формируются трансмиссионные и флуоресцентные изображения от исследуемого объекта на экране.

Необходимые компоненты рентгеновской цветной камеры, т.е. pn-CCD, электроника, программное обеспечение и поликапиллярная оптика были разработаны, собраны в единый прибор а затем протестированы в кооперации Институтом научного приборостроения (IFG), Федеральным институтом исследования и тестирования материалов (BAM), Институтом прикладной фотоники (IAP), а также фирмой PNSensor.

В докладе представляются результаты различных экспериментов выполненных с помощью лабораторных рентгеновских источников и на синхротроне BESSY II на линии BAMline. Область применения включает рентгеновский флуоресцентный анализ, диффрактометрию, томографию и другие виды анализов.

Работы над этим проектом финансировались частично в рамках программы ProFIT земли Берлин и Европейским союзом.

## X-ray diffractive imaging at the nanoscale: coherence and radiation damage

A. Y. Nikulin

School of Physics, Monash University, Victoria, Australia

e-mail: [Andrei.Nikulin@sci.monash.edu.au](mailto:Andrei.Nikulin@sci.monash.edu.au)

X-Ray Microscopy<sup>1-4</sup> and Coherent Diffractive Imaging (CDI)<sup>5-10</sup> and their variants are rapidly developing as ultra-high spatial resolution imaging techniques that exploit coherent, ultra-bright x-ray sources. To visualize an object at the nanoscale, a significant amount of x-ray photons must be delivered to a very small volume. A state-of-the-art synchrotron source (6-8 GeV 3<sup>rd</sup> generation machine) equipped with a modern undulator typically delivers approximately  $10^{10}$ - $10^{12}$  photons/sec/mm<sup>2</sup> at 8-20 keV within the coherence volume<sup>11</sup>. A simple calculation shows that a cube with  $100 \times 100 \times 100$  nm<sup>3</sup> volume within the sample will at best scatter  $10^2$ - $10^4$  photons per second. Since the diffracted intensity contrast is proportional to the product of the feature's volume/thickness and the difference of the complex refractive indices of the diffracting feature and its environment, soft x-rays are much better suited to image materials with low electron density<sup>1,10</sup>. However, requirements for high vacuum in this case limit their practical applications and a desire for higher spatial resolution require a much shorter wavelength hard x-rays<sup>10</sup>. Typical magnitudes of the real part of refractive indices at  $\geq 10$  keV radiation energy range from  $10^{-5}$  (heavy metals) to  $10^{-8}$  (low atomic number elements), and hence it is easy to see that to visualize low atomic number samples at the true nanoscale (e.g. biological membranes with a spatial resolution of  $< 10$  nm), a much brighter source is required<sup>10,11</sup>.

However, when the required density of photons increases as we approach a true nanoscale imaging, so does the radiation damage to the specimen<sup>1</sup>. The ionising nature of x-rays results in various damaging consequences to samples<sup>1</sup>, which are serious limiting factors in macromolecular crystallography, and numerous papers reported systematic studies of particular radiation damage to certain classes of crystalline samples<sup>12-14</sup>. In macromolecular crystallography there is a so-called "Henderson limit"<sup>12</sup>,  $H = 2 \times 10^7$  Gy. At this dose, the intensity of the diffraction pattern is predicted to be halved. Clever software is being designed to analyse various parameters of synchrotron experiments and predict maximum time available for a researcher to collect reliable diffraction data from a frozen macromolecular crystal<sup>14</sup>.

It should be noted, however, that the macromolecular crystallography data consists of initially very strong peaks, which are Bragg reflected from a crystal lattice; whether in the case

of diffractive imaging<sup>1-10</sup>, the data is essentially a very weak Fraunhofer diffraction pattern, which is much less sensitive to any fluctuation in local structure within the sample. As far as Bragg diffraction from a crystal lattice is concerned, it is fairly obvious that the bonds broken by ionising radiation are primarily responsible for the deterioration of diffraction contrast<sup>13</sup>. Indeed, in macromolecular crystallography and CDI of biological samples radiation damage is a widely acknowledged major problem and a subject of rigorous studies<sup>15-17</sup>. However, in cases of organic and metallic materials the influence of the radiation is very different, and x-rays are generally considered to be "non-destructive" in material science. Here we present the experimental evidence of dramatic destructive influence of synchrotron x-rays on nanoscale samples of both organic and metallic nature.

The experiments were performed at the BL13XU beamline at SPring-8, Japan. Synchrotron radiation energy of 12.4 keV was selected using a primary, tunable, double-crystal Si(111) beamline monochromator. Further angular collimation was performed using a double-crystal channel-cut Si(400) monochromator placed in non-dispersive mode. Then the beam was spatially collimated by two pairs of slits defining a  $0.3(h) \times 0.2(v)$  mm<sup>2</sup> beam incident on the sample. Samples were placed on a linear motion stage downstream immediately beyond the slits in such a way that the x-ray diffraction from it occurred in the vertical plane coinciding with the diffraction plane of the x-ray optics. A Si (400) crystal analyzer and a scintillation detector, were placed downstream from the sample to collect the diffracted intensity from the sample as a function of the angular position of the analyzer. The sample was then scanned across the collimating slits to expose different nano-structures to the incident beam. The samples of known geometry were made of PMMA resist. They consisted of about  $5 \times 5$  mm<sup>2</sup> wide  $1 \mu\text{m}$  thick Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> membranes held by a thicker window-frame carrying  $3 \times 3$  fields of  $500 \times 500 \mu\text{m}^2$  areas filled with various patterns including holes, posts, and lines and spaces. The characteristic pattern sizes were 100, 200 and 500nm. We also examined a sample which included 50nm diameter gold nanoparticles dispersed in a narrow, approximately  $1 \mu\text{m}$ , gap between two  $50 \mu\text{m}$  thick kapton sheets.

