

РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
НАУКИ ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МИКРОСТРУКТУР

На правах рукописи

Цыбин Николай Николаевич

МНОГОСЛОЙНЫЕ АБСОРБЦИОННЫЕ ФИЛЬТРЫ
ДЛЯ АСТРОНОМИИ И ПРОЕКЦИОННОЙ ЛИТОГРАФИИ
ЭКСТРЕМАЛЬНОГО УЛЬТРАФИОЛЕТОВОГО ДИАПАЗОНА

Специальность 01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

Член-корреспондент РАН,
доктор физико-математических наук
Салащенко Николай Николаевич

Нижний Новгород – 2015

СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	5
Глава 1. Проблемы создания свободновисящих тонкоплёночных структур (литературный обзор)	14
Глава 2. Методы изготовления и исследования свойств тонкоплёночных структур	29
2.1. Методика изготовления свободновисящих плёнок.....	29
2.1.1 Установка магнетронного распыления.....	29
2.1.2. Расчёт пропускания и отражения от многослойных структур в МР и ЭУФ диапазоне.....	33
2.1.3. Учёт наличия примесей в плёнке	37
2.1.4. Методы отделения плёнки от подложки	40
2.2. Методика долговременного отжига свободновисящих плёнок.....	49
2.2.1 Стенд для проведения долговременного отжига свободновисящих плёнок	49
2.2.2. Определение излучательной способности плёнок	52
2.2.3. Подготовка образцов для термических испытаний.....	56
2.3. Методика испытания свободновисящих плёнок на механическую прочность	57
2.3.1. Стенд для испытаний плёнок на механическую прочность.....	57
2.3.2. Результаты испытаний прочности плёночных фильтров	59
Глава 3. Тонкоплёночные фильтры на поддерживающих сетках для ЭУФ астрономии.....	63
3.1. Требования к фильтрам для солнечных телескопов	63
3.2. Многослойные фильтры Al/Si	65
3.3. Многослойные фильтры Zr/Si.....	71

3.4. Пропускание системы фильтров (входных фильтров и фильтров детекторов) для телескопов обсерватории ТЕСИС	73
3.5. Al/Si фильтры на поддерживающих сетках с шагом 5 мм для ракетного эксперимента Hi-C (NASA).....	74
3.6. Многослойные фильтры на основе Mg.....	77
3.6.1. Mg/Al фильтр на длину волны 58.4 нм.....	77
3.6.2. Особенности метода напыления на свободновисящую плёнку.....	81
3.7. Изучение термической стабильности многослойных фильтров Al/Si	84
Глава 4. Термически стойкие фильтры для проекционной ЭУФ литографии	88
4.1. Требования, предъявляемые к фильтрам для установок проекционной литографии на длине волны 13.5 нм	88
4.2. Изучение термической стабильности фильтров Zr/Si.....	89
4.2.1. Термостойкость Zr/Si структур при токовом нагреве в вакууме.....	89
4.2.2. Изучение эффективности защитных покрытий B_4C , Ru	96
4.2.3. Снижение тепловой нагрузки на Zr/Si фильтр при нагреве в атмосфере водорода.....	99
4.3. Изучение термической стабильности Zr/ZrSi ₂ фильтров.....	100
4.3.1. Стенд лазерного отжига	100
4.3.2. Влияние толщины прослоек ZrSi ₂ на характер окисления Zr/ZrSi ₂ структур при вакуумном отжиге	102
4.3.3. Сравнение эффективности защитных покрытий ZrSi ₂ и MoSi ₂	103
4.3.4. Кристаллизация в слоях MoSi ₂	105
4.4. Изучение термической стабильности фильтров на основе Mo.....	108
4.4.1. Термостойкость Mo/Si структур.....	108
4.4.2. Термостойкость Mo/ZrSi ₂ структур с MoSi ₂ защитными покрытиями .	112
4.4.3. Изучение эксплуатационной стойкости фильтра при длительных тепловых нагрузках.....	119

4.4.4. Прототип большеапертурного Mo/ZrSi ₂ фильтра с MoSi ₂ защитными покрытиями.....	123
Основные результаты.....	125
Литература	127
Список публикаций автора.....	137

Введение

Особенность области длин волн мягкого рентгеновского (МР) и экстремально ультрафиолетового (ЭУФ) диапазона ($1.0 \text{ нм} < \lambda < 100 \text{ нм}$) состоит в том, что этим длинам волн соответствуют энергии ионизации внутренних электронов в атомах вещества, в результате чего излучение этого диапазона сильно поглощается, а в спектре поглощения появляются края поглощения [1]. Изучение спектров поглощения и излучения даёт информацию о составе и структуре вещества. В частности, в этом диапазоне проводятся широкие исследования лабораторной и космической плазмы. Например, в этой области длин волн лежат интенсивные линии излучения Солнца, излучаемые многократно ионизованными атомами солнечной атмосферы (H, He, O, Si, Fe и др [2]). Данные спектральных наблюдений солнечной короны в МР и ЭУФ диапазоне используются для моделирования физических процессов, происходящих в атмосфере Солнца. В этом диапазоне проводятся и широкие исследования для практических применений. Так литография следующего поколения на длине волны 13.5 нм рассматривается в качестве замены ультрафиолетовой литографии ($\lambda=193 \text{ нм}$) [3]. Уменьшение длины волны за счёт перехода в более коротковолновый, ЭУФ, диапазон приводит к повышению разрешающей способности литографа и к дальнейшей миниатюризации элементов микросхем.

Отсутствие прозрачных в МР и ЭУФ диапазоне длин волн веществ и эффективных источников излучения долгое время сдерживало освоение этого спектрального диапазона. Высокое поглощение не позволяло создавать оптические элементы на просвет, а вследствие близости показателя преломления к 1, высокое отражение можно было достичь лишь при скользящих углах, что ограничивало светосилу зеркал и затрудняло создание элементов изображающей оптики (в том числе из-за больших аберраций). Ситуация изменилась в 1970-х годах, когда появились многослойные зеркала нормального падения [4]. Развитие оптики нормального падения и наметившиеся перспективы по созданию

проекционной ЭУФ литографии стимулировали разработку мощных и компактных лазерно-плазменных и газоразрядных источников ЭУФ излучения [5].

Недостатком плазменных источников, как лабораторных, так и космических, является наличие в их спектре, помимо МР и ЭУФ излучения, длинноволнового фона в УФ, видимом и инфракрасном диапазонах. Многослойные зеркала, в большинстве своём содержащие металлические слои, кроме резонансного брэгговского отражения на рабочей длине волны, имеют высокое отражение в УФ и более длинноволновой части спектра. Обычно отражённое от зеркал фоновое длинноволновое излучение плазменного источника необходимо подавить, для чего требуется дополнительная фильтрация. В качестве фильтра в МР и ЭУФ диапазоне могут использоваться, например, дифракционные решётки или зеркала с антиотражающими покрытиями, однако наиболее простое решение связано с применением тонкоплёночных абсорбционных фильтров на просвет. Абсорбционные фильтры обладают высокой эффективностью, которая определяется соотношением между величиной коэффициента пропускания в рабочем спектральном диапазоне и степенью подавления излучения в УФ, видимой и инфракрасной областях спектра [6]. При этом остаются только проблемы в оптимизации состава конкретных фильтров и в развитии методов их изготовления.

Как уже отмечалось, в МР и ЭУФ диапазоне все вещества имеют высокий коэффициент поглощения. Только очень тонкие плёнки (типичная толщина 20 - 200 нм) обладают высоким коэффициентом пропускания (десятки процентов), при этом пропускание в длинноволновой части ЭУФ диапазона может быть на несколько порядков меньше. Физически спектральная фильтрация обеспечивается за счёт спектральной зависимости коэффициентов поглощения и отражения.

Исторически тонкие Al плёнки успешно использовались в первых спектральных космических наблюдениях за Солнцем в ЭУФ диапазоне [7].

Однородные плёнки Zr, Mo используются в спектрометрах, работающих в МР и ЭУФ диапазонах [8]. Во многих современных приложениях (космических телескопах, в стендах проекционной ЭУФ литографии, измерительных стендах) к фильтрам предъявляются специфические требования. Например, в литографических стендах фильтр должен пропускать более 70% излучения на длине волны 13.5 нм. Кроме того, появляется необходимость в фильтрах с большой рабочей апертурой и выдерживающих длительный нагрев. Для солнечных ЭУФ телескопов необходимы фильтры на поддерживающих сетках с большим размером ячейки и тонкими перемычками, чтобы уменьшить искажения изображения, вызванного дифракцией.

Свойства однослойных фильтров можно улучшить, если перейти к многослойным композициям. Решению задачи создания тонкоплёночных абсорбционных многослойных фильтров для современных космических и литографических приложений и посвящена данная диссертационная работа.

Актуальность темы исследования

Абсорбционные тонкоплёночные фильтры на просвет используются в оптических схемах с широкополосными источниками излучения, где необходимо пропустить излучение в МР и ЭУФ диапазоне и подавить излучение в УФ, видимой и ИК областях спектра. Тонкоплёночные фильтры находят применение в спектральной диагностике горячей плазмы, рентгеновской астрономии Солнца, в схемах проекционной ЭУФ литографии и при решении других задач, в которых может быть существенна фоновая засветка [9-11]. Даже при условии оптимального выбора материалов, обеспечивающего требуемые оптические свойства свободновисящего фильтра, его характерная толщина не превышает нескольких сотен нанометров, и существует интерес к совершенствованию технологии их изготовления, направленному на повышение прочностных характеристик. При работе с мощными источниками излучения тонкоплёночный фильтр будет подвергаться термическому воздействию, поэтому актуальной является задача изучения термической стабильности фильтров.

С начала 60-х годов, когда стали доступны наблюдения за Солнцем с околоземных орбит в МР и ЭУФ диапазонах длин волн, возрос интерес к моделированию физических процессов, происходящих в солнечной атмосфере, что в свою очередь потребовало разработку телескопов с высоким пространственным и временным разрешением [12]. Достигнутого в настоящее время разрешения телескопов (пространственное разрешение 1-2", временное разрешение ~1-10 секунд) оказывается недостаточно, ведутся активно работы по созданию новых солнечных обсерваторий, обладающих ещё лучшим разрешением. Для этого увеличивается рабочая апертура телескопов, ищутся способы повышения эффективности используемых для формирования изображения многослойных рентгеновских зеркал и применяемых для подавления паразитной засветки детектора тонкоплёночных фильтров. Кроме того, имеется тенденция в увеличении числа каналов телескопов, в которых регистрируется изображение Солнца в отдельных ярких линиях, которые характеризуют области атмосферы Солнца с различной температурой. Для новых каналов телескопов требуется разработать эффективные тонкоплёночные фильтры. В последние годы появляются проекты космических обсерваторий, в которых наблюдение за Солнцем предлагается вести с внеземных орбит, близко подходящих к Солнцу [13]. Для таких экспериментов требуются тонкоплёночные фильтры, обладающие высокой радиационной стойкостью.

Другим стимулирующим фактором развития исследований тонкоплёночных структур в последние годы является создание проекционной литографии на длине волны 13.5 нм. Переход к рабочим длинам волн в ЭУФ спектральном диапазоне потребовал разработки, в том числе, мощных и компактных источников, в качестве которых используются лазерно-плазменные и газоразрядные плазменные источники ЭУФ излучения. Для обеспечения высокой производительности установки необходимо чтобы мощность на выходе источника превышала 100 Вт в рабочем спектральном диапазоне ($12.15 \text{ нм} \leq \lambda \leq 14.85 \text{ нм}$) [14]. Вследствие того, что коэффициент конверсии источников не превышает нескольких процентов, в оптическую систему сканера попадает внеполосное излучение, мощность

которого составляет ~ 10 кВт. Это фоновое излучение вызывает нагрев оптической системы сканера и дополнительную засветку фоторезиста, ухудшая тем самым разрешение получаемого изображения [15]. Абсорбционные тонкоплёночные фильтры (как один из элементов фильтрации) призваны снизить тепловую нагрузку и отфильтровать излучение в диапазоне, к которому наиболее чувствительны ЭУФ фоторезисты.

Цели работы

Развитие методов изготовления и изучение свойств тонкоплёночных свободновисящих структур с целью создания на их основе абсорбционных тонкоплёночных фильтров, удовлетворяющих требованиям современной рентгеновской астрономии и проекционной ЭУФ литографии.

Задачи диссертационной работы

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. Совершенствование технологии изготовления фильтров для создания ультратонких (толщиной 40-200 нм) свободновисящих плёнок большой апертуры с минимальным количеством дефектов (сквозных проколов, примесей).
2. Разработка и изготовление тонкоплёночных фильтров на поддерживающей сетке для космических обсерваторий и ракетных экспериментов. Оптимизация состава фильтра и параметров поддерживающей сетки с целью повышения механической прочности и коэффициента пропускания фильтра в рабочей области длин волн.
3. Поиск состава многослойных фильтров для проекционной литографии на длине волны $\lambda=13.5$ нм, обладающих термической стабильностью, прочностью и требуемыми оптическими характеристиками (пропусканием на длине волны 13.5 нм более 70% и подавлением в УФ, видимом и инфракрасном диапазонах более чем в 20 раз). Установление порогового значения поглощённой мощности, при которой тонкоплёночный фильтр сохраняет свои оптические свойства при длительном, в течение многих часов, вакуумном нагреве.

Научная новизна работы определяется оригинальностью полученных результатов и заключается в следующем:

1. Предложены и реализованы термостойкие абсорбционные фильтры на основе свободновисящих многослойных тонкоплёночных композиций. Изучены механизмы деградации многослойных пленочных структур при высоких тепловых нагрузках, характерных для режимов работы современных нанолитографов.
2. Показано, что оптимизированные многослойные фильтры, состоящие из чередующихся слоёв металла нанометровых толщин и упрочняющих прослоек, при сравнимой общей толщине плёнки существенно превосходят по прочности однослойные фильтры из того же металла.
3. Изучена термическая стабильность многослойных свободновисящих фильтров на основе Si, Zr, Mo, ZrSi₂, MoSi₂ в условиях вакуумного нагрева. Определены пороговые значения поглощённой плотности мощности, при превышении которых оптические свойства фильтров начинают деградировать.

Теоретическая и практическая значимость работы

1. Развита методика изготовления свободновисящих многослойных спектральных абсорбционных фильтров – необходимых оптических элементов современных схем МР и ЭУФ диапазона.
2. Изготовлены комплекты многослойных Zr/Si и Al/Si тонкоплёночных фильтров на поддерживающих опорных сетках, которые использовались в космических экспериментах (в телескопах обсерватории ТЕСИС (2009 г.) и в ракетном эксперименте Ni-C (2012 г.)) по изучению атмосферы Солнца. За счёт использования новых материалов и оптимизации толщин удалось добиться существенного увеличения пропускания фильтров (по сравнению с фильтрами, использовавшимися ранее).
3. Определена структура фильтра (Mo/ZrSi₂ с MoSi₂ защитными покрытиями), обладающего одновременно высокой термической стойкостью и высоким

коэффициентом пропускания ($> 70\%$ на длине волны 13.5 нм). Такие фильтры применяются в установках проекционной ЭУФ литографии.

Положения, выносимые на защиту

1. Методика, основанная на магнетронном напылении на подложку металлического подслоя и многослойной пленки, последующем её отделении от подложки при селективном травлении подслоя, позволяет изготавливать свободностоящие многослойные плёнки в диапазоне толщин 40 – 200 нм с апертурой до 150 мм. Плёночные образцы характеризуются повышенной механической прочностью, малым количеством сквозных дефектов и отсутствием примеси материала подслоя.
2. Многослойные тонкоплёночные Zr/Si (для области длин волн 13.2 нм) и Al/Si (для области 17.1 - 30.4 нм) абсорбционные фильтры на поддерживающих сетках с шагом ячейки до 5 мм превосходят по прочности и вибрационной стойкости существующие аналоги при сопоставимых оптических характеристиках.
3. Применение Ru или MoSi₂ защитных покрытий толщиной 1-3 нм позволяет в несколько раз снизить скорость проникновения примесей (в первую очередь кислорода) внутрь плёнки при нагреве.
4. Многослойный фильтр на основе Mo/ZrSi₂ с MoSi₂ защитными покрытиями с пропусканием более 70% на длине волны 13.5 нм на сегодняшний день обладает наиболее высокой термической стабильностью.

Публикации по теме

По представленным на защиту материалам автором опубликовано 43 работы. Опубликовано 13 статей в научных журналах [А1-А13] и 30 статей в сборниках конференций и тезисов докладов [Т1-Т30]. Неоднократно результаты докладывались автором на заседаниях научных конференций.

Личное участие автора

Автор принимал участие в постановке задачи, изготовлении и изучении свойств тонкоплёночных образцов фильтров, в обсуждении результатов. Автором были напылены все тонкоплёночные структуры и определены их параметры. Вклад автора в разработку стенда для изучения механической прочности фильтров определяющий. Совместно с А.Я. Лопатиным автором были разработаны методики изготовления многослойных свободновисящих и натянутых в ячейках поддерживающих сеток фильтров. Автор вместе с М.С. Бибишкиным, А.Я. Лопатиным принимал участие в разработке стенда для проведения долговременного токового отжига. Анализ свойств тонкоплёночных структур до и после отжига проводился совместно с С.А. Гусевым, М.Н. Дроздовым, С.Ю. Зуевым, А.Е. Пестовым.

Апробация результатов

Все работы были представлены в реферируемых научных и специализированных изданиях и докладывались на научных конференциях. Апробация содержащихся в данной диссертационной работе результатов проводилась на следующих научных конференциях, симпозиумах и совещаниях:

IV Национальной конференции по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования материалов РСНЭ-2003, ИК РАН, Москва, 2003 г., Материалы совещания "Рентгеновская оптика-2004". Нижний Новгород, 2004 г., 7th International Conference on the Physics of X-Ray Multilayer Structures, Sapporo, Japan, 2004 г., IX, X, XI, XII симпозиумах "Наноп физика и наноп электроника". Нижний Новгород, 2005, 2006, 2007, 2008 г., рабочем совещании «Рентгеновская оптика – 2008», г. Черноголовка, 2008 г., XIII, XIV симпозиумах «Наноп физика и наноп электроника», г. Нижний Новгород, 2009, 2010 г.г., рабочем совещании «Рентгеновская оптика – 2010», г. Черноголовка, 2010 г., XV, XVI симпозиумах «Наноп физика и наноп электроника», г. Нижний Новгород, 2011, 2012 г.г., рабочем совещании «Рентгеновская оптика – 2012», г. Черноголовка, 2012 г., 2012 International EUVL Symposium, Brussels (Belgium), 2012 г., 2012 International Workshop on EUV and Soft X-Ray Sources, Dublin,

Ireland, 2012 г., XVII, XVIII симпозиумах «Нанопфизика и нанопэлектроника», г. Нижний Новгород, 2013, 2014 г., рабочем совещании «Рентгеновская оптика – 2014», г. Черноголовка, 2014 г.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы. Объем диссертации составляет 144 страницы, приведено 62 рисунка и 19 таблиц.

