

ISSN 2500-316X (Online)

<https://doi.org/10.32362/2500-316X-2021-9-1-38-47>



УДК 681.2.0821.083:535.2:543.063

НАУЧНАЯ СТАТЬЯ

Метрологические исследования характеристик многослойных поверхностных покрытий с использованием синхротронного излучения

А.С. Сигов¹,
О.А. Минаева^{1,2,@},
С.И. Аневский²,
А.М. Лебедев³,
Р.В. Минаев²

¹МИРЭА – Российский технологический университет, Москва 119454, Россия

²Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений ФГУП «ВНИИОФИ», Москва 119361, Россия

³НИЦ «Курчатовский институт», Москва 123182, Россия

@Автор для переписки, e-mail: minaeva_o@mirea.ru

Исследования характеристик многослойных поверхностных наноструктур с использованием источников синхротронного излучения играют важную роль в развитии метрологического обеспечения нанoeлектроники. Синхротронное излучение характеризуется интенсивным, рассчитываемым континуумом в широком спектральном диапазоне. Исследования проводились на электронных накопительных кольцах «Сибирь-1» (НИЦ «Курчатовский институт», Москва) и MLS (РТВ, Берлин) с низкой энергией электронов в широком диапазоне длин волн, включающем видимое излучение, ближний, вакуумный и экстремальный ультрафиолет, мягкий рентген, для исключения влияния жесткого рентгеновского излучения. В основу методов определения характеристик радиометров, фотодиодов, фильтров и многослойных зеркал положено использование зависимости абсолютных значений спектральных энергетических характеристик синхротронного излучения от энергии и числа ускоренных электронов. Наибольшее внимание при проведении метрологических исследований с использованием синхротронного излучения уделялось определению абсолютной спектральной чувствительности кремниевых фотодиодов с многослойными фильтрами для интегральных радиометров, спектральных коэффициентов пропускания поверхностных слоев фотодиодов в области экстремального ультрафиолета и спектрального отражения суперрешеток.

Измерения характеристик фотодиодов и фильтров на источнике синхротронного излучения проводились с использованием монохроматора и эталонного детектора. Использование канала синхротронного излучения позволяет проводить исследования спектрального коэффициента пропускания тонких пленок и многослойных структур, сформированных в режиме *in situ*. Для формирования многослойных наноструктур непосредственно на приемной поверхности фотоприемников применяется модуль ионно-плазменного напыления. Оптическая схема канала предусматривает возможность использования монохроматоров скользящего падения для диапазона энергий фотонов от 25 до 100 эВ и нормального падения для диапазона энергий фотонов от 4 до 25 эВ. При энергии фотонов 40 эВ абсолютная спектральная чувствительность составила 70 мА/Вт для фотодиода с нанесенным поверхностным многослойным фильтром. Для разработки экспериментальной методики измерений спектрального коэффициента отражения многослойных зеркал и создания стандартных образцов исследовалась система Mo/Si. Компьютерное моделирование многослойных покрытий позволяет произвести расчет оптических характеристик суперрешеток в области экстремального ультрафиолета. Полученные результаты измерений спектрального коэффициента отражения многослойного покрытия в области энергий фотонов 65–100 эВ свидетельствуют о резонансном характере отражения с максимумом на энергии 83.5 эВ и энергетической ширине на полувысоте около 6.5 эВ. Рабочая длина волны отражающего зеркала соответствует расчетной, что подтверждает эффективность принятой модели.

Ключевые слова: многослойные поверхностные наноструктуры, синхротронное излучение, электронные накопительные кольца, ближний, вакуумный и экстремальный ультрафиолет, радиометры, фотодиоды, фильтры, многослойные зеркала, спектральная плотность энергетической освещенности, суперрешетки

Для цитирования: Сигов А.С., Минаева О.А., Аневский С.И., Лебедев А.М., Минаев Р.В. Метрологические исследования характеристик многослойных поверхностных покрытий с использованием синхротронного излучения. *Российский технологический журнал*. 2021;9(1):38–47. <https://doi.org/10.32362/2500-316X-2021-9-1-38-47>

RESEARCH ARTICLE

Metrological studies of the characteristics of multilayer surface coatings using synchrotron radiation

Alexander S. Sigov¹,
Olga A. Minaeva^{1,2,@},
Sergei I. Anevsky²,
Alexey M. Lebedev³,
Roman V. Minaev²

¹MIREA – Russian Technological University, Moscow 119454, Russia

²All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements, Moscow 119361, Russia

³Kurchatov Institute, Moscow 123182, Russia

@Corresponding author, e-mail: minaeva_o@mirea.ru

The investigations of multilayer surface nanostructures characteristics was performed with synchrotron radiation sources, characterized by an intensive, calculated continuum. It plays an important role in nanoelectronics metrological base. The main research were carried out at electron storage rings «Siberia-1» (Kurchatov Institute) and MLS (PTB, Berlin) with low electron energy, in a wide wavelength range, including visible range, AUV, VU, EUV and to exclude the X-ray radiation influence. The methods of the radiometers, photodiodes, filters and multilayer mirrors characteristics measurements are based on the synchrotron radiation absolute spectral characteristics and

accelerated electrons number variation. The metrological investigations with synchrotron radiation was concentrated on:

- absolute spectral responsivity of silicon photodiodes with multilayer filters for integral radiometers applications;
- spectral transmittances of surface layers of photodiodes in the extreme ultraviolet region;
- spectral reflectance coefficient of superlattice.