Whilst searching for the best position to record experimental data suitable for phase-retrieval reconstruction, we briefly observed a few diffraction

patterns with satellite peaks positioned on both sides of the central reflection from the crystal-analyzer (e.g., Fig. 1). However, no repeated scan on the same spot within the sample showed presence of those diffraction patterns. Further examination of the sample showed that the areas exposed to the x-ray beam have test nano-structures destroyed completely or almost completely (Fig. 2). An attempt to image dispersed gold nanoparticles resulted in a totally unexpected diffraction pattern with features that could not be explained using *a priori* knowledge of the sample. Further examination of the sample showed that the area exposed to the x-ray beam looked like a film of solid gold (Fig. 3). Clearly, the samples lost their structural integrity while being irradiated by x-rays. Whilst we can assume the broken bonds as a result of radiation damage in case of PMMA samples, the final state of the gold nanoparticles sample suggests that it is not the broken bonds, which are responsible for the results in case of a metal like gold.

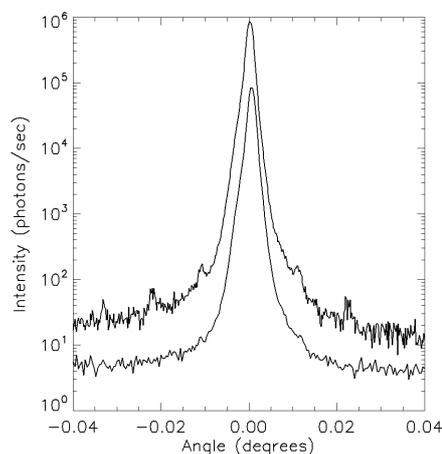


Fig 1. Fraunhofer diffraction profiles recorded from a test nanostructure in PMMA resist at the BL13XU beamline, SPring-8, Japan: the upper and lower curves were recorded under the same experimental conditions with approximately 20 minutes interval. The curves are shifted by an order of magnitude for better visibility.

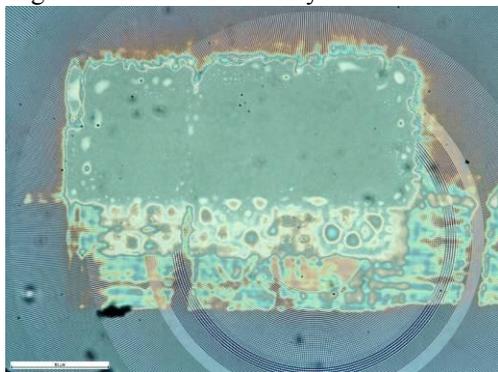


Fig 2. Photograph of the sample with test nanostructures produced in PMMA resist after the experiment.

The absorbed dose per unit time can be expressed as  $\frac{dD}{dt} = \frac{\Delta E}{\rho V} = \frac{P\mu}{\rho}$  [Gy/s], where  $\rho$  is the density of the sample material and  $V$  is the volume of the material exposed to radiation. If all the energy absorbed in the material is converted into dose, then this is similar to the notation of “Kinetic Energy Released in Matter” (kerma) used in<sup>18</sup>.

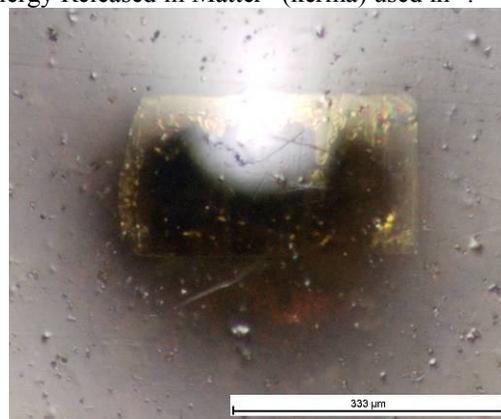


Fig 3. Photograph of the sample with gold, ~50nm diameter, nanoparticles dispersed between kapton sheets after the experiment. “Solid” gold area corresponds to the size of the incident beam.

The spatial resolution that can be achieved in a diffraction imaging experiment is inverse proportional to the radiation energy. The linear absorption coefficient decreases approximately (far from absorption edges) as inverse-square of the energy increase. Hence, increasing the radiation energy we win in both: higher resolution and lower heat load. However, diffraction contrast is inverse proportional to the real part of the refractive index of the sample, and thus decreases as approximately inverse-square of the energy increase. Whilst low, 50-100nm, resolution imaging of thin organic structures is possible<sup>10</sup>, high, <1-5nm, resolution of ultra-thin, <50nm, nanostructures seems to be problematic<sup>11</sup>. Serious consideration should be given to providing an appropriate heat exhaust to the samples that undergo x-ray microscopy or diffractive imaging examination. The described issue is even more important in case of CDI with focused beam<sup>9</sup>. It should be reiterated that high brightness is absolutely necessary to observe diffraction contrast, which will allow reliable reconstruction of the structure with desired spatial resolution. However, reliable imaging of low electron density materials with poor heat transfer seems problematic until Free Electron Lasers, when diffraction patterns are recorded faster than the samples undergo any structural changes, will become routinely available for such experiments.