Глава 1. Проблемы создания свободновисящих тонкоплёночных структур (литературный обзор)

Началом изучения оптических свойств тонких плёнок в ультрафиолетовом и более коротковолновом диапазоне является работа американского учёного Роберта Вуда, опубликованная в 1919 году [16]. Было обнаружено, что относительно толстые (толщиной около 1 микрона) плёнки щелочных металлов при длинах волн меньших некоторой критической, характерной для каждого металла и лежащих в ультрафиолетовой части спектра, становятся прозрачными. На длинах волн превышающих критическую длину волны щелочные металлы имеют высокий коэффициент отражения. Поэтому фильтр в виде плёнки из щелочного металла существенно подавляет излучение на длинах волн выше критической длины волны. Объяснение наличия критической длины волны в эксперименте Вуда было предложено Зенером в 1932 [17], который для интерпретации результатов использовал модель твердого тела как свободного электронного газа и теорию отражения электромагнитного излучения от ионосферы. Критическая длина волны дается выражением: $\lambda_c = \frac{c}{e} \sqrt{\frac{\pi}{N}}$, где N – концентрация свободных (валентных) электронов. По этой теории при $\lambda < \lambda_c$ падающее излучение проходит в среду, если угол падения больше угла полного внутреннего отражения, при $\lambda \geq \lambda_c$ - полностью отражается при любых углах. Так как в эксперименте резкого скачка при переходе от отражения к пропусканию не наблюдалось, и при $\lambda \geq \lambda_c$ отражение от щелочных металлов было менее 100%, Крониг [18] подправил теорию Зенера, введя затухание в движение электронов вследствие столкновения с решёткой. Эта теория, названная впоследствии теорией Друде, хорошо описывает оптические свойства щелочных металлов и некоторых других веществ, характеризующихся наличием слабо связанных валентных электронов (Be, C, Mg, Al, Si и др.). У большинства же материалов не наблюдается резкого (иногда вообще никакого) увеличения прозрачности с

уменьшением длины волны при $\lambda \sim \lambda_c$, что связано с существенным вкладом в поглощение внутренних (не валентных) электронов.

Спектр поглощения внутренних электронов атомов представляет собой ряд полос в рентгеновской области спектра, с резкими краями со стороны больших длин волн (краями поглощения). Спектр рентгеновского поглощения твердого тела имеет схожий вид, если на него не накладываются другие механизмы поглощения излучения. Типичный вид зависимости показателя поглощения (μ) от длины волны показан на рис. 1.1.

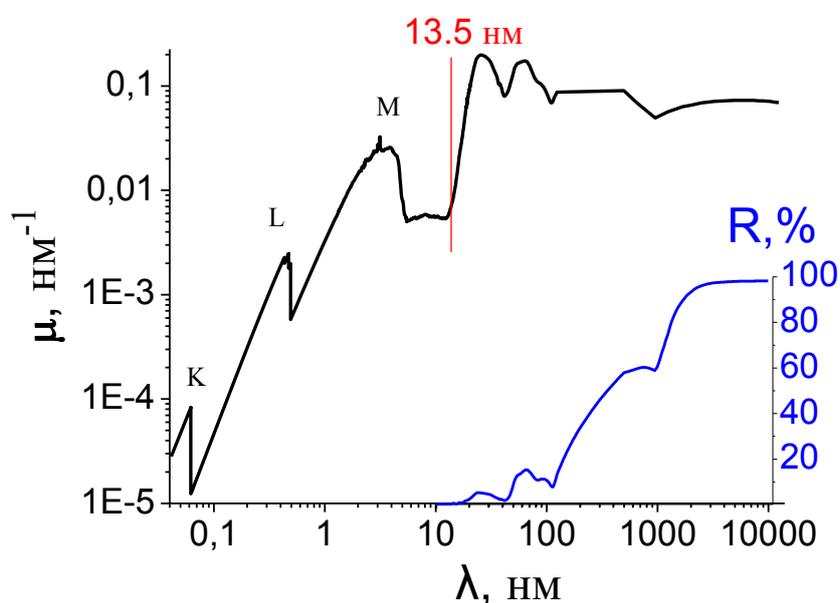


Рис. 1.1. На рисунке приведены расчётные спектральные зависимости коэффициента поглощения и отражения для слоя Мо, который в составе многослойной структуры используется в качестве фильтра с рабочей длиной волны 13.5 нм. Показаны края поглощения К, L и М. Коэффициент отражения вычислен для слоя Мо толщиной 50 нм при нормальном падении излучения. Острые изгибы на кривых в области длин волн более 100 нм связаны с тем, что использовались данные оптических констант из разных источников.

Наличие краёв поглощения, как в дальнейшем было показано Зигбаном, связано с возбуждением электронов внутренних оболочек и переходом их на не заполненный электронами наружный уровень [19]. Процессы возбуждения и ионизации атомов являются основными процессами, приводящими к ослаблению излучения при его прохождении через вещество в ЭУФ и МР диапазоне. Указанный диапазон длин волн характеризуется отсутствием веществ, которые бы не ослабляли проходящее через них излучение. Поэтому для получения высокого (десятки процентов) пропускания необходимо использовать тонкие слои вещества. Состав тонкоплёночного фильтра подбирают таким образом, чтобы рабочий диапазон длин волн находился вблизи края поглощения материала плёнки с длинноволновой стороны или между ближайшим краем поглощения и критической длиной волны (например, как в Al фильтрах, имеющих полосу пропускания между L краем поглощения 17.1 нм и критической длиной волны $\lambda_c \sim 80$ нм).

Первоначально тонкие плёнки получали с целью изучения их спектра поглощения в рентгеновском [20] и вакуумном УФ диапазоне [21], определения структуры краев поглощения [22-23], оптических констант [24], определения потерь энергии электронами при их прохождении через тонкие металлические плёнки [25-27].

Первые измерения пропускание тонких органических пленок в МР и ЭУФ диапазоне проведены Элизабет Лэйрд в 1914 году [28]. Это были тонкие (20-30 нм) целлулоидные плёнки. Было обнаружено, что такие плёнки пропускают 20-50% излучения в диапазоне 90-170 нм и менее 5% при длинах менее 90 нм. Тонкие плёнки изготавливались следующим образом [29]: раствор целлулоида в амилацетате в виде капли помещался на поверхность воды и растекался по ней. Затем часть плёнки вылавливалась на алюминиевый держатель с отверстием (рамку). Зная количество исходного раствора и площадь рамки, рассчитывалась толщина плёнки в предположение равномерного её распределения по поверхности воды. Для проверки того, не остаётся ли на поверхности

целлулоидной плёнки следов амилацетата были изготовлены плёнки целлулоида по другой методике: плёнка вылавливалась из ртути, на поверхности которой растекалась капля раствора целлулоида в этиловом спирте. Отличия в величине пропускания выявлено не было, так что сделан вывод, что в пределах точности измерений следов загрязнения на поверхности плёнки целлулоида не обнаружено. Отмечены также факты деградации плёнок целлулоида, как на воздухе, так и в вакууме. Размер свободновисящей плёнки составлял $4 \times 6 \text{ мм}^2$.

Затем появились работы по изготовлению металлических плёнок на поддерживающей органической плёнке (из целлулоида, ацетата целлюлозы (zaron), поливинилформаля (formvar), полистирола и др.) [1]. Поддерживающая органическая плёнка служила подложкой для нанесения слоя металла и придавала прочность такой двухслойной конструкции, однако вносила дополнительный вклад в поглощение. Стандартный метод изготовления таких плёнок состоял в следующем [30]: на полированную стеклянную подложку наносился (одним из возможных методов: методом окунания, разбрызгивания, центрифугирования) слой водорастворимого вещества ("жертвенный" слой), далее наносился слой органической плёнки (например, окунанием в раствор) и уже затем вакуумным напылением наносился слой металла. После этого подложка со структурой помещалась в ёмкость с водой, где водорастворимый "жертвенный" слой растворялся, и двухслойная плёнка отделялась от подложки.

Со временем появляются методы изготовления свободновисящих (без поддерживающих слоёв) тонких металлических плёнок из Be, Al, Au, Ni и др. [10]. В этом случае металлическая плёнка осаждается на предварительно нанесённый на подложку "жертвенный" слой, который растворяется в специально подобранном растворителе. В качестве "жертвенного" слоя мог использоваться раствор тростникового сахара, наносимого в виде плёнки на стеклянную подложку [31] (таким способом удалось изготовить плёнки толщиной 100-300 нм, причём плёнки толщиной 300 нм с размером $75 \times 100 \text{ мм}$ были без видимых проколов), органическая полимерная плёнка [32], металлический подслой [33-34].

Последний способ подразумевает, что имеется селективный травитель, который растворяет металл, выбранный в качестве подслоя ("жертвенного" слоя), и не взаимодействует с металлом, из которого должна быть изготовлена плёнка. Так в статье [33] при изготовлении Ni плёнки в качестве материала подслоя была выбрана медная прокатная фольга, которая растворялась в смеси из серной и хромовой кислот. В работе [34] при изготовлении Au плёнок в качестве подложки использовалась алюминиевая фольга, которая растворялась в щёлочи (NaOH). В обоих случаях после растворения подслоя ёмкость, в которой происходило травление, заполнялась водой, а плёнка плавала на поверхности воды. Отметим, что уже в этих работах плёнку вылавливали с поверхности воды на рамку, ориентируя рамку вертикально (вверх), и добавляли этиловый спирт в воду для уменьшения поверхностного натяжения (тем самым снижая нагрузку на плёнку при вытягивании её с поверхности жидкости). Данные по разным видам материалов для подслоя и их растворителей можно найти в обзоре [30].

Кроме метода удаления подслоя растворением, для получения однородных тонких плёнок предлагалось после изготовления двухслойной плёнки (слой металла на поддерживающей органической плёнке) удалять поддерживающий слой ионной бомбардировкой [35] или нагревом [36]. Более современные модификации этой технологии заключаются в удалении поддерживающего слоя полимера (в данном случае поливинилформаль) воздействием УФ излучения [37] или поддерживающего Si_3N_4 слоя методом сухого травления [38].

Тонкоплёночные абсорбционные фильтры могут состоять из нескольких слоёв. Наличие дополнительных слоёв может быть обусловлено несколькими причинами. Однородные тонкие плёнки хрупки, их прочность не всегда достаточна, чтобы выдержать все операции при изготовлении свободновисящих плёнок требуемого размера и толщины. Наличие дополнительных поддерживающих слоёв увеличивает прочность такой плёночной структуры, хотя и вносит дополнительное поглощение [1,27,30]. Другая причина заключается в активности некоторых материалов, что проявляется в окисление их поверхности

или проникновении кислорода вглубь структуры со временем, и как следствие, в снижении прозрачности фильтра в МР и ЭУФ диапазонах. Для защиты слой активного материала помещают между двумя слоями более стойкого к окислению материала (например, покрывают слой магния слоями полистирола [39] или помещают слой Zr между слоями Si [40]). Похожий подход, как мы увидим в главе 2, позволяет изготовить многослойную Al/Si свободновисящую плёнку, в состав которой входит материал (Al), взаимодействующий с селективным травителем (водным раствором соляной кислоты).

Важными характеристиками плёнок, помимо их спектра пропускания, являются: наличие сквозных проколов (pinholes в англоязычной литературе), прочность, термическая и временная стабильность.

Проколы могут возникать в процессе изготовления свободновисящей плёнки (например, из-за наличия дефектов на подложке: пылинок, сколов, щелей и других неоднородностей поверхности подложки, появление дырок в этом случае происходит при отделении плёнки от подложки во время травления подслоя), при хранении или эксплуатации фильтра в неблагоприятных условиях (например, из-за коррозии материала [10,41]). Проколы приводят к возрастанию пропускания фильтра, и их влияние может стать сравнимым или даже определяющим в видимом и близлежащих диапазонах длин волн по сравнению с пропусканием такой же плёнки без проколов. Сквозные проколы ухудшают блокирующие свойства тонкоплёночных фильтров, что критично в таких областях применения фильтров как рентгеновская астрономия Солнца или в случае, когда тонкоплёночный фильтр играет роль диафрагмы (окна), разделяющей объемы с разным давлением [39]. К тому же, наличие проколов, очевидно, снижает механическую прочность плёнки. Влияние проколов оценивают по их относительной площади (отношение площади всех проколов к площади фильтра) или по сопоставлению пропускания фильтра с проколами и расчётом [40]. Возможна также оценка по количеству проходящего через плёнку газа при поддержании стационарного перепада давления между сторонами плёнки [42]. В

большинстве же случаев достаточно визуального осмотра фильтра (глядя на какой-нибудь источник света через плёнку на просвет), так как глазом можно обнаружить проколы микронного размера [43]. Считалось, что совершенствование технологии изготовления свободновисящих плёнок позволит существенно снизить количество проколов, но полностью избавиться от них невозможно [42,44]. Проблему проколов предлагалось решать путём изготовления большого количества образцов и отбором образцов с минимальным количеством проколов. Другой способ уменьшить влияние проколов - изготовить фильтр в виде двух параллельно расположенных плёнок (например, нанесением двух плёнок на обе поверхности трековой мембраны [41]). В этом случае вероятность того, что прокол на второй пленке будет находиться вдоль луча света прошедшего сквозь прокол на первой, мала.

Важнейшей характеристикой тонкоплёночного фильтра является его механическая прочность. Причём, в случае фильтров, интерес представляет не столько прочность самой плёнки (она важна на этапе изготовления свободновисящего фильтра), сколько прочность конструкции "плёнка на отверстии или ячейке", а именно, способность плёнки выдержать перепады давления между сторонами. Перепады давления возникают при транспортировке, помещении фильтра в вакуумный объём и откачке вакуумной камеры, при эксплуатации фильтра в газовой среде, когда может возникать неравномерный поток, создающий перепад давления между сторонами плёнки, в случае, когда фильтр используется как перегородка между объёмами с разным давлением и др. В случае использования тонкоплёночных фильтров в космических исследованиях существенна стойкость фильтров к возникающим при старте ракеты вибрациям и акустическим шумам [43], которая в том числе зависит от предельного перепада давления между сторонами плёнки, которое способна выдержать плёнка, приклеенная к ячейке поддерживающей сетки. Механическая прочность плёнок зависит от толщины и структуры (технологии изготовления). Одна из возможностей повышения прочности плёнки – это создание многослойных композиций, представляющих собой чередующие слои разных материалов [45].

Для характеристики сравнительной прочности фильтров нами применялся метод, аналогичный методу “выдувания” (“bulge“ method) [46]. Суть метода состоит в определении предельного перепада давления между сторонами свободновисящей плёнки, при котором она разрушается. В работе [46] Бимс методом “выдувания” измерял предел прочности тонких (толщиной менее или порядка 100 нм) плёнок золота и серебра на разрыв. Металлические плёнки напылялись на пластиковую плёнку ацетата целлюлозы (zaron), которая предварительно монтировалась на конец медной трубки. После напыления слоя металла плёнка ацетата целлюлозы растворялась в амилацетате, так что на конце трубки оставалась только металлическая плёнка. Форма конца трубки была в виде окружности или прямоугольника. К одной стороне плёнке прикладывалось дополнительное давление воздуха. Форма выпуклой поверхности плёнки определялась микроскопом и интерференционными методами, толщина плёнки – взвешиванием. Были построены зависимости предела прочности от толщины плёнок, продемонстрировано, что с уменьшением толщины возрастает прочность плёнок.

Временная стабильность фильтров особенно важна, когда фильтр эксплуатируется в течение длительного промежутка времени в неблагоприятных условиях, либо хранится определенное время перед началом использования (как, например, фильтры для космических исследований, которые изготавливаются заранее, обычно за годы до старта ракеты). Если тонкоплёночные фильтры состоят из активных материалов, то в процессе взаимодействия с воздухом может со временем происходить деградация свойств фильтров связанная с окислением. Для длительного хранения фильтров чаще всего используют вакуумные условия, либо хранят фильтры в атмосфере сухого азота (или сухого воздуха) [47]. Для определения надлежащих условий хранения фильтров, проводят периодические измерения пропускания в рабочем диапазоне длин волн одинаковых образцов, помещённых в соответствующие окружающие условия. [48]. Агрессивные условия окружающей среды, например, ионная бомбардировка заряженными частицами в космосе или перепад температур, могут существенно ускорить

процесс деградации свойств фильтра или привести к его повреждению. Особенно это важно при использовании в составе космических входных фильтров органических полимерных плёнок, которые более подвержены деградации под воздействием солнечного ветра [49].

В связи с переходом к проекционной ЭУФ литографии с длиной волны 13.5 нм и началом применения лазерно-плазменных источников для генерации ЭУФ излучения, в начале 90-х годов прошлого столетия встал вопрос о разработке фильтра, обладающего высоким коэффициентом пропускания на рабочей длине волны 13.5 нм и эффективно подавляющего длинноволновое фоновое излучение, на которое приходится более 90% выделяемой в плазменном источнике энергии. Первой опубликованной работой по этой тематике стала статья Пауэлла и Джонсона [50], в которой сообщалось об изготовлении (в американской корпорации Luxel, www.luxel.com) тонкоплёночного фильтра для станда проекционной литографии (EUV Engineering Test Stand) лаборатории Сандия (Sandia National Laboratory). Фильтр представлял собой плёнку Zr толщиной 100 нм, приклеенную к поддерживающей никелевой сетке диаметром 4 дюйма и пропусканием сетки 82%. По спецификации, плёнка должна была пропускать более 45% излучения на длине 13.4 нм и более чем в 1000 раз подавлять видимое излучение. Величина пропускания видимого света составила $(2-4) \cdot 10^{-4}$. Измеренное пропускание плёнки Zr толщиной 100 нм на длине волны 13.4 нм составило 48%, что более чем на 10% меньше теоретического значения. Причина такого несоответствия, по мнению авторов, связано с окислением поверхности Zr плёнки. Чтобы уменьшить влияние поверхностного окисления, было предложено изготовить трёхслойную плёнку (Si-50 нм, Zr-50 нм, Si-50 нм), которая должна по расчёту удовлетворять условиям спецификации. В статье также поднимается вопрос о влиянии нагрева на свойства фильтра, в первую очередь на возможное появление сквозных отверстий (вследствие различия коэффициентов термического расширения составляющих плёнку материалов) и растекания эпоксидного клея, которым приклеивалась никелевая сетка к плёнке. Предполагалось, что мощность падающего на фильтр диаметром 4 дюйма

излучения в стенде составит 7.5 Вт, и потому температура фильтра не превысит 160°C. Для моделирования теплового воздействия на фильтр излучения лазерно-плазменного источника, фильтр помещался на поверхность вакуумной печи, температура которой поддерживалась в течение 24-х часового нагрева в вакууме постоянной и равной 170°C. Состояние поверхности фильтра затем изучалось с использованием оптического микроскопа. Никаких изменений замечено не было. Проводилось также 24-х часовое воздействие ЭУФ излучения на фильтр на синхротронном источнике, причём мощность ЭУФ излучения синхротронного источника в 10 раз превышала мощность ЭУФ излучения лазерно-плазменного источника в стенде. Никаких заметных изменений в состоянии поверхности плёнки после облучения не было обнаружено за исключением осаждения на поверхность фильтра тонкого слоя углерода. Zr фильтр на сетке выдержал различные ручные манипуляции, транспортировку, откачку и напуск воздуха в измерительную камеру. По оценкам авторов Zr фильтр на сетке способен выдержать перепад давления между сторонами плёнки до 100 Торр.

Разработкой свободновисящих многослойных фильтров для ЭУФ литографии занимается также группа из Санкт-Петербурга. Ими были изготовлены образцы Zr и Nb/Si фильтров на поддерживающих мембранах Si_3N_4 и с гальванически нанесенной поддерживающей золотой сеткой [51].

Изучение излучения Солнца или межзвёздного пространства в МР и ЭУФ диапазоне возможно только вне земной атмосферы, так как атмосфера не пропускает МР и ЭУФ излучение. Максимальная интенсивность солнечного излучения приходится на видимый и инфракрасный диапазоны длин волн, суммарная интенсивность излучения на длинах волн $\lambda > 100$ нм более чем в миллион раз превосходит суммарную интенсивность излучения в МР и ЭУФ диапазоне [1]. Используемые для регистрации излучения детекторы (фотографическая плёнка, микроканальные пластины, ПЗС матрицы) чувствительны к излучению в широком диапазоне длин волн, и поэтому для измерения ЭУФ спектров необходимо предварительно ослабить излучение в тех

диапазонах длин волн излучения Солнца, к которым чувствителен детектор и в которых, одновременно, значителен коэффициент прохождения излучения сквозь оптическую систему спектрометра. С этой целью уже в первых экспериментах в спектрометрах, установленных на борту ракет, стали использовать Al тонкоплёночные фильтры. Так в 1961 году с использованием спектрометра скользящего падения, в котором, для устранения рассеянного дифракционной решеткой солнечного излучения в видимой и близлежащих областях спектра, был использован Al фильтр, удалось получить фотографии спектра Солнца в диапазоне 17 – 50 нм [7]. С тех пор Al тонкоплёночные фильтры, обладающие широкой полосой пропускания в рабочем диапазоне длин волн и высокой степенью подавления излучения УФ, видимого и ИК спектрального диапазона, наиболее часто используются в космических экспериментах по наблюдению Солнца в ЭУФ диапазоне.