The characteristics of photodiodes and filters on a synchrotron radiation source are measured using a monochromator and a reference detector. The use of a synchrotron radiation channel makes it possible to study the spectral transmittance of thin films and multilayer structures formed in the *in situ* mode. To form multilayer nanostructures directly on the receiving surface of photodetectors, an ion-plasma sputtering module is used. The optical scheme of the channel provides for the possibility of using monochromators of grazing incidence for the range of photon energies from 25 to 100 eV and normal incidence for the range of photon energies from 4 to 25 eV. At a photon energy of 40 eV, the absolute spectral sensitivity was 70 mA / W for a photodiode with a surface multilayer filter applied. To develop an experimental technique for measuring the spectral reflection coefficient of multilayer mirrors, and to create standard samples, the Mo/Si system was studied. Computer modeling of multi-layer coatings allows us to calculate the optical characteristics of superlattices in the extreme ultraviolet region. The obtained results of measurements of the spectral reflection coefficient of a multilayer coating in the photon energy range of 65–100 eV indicate a resonance reflection character with a maximum at an energy of 83.5 eV and an energy width at a half-height of about 6.5 eV. The working wave-length of the reflecting mirror corresponds to the calculated one, which confirms the effectiveness of the adopted model.

Keywords: multilayer surface nanostructures, synchrotron radiation, electron storage rings, AUV, *vuV* and *euv*, radiometers, photodiodes, filters and multilayer mirrors, spectral irradiance, superlattice

For citation: Sigov A.S., Minaeva O.A., Anevsky S.I., Lebedev A.M., Minaev R.V. Metrological studies of the characteristics of multilayer surface coatings using synchrotron radiation. *Rossiiskii tekhnologicheskii zhurnal = Russian Technological Journal*. 2021;9(1):38–47 (in Russ.). <https://doi.org/10.32362/2500316X-2021-9-1-38-47>

Проведение исследований характеристик многослойных поверхностных нанопокрывтий с использованием источников синхротронного излучения является важной составляющей технологических процессов в области метрологического обеспечения микроэлектроники. Использование синхротронного излучения, спектральные энергетические характеристики которого рассчитываются с высокой точностью, составляет основу метрологического обеспечения при разработке и исследованиях новых материалов, наноразмерных структур и композитов с уникальными функциональными свойствами для отечественной компонентной базы микроэлектроники, оптики, оптоэлектроники и других направлений. Использование синхротронного излучения позволяет создать средства аттестации и сертификации ключевых изделий промышленности для формирования единой системы контроля качества продукции.

Синхротронное излучение характеризуется интенсивным, точно рассчитываемым перестраиваемым континуумом в широком спектральном диапазоне от рентгеновского и экстремального УФ излучения до терагерцового с яркостной температурой

от нескольких тысяч до десятков миллионов Кельвинов. Синхротронное излучение, генерация которого происходит в сверхвысоком вакууме и не сопровождается плазменной или газовой струей, используется для определения спектральной плотности силы излучения, спектральной плотности энергетической яркости, пространственного распределения энергетической яркости излучателей, абсолютной спектральной чувствительности фотодиодов и фоторезистов, спектральных коэффициентов пропускания и отражения многослойных суперрешеток для микро- и микроэлектроники. В мире насчитывается более семидесяти источников синхротронного излучения, используемых для проведения работ по радиометрии и диагностике параметров многослойных наноструктур в областях вакуумного, экстремального ультрафиолетового и рентгеновского излучений. В изделиях микро- и микроэлектроники используются однослойные и многослойные поверхностные структуры на различных подложках, в том числе интерференционные фильтры, рентгеновские зеркала, суперрешетки и тонкие пленки. Качество изделий определяется однородностью слоев и междуслойных

границ, а также чистотой поверхности подложки. Современные методы нанолитографии позволяют обеспечить структуры с размером 30 нм при использовании излучения с длиной волны 13.5 нм или 7.0 нм. В области экстремального ультрафиолета увеличиваются технологические проблемы и возрастает необходимость оперативного контроля и мониторинга характеристик фильтров, зеркал и фоторезистов в режиме *in situ* в процессе формирования тонкопленочных структур.

Быстрое развитие УФ-спектрометрики с использованием синхротронного излучения связано, в первую очередь, с качественным изменением парка средств измерений, появлением новых высокостабильных приемников с поверхностными наноструктурами и радиометров, имеющих высокую чувствительность при энергии фотонов до 100 кэВ. Применение суперрешеток позволяет повысить эффективность отражающей оптики и снизить влияние рассеянного излучения. Важной задачей метрологического обеспечения при использовании синхротронного излучения является создание высокостабильных стандартных образцов состава и свойств материалов, эффективных многослойных покрытий для фильтров, приемников и зеркал, используемых в области экстремального ультрафиолета [1–3].

Наибольшее внимание при проведении метрологических исследований с использованием синхротронного излучения уделялось определению:

- абсолютной спектральной чувствительности кремниевых фотодиодов с многослойными фильтрами для интегральных радиометров;
- спектральных коэффициентов пропускания поверхностных слоев фотодиодов в области экстремального ультрафиолета;
- спектрального коэффициента отражения суперрешеток.

Исследования проводились на электронных накопительных кольцах «Сибирь-1» (НИЦ «Курчатовский институт», Москва), MLS и BESSY-II (РТВ, Берлин). Планируется проведение метрологических работ на накопительном кольце «Сибирь-2». В основу методов определения характеристик радиометров, фотодиодов, фильтров и многослойных зеркал положено использование зависимости абсолютных значений спектральных энергетических характеристик синхротронного излучения от энергии и числа ускоренных электронов.