We have also examined the influence of coherence on the reconstruction results of the nano-scale samples. Figure 4 shows the experimentally recorded Fraunhofer diffraction pattern from the

gold nano-wires deposited on a 1  $\mu\text{m}$  thick  $\text{Si}_3\text{N}_4$  membrane. The top profile was recorded on the BL13XU using Si(400) optics, the middle and the bottom ones were recorded using a rotating anode source using Ge(111) and Si(400) optics, respectively. All the data was recored using 8 keV radiation energy. However, spatial and temporal coherences are different in all cases.

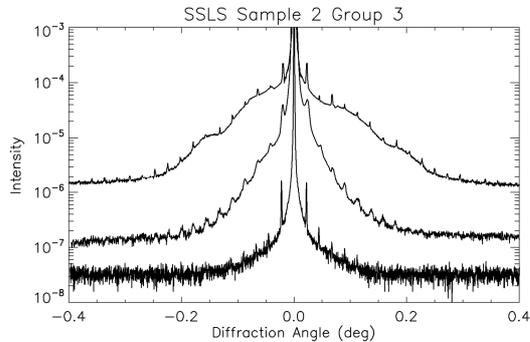


Fig 4. Experimentally recorded intensity profiles from a gold nano-wires sample.

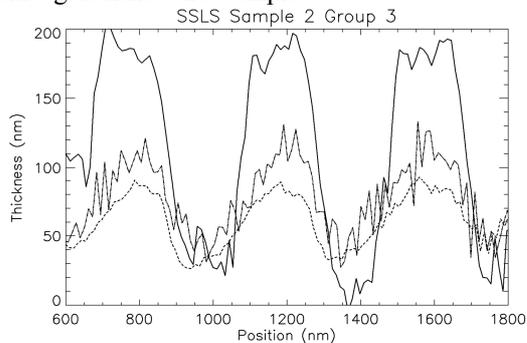


Fig 5. Nano-wires profiles reconstructed from the experimental data shown in Fig. 4.

The reconstructed using a phase-retrieval method<sup>20</sup> corresponding thickness profiles are shown in Fig. 5. It is clear that higher degree of coherence (lower divergence and higher monochromaticity) results in a more rectangular profile, which is an expected shape of the nano-wires.

We used a previously collected diffraction data from 1 micron (Fig. 6) and 2.5 microns slits to determine the coherence function of the BL13XU beamline at SPring-8 (Fig. 7). Similar experiments and calculations will be performed soon to determine the coherence function of the rotating anode source.

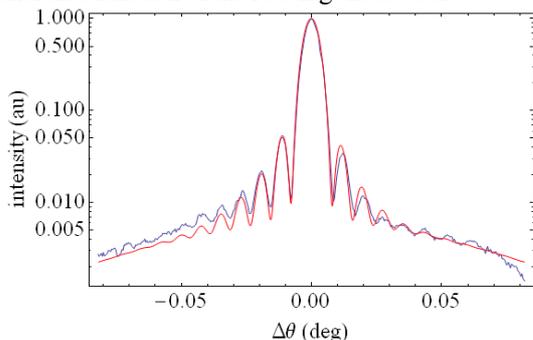


Fig 6. Experimental (blue line) and simulated (red line) diffraction pattern from a 1 micron slit.

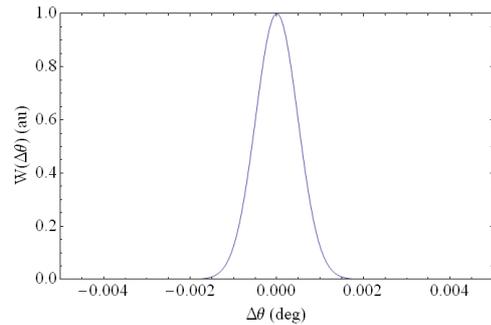


Fig 7. Calculated, from the experimental data, coherence function of the BL13XU  $W(\Delta\theta)$ .

This coherence function should allow us to retrieve the “true” diffraction patterns shown in Fig. 4, and, consequently, reconstruct the complex transmission functions of the test nano-structured samples with maximum possible accuracy.

- [1] D. Sayre and H. N. Chapman, *Acta Cryst.* **A51**, 237 (1995).
- [2] C. Jacobsen and J. Kirz, *Nature Struct. Biol.* **5**, 650 (1998).
- [3] B. C. Larson, et.al., *Nature* **415**, 887 (2002).
- [4] W. Chao, et.al., *Nature* **435**, 1210 (2005).
- [5] J. Miao, et.al., *Nature*, **400**, 342 (1999).
- [6] K. A. Nugent, et.al., *Phys. Rev. Lett.* **91**, 203902 (2003).
- [7] S. Eisebitt, et.al., *Nature* **432**, 885 (2004).
- [8] M. A. Pfeifer, et.al., *Nature* **442**, 63 (2006).
- [9] H. M. Quiney, et.al., *Nature Physics* **2**, 101 (2006).
- [10] H. N. Chapman, et.al. *Nature Physics* **2**, 839 (2006).
- [11] A. Y. Nikulin, R. A. Dilanian and A. V. Darahanau, *Physics Letters A* **372**, 4333 (2008).
- [12] R. Henderson, *Proc. R. Soc. London Ser. B* **241**, 6 (1990).
- [13] M. Weik, et.al. *Proceedings of the National Academy of Sciences* **97**, 623 (2000).
- [14] J. W. Murray, et.al., *J. Appl. Crystallogr* **37**, 513 (2004).
- [15] M. R. Howells, A. P. Hitchcock and C. J. Jacobsen, *J. of Electron Spectr.* **170**, 1-3 (2009).
- [16] M. R. Howells, et.al., *J. of Electron Spectr.* **170**, 4-12 (2009).
- [17] T. Schafer, et.al., *J. of Electron Spectr.* **170**, 49-56 (2009).
- [18] A. Holmes-Siedle, L. Adams, *Handbook of Radiation Effects*, Oxford University Press, Oxford (1994).
- [19] N. A. Zatsepin, et.al., *Appl. Phys. Letters* **92**, 034101 (2008).
- [20] A. Y. Nikulin et.al., *Physica B* **349**, 281-295 (2004).
- [21] A. V. Darahanau et.al., *Phys. Rev. B* **75**, 075416-075427 (2007).