Так как полоса пропускания абсорбционного фильтра определяется его составом, то со временем кроме фильтров на основе Al, прозрачных в диапазоне 17-60 нм стали разрабатываться, а в некоторых случаях и использоваться, фильтры для других спектральных диапазонов: Rh фильтры для диапазона длин волн 4-13 нм [52], Zr фильтры для диапазона 9-20 нм [53], In или In/Sn для диапазона 70-110 нм [54,55] и др. В основном это были небольшие, 1-2 см в диаметре, тонкоплёночные структуры (характерная толщина 100-300 нм), приклеенные к поддерживающей мелкоячеистой никелевой сетке (размер ячейки порядка 362 мкм, пропускание 82%), изготовленные преимущественно корпорацией Luxel. Поддерживающая сетка придаёт фильтру дополнительную механическую прочность. Отметим, что в случае использования для регистрации излучения ПЗС-матриц, фильтр мог непосредственно наноситься на поверхность детектора [56].

Фильтры проходят предполётные испытания, которые заключаются в изучении их стойкости к вибрациям и акустическим шумам, временной стабильности характеристик и, иногда, влияния перепадов температуры и

облучения ионами на стабильность свойств фильтров [47,52,57]. Исходя из результатов предварительных испытаний, выбирается состав, толщина, размер и другие характеристики тонкоплёночных структур и параметры поддерживающей сетки.

В многоканальных космических телескопах изображение Солнца и его короны с высоким спектральным и угловым разрешением регистрируется на нескольких участках длин волн, где расположены представляющие интерес линии излучения сильно ионизированных атомов, соответствующие разным температурам солнечной плазмы. В первом отечественном солнечном телескопе "ТЕРЕК", запущенном в 1988 году на спутнике Фобос-1, регистрировалось излучение Солнца ЭУФ диапазона в двух каналах: 17.5 и 30.4 нм [58]. Для фильтрации длинноволнового излучения использовались Al фильтры [59]. Фильтры изготавливались в ФИАНе методом термического напыления Al на поверхность стеклянной подложки, предварительно покрытой слоем поливинилформали (formvar), который, после снятия двухслойной структуры с подложки, удалялся под воздействием УФ излучения [37]. Входной фильтр состоял из Al плёнки толщиной 150-200 нм, приклеенной к жёсткой опорной сетке с шагом 0.5 мм и геометрической прозрачностью 60%. В последующих проектах (таблица 1.1) возрастала апертура входного фильтра (коррелирующая по размеру с апертурой зеркал), увеличивалась прозрачность поддерживающей сетки, изменялся состав и структура фильтров, что позволило снизить их количество с трёх, использовавшихся в телескопе "ТЕРЕК" до двух (входного фильтра и фильтра детектора) в последующих космических миссиях.

Таблица 1.1. Данные по размерам зеркал и параметрам опорных сеток в ЭУФ каналах регистрации отечественных солнечных телескопов.

Космический аппарат	Апертура зеркал (максимальная)	Каналы	Шаг сетки	Прозрачность сетки
Фобос-1 (1988)	30 мм	17.5, 30.4 нм	0.5 мм	60%

КОРОНАС-И (1994)	60 мм	13.2,17.5,30.4 нм	0.7 мм, 1.8 мм	68%, 82%
КОРОНАС-Ф (2001-2005)	120 мм	17.1,17.5,19.5, 28.4,30.4 нм	1.8 мм	82%
КОРОНАС- ФОТОН (2009)	100 мм	13.2,17.1,30.4 нм	1.8 мм	82%

Рассмотрим, например, состав фильтров, использовавшихся в телескопе ТЕРЕК-К проекта КОРОНАС-И [60,61]. Имелось три канала регистрации с разными длинами волн: 13.2, 17.5 и 30.4 нм. В качестве входных использовались три фильтра на основе Al и формвара в разных пропорциях, приклеенных к никелевой сетке с геометрическим пропусканием последней 68% (см. таблицу 1.2). Перед детекторами устанавливались многослойные фильтры, состоящие из слоя Al, толщиной 35 нм, слоя SiC, толщиной 30 нм, слоя Mo, толщиной 5 нм, напыленных на лавсановую трековую мембрану с пропусканием 22% [62]. Таким образом, на основе этих данных и данных работы [61], пропускание всей системы фильтров с учётом сеток составляло от нескольких десятых процента (каналы 13.2 и 30.4 нм) до нескольких процентов (канал 17.5 нм).

Таблица 1.2. Структура входных фильтров и фильтров детекторов телескопа ТЕРЕК-К по [62].

Канал	Входной фильтр (+сетка)	Фильтр детектора
13.2 нм	Formvar-140 нм, Al-20 нм	SiC-30 нм, Mo-5 нм, Al-35 нм+поддерживающая трековая мембрана
17.5 нм	Formvar-60 нм, Al-200 нм	
30.4 нм	Al-150 нм	

В телескопах СПИРИТ проекта КОРОНАС-Ф использовались фильтры, аналогичные фильтрам телескопа ТЕРЕК-К [63]. Отличие состояло лишь в том, что использовалась более тонкая лавсановая трековая мембрана с большей плотностью пор и меньшим их диаметром, а нанесение слоёв алюминия проводилось методом магнетронного напыления, а не термическим методом [64].

В ИФМ РАН в начале 90-х годов началась развиваться технология изготовления многослойных абсорбционных фильтров без поддерживающих мембран. Первые фильтры изготавливались путём магнетронного напыления структуры фильтра на гладкую поверхность NaCl или KCl соли и последующего растворения солевой подложки в воде [65]. Для того, чтобы при растворении подложки однородная металлическая плёнка не скручивалась (металлическая плёнка находилась в напряженном состоянии), было предложено прослаивать металлические слои тонкими слоями углерода. Кроме того, в однородной Al плёнке при хранении на воздухе со временем возникали “проколы”, по всей видимости, связанные с окислением Al в некоторых местах насквозь (можно предполагать, что не полностью растворившаяся с поверхности плёнки соль провоцировала процесс окисления). Наличие прослоек углерода препятствовало процессу окисления и образованию сквозных проколов. Таким образом, были изготовлены образцы свободностоящих многослойных Al/C фильтров диаметром 5-10 мм и с малым числом “проколов”.

Рентгеновские зеркала нормального падения представляют собой многослойные покрытия, напылённые на поверхность массивной подложки заданной формы. В процессе нанесения многослойного покрытия могут возникать сбои или ошибки, что приводит к необходимости реставрации подложки. Один из предложенных способов реставрации (для Mo/Si покрытий) состоял в том, что на массивную подложку предварительно наносился Cr/Sc подслоя, а уже на его поверхность Mo/Si структура. Использование Cr/Sc подслоя не приводило к росту шероховатости исходной поверхности и, кроме того, позволяло компенсировать внутренние напряжения Mo/Si покрытия [66]. При необходимости Mo/Si

покрытие можно было удалить путём растворения подслоя в растворе соляной кислоты. Было замечено, что при реставрации подложки можно получить свободновисящую Mo/Si плёнку. Используя в качестве подслоя Cr/Sc многослойную структуру, в дальнейшем были изготовлены образцы Zr/Si, Nb/Si, Mo/Si, Mo/C свободновисящих фильтров диаметром 24 мм на поддерживающей никелевой сетке [67]. Преимущество использования металлического подслоя заключалось в возможности получения однородного подслоя на подложках любого размера в едином технологическом цикле со структурой фильтра. Более подробно мы это обсудим в следующей главе.

Глава 2. Методы изготовления и исследования свойств тонкоплёночных структур

В этой главе будет дано описание применявшихся в диссертационной работе методов изготовления многослойных свободновисящих фильтров, стендов для исследования прочности и термической стабильности тонкоплёночных фильтров.

2.1. Методика изготовления свободновисящих плёнок

2.1.1 Установка магнетронного распыления

Магнетронное распыление – один из методов осаждения плёнок в результате процесса катодного распыления. Распыление материала мишени (катода) происходит под действием ионов рабочего газа (обычно Ar), образующихся в плазме аномального тлеющего разряда. Отличительной особенностью устройств магнетронного типа является наличие вблизи поверхности мишени магнитного поля, позволяющее локализовать тлеющий разряд у мишени и тем самым повысить интенсивность ионной бомбардировки.

Все образцы фильтров, представленные в диссертационной работе, были изготовлены на четырёхмагнетронной установке вакуумного напыления (рис. 2.1). В состав установки входят: вакуумная камера с четырьмя устройствами магнетронного распыления (далее магнетронами), откачной пост, программно-аппаратный комплекс, осуществляющий управление процессом нанесения тонкоплёночных структур, система водяного охлаждения.

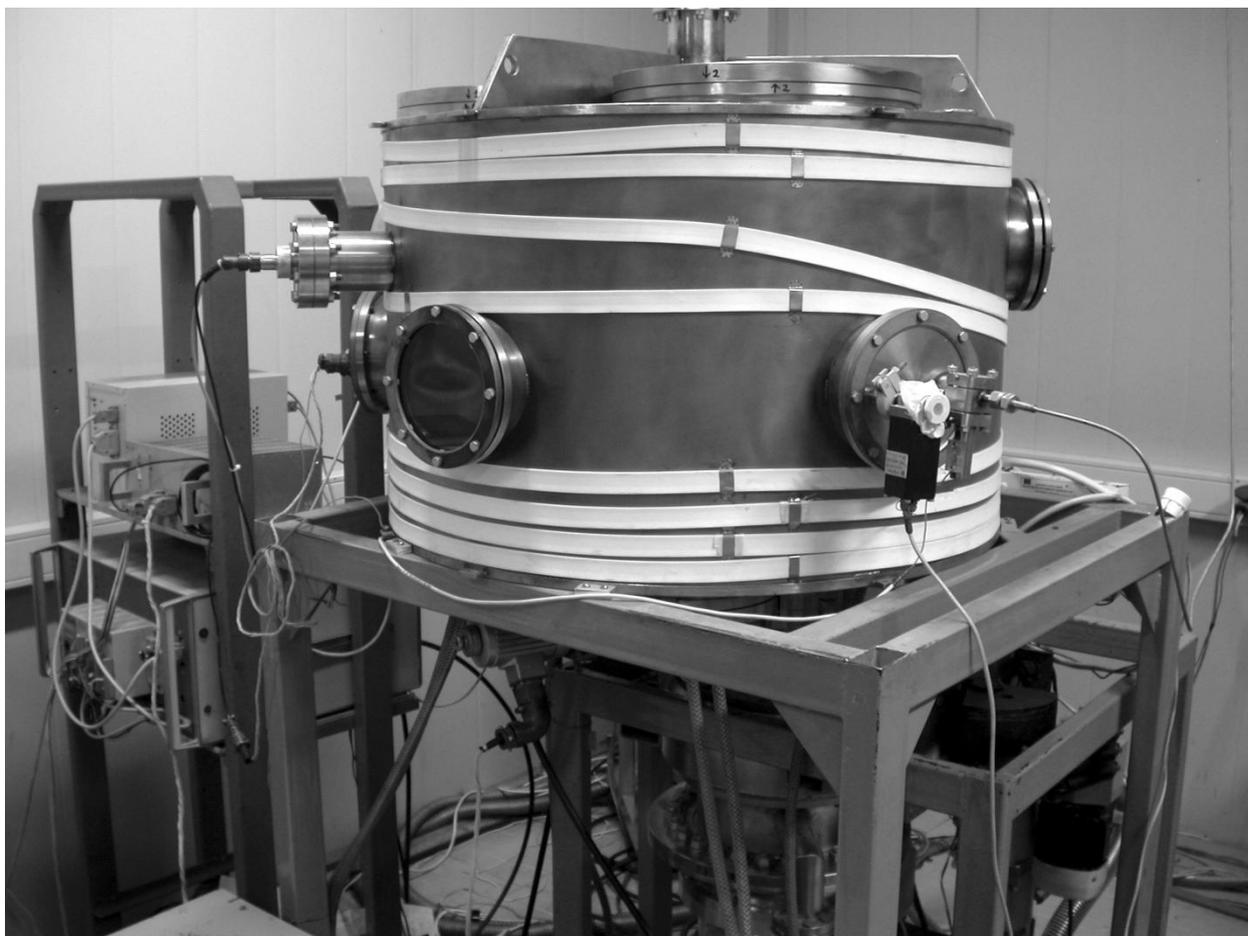


Рис. 2.1. Фотография 4-х магнетронной напылительной установки.

Откачной пост состоит из масляного пластинчато-роторного насоса Alcatel 2063 предварительного вакуума (форвакуумный насос) и турбомолекулярного насоса ТМН 01АБ-1500-004. Форвакуумный насос используется как для создания разряжения на выходе турбомолекулярного насоса, так и для предварительной откачки объема камеры после перезагрузки.

Вакуумная камера имеет форму цилиндра, вдоль геометрической оси которого расположена ось вращения. К оси вращения приделан кронштейн, к которому крепится держатель подложки. С помощью шагового двигателя ШД5-Д1МУЗ и системы шестеренок, ось приводится во вращение. Скорость вращения может регулироваться в пределах 0.13 - 1.3 оборота в минуту. В таблице 2.1 приведены основные характеристики технологической установки.

Таблица 2.1. Основные характеристики напылительной установки.

	<i>Параметр</i>	<i>Значение</i>	
1.	Давление остаточного газа:	3×10^{-7}	торр
2.	Давление рабочего газа (Ar):	$7 \times 10^{-4}—10^{-3}$	торр
3.	Объём рабочей камеры:	0.27	м ³
4.	Количество магнетронов:	4	шт
5.	Диаметр мишени:	150—160	мм
6.	Расстояние мишень—подложка:	60—120	мм
8.	Магнитное поле (в центре зоны эрозии мишени 5 2 мм толщиной):		кГс
9.	Максимальная мощность (подаваемая на магнетрон):	500	Вт
10.	Максимальный размер подложки:	150	мм

Четыре магнетрона позволяют в одном цикле напылять четырехкомпонентные структуры на вращающуюся или неподвижную подложку диаметром до 150 мм. Подложка последовательно проходит над всеми магнетронами, скорость её прохождения над каждым магнетроном устанавливается независимо с учётом получения требуемой толщины распыляемого материала. Перед напылением во время "разгона" мишеней (предварительной очистки поверхностей мишеней и установления стационарных параметров горения разряда), а также при откачке и напуске воздуха в рабочую камеру, подложка располагается над откачным отверстием, прикрытая расположенным параллельно плоскости подложки на расстоянии нескольких

миллиметров от неё защитным экраном, что уменьшает вероятность попадания имеющихся в камере пылинок на подложку.

Управление параметрами технологического процесса достигается путём использования программно-аппаратного комплекса на базе РС-совместимого промышленного контроллера *i-8431*. Контроль и протоколирование параметров процесса напыления осуществляется с помощью персонального компьютера. Основные функции комплекса приведены в таблице 2.2.

Таблица 2.2. Основные функции аппаратно-программного комплекса.

	<i>Функции</i>
1.	Стабилизация давления рабочего газа (Ar) в камере
2.	Стабилизация напряжения на выбранном магнетроне
3.	Установка скоростей прохождения подложки над магнетронами
4.	Установка количества периодов напыляемой структуры
5.	Отображение параметров технологического процесса

Данный программно-аппаратный комплекс позволяет:

1. управлять всеми контролируемыми параметрами, не прерывая технологического процесса;
2. повысить надёжность работы системы, что обусловлено аппаратной независимостью промышленного контроллера *i-8431* от персонального компьютера.

С целью уменьшения загрязнений в рабочем газе, перед его подачей в объём, проводится финишная очистка аргона с использованием комплекса КФОГ-3. Газ 99.98 % чистоты из баллона попадает в сорбционно-каталитическое устройство, в результате прохождения которого происходит очистка газа, в первую очередь, от кислорода и паров воды.

Процесс загрузки подложки и напыления плёночных покрытий проводится следующим образом. Закрывается шибер, отсекающий вакуумную камеру от откачного поста. В камеру напускается воздух или сухой азот. Подложка в держателе крепится к кронштейну. Далее осуществляется откачка вакуумного объёма последовательно форвакуумным и турбомолекулярным насосами до высокого вакуума. По достижении высокого вакуума включается программно-аппаратный комплекс, управляющийся с компьютера. Очищенный рабочий газ (Ar) подается в камеру. За счёт обратной связи, по манометрической лампе ПМИ-10-2 устанавливается рабочее давление газа. Затем происходит включение выбранных магнетронов, их "разгонка". Выставляются предварительно рассчитанные скорости прохождения подложки над магнетронами и последовательно наносятся периодические структуры.

2.1.2. Расчёт пропускания и отражения от многослойных структур в МР и ЭУФ диапазоне

В области МР и ЭУФ длин волн, из-за близости показателя преломления к 1, отражение при нормальном падении излучения на границу раздела мало (десятые доли процентов). Вследствие этого для расчёта пропускания однородного слоя вещества достаточно воспользоваться формулой Бугера-Ламберта-Бера :

$$T = e^{-\mu d} \quad (2.1),$$

где μ – коэффициент поглощения вещества, зависящий от длины волны падающего излучения, d - толщина слоя, сквозь который проходит излучение. Зная значения комплексной диэлектрической проницаемости однородного слоя вещества на данной длине волны ($\hat{\varepsilon} = \varepsilon_1 + i \varepsilon_2$), можно вычислить коэффициент поглощения. Комплексный показатель преломления $\hat{n} = n' + i n'' = \sqrt{\hat{\varepsilon}}$, где n'' - показатель затухания. Тогда

$$\mu = \frac{4\pi n''}{\lambda} \quad (2.2).$$

В данной работе тонкоплёночный фильтр представляет собой как правило многослойную структуру, состоящую из чередующихся слоёв пар материалов. Такой вид структуры плёнки позволяет проводить измерение толщин слоёв с высокой точностью используя дифракционные методы (см. далее). Для расчёта коэффициентов пропускания и отражения многослойной структуры в общем случае (для различных углов падения, с учётом отражения) в работе используется метод рекуррентных соотношений [68]. Рассматриваются m плоскопараллельных однородных, изотропных слоёв с абсолютно гладкими границами (рис. 2.2).

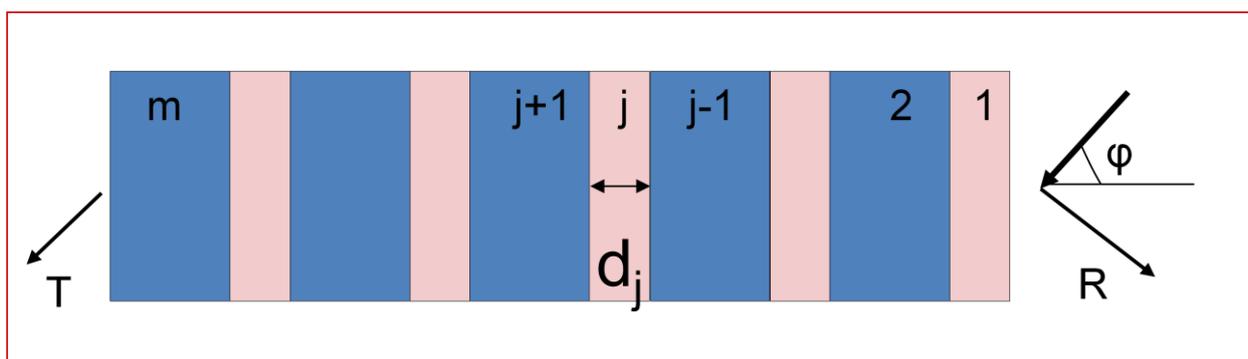


Рис. 2.2. Схематичное изображение многослойной плёнки.