Спектральная плотность энергетической освещенности синхротронного излучения в соответствии с уравнением Швингера [4] рассчитывается по формуле:

$$E(\gamma, \lambda) = \frac{27Ne^2c}{32\pi^3R^3L^2} (\lambda_c/\lambda)^4 \gamma^8 [1 + (\gamma\Psi)^2]^2 \times \{K_{2/3}^2(\xi) + K_{1/3}^2(\xi)(\gamma\Psi)^2 / [1 + (\gamma\Psi)^2]\}, \quad (1)$$

где $E(\gamma, \lambda)$ – спектральная плотность энергетической освещенности синхротронного излучения; λ – длина волны; Ψ – угол отклонения от плоскости орбиты; N – число электронов; γ – релятивистский фактор – отношение энергии ускоренного электрона к энергии покоя электрона $E_0 = 0.511$ МэВ; e – заряд электрона; R – радиус орбиты электрона; c – скорость света; L – расстояние от излучающей точки орбиты до приемной поверхности; $\lambda_c = (4/3)\pi R\gamma^3$ – критическая длина волны; $K_{1/3}, K_{2/3}$ – функции Макдональда;

$$\xi = [\lambda_c / (2\lambda)] [1 + (\gamma\Psi)^2]^{3/2}.$$

Расчет спектральной плотности энергетической освещенности синхротронного излучения в зависимости от параметров источника позволяет использовать как спектральный, так и интегральный отклик приемника излучения для анализа характеристик и оптимизации структуры радиометров УФ-излучения. Применения электронных накопительных колец «Сибирь-1» и MLS с низкой энергией электронов, соответственно 450 МэВ и 650 МэВ, связаны с возможностью параллельной работы в широком диапазоне длин волн, включающем видимое излучение, ближний, вакуумный и экстремальный ультрафиолет, а также мягкий рентген, при исключении влияния жесткого рентгеновского излучения и снижения противоречий по требованиям пользователей к пучку синхротронного излучения. При этом стабильность энергетических характеристик синхротронного излучения, нормированных на ток пучка, рассчитанных для любого электронного накопительного кольца, позволяет с высокой точностью исследовать стабильность и воспроизводимость характеристик радиометров при изменении энергии электронов в широком динамическом диапазоне, как с использованием монохроматоров скользящего и нормального падения, так и на белом некохроматическом пучке.

Основные параметры источников синхротронного излучения приведены в таблице.

Сигнал интегрального радиометра I [А/Вт] от источника синхротронного излучения в пределах малого угла отклонения от плоскости электронной орбиты определяется спектральной плотностью энергетической освещенности синхротронного излучения $E(\gamma, \lambda)$, рассчитанной в соответствии с выражением (1), а также абсолютной спектральной чувствительностью приемника излучения $S(\lambda)$ и спектральным коэффициентом пропускания фильтра $\tau(\lambda)$:

$$I = Q \int_{\lambda_{\min}}^{\lambda_{\max}} \tau(\lambda) E(\gamma, \lambda) S(\lambda) d\lambda, \quad (2)$$

где Q – площадь приемника излучения; $\lambda_{\max}, \lambda_{\min}$ – границы спектрального диапазона абсолютной спектральной чувствительности интегрального радиометра.

Основные параметры источников синхротронного излучения

Параметры	Сибирь-1	MLS	Сибирь-2	BESSY-II
Энергия электронов	450.0 МэВ	630.0 МэВ	2.5 ГэВ	1.7 ГэВ
Энергия инжекции	75–80 МэВ	105 МэВ	450 МэВ	50 МэВ
Индукция магнитного поля	1.5Т	1.38 Т	1.7Т	1.5 Т
Ток электронного пучка	200 мА	200 мА	300 мА	400 мА
Осевой размер электронного сгустка	3мм	1.5 мм	2.0 мм	2.0 мм
Расстояние от излучающей области орбиты до фотоприемника	14 м	22 м	18 м	37 м
Горизонтальный эмиттенс	860 нм-рад	100 нм-рад	76 нм-рад	5 нм-рад
Длина орбиты	8.7 м	48 м	124.1 м	240 м
Критическая длина волны	6.13 нм	3.4 нм	1.8 нм	0.6 нм

Для определения абсолютной спектральной чувствительности используется зависимость сигнала интегрального радиометра от энергии электронов. При увеличении энергии электронов за счет увеличения тока поворотных магнитов и индукции магнитного поля спектр синхротронного излучения сдвигается в коротковолновую область. Область спектральной чувствительности интегрального радиометра разделяется на спектральные интервалы с минимальным шагом, соответствующим ступенчатому увеличению энергии электронов.