## **СПИСОК УЧАСТНИКОВ РАБОЧЕГО СОВЕЩАНИЯ**



**Андреева Марина Алексеевна**

Московский государственный университет  
им. М.В. Ломоносова, физический факультет  
Россия, Москва  
9391226, +7 (903) 7120837  
[Mandreeva1@yandex.ru](mailto:Mandreeva1@yandex.ru)

**Аристов Виталий Васильевич**

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особо чистых материалов РАН  
Россия, Черноголовка  
+7 49652 44276  
[aristov@iptm.ru](mailto:aristov@iptm.ru)

**Асадчиков Виктор Евгеньевич**

Институт кристаллографии  
им. А.В.Шубникова РАН  
Россия, Москва  
+7 (499) 1352200  
[asad@crys.ras.ru](mailto:asad@crys.ras.ru)

**Ахсахалян Арам Давидович**

Учреждение Российской академии наук  
Институт физики микроструктур РАН  
Россия, Нижний Новгород  
4385313  
[akh@ipm.sci-nnov.ru](mailto:akh@ipm.sci-nnov.ru)

**Барышева Мария Михайловна**

Учреждение Российской академии наук  
Институт физики микроструктур РАН  
Россия, Нижний Новгород  
(8312) 4675313 (+122)  
[maria@ipm.sci-nnov.ru](mailto:maria@ipm.sci-nnov.ru)

**Бжеумихов Аниуар Абулович**

Институт научного приборостроения, IfG  
Германия, Берлин  
+49 (0)030-6392-6507  
[bjeoumikhov@ifg-adlershof.de](mailto:bjeoumikhov@ifg-adlershof.de)

**Бузмаков Алексей Владимирович**

Институт кристаллографии  
им. А.В.Шубникова РАН  
Россия, Москва  
+7 (499) 1355100  
[buzmakov@crys.ras.ru](mailto:buzmakov@crys.ras.ru)

**Булгакова Светлана Александровна**

Научно-исследовательский институт химии  
Нижегородского государственного университета  
им. Н.И. Лобачевского  
Россия, Нижний Новгород  
+7 (831) 465 72 02  
[sbulg@ichem.unn.ru](mailto:sbulg@ichem.unn.ru)

**Бушуев Владимир Алексеевич**

Московский государственный университет им.  
М.В. Ломоносова, физический факультет  
Россия, Москва  
+7 (495) 9391226, 9392387  
[vabushuev@yandex.ru](mailto:vabushuev@yandex.ru)

**Вершинский Сергей Алексеевич**

Институт прикладной физики Национальной  
академии наук Украины  
Украина, Сумы  
+380 (542) 22-27-94  
[topicer@rambler.ru](mailto:topicer@rambler.ru)

**Виноградов Александр Владимирович**

Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН  
Россия, Москва  
+7 (499) 783 37 09  
[vinograd@sci.lebedev.ru](mailto:vinograd@sci.lebedev.ru)

**Вишняков Евгений Александрович**

Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН  
Россия, Москва  
+7 (903) 288 64 15  
[juk301@mail.ru](mailto:juk301@mail.ru)

**Волков Юрий Олегович**

Институт кристаллографии  
им. А.В.Шубникова РАН  
Россия, Москва  
+7 (499) 1352200  
[neko.crys@gmail.com](mailto:neko.crys@gmail.com)

**Гоголев Алексей Сергеевич**

Национальный исследовательский Томский  
политехнический университет  
Россия, Томск  
+7 (906) 9541950  
[alextpufff@tpu.ru](mailto:alextpufff@tpu.ru)

**Голованов Денис Геннадьевич**

ООО «Брукер», Bruker AXS  
Россия, Москва  
+7 (916) 686 00 64  
[dg@bruker.ru](mailto:dg@bruker.ru)

**Гольденберг Борис Григорьевич**

Институт ядерной физики  
им. Г.И. Будкера СО РАН  
Россия, Новосибирск  
(383)-3294697, 8913-7194537  
[goldenberg@inp.nsk.su](mailto:goldenberg@inp.nsk.su)

г. Черногловка, 20-23 сентября 2010

**Горай Леонид Иванович**

Санкт-Петербургский академический  
университет - научно-образовательный центр  
нанотехнологий  
Россия, Санкт-Петербург  
5345805 доб. 5642  
[lig@skylink.spb.ru](mailto:lig@skylink.spb.ru)

**Губжоков Ренат Борисович**

Институт научного приборостроения, IfG  
Германия, Берлин  
+49 (0)030-6392-6583  
[gubzhokov@ifg-adlershof.de](mailto:gubzhokov@ifg-adlershof.de)