Каждый слой $j=1, \dots, m$ характеризуется комплексной диэлектрической проницаемостью $\hat{\varepsilon}_j$ и толщиной d_j . Излучение падает из вакуума под углом φ (к нормали) на слой $j=1$. Амплитудные коэффициенты прохождения и отражения многослойной структуры можно рассчитать по следующим рекуррентным соотношениям:

$$\tau_j = \frac{\tau_{j+1} t_j^F \exp(i\varphi_{j+1})}{1 + r_j^F \rho_{j+1} \exp(2i\varphi_{j+1})}, \quad \rho_j = \frac{r_j^F + \rho_{j+1} \exp(2i\varphi_{j+1})}{1 + r_j^F \rho_{j+1} \exp(2i\varphi_{j+1})}, \quad j=m-1, \dots, 0, \quad (2.3)$$

с начальными условиями $\tau_m = t_m^F, \rho_m = r_m^F$,

где $\varphi_j = \frac{2\pi}{\lambda} d_j \sqrt{\hat{\varepsilon}_j - \sin^2 \varphi}$, t_j^F, r_j^F - амплитудные коэффициенты прохождения и отражения на j -й границе, определяемые формулами Френеля:

$$t_j^F = \frac{\eta_j^{-1} \sqrt{\hat{\varepsilon}_j - \sin^2 \varphi} - \eta_{j+1}^{-1} \sqrt{\hat{\varepsilon}_{j+1} - \sin^2 \varphi}}{\eta_j^{-1} \sqrt{\hat{\varepsilon}_j - \sin^2 \varphi} + \eta_{j+1}^{-1} \sqrt{\hat{\varepsilon}_{j+1} - \sin^2 \varphi}}, \quad r_j^F = \frac{2\eta_{j+1}^{-1} \sqrt{\hat{\varepsilon}_{j+1} - \sin^2 \varphi}}{\eta_j^{-1} \sqrt{\hat{\varepsilon}_j - \sin^2 \varphi} + \eta_{j+1}^{-1} \sqrt{\hat{\varepsilon}_{j+1} - \sin^2 \varphi}}, \quad (2.4)$$

$$\text{где } \eta_j = \begin{cases} 1 & \text{для } s\text{-поляризации} \\ \hat{\varepsilon}_j, & \text{для } p\text{-поляризации} \end{cases}.$$

Коэффициенты прохождения и отражения линейно поляризованного (s или p поляризации) излучения определяются (когда плёнка находится в вакууме) как

$$T = |\tau_0|^2, R = |\rho_0|^2, \quad (2.5)$$

Для случая неполяризованного излучения коэффициенты отражения и прохождения есть среднее суммы для каждой поляризации:

$$T = \frac{T_s + T_p}{2}, \quad R = \frac{R_s + R_p}{2}. \quad (2.6)$$

Зная значения комплексной диэлектрической проницаемости слоёв (данные для диапазона $0.041 \text{ нм} < \lambda < 41 \text{ нм}$ доступны в Интернете [69]) и угол падения, можно рассчитать коэффициенты отражения и пропускания многослойной структуры в указанном спектральном диапазоне.

Формулы для расчёта отражения применяются для определения параметров многослойной структуры фильтров и распределения толщин слоёв по подложке. Для измерения толщин используется метод малоугловой рентгеновской дифракции. Проведя измерения на рентгеновском дифрактометре (ДРОН-3М (Буревестник, С.-Петербург) или Philips X'Pert PRO (Philips Analytical, Нидерланды)), получают распределение интенсивности отраженного излучения на длине волны 0.154 нм (линия излучения меди $\text{CuK}\alpha$) по углу. Из сопоставления расчётной угловой картины дифракции (по положению дифракционных максимумов и соотношению пиков) с измеренной находят период многослойной структуры и приблизительно определяют относительное соотношение толщин слоёв в периоде. Так как обычно слои при напылении перемешиваются, то период многослойной структуры не равен сумме толщин слоёв материалов. Для определения толщин каждого элемента в периоде используется методика, предложенная в статье [70]: в одном технологическом цикле на подложку напыляются две многослойные структуры (одна поверх другой) одинакового

состава, но с разными толщинами одного из материалов. Толщина слоя меняется путём изменения времени прохождения подложки над магнетроном. По результатам измерений получается картина малоугловой дифракции в виде наложения двух картин для каждой из многослойных структур (если только верхняя многослойная структура не полностью поглощает прошедшее и отражённое от нижней многослойной структуры излучение) по которым из сопоставления с расчётной кривой определяются периоды обеих структур. Разность между периодами даёт величину, на которую изменилась толщина одного (назовём его первым) из материалов. Зная величину, на которую изменилась время прохождения подложки над магнетроном и вызванное этим изменение толщины слоя, вычисляется скорость поступления первого материала на подложку, а, следовательно, и толщина этого слоя. Проведя второе напыление, в котором уже меняется толщина слоя другого (второго) материала, определяем скорость напыления и толщину слоя второго материала. Отметим, что такая методика не всегда точна, что связано с зависимостью структуры слоя от толщины (например, при некоторой толщине слой может начать кристаллизоваться, при этом пропорциональность между скоростью поступления материала и толщиной слоя нарушается). Таким образом, мы знаем количество каждого материала в структуре, и можем предсказать пропускание многослойного фильтра.

Упрощённо применяемый способ выбора состава фильтра можно сформулировать следующим образом. Основываясь на имеющихся в Интернете данных спектральной зависимости коэффициентов поглощения в МР и ЭУФ диапазоне, находят материалы с минимальным поглощением на тех длинах волн, которые необходимо пропустить (рабочие длины волн). Исходя из оценок или последующих измерений пропускания выбирается подходящий материал и его толщина, необходимая для обеспечения требуемого подавления излучения в УФ, видимом и ИК диапазонах длин волн. При выборе материалов абсорбционных фильтров приходится учитывать и технологические особенности их изготовления.

Методика изготовления может оказаться непригодной для создания фильтра из материала наиболее подходящего по расчётным оптическим характеристикам.

Для многослойных фильтров необходимо, чтобы оба материала одновременно имели высокое пропускание в рабочем диапазоне. Кроме того, необходимо выбирать период структуры так, чтобы резонансное брэгговское отражение не попадало в рабочий диапазон. Несмотря на эти дополнительные трудности, многослойная композиция фильтра, помимо возможного выигрыша в пропускании по сравнению с двухслойной структурой за счёт интерференционных эффектов [71], даёт ряд преимуществ по сравнению с однослойной структурой, связанных с возможностью повышения прочности и термической стабильности фильтра.

2.1.3. Учёт наличия примесей в плёнке

Оптические постоянные, используемые при расчётах пропускания, не учитывают наличие примесей в структуре, что приводит к завышенному значению расчётного пропускания фильтра. Наличие даже незначительного количества примесей (в первую очередь кислорода и углерода) может приводить к существенному (вплоть до нескольких раз) отличию измеренных значений коэффициента пропускания, особенно в длинноволновой области ЭУФ диапазона. Примеси могут появляться в плёнке по разным причинам. Источником загрязнений могут быть примеси в магнетронных мишенях, осаждающиеся на поверхность растущей плёнки и вступающие в химическое взаимодействие (или внедряющиеся) в процессе напыления остаточные газы в вакуумной камере (пары масла при масляной откачке, кислород, аргон, азот, пары воды), окисление поверхности материала на воздухе и др. Все загрязнения можно разделить на поверхностные и распределённые по глубине структуры. Последние зависят от технологии напыления, эффективности откачки вакуумной камеры, чистоты мишеней и рабочего газа. Обычно считают, что основная причина снижения пропускания по сравнению с расчётным значением – наличие оксидов на поверхностях плёнки и в расчётах вводят дополнительные слои окисла, подбирая

их толщину так, чтобы расчётный коэффициент пропускания соответствовал измеренному [72]. Такой подход оправдан, если содержание примесей внутри плёнки мало относительно содержания примесей в приповерхностном слое. Если же это условие не выполнено, то при прогнозировании пропускания в МР и ЭУФ диапазоне такого же по составу фильтра, но большей или меньшей толщины, будут возникать расхождения с измерением. Для более точного прогнозирования коэффициента пропускания фильтра необходимо считать, что часть примесей сосредоточена внутри структуры, и таким образом, необходимо добавлять при расчёте не только дополнительные слои оксидов в качестве поверхностных слоёв, но и часть примесей распределять внутри фильтра. Для определения вклада внутреннего загрязнения плёнки (предполагая, что примеси распределены равномерно внутри плёнки) достаточно измерить коэффициенты пропускания двух фильтров одинакового состава и структуры, но с разным количеством периодов. Поясним подход на примере структуры (толщины в нм) $\text{MoSi}_2\text{-}3.65$, $(\text{Mo-}1/\text{NbSi}_2\text{-}1.4)*\text{N}$, $\text{Mo-}1$, $\text{MoSi}_2\text{-}3.65$. Были изготовлены и измерены (измерения проводились на двухзеркальном рефлектометре [73], точность измерения 0.3%) пропускания фильтров с количеством периодов $N=5, 7, 8, 11$ (см. таблицу 2.3). Расчётные значения пропускания в таблице приведены для идеальных (не содержащих примесей) многослойных структур указанного состава.

Таблица 2.3. Расчётные и измеренные величины пропускания $\text{MoSi}_2\text{-}3.65\text{нм}$, $(\text{Mo-}1\text{нм}/\text{NbSi}_2\text{-}1.4\text{нм})*\text{N}$, $\text{Mo-}1\text{нм}$, $\text{MoSi}_2\text{-}3.65\text{нм}$ структуры с числом периодов N .

N	$T_{\text{измерение}} (\lambda=13.5 \text{ нм})$	$T_{\text{расчёт}} (\lambda=13.5 \text{ нм})$
5	0.862	0.909
7	0.840	0.8885
8	0.829	0.878
11	0.8005	0.848

В МР и ЭУФ диапазоне длин волн вблизи нормального угла падения излучения и вдали от пиков резонансного отражения (по длине волны или углу падения), пропускание двухкомпонентного многослойного фильтра, определяется законом Бугера-Ламберта-Бера

$$T = e^{-(\mu_1 d_1 + \mu_2 d_2)}, \quad (2.7)$$

где μ_1, μ_2 – коэффициенты поглощения первого и второго слоя, d_1, d_2 – суммарные толщины соответствующих слоёв. Отметим, что интерференционными эффектами нельзя пренебрегать даже вдали от резонансного отражения, если речь идёт о многослойных периодических структурах, в которых чередуются слои сильнопоглощающего и слабопоглощающего материала [71] и сравнивается пропускание таких структур с разными толщинами слоёв, в этом случае надо для вычислений пользоваться рекуррентными соотношениями.

Чтобы подогнать расчётные значения пропускания под измеренные введём поправочный коэффициент в виде:

$$T_{\text{измерение}} = \tau_0 e^{-Nd\gamma} \cdot T_{\text{расчёт}}, \quad (2.8)$$

где τ_0 – коэффициент, учитывающий поверхностное окисление MoSi_2 -покрытия (считается одинаковый для всех структур), d – величина периода структуры, γ – коэффициент поглощения, обусловленный наличием примесей, распределённых внутри структуры. Подставляя в формулу значения для $N=5$ и $N=11$, находим значения для τ_0 и γ : $\tau_0=0.951$, $\gamma*d=7*10^{-4}$. Используя эти значения, легко убедиться в хорошем соответствии измеренным коэффициентам пропускания с коэффициентами, рассчитанными по вышеприведённой формуле при $N=7,8$. Из этих расчётов видно, что даже если убрать все примеси из плёнки, поверхностное окисление (в данном случае влияние углерода и других примесей мало) приводит к 5% падению пропусканию относительно расчётного значения (без учёта примесей), что соответствует, примерно, наличию 2.5 нм слоя SiO_2 на каждой стороне плёнки.

В ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной области спектра расчёт пропускания осложнён тем, что уже нельзя пренебрегать отражением, а коэффициент отражения значительно зависит от состояния поверхности плёнки. Этим же в большей степени объясняется существенный разброс публикуемых оптических констант в указанных диапазонах. Поэтому расчёт используется лишь для очень грубой оценки оптических характеристик фильтра в УФ, видимом и ИК диапазоне, данные пропускания фильтров берутся непосредственно из измерений прозрачности фильтра в интересующем диапазоне длин волн.

2.1.4. Методы отделения плёнки от подложки

В диссертационной работе развита технология изготовления фильтров как свободновисящих, так и на поддерживающих жестких или гибких металлических сетках с использованием в качестве подслоя (жертвенного слоя) активных металлов (Sc, Y и др.). Суть метода заключается в том, что на кремниевую или стеклянную полированную подложку в одном цикле магнетронным методом напыляется слой из активного металла (подслой), поверх подслоя напыляется структура фильтра и, при необходимости дополнительные слои. Толщина подслоя составляет обычно 20-80 нм, что обеспечивает приемлемую скорость травления с одной стороны и экономию мишени с другой. Первоначально при изготовлении свободновисящих фильтров и поляризаторов использовался многослойный подслоя Cr/Sc [A1,A2]. Особенность данной многослойной структуры в том, что она сохраняет шероховатость подложки. Однако так как шероховатость подслоя для фильтров особого значения не имеет, то со временем вместо Cr/Sc подслоя стали использовать слой чистого Sc (Cr травится существенно медленнее Sc). Однако цена чистого скандия очень высока. Было проведено исследование с целью подобрать подслоя из другого, более дешёвого металла. Были опробованы в качестве подслоя Y, Mg, дюраль. Оценивалась скорость травления, наличие дефектов плёнки после операции травления и проводилось сравнение пропускания полученных на разных подслоях плёнок в ЭУФ диапазоне. В качестве тестовой использовалась многослойная структура (в нм) (Nb-2.5/MoSi₂-

1.5)*40. Результаты измерения пропускания на длине волны 13.5 нм представлены в таблице 2.4.

Таблица 2.4. Сравнение различных материалов, рассматриваемых в качестве кандидатов для подслоя, с точки зрения влияния возможного неполного удаления подслоя на пропускание тестовой структуры Mo/NbSi₂. Сравниваются измеренные на длине волны 13.5 нм значения пропускания Mo/NbSi₂ плёнки (близкого состава, с небольшим разбросом толщин) с расчётными значениями.

Материал, толщина нм	T(13.5 нм), %	T(расчёт, 13.5 нм), %	ΔT,%
Y, 35	39.4 ±0.2	42.0	2.6
Mg, 33	41.3 ±0.1	44.6	3.3
Дюраль, 50	37 ±0.8	42.7	5.7
Sc, 20	41.1 ±0.2	43.2	2.1
Полистирол, 100	40.1 ±0.3	43.5	3.4

Из таблицы 2.4 видно, что только в случае использования дюралевого подслоя наблюдается существенная разница между расчётом и измерением, что свидетельствует о том, что на поверхности остаются следы подслоя. Наименьшая разница в ΔT наблюдается для подслоёв Sc и Y подслоя. По результатам тестирования адекватной заменой Sc был признан Y. Отметим, что изучение образцов тонкоплёночных фильтров, изготовленных с использованием металлического подслоя, методами вторично-ионной масс спектроскопии (ВИМС) и энергодисперсионного анализа на электронном микроскопе не выявило наличие следов Sc или Y подслоя в структуре фильтров (см. главу 4).

В вакуумной установке имеются четыре магнетрона, что позволяет проводить за один технологический цикл напыления структуры, состоящей из 4 различных материалов. После окончания процесса напыления, структура с подслоем на подложке извлекается из установки и помещается в ёмкость, где приводится в контакт с селективным жидким травителем (водный раствор азотной или соляной кислоты). В случае подложки в виде пластины кремния и Sc или Y подслоя, вся структура плавает по поверхности разбавленной соляной кислоты (рис. 2.3). В процессе растворения подслоя подложка отделяется, а плёнка остаётся плавать на поверхности раствора соляной кислоты.



Рис. 2.3. Процесс отделения плёнки от подложки (а, б –травление подслоя от краёв квадратной подложки к центру, в- после отделения плёнка плавает на поверхности жидкости, а кремниевая подложка лежит на дне чашки).

Это позволяет лучше контролировать процесс в отличие от случая применения полимерного подслоя, когда плёнка с "жертвенным" слоем и подложкой опускается на дно органического растворителя (чтобы плёнка не скрутилась и не порвалась, в этом случае её предварительно укрепляют, приклеивая поддерживающую сетку). Кроме того, в последнем случае для изготовления свободновисящей плёнки необходимо тем или иным способом заставить плёнку всплыть на поверхность, чтобы можно было под неё подвести держатель с отверстием.

Использование активных (геттерных) металлов в качестве подслоя имеет ещё то преимущество, что после напыления подслоя содержание наиболее вредных примесей (кислорода, паров воды, углеводородов) в рабочем газе

снижается, так что напыление основной структуры фильтра происходит в более чистых условиях (см рис. 2.4).

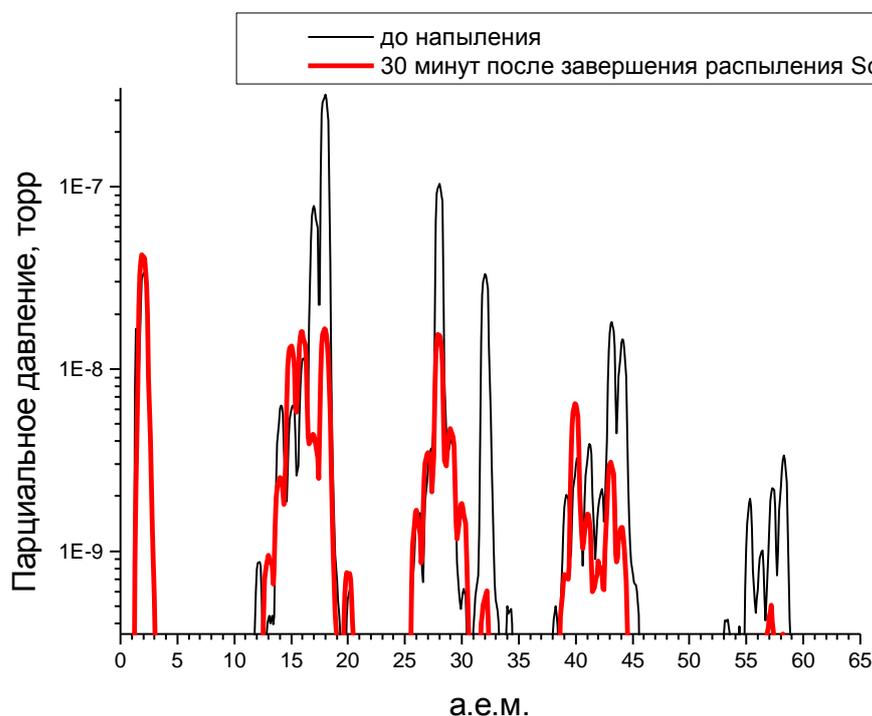


Рис. 2.4. Снятые с помощью анализатора остаточных газов Stanford Research Systems RGA100 парциальные давления остаточных газов в вакуумной камере (тонкая линия – перед началом напуска в камеру рабочего газа - соответствует предельному вакууму после суток непрерывной откачки вакуумным постом, толстая линия – после 30 минутного (что примерно соответствует времени напыления Sc подслоя) распыления мишени Sc в атмосфере аргона и отключения подачи аргона в камеру).

Отметим один недостаток металлического подслоя: при взаимодействии металла с раствором кислоты выделяются пузырьки водорода. Если пары кислоты проникают через поры в плёнке внутрь в подслой и начинается реакция, то в результате интенсивного выделения водорода плёнка в этих местах может повредиться (водород раздувает пору при резком увеличении его количества).

Чтобы пары кислоты не оседали на поверхность плёнки, её поверхность постоянно обдувается в процессе растворения подслоя сжатым воздухом.