Начальный релятивистский фактор электронов γ_1 выбирается так, чтобы длина волны максимума распределения спектральной плотности энергетической освещенности λ_{\max} соответствовала длинноволновой границе области спектральной чувствительности интегрального радиометра:

$$\lambda_{\max} = 0.42 \lambda_c = 1.76R\gamma^{-3}. \quad (3)$$

Для оценки значения абсолютной спектральной чувствительности $\tau(\lambda_1)S_1(\lambda_1)$ радиометра в интервале длин волн $\Delta\lambda_1$ со спектральным корригирующим фильтром используется выражение:

$$\tau_1 S_1 = i_1 / Q \int_{\lambda_{\max} - \Delta\lambda_1}^{\lambda_{\max}} E(\gamma_1, \lambda) d\lambda. \quad (4)$$

Интегральное значение энергетической освещенности по интервалу $\Delta\lambda_1$ рассчитывается в соответствии с выражением (1) с использованием специальных компьютерных программ. Новое увеличение энергии электронов сдвигает спектр синхротронного излучения в коротковолновую область на спектральный интервал $\Delta\lambda_2$ и сигнал радиометра увеличивается в соответствии с выражениями:

$$i_2 = \tau_2 S_2 \int_{\lambda_{\max} - \Delta\lambda_1 - \Delta\lambda_2}^{\lambda_{\max} - \Delta\lambda_1} E(\gamma_2, \lambda) d\lambda + \tau_1 S_1 \int_{\lambda_{\max} - \Delta\lambda_1}^{\lambda_{\max}} E(\gamma_2, \lambda) d\lambda \quad (5)$$

или

$$i_2 = \tau_2 S_2 \int_{\lambda_{\max} - \Delta\lambda_1 - \Delta\lambda_2}^{\lambda_{\max} - \Delta\lambda_1} E(\gamma_2, \lambda) d\lambda + i_1 \int_{\lambda_{\max} - \Delta\lambda_1}^{\lambda_{\max}} E(\gamma_2, \lambda) d\lambda / \int_{\lambda_{\max} - \Delta\lambda_1}^{\lambda_{\max}} E(\gamma_1, \lambda) d\lambda. \quad (6)$$

Для оценки значения абсолютной спектральной чувствительности радиометра в интервале длин волн $\Delta\lambda_2$ используется выражение:

$$\tau_2 S_2 = [i_2 - i_1 \int_{\lambda_{\max} - \Delta\lambda_1}^{\lambda_{\max}} E(\gamma_2, \lambda) d\lambda / \int_{\lambda_{\max} - \Delta\lambda_1}^{\lambda_{\max}} E(\gamma_1, \lambda) d\lambda] / Q \int_{\lambda_{\max} - \Delta\lambda_1 - \Delta\lambda_2}^{\lambda_{\max} - \Delta\lambda_1} E(\gamma_2, \lambda) d\lambda. \quad (7)$$

Пошаговое увеличение энергии без изменения юстировки радиометра позволяет оценить абсолютную спектральную чувствительность радиометра для всей рабочей спектральной области. Для определения абсолютной спектральной чувствительности фотодиодов используется набор фильтров с заранее измеренными значениями спектрального коэффициента пропускания.

Использование описанной методики позволяет определить точность спектральной коррекции интегральных радиометров для диапазонов УФ-А, УФ-В и УФ-С и по известной абсолютной спектральной чувствительности фотодиода определить также значения спектральных коэффициентов пропускания фильтров и спектральных коэффициентов отражения многослойного зеркала. Преимуществом метода является простота реализации, позволяющая исследовать комплекты образцов с использованием набора стандартных образцов.

Высокоточное измерение характеристик фотодиодов и фильтров на источнике синхротронного излучения проводится по классической схеме с исполь-

зованием монохроматоров и эталонного приемника излучения [5–7].

Использование канала синхротронного излучения позволяет проводить исследования спектрального коэффициента пропускания тонких пленок и многослойных структур, сформированных в режиме *in situ*. Для формирования многослойных наноструктур непосредственно на приемной поверхности фотоприемников применяется модуль ионно-плазменного напыления. Оптическая схема канала предусматривает возможность использования монохроматоров скользящего падения для диапазона энергий фотонов от 25 до 100 эВ и нормального падения для диапазона энергий фотонов от 4 до 25 эВ при спектральном разрешении не хуже 10^{-2} . В схеме скользящего падения поток синхротронного излучения, отражаясь от плоского зеркала скользящего падения, заполняет плоскую дифракционную решетку и монохроматическое излучение после выходной щели фокусируется тороидальным зеркалом на исследуемом объекте. После монохроматора поток синхротронного излучения фокусируется выходным зеркалом и поступает в камеру образцов. За выходной щелью устанавливается кассета со сменными фильтрами, в которую установлены исследуемые пленочные фильтры, а также фильтры для коррекции высших порядков дифракции или калибровки монохроматора по длине волны края поглощения.

Для определения абсолютной спектральной чувствительности фотоприемников с многослойными пленками и спектрального коэффициента отражения многослойных зеркал и масок предусмотрена возможность установки радиометра, а также рефлектометра-поляриметра в вакуумной камере. В схеме нормального падения поток синхротронного излучения заполняет вогнутую сферическую дифракционную решетку, и монохроматическое излучение после выходной щели фокусируется тороидальным зеркалом на исследуемом объекте.

Проведенные исследования спектрального коэффициента пропускания монохроматора в области энергий 25–100 эВ и оценки относительного вклада вторых порядков дифракции в общую интенсивность излучения на выходе монохроматора показали, что спад в интенсивности излучения наблюдается в области энергий фотонов свыше 90 эВ. При энергиях фотонов ниже 50 эВ необходимо учитывать вклад вторых порядков дифракции. Энергетическое разрешение составляет менее 0.5 эВ в области энергий 50–100 эВ.