**Денисенко Виталий Леонидович**

Институт прикладной физики Национальной  
академии наук Украины  
Украина, Сумы  
+380 (542) 22-27-94  
[dv11937@mail.ru](mailto:dv11937@mail.ru)

**Егоров Владимир Константинович**

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особочистых материалов РАН  
Россия, Черногловка  
+7 (985) 114 27 24  
[Egorov@iptm.ru](mailto:Egorov@iptm.ru)

**Егоров Евгений Владимирович**

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особочистых материалов РАН  
Россия, Черногловка  
+7 (49652) 41217  
[Egorov@iptm.ru](mailto:Egorov@iptm.ru)

**Ерко Алексей Иванович**

Научный Центр им. Гельмгольца  
Германия, Берлин  
+49 30 6392 2945  
[erko@bessy.de](mailto:erko@bessy.de)

**Зайцев Сергей Иванович**

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особочистых материалов РАН  
Россия, Черногловка  
+7 (49652) 44214  
[zaitsev@iptm.ru](mailto:zaitsev@iptm.ru)

**Золотов Денис Александрович**

Институт кристаллографии  
им. А.В.Шубникова РАН  
Россия, Москва  
+7 (499) 135 51 00  
[zolotovden@ns.crys.ras.ru](mailto:zolotovden@ns.crys.ras.ru)

**Ильяшенко Максим Викторович**

Институт прикладной физики Национальной  
академии наук Украины  
Украина, Сумы  
+380 (542) 22-27-94  
[bifurkatorm@mail.ru](mailto:bifurkatorm@mail.ru)

**Имамов Рафик Мамедович**

Институт кристаллографии  
им. А.В.Шубникова РАН  
Россия, Москва  
+7 (495) 3306856  
[imamov@ns.crys.ras.ru](mailto:imamov@ns.crys.ras.ru)

**Иржак Дмитрий Вадимович**

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особочистых материалов РАН  
Россия, Черногловка  
+7 (49652) 44217  
[irzhak@iptm.ru](mailto:irzhak@iptm.ru)

**Казаков Дмитрий Витальевич**

Учреждение Российской академии наук Коми  
научный центр Уральского отделения РАН  
Россия, Сыктывкар  
(8212)-24-62-42  
[kazakovdimv@mail.ru](mailto:kazakovdimv@mail.ru)

**Князев Максим Александрович**

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особочистых материалов РАН  
Россия, Черногловка  
[maleksak@iptm.ru](mailto:maleksak@iptm.ru)

**Кожевников Игорь Викторович**

Институт кристаллографии  
им. А.В.Шубникова РАН  
Россия, Москва  
+7 (903) 7595770  
[ivk@crys.ras.ru](mailto:ivk@crys.ras.ru)

**Кон Виктор Германович**

Российский научный центр «Курчатовский  
Институт»  
Россия, Москва  
+7 (495) 339 67 23  
[kohnvict@yandex.ru](mailto:kohnvict@yandex.ru)

**Кочарян Ваган Рашидович**

Институт прикладных проблем физики НАН  
Республика Армения  
Армения, Ереван  
(+374 10) 245896  
[vahan2@yandex.ru](mailto:vahan2@yandex.ru)

**Кузнецов Сергей Михайлович**

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особочистых материалов РАН  
Россия, Черноголовка  
+7 (49652) 44081  
[ksm@iptm.ru](mailto:ksm@iptm.ru)

**Куюмчян Армен Владимирович**

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особочистых материалов РАН  
Россия, Черноголовка  
+7 (495) 962 80 74  
[Arkuyumchyan@inbox.ru](mailto:Arkuyumchyan@inbox.ru)

**Ломов Андрей Александрович**

Институт кристаллографии  
им. А.В.Шубникова РАН  
Россия, Москва  
+7(495)330-07-83  
[a.lomov@ns.crys.ras.ru](mailto:a.lomov@ns.crys.ras.ru)

**Лугинин Михаил Сергеевич**

Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН  
Россия, Москва  
+7 (985) 305 28 69  
[mikhail.luginin@phystech.edu](mailto:mikhail.luginin@phystech.edu)

**Маргарян Вардан Владимирович**

X-Ray Pungs Laboratory  
Армения, Ереван  
(+374 93) 236035  
[marg-varдан@yandex.ru](mailto:marg-varдан@yandex.ru)

**Митрофанов Александр Николаевич**

Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН  
Россия, Москва  
+7 (916) 501 29 14  
[m.a.n.1985@mail.ru](mailto:m.a.n.1985@mail.ru)

**Митрофанов Александр Викторович**

Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН  
Россия, Москва  
+7 (499) 1357921  
[mitrofa@sci.lebedev.ru](mailto:mitrofa@sci.lebedev.ru)

**Мкртчян Альпик Рафаелович**

Институт прикладных проблем физики НАН  
Республика Армения  
Армения, Ереван  
(+374 10) 245896  
[malpic@sci.am](mailto:malpic@sci.am)

**Мовсисян Артур Егишович**

Институт прикладных проблем физики НАН  
Республика Армения  
Армения, Ереван  
(+374 10) 245886  
[artur@iapp.sci.am](mailto:artur@iapp.sci.am)