После отделения плёнки от подложки раствор кислоты заменяется водой (иногда добавляется изопропиловый спирт, чтобы уменьшить силы поверхностного натяжения и снизить вероятность разрыва плёнки при вылавливании), а плавающая на поверхности воды плёнка затем вылавливается (цепляется за край держателя, который вытаскивается вертикально вверх) на держатель с отверстием.

Для изготовления фильтров на жёсткой опорной сетке, выловленная на оправу с круглым (или прямоугольным) отверстием плёнка натягивается по периметру отверстия клеем (используется полиметилметакрилат, растворённый в диметиловом эфире этиленгликоля), а затем приклеивается к жёсткой металлической сетке, на одну из сторон которой предварительно нанесён тонкий слой эпоксидного клея. Размер отверстия в оправе должен быть достаточно большим, чтобы с запасом покрывать всю поверхность металлической сетки. Таким образом удаётся изготовить для космических телескопов фильтры в виде плёнки, натянутой и приклеенной к ячейкам поддерживающей сетки (см. главу 3.). Получить натянутую в ячейках сетки плёнку в случае, когда сетка приклеивается к плёнке до процесса травления "жертвенного" слоя (подслоя), гораздо сложнее, так как плёнка, напылённая на подложку с подслоем находится обычно в напряжённом состоянии и после удаления подслоя необходимо, чтобы внутренние напряжения имели "правильный знак" и не перетянули плёнку в ячейках. Преимущество натянутого в ячейках сетки фильтра заключается в более высокой стойкости к вибрационным нагрузкам.

В случае изготовления хрупких плёнок или свободновисящих плёнок большой площади, необходимо на стадии снятия плёнки с подложки временно упрочнить плёнку. С этой целью после напыления структуры фильтра на поверхность плёнки наносится достаточно тонкий (толщиной ~100 нм, чтобы была хорошая адгезия, и плёнка с упрочняющим слоем оставалась достаточно

гибкой) слой полистирола. Получение слоя полистирола производится путём нанесения 1% раствора полистирола в толуоле тонким слоем по всей поверхности подложки с плёнкой и высушивании раствора при вращении на центрифуге. После отделения плёнки с упрочняющим слоем полистирола от подложки и монтирования её на рамку, необходимо удалить полистирол. Для этого используется либо промывка фильтра в толуоле (окувание в ёмкость с толуолом), либо менее травматичный способ – фотоокисление (на воздухе) и улетучивание компонент полимера (пары H_2O , CO_2) под действием ультрафиолетового излучения [74]. В качестве источника УФ излучения использовалась ртутная лампа, спектральная линия излучения которой $\lambda = 253.7$ нм расположена вблизи пика поглощения полистирола (~ 260 нм). Для полного удаления полистирола толщиной 100 нм образцы помещаются под УФ лампу на 3-4 часа. Удаление полистирола под действием ультрафиолетового излучения используется для изготовления образцов большой апертуры, сверхтонких плёнок и фильтров с приклеенной сеткой (клей растворяется толуолом и при окувании сложно избежать контакта клея с толуолом). В обоих случаях наблюдается некоторое снижение пропускания фильтра (например, пропускание на длине волны 17.1 нм фильтра Si-2.05, (Al-2.85/Si-2.05)*55 уменьшилось с 49.5 до 48.5-49% в обоих случаях по сравнению со случаем, когда упрочняющий слой полистирола не использовался), что связано с увеличением толщины поверхностного окисла (под действием образующегося при УФ облучении фильтра озона), либо с неполным удалением следов полистирола в толуоле (см. рис. 2.5)

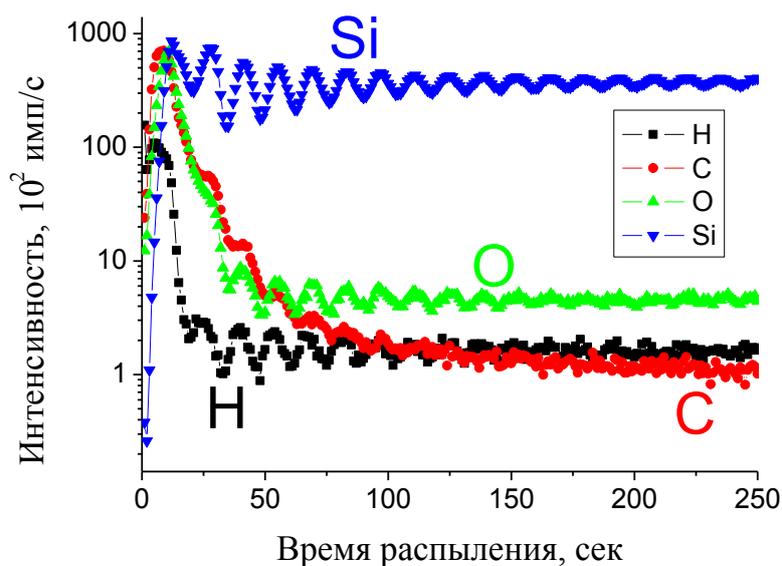
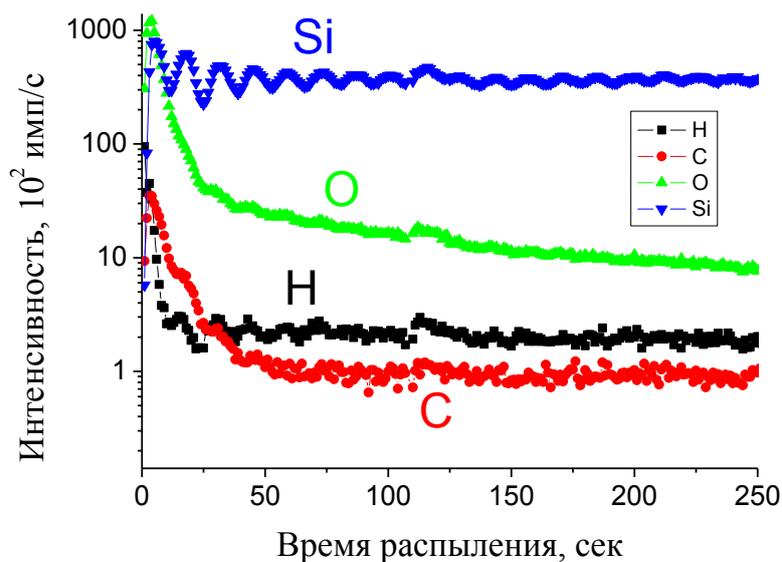


Рис. 2.5. Распределение водорода, углерода, кислорода и кремния по данным вторичной ионной масс спекторметрии (ВИМС) у поверхности многослойной (толщины в нм) Si-2.05, (Al-2.85/Si-2.05)*55 структуры после удаления слоя полистирола (верхний – под воздействием ультрафиолета, нижний – при однократном окунании в толуол).

Другой недостаток методики с использованием металлического подслоя заключается в том, что невозможно таким способом изготовить фильтр, содержащий активные металлы (Y, Mg и т.п.). Так как в качестве травителя используется раствор разбавленной кислоты, слои активного металла также вступают в реакцию и растворяются.

Задачу создания фильтров, содержащих активные металлы, можно пытаться решить, найдя другой селективный подслой и (или) травитель. Была предпринята попытка изготовления Mg-содержащих фильтров с использованием в качестве подслоя слоя полистирола. В качестве селективного травителя использовался толуол. Изготовленные таким способом образцы Mg/Al многослойных фильтров показали существенно меньшее пропускание, чем предсказывает теория и чем можно было бы ожидать (см. табл. 2.5).

Таблица 2.5. Сравнение расчётного и измеренного коэффициента пропускания Mg/Al фильтров, изготовленных с использованием полистиролового подслоя.

Структура, нм	T ($\lambda=30.4$ нм), %	T(расчёт, $\lambda=30.4$ нм), %
Si-3.4,(Al-3/Mg-3.8)*80,Si-3.4	16	39.2
MoSi ₂ -2.5, (Al-1.4/Mg-4.7)*50, MoSi ₂ -2.5	22.6	44.5
(Al-1.4/Mg-4.7)*42	24.8	70.3

Чтобы выяснить причину значительного несоответствия между ожидаемыми расчётными значениями пропускания и измеренными значениями были изготовлены образцы Al/Si фильтров одинакового состава. В одном случае в качестве подслоя использовался слой скандия, который растворялся в разбавленной соляной кислоте, во втором случае – слой полистирола, растворявшийся в толуоле. Изготовленные образцы Al/Si фильтров были промерены на длинах волн 17.1 и 30.4 нм (см. табл. 2.6). Коэффициент

пропускание Al/Si образца фильтра, снятого с полистиролового подслоя, оказался существенно меньше, что особенно заметно на длине волны 30.4 нм.

Таблица 2.6. Измеренные значения пропускания одинаковых по составу Al/Si структур, снятых с разных подслоёв.

Структура, нм	T ($\lambda=17.1$ нм), %	T ($\lambda=30.4$ нм), %
Si-2.05,(Al-2.85/Si-2.05)*55 (Sc подслоя)	49.5	32
Si-2.05,(Al-2.85/Si-2.05)*55 (полистироловый подслоя)	46.5	19.1

Образец Al/Si фильтра, снятый с полистиролового подслоя, был изучен методом ВИМС. Было обнаружено, что на поверхности фильтра остался слой органики (рис. 2.6).

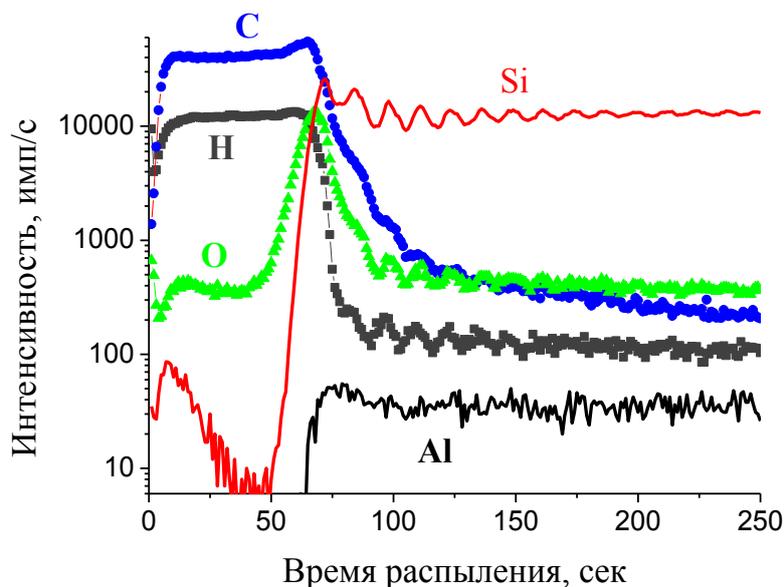


Рис. 2.6. Распределение (по данным метода ВИМС) некоторых элементов по глубине Al/Si фильтра, снятого с полистиролового подслоя, вблизи поверхности, которая контактировала с подслоем из полистирола.

По-видимому, при напылении на полистирол первого слоя кремния часть атомов кремния проникла на некоторую величину вглубь слоя полистирола, образовав внедрённый слой, который и не растворился в толуоле. Похожая ситуация, вероятно, будет иметь место при использовании других полимерных плёнок в качестве подслоя. Слой не растворившегося полистирола можно удалить, например, методом ионного травления, однако из-за трудоёмкости операции изготовления бездефектных большеапертурных фильтров таким способом, описанный метод пока не получил дальнейшего развития.

Для изготовления фильтров, содержащих активные металлы, использовался метод, в котором фильтр напылялся непосредственно на поверхность свободновисящей плёнки, которая в этом случае играла роль подложки. То есть предварительно на рамку с отверстием вылавливалась свободновисящая плёнка, она помещалась в установку магнетронного напыления, где на неё напылялась структура фильтра. Состав плёнки выбирался таким, чтобы, с одной стороны, можно было её изготовить с использованием металлического подслоя, а с другой, чтобы она имела сравнительно высокое пропускания на рабочих длинах волн в МР и ЭУФ диапазоне и её вклад в поглощение был бы минимален (поэтому она должна быть достаточно тонкой). Так в качестве плёнки при изготовлении Mg/Al многослойных фильтров (см. главу 3) использовалась Al/Si структура толщиной ~ 25-50 нм, для упрочнения покрытая слоем полистирола.

2.2. Методика долговременного отжига свободновисящих плёнок

2.2.1 Стенд для проведения долговременного отжига свободновисящих плёнок

Для проведения долговременного вакуумного отжига фильтров был собран специальный стенд (см. рис. 2.7). Стенд включает в себя откачной пост, состоящий из спирального форвакуумного насоса (Varian TriScroll 600), турбомолекулярного насоса ТМН-500 и магниторазрядного насоса НМД-0.4 и

блоков управления. Использование высоковакуумных уплотнений позволяет добиться давления остаточных газов в вакуумной камере $1 \cdot 10^{-8}$ торр. Вакуумная камера диаметром 170 мм отсекается шибером от системы предварительной откачки (состоящей из форвакуумного и турбомолекулярного насоса) и при проведении длительных испытаний откачка осуществляется только магниторазрядным насосом. Давление в вакуумной камере измерялось посредством датчика широкого диапазона фирмы Edwards (WRG-S-NW25). Для измерения давления водорода в камере (когда отжиг плёнок осуществлялся в водородной среде) применялся прецизионный манометр Pfeiffer Vacuum CMR-263 конденсаторного типа (диапазон измеряемых давлений $10^{-1} \div 1100$ Па). В камере на одном уровне расположены три одинаковых фланца под углом 90° друг к другу. Данная конфигурация позволяет проводить мониторинг пропускания плёнки или измерять температуру пирометрическим способом в процессе её отжига. Для этого в наличии имеются следующие фланцы: во-первых, фланцы с впаянными стёклами, использующиеся для визуального наблюдения процесса или для измерения пропускания плёнок на длине волны 0.633 мкм; во-вторых, фланцы с впаянным CaF_2 окном толщиной 5 мм (прозрачным для излучения в диапазоне длин волн $\lambda = 2 - 5$ мкм - рабочем диапазоне ИК-пирометра); в-третьих, фланцы с вакуумными токовводами для нагрева тонкой плёнки или вакуумной печи.



Рис. 2.7. Фотография стенда для температурных и вакуумных испытаний фильтров. Слева направо: He-Ne лазер (1), диафрагма (2), детектор-монитор с усилителем (3), делительная стеклянная пластинка (4), светоизолирующий тубус (5), вакуумная камера с насосами (сверху – магниторазрядный (6), внизу – форвакуумный (7), под вакуумной камерой – турбомолекулярный (8)); справа от вакуумной камеры – детектор с усилителем (9).

Использование *i-8431* контроллеров и соответствующего программного обеспечения позволяет поддерживать выделяемую в плёнке мощность с высокой точностью ± 0.1 %. Данный способ нагрева плёнки обеспечивает также высокую равномерность нагрева по площади (может быть за исключением областей вблизи краёв отверстия в рамке) свободновисящей части плёнки, что подтверждается как визуальным наблюдением (см. рис 2.8) при высоких температурах, когда плёнка интенсивно светится в видимом диапазоне длин волн, так и пирометрическими и оптическими измерениями.



Рис. 2.8. Фотография фильтра в процессе отжига.

В процессе отжига измерялись показания давления в вакуумной камере, сопротивление образца и либо пропускание на длине волны He-Ne лазера ($\lambda = 0.633$ мкм), либо измерение потока излучения в диапазоне 2 - 5 мкм с помощью ИК-пирометра. Стенд оснащён источником бесперебойного питания и может круглосуточно работать в автоматическом режиме в течение продолжительного времени (более 1000 часов).

2.2.2. Определение излучательной способности плёнок

Электронагреватель с вакуумированным нагревательным элементом применялся для проведения калибровочных работ по измерению нормального коэффициента излучения (излучательной способности ϵ) плёнки в спектральном диапазоне 2 - 5 мкм. Для измерения излучательной способности материала фильтров, плёнки того же состава магнетронным напылением наносились на отполированную поверхность массивной однородно прогреваемой пластины, являющейся частью корпуса нагревателя (см. рис.2.9).



Рис. 2.9. Фотография прикрепленного к входному фланцу электронагревателя с полированной поверхностью, на которую напылена исследуемая плёнка.

С боковой стороны пластины было просверлено небольшое отверстие, куда вставлялся спай "хромель-копелевой" термопары. Для обеспечения теплового контакта термопары и нагревателя, отверстие запаивалось (заполнялось) оловом. Свободные концы термопары через вакуумные вводы подключались к цифровому вольтметру. Нагрев печи в вакууме ($\sim 10^{-6}$ Торр) осуществлялся через токовые вводы с помощью трансформатора с плавным регулированием напряжения. В один из фланцев вакуумной камеры было установлено окно из CaF_2 , через которое пирометром регистрировалось излучение. В используемой модели ИК-пирометра (Metis MB35) отображаемая им температура объекта зависит от двух величин: от принимаемой в спектральном интервале 2 - 5 мкм мощности теплового излучения и от задаваемой в качестве параметра излучательной способности материала. Таким образом, одновременно измерялись температура поверхности печки и поток теплового излучения по направлению близкому к нормали поверхности печи. За излучательную способность исследуемой пленки

принималось то значение (в пределах от 0.05 до 1), при котором температура, отображаемая пирометром, совпадала с измеренной термопарой.

Все отжигавшиеся плёнки имели пропускание в диапазоне 2 - 5 мкм менее 1 %, поэтому влиянием на поток излучения ниже лежащей поверхности нагревателя можно пренебречь. Указанным способом была определена излучательная способность интересующих нас структур при температурах до 700°C . Для большинства исследованных структур, за исключением MoSi₂ (см. главу 4), характерна относительно слабая зависимость излучательной способности от температуры в этом температурном интервале (см. рис 2.9).

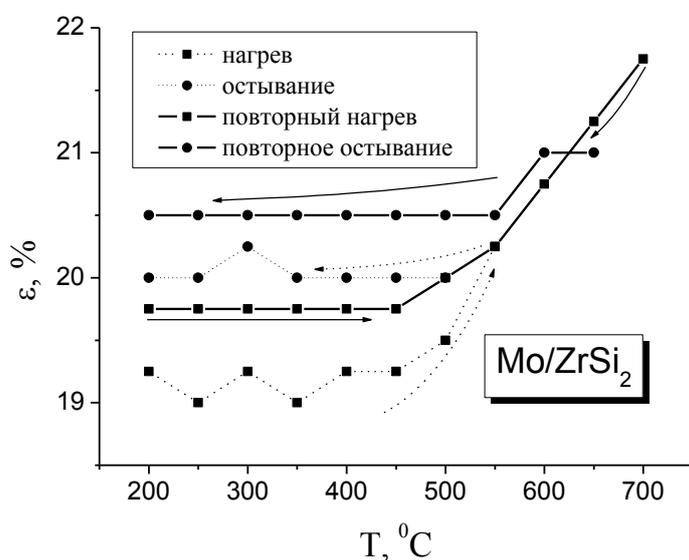


Рис. 2.10. Температурная зависимость излучательной способности плёнки (Mo-2.5нм/ZrSi₂-15нм)*35.

Знание излучательной способности (ϵ) и температуры пленки T (в градусах Цельсия) позволяет оценить излучаемую плёнкой с единицы площади мощность q : $q = 2 \epsilon \sigma (T + 273)^4$, где σ – постоянная Стефана – Больцмана. Чем выше измеренная в интервале 2 - 5 мкм излучательная способность, тем, скорее всего, ниже будет температура плёнки при той же поглощённой на единицу площади фильтра мощности проходящего через него излучения. При одинаковой падающей мощности излучения (например, излучения CO₂ лазера, $\lambda=10.6$ мкм)

температура фильтра будет зависеть от соотношения между коэффициентом поглощения на длине волны 10.6 мкм и излучательной способностью плёнки. В таблице 2.7 приведены для некоторых структур значения коэффициента поглощения на $\lambda=10.6$ мкм и измеренные значения излучательной способности для толстых плёнок того же состава в диапазоне 2 - 5 мкм при температуре 150-200°C. Чем больше содержание металла в плёнке, тем выше коэффициент отражения при $\lambda=10.6$ мкм (и меньше коэффициент поглощения, так как пропускание мало), однако при этом падает излучательная способность в диапазоне 2 - 5 мкм и в целом, по-видимому, влияние состава плёнки на её температуру при заданной падающей мощности излучения будет незначительным.