Одной из наиболее важных задач микро- и нанолитроники является формирование селективных фильтров непосредственно на приемной поверхности кремниевых фотодиодов, используемых в широком диапазоне энергий фотонов от 1.12 эВ до 100 кэВ,

а также создание высокостабильных стандартных образцов состава и свойств материалов и аттестованных методик измерений спектрального коэффициента пропускания в спектральном диапазоне от 10 до 40 нм. Фотодиоды с селективными фильтрами на поверхности обладают высоким квантовым выходом, стабильностью спектральной чувствительности, радиационной стойкостью, зонной однородностью, что позволяет обеспечить стабильные метрологические характеристики УФ-радиометров, используемых в экстремальном, вакуумном и ближнем ультрафиолете. Нестабильность абсолютной спектральной чувствительности кремниевых фотодиодов возникает под воздействием потока УФ-излучения вследствие деградации спектрального коэффициента пропускания окисной пленки на поверхности кремния. Создание тонкого слоя SiO_2 толщиной несколько нанометров исключает поверхностную рекомбинацию носителей, что обеспечивает стопроцентный внутренний квантовый выход фотодиодов. Для повышения радиационной стойкости при высоких уровнях экспозиции на поверхности фотодиодов формируются нанослои из силицида металлов, что позволяет регистрировать полные потоки синхротронного излучения электронных накопительных колец. При полном сборе носителей внешний квантовый выход фотодиодов рассчитывается с учетом спектрального коэффициента отражения фотодиода, что позволяет реализовать принцип самокалибровки и использовать трап-детекторы для определения абсолютных значений спектральной плотности потока УФ-излучения [8–11].

В национальном метрологическом институте РТВ (г. Берлин) используются кремниевые фотодиоды AXUV в качестве эталонных приемников с неопределенностью при самокалибровке абсолютной спектральной чувствительности, не превышающей 4%. Производство эталонных фотодиодов в режиме самокалибровки открывает возможности для использования фотодиодов с поверхностными наноструктурами для абсолютной радиометрии не только в нанолитронике, но и в космической технике, УФ-локации плазменных объектов в медицине при ранней диагностике онкологических заболеваний и др.

Для обеспечения высокой стабильности абсолютной спектральной чувствительности при воздействии интенсивного потока УФ-излучения используется метод формирования азотосодержащего слоя. Включение в интерфейс азота защищает от проникновения примесей, и радиационная стойкость диодов возрастает на несколько порядков. Однако, пассивирующее окно вызывает поверхностную рекомбинацию при получении большой дозы ионизирующего излучения, что приводит к снижению квантового выхода [12, 13]. Результаты исследований стабиль-

ности фотодиодов с использованием синхротронного излучения электронных накопительных колец «Сибирь-1» и MLS показали, что при суммарной энергетической экспозиции 500 МДж/м² в течение нескольких часов изменение абсолютной спектральной чувствительности при нормировании сигнала фотодиода на ток электронного пучка не превышало десятых долей процента. Сканирование поверхности фотодиода пучком синхротронного излучения на выходе монохроматора позволяет определить пространственную однородность относительной чувствительности образцов фотодиодов для оценки погрешности, возникающей при формировании рабочей области эталонного фотодиода. Нанесение защитной пленки на поверхность эталонного фотодиода позволяет снизить зонную неоднородность чувствительности, что отвечает требованиям при компарировании абсолютной спектральной чувствительности радиометров для области экстремального ультрафиолета. Температурная зависимость абсолютной спектральной чувствительности фотодиодов вызвана увеличением квантового выхода за счет уменьшения ширины запрещенной зоны с повышением температуры. Использование модуля ионно-плазменного напыления позволяет формировать защитные фильтры на поверхности фотодиодов. При разработке экспериментальной методики измерений абсолютной спектральной чувствительности фотодиодов в диапазонах длин волн от 10 до 40 нм и от 40 до 200 нм на электронном накопительном кольце «Сибирь-1» использовались монохроматоры скользящего и нормального падения и эталонный самокалибрующийся фотодиод AXUV. Измерения абсолютной спектральной чувствительности фотодиодов проводились в одном экспериментальном цикле при одной энергии электронов с последовательным перемещением исследуемого и самокалибрующегося фотодиода в поток монохроматического излучения. Фотодиоды устанавливались на прецизионном манипуляторе, имеющем четыре степени свободы. Позиционирование фотодиодов на пучке синхротронного излучения проводилось по нулевому порядку спектра излучения с точностью установки 0.01 мм. Сравнение абсолютной спектральной чувствительности УФ самокалибрующегося фотодиода AXUV и исследуемого кремниевого фотодиода с нанесенным многослойным защитным покрытием проводились при токах накопителя 50–150 мА и мощности излучения на выходе монохроматора 109–1010 фотонов в секунду. Сигнал фотодиодов составил порядка 10–50 пА с учетом уровня рассеянного излучения. Линейность выходных сигналов фотодиодов контролировалась по результатам измерений зависимости сигналов от тока источника синхротронного излучения.