**Николенко Антон Дмитриевич**

Институт ядерной физики  
им. Г.И. Будкера СО РАН  
Россия, Новосибирск  
(383) 329-43-47  
[A.D.Nikolenko@inp.nsk.su](mailto:A.D.Nikolenko@inp.nsk.su)

**Никулин Андрей Юрьевич**

School of Physics, Monash University  
Australia, Victoria  
++61(03)9905-1353  
[Andrei.Nikulin@sci.monash.edu.au](mailto:Andrei.Nikulin@sci.monash.edu.au)

**Огнев Леонид Иванович**

Российский научный центр «Курчатовский  
Институт»  
Россия, Москва  
+7 (499) 196 70 41  
[ognev@nfi.kiae.ru](mailto:ognev@nfi.kiae.ru)

**Одинцова Екатерина Евгеньевна**

Московский государственный университет  
им. М.В. Ломоносова, физический факультет  
Россия, Москва  
+7 (495) 9391226  
[katya.iney@gmail.com](mailto:katya.iney@gmail.com)

**Окунев Алексей Олегович**

Новгородский государственный университет  
им. Ярослава Мудрого  
Россия, Великий Новгород  
(8162) 630411 доб. 208, +79517293011  
[alexei.okunev@mail.ru](mailto:alexei.okunev@mail.ru)

**Пестов Алексей Евгеньевич**

Учреждение Российской академии наук  
Институт физики микроструктур РАН  
Россия, Нижний Новгород  
438 53 13  
[aepestov@ipm.sci-nnov.ru](mailto:aepestov@ipm.sci-nnov.ru)

**Погорелый Дмитрий Константинович**

Российский научный центр «Курчатовский  
Институт»  
Россия, Москва  
+7 (499) 196 73 51  
[pogo-di@yandex.ru](mailto:pogo-di@yandex.ru)

г. Черноголовка, 20-23 сентября 2010

**Полковников Владимир Николаевич**

Учреждение Российской академии наук  
Институт физики микроструктур РАН  
Россия, Нижний Новгород  
+7 (903) 060 14 87  
[kiniokop@rambler.ru](mailto:kiniokop@rambler.ru)

**Прибора Василий Николаевич**

ООО «Брукер», Bruker AXS  
Россия, Москва  
+7 (916) 686 00 64  
[vpribora@bruker.ru](mailto:vpribora@bruker.ru)

**Прокопьев Евгений Петрович**

ФГУП ГНЦ РФ Институт теоретической и  
экспериментальной физики им. А.И.Алиханова  
Россия, Москва  
+7 (499) 7311104  
[epprokopiev@mail.ru](mailto:epprokopiev@mail.ru)

**Пунегов Василий Ильич**

Учреждение Российской академии наук Коми  
научный центр Уральского отделения РАН  
Россия, Сыктывкар  
(8212)222716, (8212)246242  
[vpunegov@dm.komisc.ru](mailto:vpunegov@dm.komisc.ru)

**Рагозин Евгений Николаевич**

Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН  
Россия, Москва  
+7 (499) 132 63 29  
[enragozin@sci.lebedev.ru](mailto:enragozin@sci.lebedev.ru)

**Рощин Борис Сергеевич**

Институт кристаллографии  
им. А.В.Шубникова РАН  
Россия, Москва  
+7 (499) 1355100  
[ross@crys.ras.ru](mailto:ross@crys.ras.ru)

**Рощупкин Дмитрий Валентинович**

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особо чистых материалов РАН  
Россия, Черноголовка  
+7 (49652) 44058  
[rochtch@iptm.ru](mailto:rochtch@iptm.ru)

**Салашенко Николай Николаевич**

Учреждение Российской академии наук  
Институт физики микроструктур РАН  
Россия, Нижний Новгород  
+7 (910) 385 97 42  
[salashch@ipm.sci-nnov.ru](mailto:salashch@ipm.sci-nnov.ru)

**Сивков Виктор Николаевич**

Учреждение Российской академии наук Коми  
научный центр Уральского отделения РАН  
Россия, Сыктывкар  
8 (212) 246242  
[svn@dm.komisc.ru](mailto:svn@dm.komisc.ru)

**Смирнов Игорь Сергеевич**

Московский государственный институт  
электроники и математики (технический  
университет)  
Россия, Москва  
+7 (495) 2351141  
[met@miem.edu.ru](mailto:met@miem.edu.ru)

**Смирнова Ирина Алексеевна**

Институт физики твердого тела РАН  
Россия, Черноголовка  
+7 (49652) 27024  
[irina@issp.ac.ru](mailto:irina@issp.ac.ru)

**Стащенко Владимир Александрович**

Новгородский государственный университет  
им. Ярослава Мудрого  
Россия, Великий Новгород  
+79212094763  
[gromova.20@mail.ru](mailto:gromova.20@mail.ru)

**Суворов Эрнест Витальевич**

Институт физики твердого тела РАН  
Россия, Черноголовка  
+7 (49652) 22960  
[suворov@issp.ac.ru](mailto:suворov@issp.ac.ru)

**Суворов Алексей Юрьевич**

Super Photon Ring 8, SPring-8  
Japan, Hyogo  
+81(0)791-58-0802 ext. 3765  
[suворov@spring8.or.jp](mailto:suворov@spring8.or.jp)

**Сутырин Арсений Георгиевич**

Институт кристаллографии  
им. А.В.Шубникова РАН  
Россия, Москва  
+7 (495) 3306856  
[asutyurin@mail.ru](mailto:asutyurin@mail.ru)