Таблица 2.7. Приведены данные по отражению и пропусканию для ряда тонкоплёночных образцов на длине волны 10.6 мкм, а также измеренная излучательная способность более толстых плёнок того же состава. Величины, приведенные в предпоследнем столбце – это коэффициенты поглощения плёнок для спектральной области вблизи $\lambda = 10.6$ мкм.

Структура, толщины в нм	Отражение, R%, $\lambda=10.6$ мкм	Пропускание, T%, $\lambda=10.6$ мкм	100%-R%-T%	Излучательная способность ϵ , $\lambda = 2-5$ мкм
MoSi ₂ , 90 нм	68.4	6.2	25.4	0.48
ZrSi ₂ , 250 нм	81.3	0.18	18.5	0.33
(Zr-0.7/ MoSi ₂ -2.1)*24.5	77.7	2.9	19.4	0.34
MoSi ₂ -3.5,(Mo-2.5/ ZrSi ₂ -1.5)*11.5, MoSi ₂ -3.5	85.1	0.8	14.1	0.19
(Mo-2.5/ZrSi ₂ -1.5)				0.23
MoSi ₂ -3.1,(Mo-2.5/ Si-1.5)*11.5, MoSi ₂ -3.1	81.7	1.45	16.9	0.25
(Al-2.9/Si-2.0)				0.19

2.2.3. Подготовка образцов для термических испытаний

При проведении отжига, нагрев образца тонкоплёночного фильтра осуществлялся за счёт джоулевого тепла, выделяющегося при пропускании электрического тока через образец. Тонкоплёночный фильтр вылавливался на кварцевую прямоугольную рамку (служащую для электрической изоляции) размера $22 \times 28 \text{ мм}^2$ и толщиной 0.5 мм, в центре которой имеется квадратное отверстие с размером порядка $9 \times 9 \text{ мм}^2$. К двум противоположным сторонам отверстия примыкают плёночные контактные площадки с двумя парами электрических контактов (см. рис. 2.11). Одна пара контактов токоподводящая, вторая используется для измерения напряжения. Такая схема позволяет исключить влияние падения напряжения между прижимными контактами и контактными площадками на результаты измерения напряжения на образце. Кварцевая рамка с выловленной на неё плёнкой крепилась к кронштейну, который помещался в вакуумную камеру.

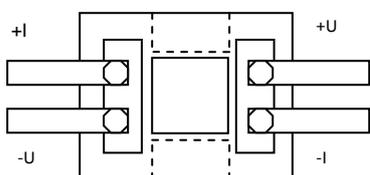


Рис 2.11. Схематическое изображение подводящих прижимных контактов и контактных площадок. Вдоль пунктирных линий кончиком иглы удалялась плёнка, что обеспечивало протекание тока в основном по свободновисящей части плёнки (квадрат в центре рисунка).

С целью сокращения времени на подготовку образцов для испытаний и повышения надёжности контактов, был изменён способ подведения электрических контактов к плёночному образцу. Если в первых экспериментах контактные площадки напылялись непосредственно на поверхность тестируемой плёнки для последующей организации проволочных контактов, то в последующих экспериментах контактные площадки наносились непосредственно

на кварцевую рамку, на которую вылавливалась плёнка. Ток подводился через прижимные контакты, удобные в монтаже и более надежные при повышенных температурах (рис. 2.12).

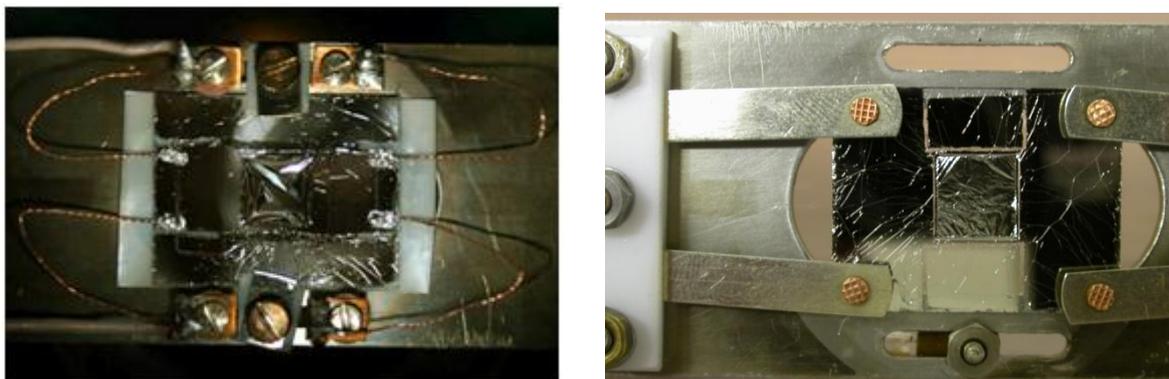


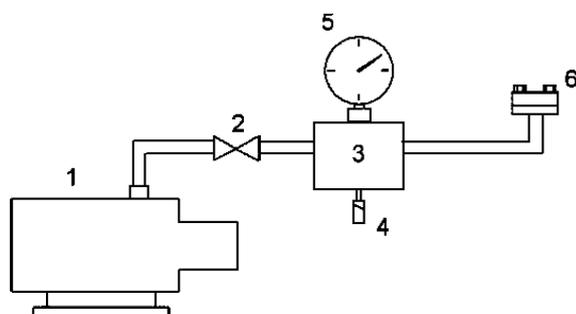
Рис.2.12. Слева - внешний вид образца Zr/Si фильтра с индиевыми контактами. Справа - внешний вид образца Mo/ZrSi₂ и четырёх прижимных контактов.

2.3. Методика испытания свободновисящих плёнок на механическую прочность

2.3.1. Стенд для испытаний плёнок на механическую прочность

Для изучения прочности фильтров использовался аналог метода "выдувания". Суть метода состоит в том, что между сторонами свободновисящей плёнки, выловленной на круглое отверстие, создаётся перепад давления, и определяется максимальный перепад давления, при котором происходит разрыв плёнки. Так как для тонких плёнок всегда можно подобрать отверстие такой площади, что предельный перепад не будет превышать 1 атмосферу, то было предложено создавать перепад давления за счет уменьшения давления с одной стороны плёнки с помощью вакуумного насоса. Схема стенда показана на рис. 2.13. Образцы плёнок вылавливались на полированные (для улучшения адгезии) металлические оправы или на квадратные кусочки полированного кремния с

прорезанными круглыми отверстиями (3 или 5 мм в диаметре). Далее оправы по одной помещались на кольцевой резиновый уплотнитель, прижим к которому осуществлялся за счёт возникающего перепада давления при откачке. Вентиль в откачной магистрали позволяет регулировать скорость откачки, показание давления регистрировалось с помощью стрелочного механического манометра. Цена деления манометра составляла 0.01 атмосферы, таким образом, стенд позволяет измерять перепады давления вплоть до 1 атмосферы с точностью 0.005 атмосферы.



Обозначения:

1-насос, 2-клапан, 3-откачиваемый объем, 4- напуск воздуха,
5- вакуумметр, 6- крепление для образца.

Рис.2.13. Принципиальная схема стенда для сравнительного тестирования плёнок на прочность.

Обычно оправы с плёнкой ориентируют таким образом, чтобы плёнка, прогибаясь под действием перепада давления, опиралась на края оправы, так как в противоположном случае, когда давление пытается оторвать плёнку от оправы, силы адгезии плёнки к оправе может оказаться недостаточной, чтобы удержать плёнку. Структура края отверстия в этом случае играет важную роль, поэтому специально проводилась её механическая обработка с целью избавления от зазубрин и сколов. На разброс измеряемой величины предельного перепада давления, помимо состояния края отверстия, также оказывает влияние наличие

дефектов плёнки (микропроколы, трещины, складки), скорость откачки (чем медленнее скорость откачки при подходе к предельному перепаду, тем выше полученное значение). Наличие разброса в результатах измерений ведёт к необходимости проведения многократного тестирования одной и той же тонкоплёночной структуры и последующего усреднения полученных результатов.

Если предполагать, что под действием перепада давления плёнка толщиной h выгибается в виде сферы (что справедливо при небольших изгибах) радиуса R , то в плёнке возникают напряжения

$$\sigma = \frac{\Delta p \cdot R}{2 \cdot h} \approx \frac{\Delta p a^2}{4hD}, \quad (2.9)$$

где Δp – приложенное перпендикулярно плоскости плёнки давление, a – радиус отверстия, D – величина прогиба плёнки. В эксперименте мы не измеряли прогиб, поэтому не можем рассчитать предельного напряжения в плёнке.

Однородные металлические поликристаллические плёнки хрупки. Увеличения пластичности и механической прочности плёнки можно добиться, если прослаивать слои металла другим материалом (обычно неметаллом). Толщину слоя металла при этом желательно выбирать меньше толщины, при которой начинается развиваться кристаллическая структура. Типичная толщина металла в многослойных плёнках составляла 2–5 нм.

2.3.2. Результаты испытаний прочности плёночных фильтров

Сравним прочность слоя молибдена с прочностью многослойных структур на основе Mo той же толщины на отверстиях диаметром 3 мм (рис. 2.14, 2.15). Для Mo плёнки толщиной 50 и 60 нм средние значения предельного перепада давления равны, соответственно, $\Delta p=0.14$ и 0.24 атм, в то время как для многослойных Mo/Si структур примерно тех же суммарных толщин эти величины имеют следующие значения: $\Delta p=0.34$ и 0.38 атм.

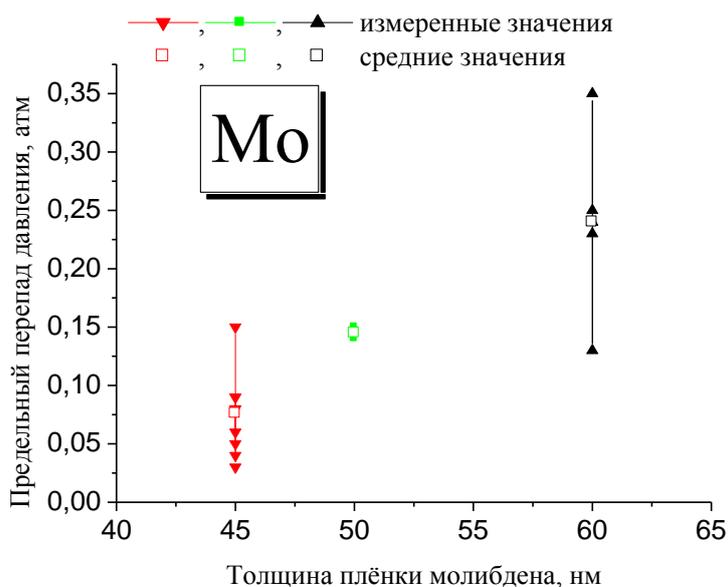


Рис. 2.14 Измеренные значения предельного перепада давления для Mo плёнки разной толщины (диаметр отверстия 3 мм).

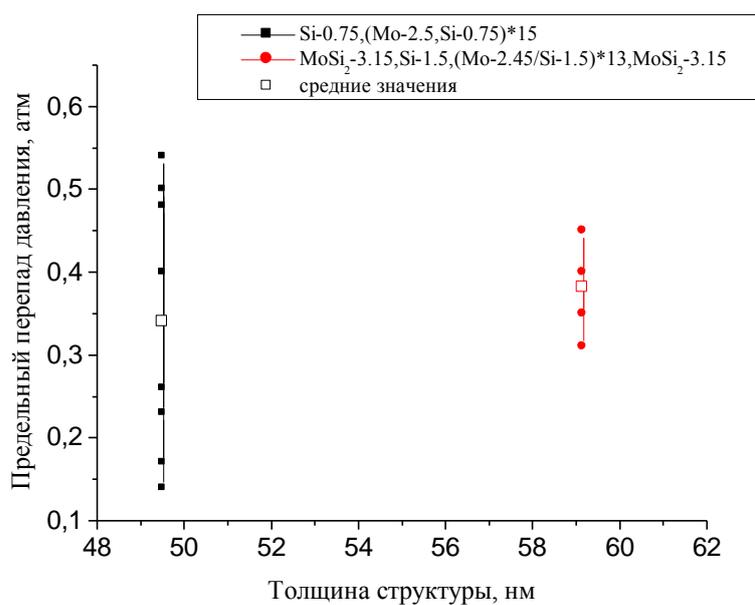


Рис. 2.15 Измеренные значения предельного перепада давления для двух Mo/Si структур.

Аналогичная ситуация наблюдается при сравнении прочности однородного слоя Zr и многослойных структур на основе Zr. Так для слоя Zr толщиной 98 нм предельный перепад составил в среднем $\Delta p_{\text{среднее}}=0.18$ атм, в то время как для

многослойной структуры Si-1.25, (Zr-2.8/Si-1.25)*22 (суммарная толщина плёнки 90.4 нм) $\Delta p_{\text{среднее}}=0.44$ атм (диаметр отверстия 3 мм).

Отметим, что уменьшение периода многослойной структуры при соответственном увеличении числа слоёв, так чтобы общая толщина материала оставалась неизменной, приводит, как правило, к увеличению предельного перепада давления Δp , который плёнка может выдержать. Например, для структуры (толщины в нм) ZrSi₂-6, (Zr-1.5/ZrSi₂-1.5)*17, Zr-1.5, ZrSi₂-6 $\Delta p_{\text{среднее}}=0.44$ атм, в то время как для структуры ZrSi₂-6, (Zr-3/ZrSi₂-3)*8, Zr-3, ZrSi₂-6 $\Delta p_{\text{среднее}}=0.28$ атм, диаметр отверстий 3 мм; для структуры (Zr-1.4/Si-0.6)*130 $\Delta p_{\text{среднее}}=0.44$ атм, в то время как для (Zr-2.8/Si-1.2)*65 $\Delta p_{\text{среднее}}=0.36$ атм, диаметр отверстий 5 мм.

Влияние на прочность плёнки оказывает состав прослойки. Так замена прослойки Si на B₄C в Zr/Si многослойных структурах существенно снижает прочность последних: (Zr-2.8/Si-1.2)*65 $\Delta p_{\text{среднее}}=0.36$ атм, (Zr-2.8/B₄C-1)*60 $\Delta p_{\text{среднее}}=0.14$ атм, диаметр отверстия 5 мм.

Для разных вариантов структур фильтров с близким пропусканием на рабочей длине волны значения механической прочности зависят от состава и соотношения толщин слоёв. На следующем графике (рис. 2.16) представлены результаты измерения предельных перепадов давления (диаметр отверстий 3 мм) для четырёх многослойных структур, имеющих одинаковое расчётное пропускание около 83% на $\lambda=13.5$ нм. Вариации в прочности, вероятно, связаны с несплошностью слоёв (при малых толщинах) и кристаллической структурой (при больших).

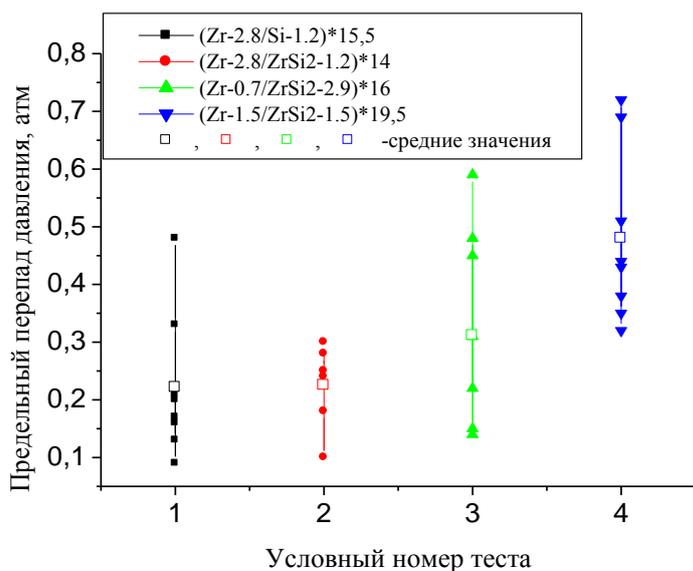


Рис. 2.16 Измеренные значения предельного перепада давления Zr-содержащих структур (толщины слоёв структур указаны в нм) с близким расчётным пропусканием на длине волны 13.5 нм (диаметр отверстия 3 мм).

Таким образом, многослойная композиция фильтра позволяет за счёт выбора материалов и толщин слоёв улучшать механические свойства фильтра. Как будет видно далее (глава 4), прослойки могут служить в качестве диффузионных барьеров и тем самым повышать термическую стабильность фильтра. Защитные свойства прослоек позволяют в некоторых случаях обойти ограничения метода изготовления свободновисящих плёнок с металлическим подслоем и изготовить, например, многослойный Al/Si фильтр (см. следующую главу), несмотря на то, что Al растворяется в водном растворе кислот.

Глава 3. Тонкоплёночные фильтры на поддерживающих сетках для ЭУФ астрономии

3.1. Требования к фильтрам для солнечных телескопов

В последнее время активно развивается показавший свою эффективность при исследовании Солнца метод изображающей спектроскопии мягкого рентгеновского и экстремального ультрафиолетового диапазона длин волн (10 - 100 нм) [75]. Он заключается в регистрации изображения полного диска Солнца с высоким пространственным и временным разрешением одновременно в нескольких интенсивных спектральных линиях многозарядных ионов (возбуждаемых в широком диапазоне температур 10^5 - 10^7 К), что позволяет изучать и моделировать структуру солнечной плазмы и её параметры. В новых поколениях космических солнечных обсерваторий растёт число каналов регистрации, повышается спектральное, временное и пространственное разрешение телескопов. В настоящее время в мире ведутся разработки эффективных многослойных зеркал нормального падения ЭУФ диапазона, а также тонкоплёночных фильтров для подавления длинноволнового (видимого, инфракрасного) спектра солнечного излучения. Для получения высокого разрешения телескопа необходимо обеспечить высокий уровень сигнала на рабочей длине волны, который определяется эффективностью зеркал, фильтров и чувствительностью детекторов.

Тонкоплёночный абсорбционный фильтр является простым и эффективным средством для блокировки интенсивного излучения Солнца в видимом и близлежащих диапазонах (интенсивность излучения Солнца в единичной полосе длин волн в видимом, ИК и УФ диапазонах может превосходить более чем в 10^4 - 10^5 раз интенсивность излучения в ЭУФ диапазоне [76]). При требуемой степени подавления видимого излучения в 10^{12} раз, тонкоплёночные фильтры (для

надёжности используется система из двух или более фильтров) могут иметь пропускание в ЭУФ диапазоне на уровне десятков процентов.

Тонкие плёнки (типичная толщина фильтра 150 – 300 нм) хрупки. При старте ракеты тонкоплёночный фильтр подвергается воздействию акустических шумов и вибрационным нагрузкам, которые могут его повредить. Поэтому помимо оптических характеристик тонкоплёночного фильтра другим важным параметром является его механическая прочность. Для придания дополнительной прочности все космические тонкоплёночные фильтры (кроме тех, которые непосредственно наносятся на поверхность детектора) имеют либо дополнительные поддерживающие слои (трековые мембраны, полимерные плёнки), либо поддерживающую металлическую сетку. В первом случае за счёт дополнительного поглощения в поддерживающих мембранах теряется пропускание фильтра в ЭУФ диапазоне, во втором – падает коэффициент пропускания фильтра (на величину, равную относительной площади, занимаемой перемычками сетки) и может происходить искажение изображения вследствие дифракции излучения на периодической поддерживающей сетке [77]. Тонкоплёночный фильтр в виде многослойной структуры в большинстве случаев обладает более высокой прочностью (при схожих оптических характеристиках), чем плёнка из однородного материала. Это позволяет отказаться от дополнительных поддерживающих слоёв, а также увеличить шаг поддерживающей сетки и тем самым уменьшить дифракционные искажения. Кроме того, многослойная структура может обладать лучшей стойкостью к окислению в тех случаях, когда используется активный металл, за счёт прослаивания его менее активным материалом.