При измерении зависимости выходного сигнала

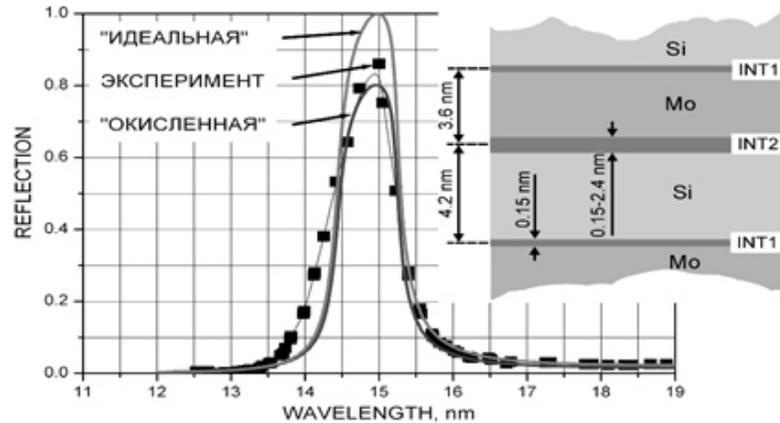
фотодиода от энергии фотонов в диапазоне 20–50 эВ для фотодиода AXUV сигнал изменялся в пределах от 35 до 50 пА, при энергии фотонов 10–20 эВ сигнал монотонно уменьшался до 10 пА. При энергии фотонов 40 эВ абсолютная спектральная чувствительность составила 100 мА/Вт для AXUV и 70 мА/Вт – для фотодиода с нанесенным поверхностным многослойным фильтром. С использованием монохроматора нормального падения были измерены значения абсолютной спектральной чувствительности фотодиодов ФДП, составившие около 0.7 относительно чувствительности AXUV для энергий фотонов 3–6 эВ. Таким образом, абсолютная спектральная чувствительность фотодиодов с нанесенным защитным покрытием оказалась сравнимой с чувствительностью AXUV.

Контроль качества оптических элементов для области экстремального ультрафиолета, в первую очередь, высокоотражающих зеркал на основе многослойных покрытий с чередующимися слоями материалов с существенно различающимися оптическими характеристиками – суперрешеток требует высокоточных измерений спектрального коэффициента отражения [14–17]. Для разработки экспериментальной методики измерений спектрального коэффициента отражения многослойных зеркал и создания стандартных образцов исследовалась система Mo/Si.

Компьютерное моделирование многослойных покрытий позволяет произвести расчет оптических характеристик суперрешеток в области от 10 до 30 нм с использованием базы данных свойств материалов, в частности, программного пакета TFCalc от Software Spectra, Inc.

Структура многослойного зеркала для области экстремального УФ представлена на рисунке. Расчеты и оптимизация проводились с учетом наличия выраженных зон межслоевого интерфейса – INT1 и INT2. Толщины интерфейсов INT1 и INT2 в общем случае неравны, что соответствует структуре реального многослойного зеркала, связанной с технологическим процессом послойного атомарного осаждения и формированием кристаллической структуры в слоях молибдена. Максимум отражения был оптимизирован на длину волны 15 нм при количестве слоев 125 и нормальном падении излучения. Расчетные параметры решетки «идеального» (INT1 = INT2 = 0) зеркала Mo/Si составляют 3.6/4.2 нм. Зависимость спектрального коэффициента отражения (REFLECTION) от длины волны показана на рисунке.

Рассматривались два механизма формирования межслоевого интерфейса: перемешивание, стимулированное внедрением осаждаемых атомов, и химическая реакция между материалами слоев. Расчеты проводились с учетом толщины INT1 на границе Mo-Si 0.15 нм, а значение INT2 (граница Si-Mo) ва-



Спектральный коэффициент отражения многослойного покрытия Mo/Si.

рировалось в диапазоне 0.15–2.4 нм, принимая во внимание высокую диффузионную активность атомов Mo. Образующийся интерфейс замещает собой часть материала слоев, уменьшая их фактическую толщину. Анализ показывает, что увеличение интерфейса INT2 начинает заметно сказываться, снижая максимальный коэффициент отражения на 2%, при толщине 1.2 нм, при этом форма зависимости спектрального коэффициента отражения от длины волны и положение максимума не изменяются. При замещении двухкомпонентной смеси интерфейсов силицидом покрытие ведет себя аналогичным образом с незначительным смещением максимума спектрального коэффициента отражения в длинноволновую область. При неизменном периоде интерфейсные включения лишь снижают максимум коэффициента отражения за счет увеличения поглощения внутри системы [16, 18, 19].

Суперрешетка Mo/Si изготавливалась вакуумно-плазменным нанесением для получения многослойных материалов путем послойного покрытия закрепленных подложек. Для распыления Mo и Si использовались магнетроны с диаметром дисковой мишени 50 мм, работающие на постоянном токе. Толщина формируемого слоя определяется скоростью вращения держателя подложки и производительностью магнетрона. Для очистки и ионного ассистирования использовался ионный источник, обеспечивающий плотность ионного тока на подложке на уровне 1 мА/см². Средняя энергия в режиме очистки – 250 эВ, в режиме ассистирования – 90 эВ. В качестве подложки для суперрешетки использовался монокристаллический кремний с ориентацией (100) и исходной шероховатостью $\sigma = 0.15$ нм.

Спектральный коэффициент отражения полученной суперрешетки исследовался на источнике синхротронного излучения «Сибирь-1». Результаты расчетов спектрального коэффициента отражения многослойного покрытия Mo/Si с учетом окисления верхнего бислоя до диоксидов представлены на ри-

сунке («ИДЕАЛЬНАЯ»). Число фотонов измерялось на выходе монохроматора, при этом исследуемый образец помещался за выходной щелью монохроматора, а отраженный пучок направлялся в фотодиод. Держатель образцов размещался на прецизионном манипуляторе для перемещения и юстировки положения фотодиода и образца внутри вакуумной камеры.

Полученные результаты измерений спектрального коэффициента отражения многослойного покрытия в области энергий фотонов 65–100 эВ свидетельствуют о резонансном характере отражения с максимумом на энергии 83.5 эВ и энергетической ширине на полувысоте около 6.5 эВ. При смещении энергии фотонов от максимума в обе стороны на 6.3 эВ коэффициент отражения уменьшался на порядок.