**Ткаль Валерий Алексеевич**

Новгородский государственный университет  
им. Ярослава Мудрого  
Россия, Великий Новгород  
(8162) 63 04 11 доб. 208 (служ.)  
[Valery.Tkal@novsu.ru](mailto:Valery.Tkal@novsu.ru)

**Фахртдинов Рашид Рашидович**

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особочистых материалов РАН  
Россия, Черноголовка  
+7 (926) 275 78 06  
[rashid\\_007@mail.ru](mailto:rashid_007@mail.ru)

**Фирсов Александр Анатольевич**

Научный Центр им. Гельмгольца  
Германия, Берлин  
+49 30 6392 4667  
[firsov@bessy.de](mailto:firsov@bessy.de)

**Цвигун Наталья Викторовна**

Институт кристаллографии  
им. А.В.Шубникова РАН  
Россия, Москва  
+7 (499) 135 51 00  
[n\\_tsvigun@mail.ru](mailto:n_tsvigun@mail.ru)

**Цыбин Николай Николаевич**

Учреждение Российской академии наук  
Институт физики микроструктур РАН  
Россия, Нижний Новгород  
(831)4385553  
[tsybinikola@yahoo.com](mailto:tsybinikola@yahoo.com)

**Чукалина Марина Валерьевна**

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особочистых материалов РАН  
Россия, Черноголовка  
+7 (495) 962 80 74  
[chukalinamarina@mail.ru](mailto:chukalinamarina@mail.ru)

**Чхало Николай Иванович**

Учреждение Российской академии наук  
Институт физики микроструктур РАН  
Россия, Нижний Новгород  
+7 (910) 109 42 18  
[chkhalo@ipm.sci-mnov.ru](mailto:chkhalo@ipm.sci-mnov.ru)

**Шестов Сергей Викторович**

Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН  
Россия, Москва  
+7 (499) 132 65 97  
[sshestov@gmail.com](mailto:sshestov@gmail.com)

**Шулаков Евгений Владимирович**

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особочистых материалов РАН  
Россия, Черноголовка  
(49652) 44081  
[shulakov@iptm.ru](mailto:shulakov@iptm.ru)

**Шульпина Ирэн Леонидовна**

Физико-технический институт  
имени А.Ф. Иоффе РАН  
Россия, Санкт-Петербург  
+7 (812) 515 92 38  
[iren.shulpina@mail.ioffe.ru](mailto:iren.shulpina@mail.ioffe.ru)

**Юнкин Вячеслав Анатольевич**

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особочистых материалов РАН  
Россия, Черноголовка  
+7 (49652) 44257  
[yunkin@iptm.ru](mailto:yunkin@iptm.ru)

**Якимов Евгений Борисович**

Учреждение Российской академии наук  
Институт проблем технологии микроэлектроники  
и особочистых материалов РАН  
Россия, Черноголовка  
+7 (49652) 44182  
[yakimov@iptm.ru](mailto:yakimov@iptm.ru)

**Якимчук Иван Викторович**

Институт кристаллографии  
им. А.В.Шубникова РАН  
Россия, Москва  
+7 (499) 1355100  
[yaivan@list.ru](mailto:yaivan@list.ru)

**Langhoff Norbert**

Институт научного приборостроения, IfG  
Германия, Берлин  
+49 (0)030-6392-6500  
[langhoff@ifg-adlershof.de](mailto:langhoff@ifg-adlershof.de)

г. Черноголовка, 20-23 сентября 2010

## **АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ**



Алексеев А.Г.	107	Воронов Д.Л.	84
Амирханян З.Г.	23	Вялых Д.В.	188
Андреева М.А.	41, 92	Генцелев А.Н.	156
Апель П.Ю.	145	Геранин А.С.	166
Аристов В.В.	57, 191, 208	Гилев О.Н.	136
Аруев П.Н.	107	Голованов Д.Г.	205
Асадчиков В.Е.	31, 122, 136, 166, 168, 173, 174	Гольденберг Б.Г.	156
Афанасьев М.С.	126, 141	Горай Л.И.	84
Ахсахалян А.А.	81	Гото С.	193
Ахсахалян А.Д.	81, 95	Графугин В.И.	52
Барышева М.М.	101, 114	Григорьев Д.К.	52
Безбах И.Ж.	50	Григорьев М.	202
Бейгман И.Л.	147	Губжоков Р.Б.	211
Бер Б.Я.	107	Гусев С.А.	109, 158
Бжеумихова З.	211	Декапольцев М.В.	122
Благов А.Е.	122	Денисенко В.Л.	200
Богачев С.А.	124	Джонс М.М.	153
Бузмаков А.В.	166, 168, 174	Домашевская Э.П.	41
Булгакова С.А.	153	Дроздов М.Н.	109, 112
Буташин А.В.	122	Егоров А.А.	87
Бушуев В.А.	185	Егоров В.А.	188
Вайнер Ю.А.	81, 101, 114	Егоров В.К.	126, 141
Васильев А.Л.	63	Егоров Е.В.	126, 141
Веделл Р.	211	Емелин Е.В.	28
Вершинский С.А.	200	Емельянов С.	177
Вишняков Е.А.	104, 147	Ерко А.И.	66, 195
Волгунов Д.Г.	81, 158	Забродская Н.В.	107
Волков Ю.О.	31, 122	Забродский В.В.	107
Волошин А.Э.	174	Зелинский А.Г.	156
		Золотов Д.А.	168, 174