В 2006 году совместно с ФИАН им. Лебедева была начата работа по изготовлению многослойных зеркал и тонкоплёночных фильтров для комплекса солнечных телескопов и спектрогелиографов ТЕСИС эксперимента КОРОНАС-ФОТОН [75]. Прибор ТЕСИС включал шесть независимых каналов регистрации изображений Солнца, в том числе два телескопа высокого разрешения с каналами

регистрации 13.2 нм (линии ионов Fe XX – Fe XXIII, излучающих при температуре $T \approx 10$ МК) и 17.1/30.4 нм (линии ионов FeIX – FeXI, $T \approx 1$ МК и HeII, $T \approx 0.08$ МК), телескоп-коронограф широкого поля зрения с каналом регистрации 30.4 нм, спектрогелиограф с каналом регистрации в диапазоне 28-33 нм. Была поставлена задача разработать и изготовить полётные фильтры (фильтры детекторов и входные фильтры) для этих диапазонов длин волн. Фильтры должны были обеспечивать подавление видимого света на уровне 10^{12} или выше (то есть если входной фильтр и фильтр детектора одинаковые, то подавление видимого света для каждого из них лучше или порядка 10^6). Входные фильтры должны были состоять из набора металлических сеток с приклеенными к ним тонким плёнкам, фильтры детектора было предложено напылять на рабочую поверхность детектора (ПЗС матрицы). Необходимо было предложить структуры фильтров для указанных диапазонов, разработать методику монтажа плёнок на поддерживающую сетку, изготовить тестовые образцы.

3.2. Многослойные фильтры Al/Si

Для каналов регистрации $\lambda > 17$ нм наиболее подходящей кандидатурой был Al фильтр. Были предприняты попытки изготовить Al фильтр напылением алюминия на подложку с подслоем из соли KCl (и последующим растворением соли в воде), однако таким способом не удалось получить целую плёнку достаточно большого размера. Кроме того, пропускание Al фильтра в ЭУФ диапазоне, изготовленного таким способом, оказалось существенно меньше расчётного (26.6% вместо 80% на длине волны 17.1 нм для плёнки толщиной 150 нм). По всей видимости, контакт алюминия с солью приводил к коррозии материала. Тогда было предложено использовать металлический подслоя, а для предотвращения травления Al, прослаивать его материалом, не взаимодействующим с раствором кислоты.

В пару к Al брались материалы (Si, B_4C , Cr), наиболее прозрачные (из доступных) на длинах волн 17.1 нм и (или) 30.4 нм (см. рис 3.1), и слабо взаимодействующие с кислотами.

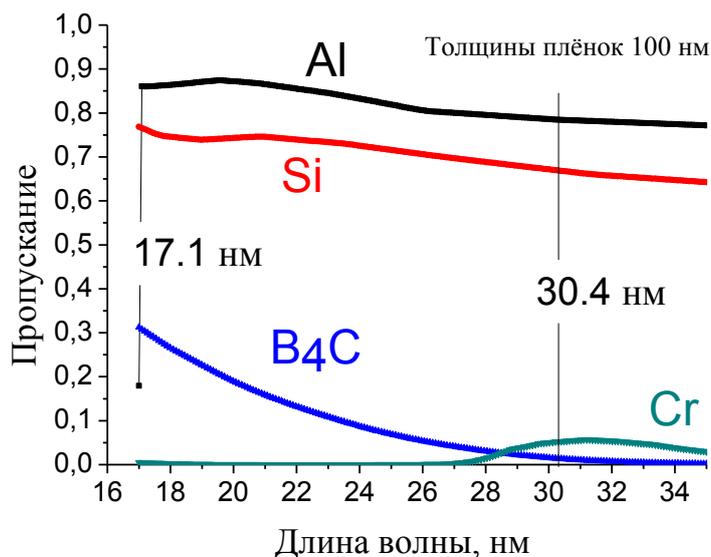


Рис. 3.1. Расчётные кривые пропускания плёнок Al, Si, B₄C и Cr толщиной 100 нм.

Было проведено сравнительное изучение прочности многослойных Al-содержащих плёнок. Образцы многослойных плёнок вылавливались на круглые отверстия Ø 5 мм и испытывались на прочность на стенде. По величине предельного перепада давления, при котором происходил разрыв плёнки, сравнивалась их механическая прочность. Результаты для некоторых образцов приведены в таблице 3.1. По результатам тестирования лучшей с точки зрения коэффициента пропускания и прочности была признана Al/Si структура.

Таблица 3.1. Результаты тестирования Al-содержащих фильтров на прочность. Здесь d- период структуры, β – относительное содержание Al в периоде, N – число слоёв, h – общая толщина, Ø – диаметр отверстия, ΔP- среднее значение перепада давления, при котором происходил разрыв плёнки. Для сравнения в таблице приведены значения предельных перепадов давления для прокатной Al фольги.

Структура	d, нм	β	N	h, нм	Ø, мм	ΔP, атм
Al, фольга				800	5	0.08

Al, фольга				2000	5	0.2
Al/Si	4.45	0.71	50	222	5	0.14
Al/Si	4.45	0.71	70	311	5	0.17
Al/Si	4.45	0.71	90	400	5	0.22
Al/B ₄ C	3.4	0.94	50	170	5	0.03
Al/Cr	5.45	0.81	35	191	5	0.06

С увеличением толщины прочность Al/Si фильтра возрастает (см. табл. 3.1). Однако при этом экспоненциально уменьшается пропускание в ЭУФ диапазоне. Так, величина пропускания (Al-3.2нм/Si-1.25нм) при N=50 на длине волны 30.4 нм составила около 40%, при N=90 – менее 20%. Предварительно толщина (количество пар слоёв) Al/Si структуры выбиралась на сколько возможно большой и ограничивалась требованием по пропусканию фильтра в ЭУФ диапазоне. Окончательный выбор толщины структуры определялся после проведения предполётных испытаний.

Структура Al/Si многослойных фильтров (для каналов регистрации $\lambda=17.1$ нм, 30.4 нм использовался один и тот же состав фильтра) была следующей: $d_{Al}=3.2$ нм, $d_{Si}=1.4$ нм, N=65 [A5]. Толщины слоёв кремния и алюминия выбирались из тех соображений, чтобы плёнка не взаимодействовала с селективным травителем во время операции отделения плёнки от подложки (при малых толщинах Si и (или) больших толщинах Al плёнка в некоторых местах при контакте с начинала корродировать), количество слоёв – из требования иметь пропускание на длине волны 30.4 нм не менее 20% (требование блокировки видимого излучения лучше, чем в 10^6 при этом заведомо выполняется, что связано с высокой отражательной способностью Al в этой области спектра).

Для изготовления фильтров на секторах Al/Si плёнка, упрочнённая предварительно слоем полистирола, вылавливалась на кремниевую рамку с круглым отверстием (\varnothing 80 мм), натягивалась по контуру и стороной, свободной от полистирола, приводилась в контакт с поверхностью поддерживающей сетки, на которую предварительно был нанесён слой эпоксидного клея. После высыхания клея, слой полистирола удалялся под воздействием УФ излучения. В результате получалась натянутая в ячейках сетки плёнка.

Таким способом были изготовлен комплект входных фильтров, состоящий из набора прямоугольных (18 штук) и в виде кольцевого сектора секций (6 штук) и приклеенных к ним эпоксидным клеем Al/Si многослойных структур (см. рис. 3.2).

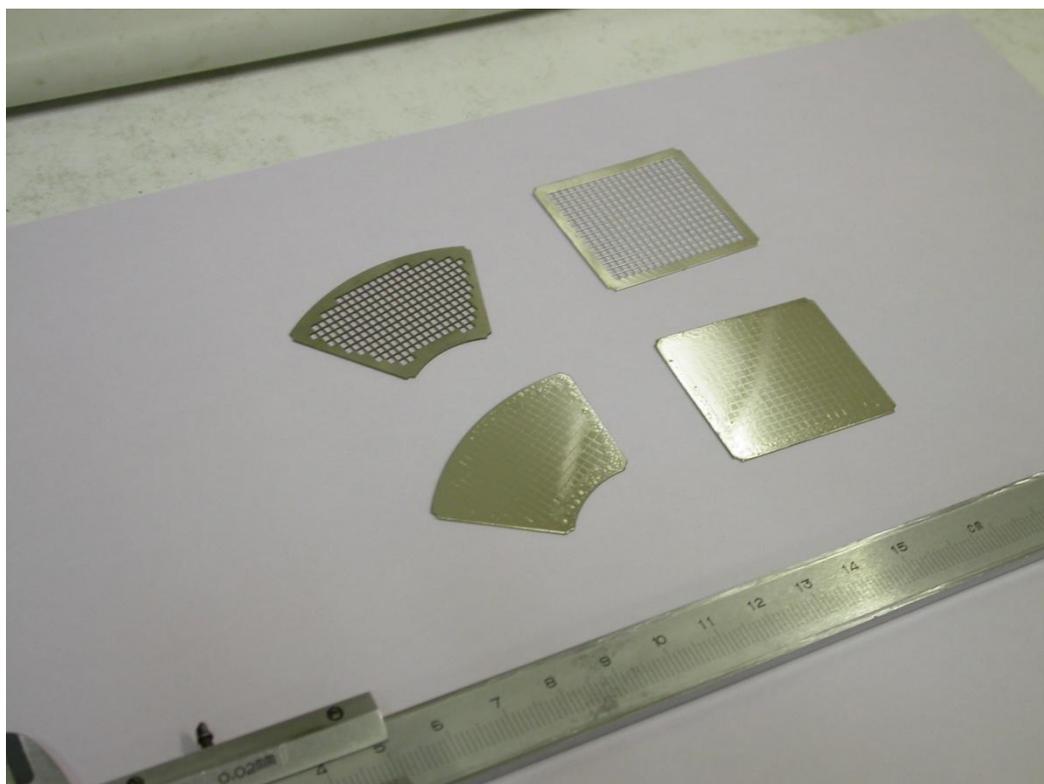


Рис. 3.2. Фотографии опорных металлических сеток (толщина 0.5 мм, размер квадратных ячеек сетки 1.8 мм × 1.8 мм, толщина перемычек – 0.18 мм, геометрическая прозрачность сеток - 81%) и готовых образцов Al/Si фильтров.

(Al-3.2нм/Si-1.4нм)*65 фильтр на сетке был промерен на стенде в ИФМ РАН (рефлектометр на базе монохроматора ЛНТ-30 и газоразрядного источника [78]) на длине волны 30.4 нм (см. рис. 3.3).

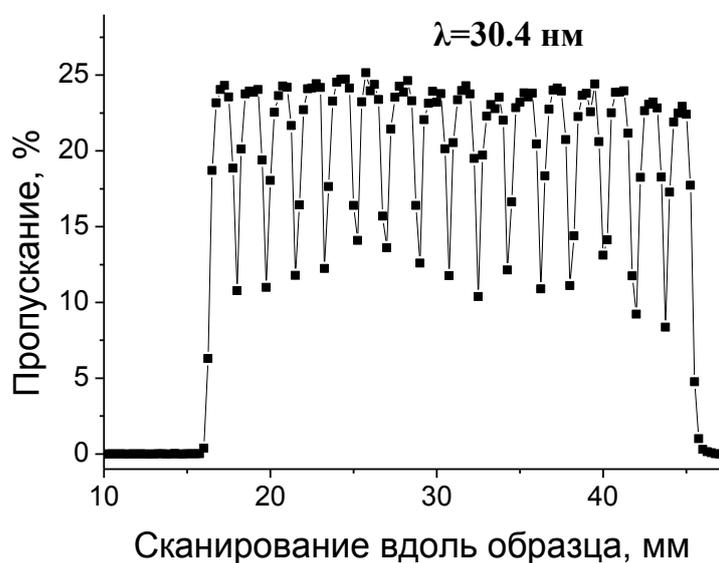


Рис. 3.3. Результат измерения прозрачности фильтра (Zr-2.8 нм/Si-1.4 нм)*50 на прямоугольной опорной сетке ($\lambda=30.4$ нм).

Среднее пропускание Al/Si фильтра с учётом сетки составило около 20% на длине волны 30.4 нм и более 30% на длине волны 17.1 нм. Пропускание Al/Si фильтра в видимом диапазоне составило менее 10^{-7} (эта величина – предел измерений на стенде с использованием He-Ne лазера).

Готовые образцы фильтров на опорных сетках испытывались перепадом давления. В качестве уплотнения образцов использовалось резиновое кольцо с отверстием \varnothing 16 мм. Испытание показало, что разрушение фильтра происходит при перепаде давления около 0.9 атмосферы (при этом разрушается группа ячеек, см. рис. 3.4).

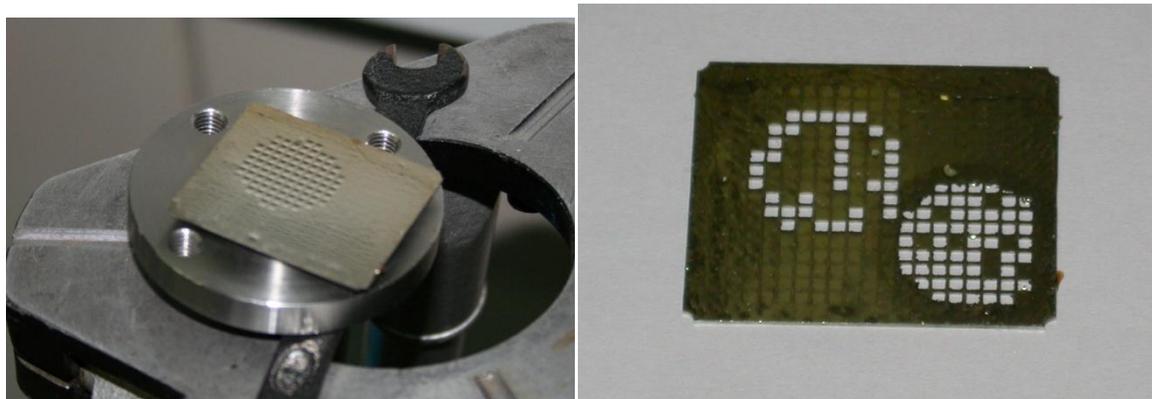


Рис. 3.4. Фотография Al/Si фильтра во время тестирования и после повреждения ячеек.

Фильтры детектора представляли собой плёнку, осаждённую магнетронным способом на чувствительную поверхность детектора (ПЗС матрицы с обратной засветкой (back-side illuminated CCD)). На детекторы каналов 17.1 и 30.4 нм напылялась плёнка Al толщиной 160 нм с Si-5 нм защитным слоем на поверхности. На детектор телескопа-коронографа ($\lambda=30.4$ нм) – дополнительно, на уже нанесённый на поверхность ПЗС-матрицы Al слой, через маску напылялся круг $\varnothing 5$ мм из Sc-36 нм, покрытого, для предотвращения окисления, слоем Si-5 нм. Непрозрачный на длине волны 30.4 нм скандий использовался для блокировки излучения солнечного диска.

Для защиты поверхности детектора от попадания пыли во время откачки вакуумной камеры (и напуска воздуха после окончания технологического процесса) использовалась заслонка в виде диска, располагавшаяся с небольшим зазором (< 1 мм) над рабочей поверхностью ПЗС матрицы и отодвигавшаяся электромотором на время напыления. Плёнка наносилась в два этапа (например, вначале 80 нм Al, затем, после извлечения ПЗС-матрицы из установки и чистки поверхности, ещё 80 нм) с целью уменьшения вероятности появления сквозных проколов (то есть если после удаления пылинок, изначально попавших на поверхность ПЗС матрицы, образовывались проколы в напылённой плёнке, то при втором напылении они зарастали).

3.3. Многослойные фильтры Zr/Si

К моменту начала исследования, уже имелся опыт по созданию Zr/Si многослойных свободновисящих фильтров. Zr/Si многослойные структуры, обладающие высокой прозрачностью на длинах волн за $L_{2,3}$ краем поглощения Si ($\lambda > 12.4$ нм) и высокой механической прочностью, были предложены в качестве тонкоплёночных фильтров для станков проекционной ЭУФ литографии на длине волны 13.5 нм (см. главу 4). В качестве фильтров для канала регистрации 13.2 нм было решено использовать Zr/Si структуры.

Структура Zr/Si фильтра была следующей: $d_{Zr}=2.8$ нм, $d_{Si}=1.4$ нм, N (число периодов) = 50. Толщина слоя Zr была выбрана в районе 3 нм исходя из предположения что, по аналогии с Mo/Si структурами [79], при таких толщинах слои циркония не кристаллизуются, что подтверждается картиной электронной дифракции (см. главу 4). Наличие кристаллических слоёв металла в многослойной структуре, как правило, приводит к росту внутренних напряжений в плёнке (что проявляется в том, что плёнка склонна к сворачиванию) и к её большей хрупкости (в процессе изготовления могут появляться трещины). Слои циркония прослаивались небольшими по толщине слоями кремния (большая доля кремния снижает блокирующее свойства фильтра, которое определяется в первую очередь содержанием металла). Общая толщина фильтра выбиралась такой, чтобы обеспечить подавление видимого излучения на уровне 10^{-6} . Измерение пропускания готовых Zr/Si фильтров на поддерживающей сетке (плёнка приклеивалась к прямоугольному сектору тем же способом, что и при изготовлении Al/Si фильтров), в ЭУФ диапазоне проводилось в ИФМ РАН с использованием рентгеновского спектрометра монохроматора РСМ-500 [80] (длина волны 13.6 нм, см. рис. 3.5), а образцов Zr/Si плёночных структур того же состава, но двух разных толщин (N=50 и N=55), - на синхротронном источнике National Synchrotron Radiation Laboratory (NSRL; Хэфей, КНР) в диапазоне 5-25 нм [81]. Пропускание на длине волны 13.6 нм образцов (N=50) без сетки составило около 43%, образцов на сетке – 33% (усреднённое значение).

Измерение пропускания фильтра в видимом свете, выполненное в ИФМ РАН с использованием He-Ne лазера ($\lambda=633$ нм) и в ФИАН с использованием галогенного источника, дали похожие значения $(1-2)\times 10^{-6}$.

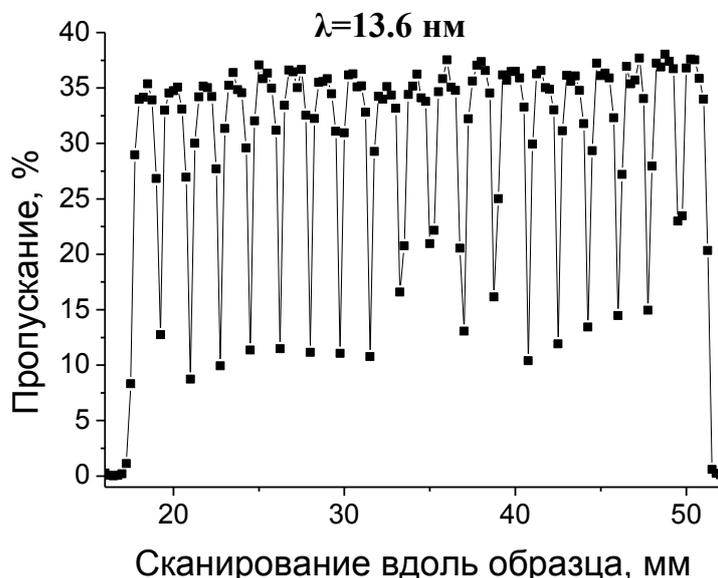


Рис. 3.5. Результат измерения прозрачности фильтра (Zr-2.8 нм/Si-1.4 нм)*50 на прямоугольной опорной сетке ($\lambda=13.6$ нм).