Рабочая длина волны отражающего зеркала соответствует расчетной, что подтверждает правильность принятой модели. Значение спектрального коэффициента отражения в максимуме составляет $70 \pm 5\%$, что близко к расчетной и подтверждает эффективность используемой модели. Увеличение толщины индивидуального слоя, периода или интерфейса приводит к смещению пика отражения в длинноволновую область и увеличению его ширины на полувысоте с шагом 0.25 нм на 0.6 нм. Уменьшение толщины смещает пик в область коротких длин волн и приводит к уменьшению ширины на полувысоте более чем в два раза на фоне общего изменения картины спектра, увеличивая неравномерность и несимметрию зависимости спектрального коэффициента отражения от длины волны. Изменение любой совокупности периодов из приведенных выше на 0.6 нм приводит к смещению максимума коэффициента отражения пропорционально на ~1 нм вдоль шкалы длин волн. При совокупном варьировании периода в пределах ± 1.2 нм максимальный коэффициент отражения остается на уровне $70 \pm 5\%$, кроме случая уменьшения слоев и Mo и Si на 0.6 нм – $R_{max} \sim 25\%$. Физическое увеличение периода за счет изменения

размеров слоев чистых материалов тождественно сохранению толщины, соответствующей идеальной системе, с одновременным увеличением доли межграничной составляющей прослойки.

Использование уникальных свойств источников синхротронного излучения как первичных спектрометрических эталонов, открывает широкие возможности для метрологических исследований средств измерений на основе фотодиодов, фильтров и зеркал с поверхностными наноструктурами, включая радиометры и стандартные образцы состава, и свойств материалов, в области ближнего, вакуумного и экстремального ультрафиолета для микро- и наноэлектроники и других перспективных направлений наукоемких технологий.

Результаты проведенных исследований характеристик фотодиодов с нанесенными защитными поверхностными наноструктурами показали высокую

стабильность и радиационную стойкость чувствительности, а также возможность контроля характеристик многослойных наноструктур с использованием синхротронного излучения в режиме *in situ*.

Использование синхротронного излучения для определения характеристик многослойных фильтров и зеркал показало высокую эффективность методов расчета структур и формирования многослойных нанопокрытий для выделения рабочих спектральных интервалов в области экстремального ультрафиолета.

Вклад авторов

Все авторы в равной степени внесли свой вклад в исследовательскую работу.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Authors' contribution

All authors equally contributed to the research work.

The authors declare no conflicts of interest.

Литература / References

1. Chkhalo N.I., Gusev S.A., Nechay A.N., Pariev D.E., Polkovnikov V.N., Salashchenko N.N., et al. High-reflection Mo/Be/Si multilayers for EUV lithography. *Optic. Lett.* 2017;42(240):5070–5073. <https://doi.org/10.1364/OL.42.005070>
2. Akhsakhalyan A.D., Kluev E.B., Lopatin A.Y., Luchin V.I., Nechay A.N., Pestov A.E. et al. Current status and development prospects for multilayer X-ray optics at the Institute for Physics of Microstructures Russian Academy of Sciences. *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques (J SURF INVEST-X-RAY+)*. 2017;11(1):1–19. <https://doi.org/10.1134/S1027451017010049>
3. Gottwald A., Scholze F. Advanced silicon radiation detectors in the vacuum ultraviolet and the extreme ultraviolet spectral range. In: Smart sensors and MEMs. Intelligent devices and microsystems for industrial applications, 2nd edition. (Eds.). S. Nihtianov, A. Luque. 2018. P. 151–170. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102055-5.00007-3>
4. Schwihys J. On the Classical Radiarion of Accelerated Electrons. *Phys. Rev.* 1949;75(12):1912–1925. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.75.1912>
5. Anevsky S., Ivanov V., Kuznetsov V., Minaeva O., et al. Primary UV-radiation detector standards. *Metrologia.* 2003;40(1):S25–S29. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/40/1/003>

6. Scholze F., Tummeler J., Ulm G. High-accuracy radiometry in the EUV range at PTB soft x-ray beamline. *Metrologia.* 2003;40(1):S224–S228. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/40/1/352>
7. Scholze F., Brandt G., Mueller P., Meyer B., Scholz F., Tummeler J., Vogel K., Ulm G. High-accuracy detector calibration for EUV metrology at PTB. In: Emerging Lithographic Technologies VI. (Ed.) R.L. Engelstad. Proc. SPIE 4688. 2002. P. 680–689. <https://doi.org/10.1117/12.472342>
8. Gottwald A., Kroth U., Kalinina E., Zabrodskii V. Optical properties of a Cr/4H-SiC photodetector in the spectral range from ultraviolet to extreme ultraviolet. *Appl. Opt.* 2018;57(28):8431–8436. <https://doi.org/10.1364/AO.57.008431>
9. Coric M., Saxena N., Pflüger M., Müller-Buschbaum P., Krumrey M., Herzig E.M. Resonant Grazing-Incidence Small-Angle X-ray Scattering at the Sulfur K-Edge for Material-Specific Investigation of Thin-Film Nanostructures. *J. Phys. Chem. Lett.* 2018;9(11):3081–3086. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcclett.8b01111>
10. Gottwald A., Wiese K., Siefke T., Richter M. Validation of thin film TiO₂ optical constants by reflectometry and ellipsometry in the VUV spectral range. *Meas. Sci. Technol.* 2019;30(4):045201. <https://doi.org/10.1088/1361-6501/ab0359>
11. Collon M.J., Vacanti G., Barrière N.M., Landgraf B., et al. Silicon pore optics mirror module production and testing. In: Proc. SPIE. 2019;11180:1118023. <https://doi.org/10.1117/12.2535994>