Зольгау Х.	211	Лангхофф Н.	211
Зорина М.В.	81, 101, 114	Ломов А.А.	63
Зуев С.Ю.	112	Лопатин А.Я.	90, 109, 153, 158
Иванов О.М.	145	Лугинин М.С.	104, 147
Илле С.	211	Лучин В.И.	90, 109
Ильяшенко М.В.	200	Маслий А.И.	156
Имамов Р.М.	40	Минеев Е.В.	166
Иржак Д.В.	11, 21, 25, 28, 66, 132, 163	Митрофанов А.В.	145
Ишикава Т.	193	Митрофанов А.Н.	206
Каверин Б.С.	188	Мкртчян А.Р.	23, 44, 47, 72
Казаков Д.В.	19	Мовсисян А.Е.	23, 44, 47, 72
Казанцев Д.Ю.	107	Молодцов С.Л.	188
Каневский В.М.	122	Монахов И.С.	87
Караванский В.А.	63	Муслимов А.Э.	122
Каськов А.И.	81	Назьмов В.П.	145
Кирилов А.И.	188	Некипелов С.В.	188
Киселева Е.А.	153	Нестерец Я.И.	16
Кладько В.П.	13, 69	Нефедов И.М.	95
Климов А.Ю.	158	Николаев Д.	163, 177
Клюенков Е.Б.	81, 90, 109	Новоселова Е.Г.	87
Князев М.В.	11, 132, 163	Носик В.Л.	122
Ковальчук М.В.	166	Объедков А.М.	188
Кожевников И.В.	31, 98, 119, 122, 136	Овчинников А.А.	31
Кон В.Г.	133, 193, 202	Огнев Л.И.	129
Кочарян В.Р.	23, 44, 47, 72	Одинцова Е.Е.	41, 92
Кузин С.В.	124	Охаши Х.	193
Кузнецов М.И.	81	Парьев Д.Е.	109
Кузнецов С.	202	Перцов А.А.	124
Кузнецов С.А.	156	Пестов А.Е.	101, 107, 109, 114, 153, 158

Петрова О.В.	188	Сивков Д.В.	13
Пирожков А.С.	104	Скибина Ю.С.	136
Погорелый Д.К.	180	Скрыль А.С.	153, 158
Подурец К.М.	180	Смехова А.Г.	92
Политов В.Ю.	136	Смирнов И.С.	87, 174
Полковников В.Н.	107, 112	Смирнова И.А.	34, 75
Прибора В.Н.	205	Снигирев А.А.	21, 66, 202
Прокопьев Е.П.	52	Снигирева И.	21, 66, 202
Прохоров И.А.	50	Соколов А.А.	31
Пудонин Ф.А.	145	Стариков С.Д.	112
Пунегов В.И.	13, 16, 63, 69	Старков В.В.	25
Пхайко Н.А.	136	Старцев С.А.	104
Рагозин Е.Н.	104, 147	Сторишко В.Е.	200
Радке М.	211	Субботин И.А.	191
Райнхолц У.	211	Суворов А.Ю.	193
Рева А.А.	124	Суворов Э.В.	34, 75
Редькин Б.С.	28	Сутырин А.Г.	40
Риземайер Х.	211	Терехов В.А.	41
Рогалев А.	92	Тетерский А.В.	25
Рогачев Д.Н.	101, 107, 114, 153	Тимошенков Ал.С.	52
Родионова С.С.	180	Тимошенков С.П.	52
Рощин Б.С.	31, 122	Тихонов Е.О.	122
Рощупкин Д.В.	11, 16, 21, 25, 28, 66, 132, 163	Ткаль В.А.	37, 60
Салашенко Н.Н.	81, 90, 101, 109, 112, 114, 153, 158	Толстихина И.Ю.	147
Самойлова Л.	185	Торгашин А.Н.	180
Свинцов А.А.	11, 132	Торопов М.Н.	153, 158
Сенин Р.А.	168	Турищев С.Ю.	41
Сивков В.Н.	188	Ульянов А.С.	124
		Фахртдинов Р.Р.	11, 21, 25, 28, 132
		Филатова Е.О.	31

г. Черноголовка, 20-23 сентября 2010

Фирсов А.	195	Nikulin A.Y.	212
Фунтиков Ю.В.	52	Ortega L.	66
Харитонов А.И.	81	Padmore H.	84
Храмков Р.А.	114	Peverini L.	119
Цвигун Н.В.	166	Rommeveaux A.	119
Цыбин Н.Н.	90, 107, 177109	Shulakov E.V.	170
Чукалина М.	163, 168,	Susini J.	119
Чхало Н.И.	101, 107, 109, 114, 153, 158	Vaerenbergh P.V.	119
Шарф О.	211	van der Meer R.	98
Шестов С.В.	124	Vaxelaire N.	119
Ширяев А.А.	174	Ziegler E.	119
Шмаенок Л.А.	109		
Шулаков Е.В.	57, 75, 191		
Шульпина И.Л.	50		
Щелоков И.А.	11		
Юнкин В.	202		
Якимчук И.В.	136		
Якунин С.А.	191		
Ямаучи К.	193		
Aristov V.V.	170		
Arvanian V.L.	170		
Bastiaens H.J.M.	98		
Bijkerk F.	98		
Boller K.-J.	98		
Claustre L.	119		
Guillet S.	119		
Kuyumchyan A.V.	170		
Kuyumchyan D.A.	170		
Massonnat J.-Y.	119		



г. Черноголовка, 20-23 сентября 2010