12. Collon M.J., Vacanti G., Barrière N.M., Landgraf B., Günther R., Vervest M., Voruz L., et al. Status of the silicon pore optics technology. In: Proc. SPIE. 2019;11119:111190L. <https://doi.org/10.1117/12.2530696>
13. Hönicke P., Detlefs B., Nolot E., Kayser Y., Mühle U., Pollakowski B., Beckhoff B. Reference-free grazing incidence X-ray fluorescence and reflectometry as a methodology for independent validation of X-ray reflectometry on ultrathin layer stacks and a depth-dependent characterization. *J. Vac. Sci. Technol.* 2019;37:041502. <https://doi.org/10.1116/1.5094891>
14. Nechay A.N., Chkhalo N.I., Drozdov M.N., Garakhin S.A., Pariev D.E., Polkovnikov V.N., Salashchenko N.N., Svechnikov M.V., Vainer Y.A., Meltchakov E., Delmotte F. Study of oxidation processes in Mo/Be multilayers. *AIP Advances*. 2018;8(7):075202. <https://doi.org/10.1063/1.5007008>
15. Hönicke P., Holfelder I., Kolbe M., Lubeck J., Pollakowski B., Unterumsberger R., Weser J., Beckhoff B. Determination of SiO₂ and C layers on a monocrystalline silicon sphere by reference-free x-ray fluorescence analysis. *Metrologia*. 2017;54(4):481–486. <http://iopscience.iop.org/article/10.1088/1681-7575/aa765f/meta>
16. Haase A., V. Soltwisch V., Braun S., Laubis C., Scholze F. Interface morphology of Mo/Si multilayer systems with varying Mo layer thickness studied by EUV diffuse scattering. *Opt. Express*. 2017;25(13):15441–15445. <https://doi.org/10.1364/OE.25.015441>
17. Svechnikov M., Pariev D., Nechay A., Salashchenko N., Chkhalo N., Vainer Y., Gaman D. Extended model for the reconstruction of periodic multilayers from extreme ultraviolet and X-ray reflectivity data. *J. App. Crystallography*. 2017;50(5):1428–1440. <https://doi.org/10.1107/S1600576717012286>
18. Garakhin S.A., Zabrodin I.G., Zuev S.Y., Kas'kov I.A., Lopatin A.Y., Nechay A.N., et al. Laboratory reflectometer for the investigation of optical elements in a wavelength range of 5–50 nm: description and testing results. *Quantum Electron*. 2017;47(4):385–392. <https://doi.org/10.1070/QEL16300>
19. Collon M.J., Vacanti G., Barrière N.M., Landgraf B., et al. Silicon Pore Optics Mirror Module Production and Testing. In: Proc. SPIE. 2018;10699:106990Y. <https://doi.org/10.1117/12.2314479>

Об авторах:

Сигов Александр Сергеевич, академик РАН, президент ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет» (119454, Россия, Москва, пр-т Вернадского, д. 78). ResearcherID L-4103-2017; Scopus Author ID: 35557510600. https://www.researchgate.net/profile/A_Sigov

Минаева Ольга Александровна, доктор технических наук, и.о. заведующего кафедрой Метрологии и стандартизации Физико-технологического института ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет» (119454, Россия, Москва, пр-т Вернадского, д. 78); начальник лаборатории, ФГУП Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений «ВНИИОФИ» (119361, Россия, Москва, ул. Озерная, д. 46). Scopus Author ID 6603019847

Аневский Сергей Иосифович, доктор технических наук, начальник лаборатории ФГУП Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений «ВНИИОФИ» (119361, Россия, Москва, ул. Озерная, д. 46).

Минаев Роман Владимирович, кандидат технических наук, начальник научно-исследовательского отделения ФГУП Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений «ВНИИОФИ» (119361, Россия, Москва, ул. Озерная, д. 46). Scopus Author ID 22235214600

Лебедев Алексей Михайлович, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (123182, Россия, Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1). Scopus Author ID 55415462900.

About the authors:

Alexander S. Sigov, Academician of RAS, President, MIREA – Russian Technological University (78, Vernadskogo pr., Moscow 119454, Russia). ResearcherID L-4103-2017; Scopus Author ID: 35557510600. https://www.researchgate.net/profile/A_Sigov

Olga A. Minaeva, Dr. Sci. (Engineering), Head of the Department of Metrology and Standardization, Institute of Physics and Technology, MIREA – Russian Technological University (78, Vernadskogo pr., Moscow 119454, Russia); Head of Laboratory, The All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements Federal State Unitary Enterprise (VNIIOFI). (46, Ozernaya ul., Moscow 119361, Russia). Scopus Author ID 6603019847

Sergei I. Anevsky, Dr. Sci. (Engineering), Head of Laboratory, The All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements Federal State Unitary Enterprise (VNIIOFI). (46, Ozernaya ul., Moscow 119361, Russia).

Roman V. Minaev, Cand. Sci. (Engineering), Head of Research Department, The All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements Federal State Unitary Enterprise (VNIIOFI). (46, Ozernaya ul., Moscow 119361, Russia). Scopus Author ID 22235214600

Alexey M. Lebedev, Cand. Sci. (Phys.-Mat.), Senior Researcher, National Research Center «Kurchatov Institute» (1, Akademika Kurchatova pl., Moscow 123182, Russia). Scopus Author ID 55415462900.

Поступила: 07.11.2020; получена после рецензирования: 16.11.2020; принята к опубликованию: 30.11.2020.