Испытания перепадом давления показали, что Zr/Si структура обладает существенно большей прочностью, чем Al/Si структура (на отверстиях $\varnothing 5$ мм $\Delta p_{\text{среднее}}=0.50$ атм для (Zr-2.8нм/Si-1.4нм)*55 плёнки и $\Delta p_{\text{среднее}}=0.16$ атм для (Al-3.2нм/Si-1.4нм)*70 плёнки). Результаты испытаний Zr/Si фильтра (приклеенного к опорной поддерживающей сетке) подтвердили это: образец выдержал перепад давления в 1 атмосферу на отверстиях $\varnothing =16$ мм.

Был изготовлен комплект входных полётных Zr/Si фильтров на поддерживающих сетках в количестве 18 штук. В качестве фильтра детектора использовалась плёнка (Zr-2.8 нм/Si-1.4 нм)*50, напылённая на поверхность ПЗС матрицы.

3.4. Пропускание системы фильтров (входных фильтров и фильтров детекторов) для телескопов обсерватории ТЕСИС

Изготовленные образцы Al/Si и Zr/Si фильтров успешно прошли предполётные испытания и выдержали запуск ракеты.

Отказ от использования поддерживающих мембран (прочности конструкции “многослойная плёнка, приклеенной к поддерживающей сетке”, оказалось достаточно, чтобы выдержать старт ракеты), использование в канале регистрации на длине волны 13.2 нм менее поглощающего Zr вместо Al и то, что фильтр детектора был выполнен в виде плёнки, напылённой на поверхность ПЗС матрицы, позволило существенно увеличить пропускание всей системы фильтров по сравнению с предыдущими экспериментами КОРОНАС (табл. 3.2).

Таблица 3.2. Приведены оценочные величины коэффициентов пропускания системы “входные фильтры + фильтры детекторов”, использовавшейся в телескопах ТЕРЕК-К проекта КОРОНАС-И (1994 г.) и телескопах ТЕСИС проекта КОРОНАС-ФОТОН (2009 г.) для трёх каналов регистрации. Указан состав фильтров телескопов ТЕРЕК-К, аналогичный состав фильтров с улучшенными параметрами трековых мембран использовался в проекте КОРОНАС-Ф (2001-2005 г.).

Канал, длина волны	Входной фильтр (+сетка T=68%)	Фильтр детектора	Пропускание системы фильтров ТРЕК-К	Пропускание системы фильтров ТЕСИС
13.2 нм	Formvar-140 нм, Al-20 нм	SiC-30 нм, Mo-5 нм, Al-35нм +	~ 0.3%	~ 13%
17.5 нм	Formvar-140 нм, Al-20 нм	трековая мембрана	~ 2%	~ 11%
30.4 нм	Al-150 нм	(T=22%)	~0.5%	~ 8%

3.5. Al/Si фильтры на поддерживающих сетках с шагом 5 мм для ракетного эксперимента Hi-C (NASA)

Как уже отмечалось, дифракция излучения на поддерживающей сетке входного фильтра приводит к искажению изображения. При увеличении размера ячейки поддерживающей сетки интенсивность дифракционных пиков снижается (отношение интенсивностей дифракции в первом порядке к нулевому для одномерной решётки равна $I_1/I_0 \approx \left(\frac{w}{d}\right)^2$, $w/d \ll 1$, где d - период решётки, w - ширина перемычек), однако, при этом уменьшается и прочность входного фильтра. Для будущих космических экспериментов важно определить максимально допустимый размер ячеек опорной поддерживающей сетки. Были изготовлены образцы (Al-2.7нм/Si-2.0нм)*65 фильтра, натянутые и приклеенные к кольцам с диаметром отверстия 5, 12 и 20 мм, и испытаны на вибростенде, имитирующим условия в ракете при старте. Частота вибраций составляла 4 Гц - 20 кГц, величина ускорения - 0.5-10g. Все образцы успешно (без повреждений) прошли испытания.

Для ракетного эксперимента Hi-C (The High resolution Coronal imager [82]), разработанного в NASA, по наблюдению короны Солнца на длине волны 19.3 нм (линия излучения FeXII, $T \approx 1.5$ МК) со сверхвысоким разрешением, были изготовлены Al/Si фильтры на поддерживающих сетках. Входной фильтр представлял собой Al/Si плёнку, приклеенную эпоксидным клеем к четырем кольцевым секторам с квадратной сеткой (размер ячейки сетки 5 мм, ширины перемычек 0.15 и 0.8 мм, рис. 3.6).

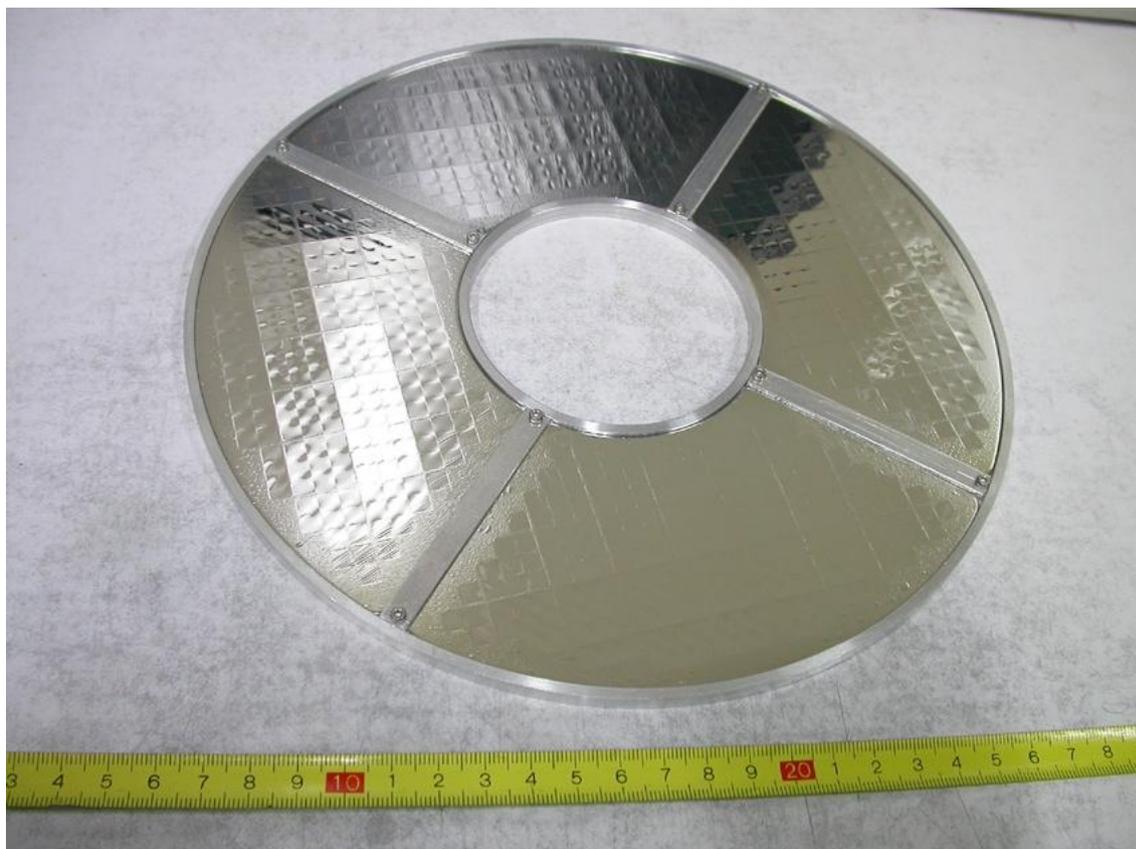


Рис. 3.6. Фотография входного $(\text{Al-}2.85\text{нм}/\text{Si-}2.05\text{нм}) * 55.5$ фильтра, применявшегося в ракетном эксперименте Ni-C.

Структура фильтра была изменена (по сравнению с использовавшейся ранее) в сторону увеличения содержания Si и уменьшения Al в периоде: $d_{\text{Al}}=2.85$ нм, $d_{\text{Si}}=2.05$ нм, $N=55.5$ (55 периодов и дополнительно слой кремния). Увеличение толщины Si было вызвано технологическими соображениями, связанными с необходимостью получать большие по площади свободновисящие Al/Si плёнки (что в свою очередь вызвано большим размером кольцевых секторов: внутренний радиус 42 мм, внешний 111 мм). Суммарная толщина Al/Si плёнки также была уменьшена с целью увеличения пропускания фильтра.

Измерений пропускания на рабочей длине волны 19.3 нм готового фильтра проведено не было, но, исходя из вида теоретической кривой спектра пропускания, можно предположить, что оно составляет около 49%, то есть ровно столько же, сколько и на длине волны 17.1 нм (см. рис. 3.7). Коэффициенты пропускания на длинах волн 30.4 и 58.4 нм составили соответственно 27 и 4.4%.

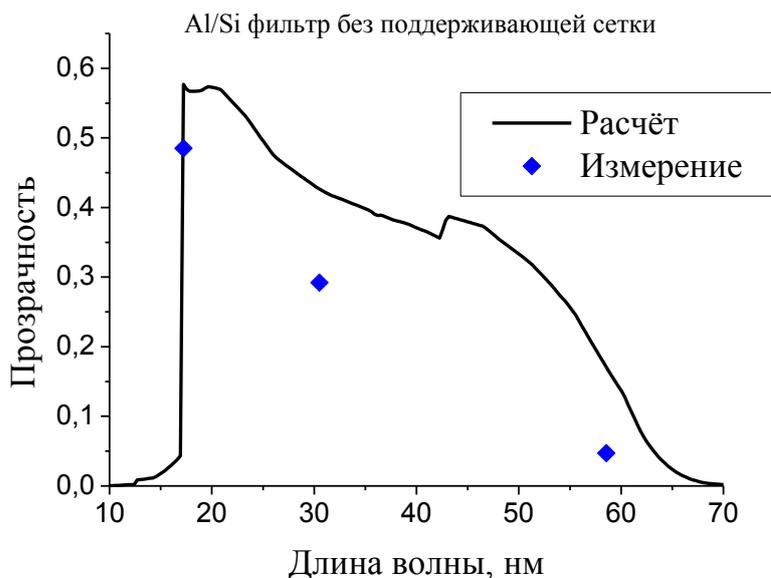


Рис. 3.7. Расчётная кривая спектра пропускания Si-2.05 нм, (Al-2.85нм/Si-2.05нм)*55 фильтра, ромбами показаны измеренные значения пропускания на длинах волн 17.1, 30.4 и 58.4 нм.

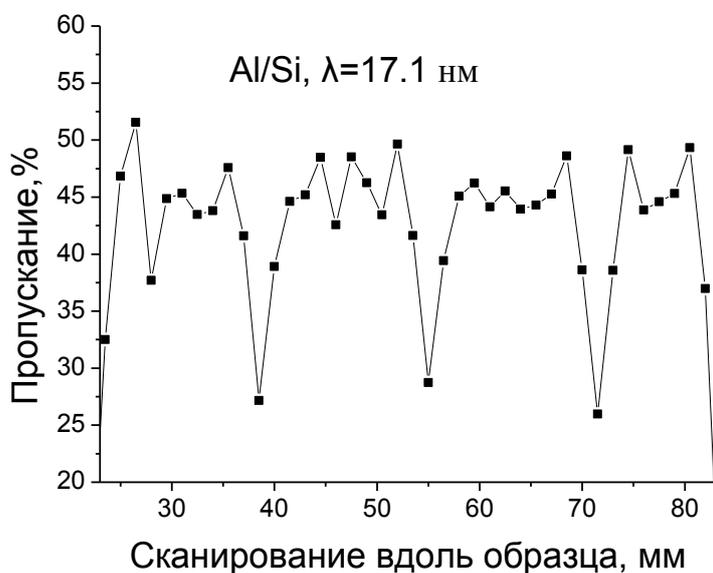


Рис. 3.8. Измеренное пропускание Si-2.05нм, (Al-2.85нм/Si-2.05нм)*55 фильтра на сетке на длине волны 17.1 нм.

Пропускание Al/Si фильтра на сетке Ø70 мм было измерено на длине волны 17.1 нм с использованием спектрометра-монохроматора РСМ-500 (см. рис. 3.8). Глубокие провалы соответствуют широким (0.8 мм) перемычкам (размер падающего пучка 1.6×2.5 мм). Коэффициент пропускания фильтра (с учётом

сетки) составил около 43% на длине волны 17.1 нм. Блокировка видимого света определялась в основном проколами (например, на круглом фильтре детектора диаметром 70 мм было обнаружено всего 2 прокола с размером около 1 мкм) и составляла величину $\sim 3 \cdot 10^{-8}$.

3.6. Многослойные фильтры на основе Mg

3.6.1. Mg/Al фильтр на длину волны 58.4 нм

Для будущих отечественных космических проектов по наблюдению Солнца в ЭУФ диапазоне ("Арка", "Кортес", "Интергелиозонд" [83-85]) требуется разработка фильтров с лучшими характеристиками. Так для проекта "АРКА" для получения сверхвысокого изображения солнечной короны требуются фильтры с возможно высоким пропусканием и сеткой с шагом 20 нм. Особенностью проекта "Кортес" в том, что предполагается наличие в телескопе канала регистрации на длине волны 58.4 нм (линия излучения HeI, $T \approx 0.02$ МК). На этой длине волны Si имеет уже высокое поглощение и поэтому рассматриваются другие альтернативные материалы, например, менее поглощающий магний. Для проекта "Интергелиозонд", в котором планируется наблюдение Солнца не с околоземной орбиты как в проектах "Арка" и "Кортес", а на околосолнечной орбите (проходящей в перигее на расстояниях от Солнца меньшем, чем расстояние от Солнца до Меркурия), входные фильтры будут испытывать большие тепловые нагрузки, поэтому важной характеристикой фильтра становится его термическая стойкость.

Для будущих космических проектов ("АРКА", "Кортес") изучена возможность создания тонкоплёночных фильтров (на основе Mg), обладающих высоким пропусканием в диапазоне $25 \text{ нм} \leq \lambda \leq 100 \text{ нм}$. В этом диапазоне менее поглощающим веществом, чем Al и Si, является Mg (см. рис. 3.9).

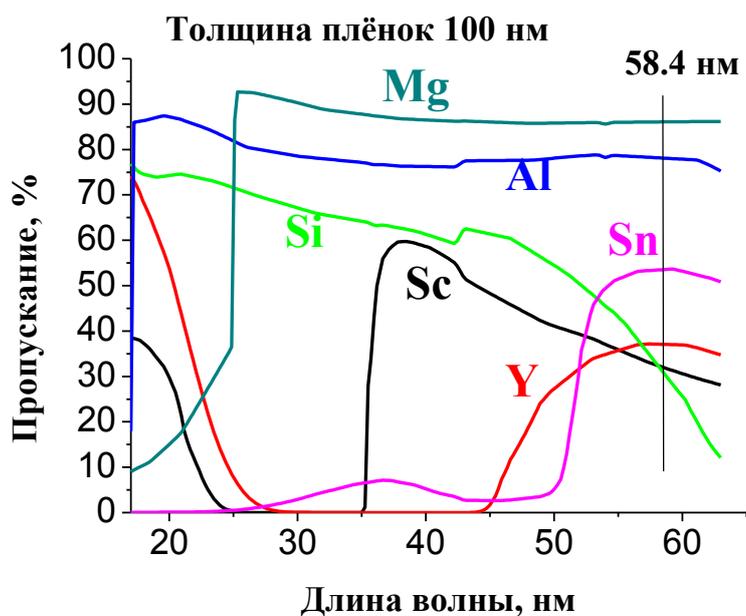


Рис. 3.9. Расчётные кривые пропускания наиболее прозрачных на длине волны 58.4 нм материалов в виде плёнок толщиной 100 нм.

L край поглощения Mg находится в районе 25 нм и, начиная с этой длины волны, магний имеет высокое пропускание, монотонно убывающее вплоть до 80 нм, после чего происходит более резкий спад.

Ключевой особенностью диапазона 25-100 нм является высокое поглощение примесей, в первую очередь углерода и кислорода. Особенно сильно влияние окислов на пропускание в районе 60 нм (см рис. 3.10).

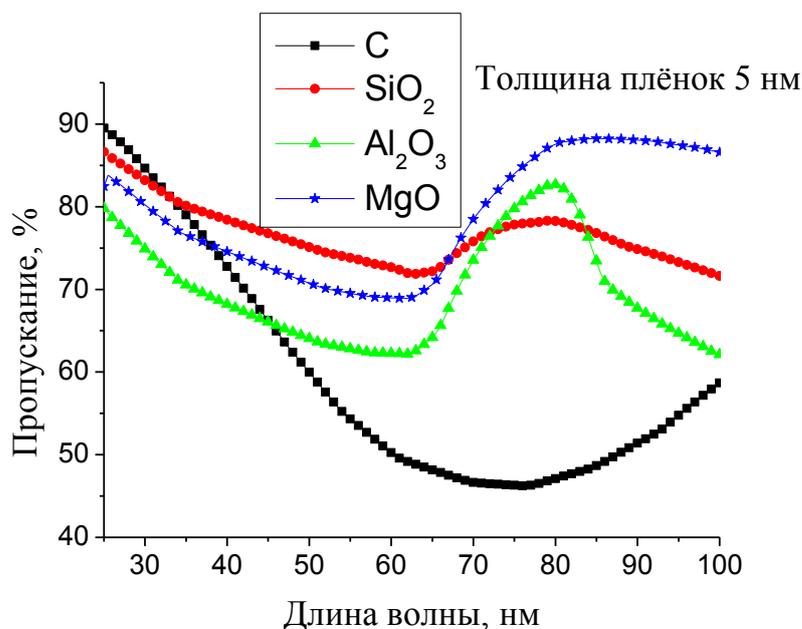


Рис. 3.10. Расчётные кривые пропускания (по данным CXRO [69]) оксидных плёнок кремния, алюминия и магния, а также слоя углерода толщинами 5 нм.

Наличием естественного поверхностного окисла кремния на поверхностях и некоторого количества примесей внутри структуры Al/Si фильтра объясняется столь существенное отличие расчетного коэффициента пропускания использовавшегося в ракетном эксперименте Ni-C Al/Si фильтра ($T(\lambda=58.4 \text{ нм}) = 17\%$) от измеренного ($T(\lambda=58.4 \text{ нм}) = 4.4\%$) (см. рис. 3.7). Пропускание Al/Si фильтра можно увеличить за счёт уменьшения толщины плёнки, так как есть “запас” по подавлению видимого и ИК излучения. Например, пропускание фильтра Si-2.05 нм,(Al-2.85нм/Si-2.05нм)*55 составляет $T(\lambda=58.4 \text{ нм}) = 5.5\%$ при $T(\lambda=633 \text{ нм}) < 10^{-7}$. Если уменьшить количество периодов до 28, то пропускание составит $T(\lambda=58.4 \text{ нм}) = 11.7\%$ при $T(\lambda=633 \text{ нм}) = 10^{-6}$. Однако вследствие уменьшения толщины плёнки, существенно уменьшится прочность фильтра. Замена Si менее поглощающим Mg в Al/Si структуре, позволяет, по крайней мере теоретически, увеличить пропускание фильтра и улучшить его блокирующие свойства при сохранении толщины.

Магний активный металл и изготовить плёнку, содержащую Mg, с использованием металлического подслоя невозможно. Использование подслоя из полистирола позволяет изготовить небольшие образцы Mg/Al фильтров, однако

из-за неполного удаления следов полистирола, наблюдается существенное снижение пропускание структуры (см. главу 2).

Используя метод напыления на поддерживающую свободновисящую плёнку, в качестве которой использовалась Al/Si многослойная плёнка, были изготовлены тестовые образцы Mg/Al и Al/Sc фильтров на отверстиях Ø14 мм. Al/Sc многослойный фильтр может использоваться, при сравнительно высоком пропускании на рабочей длине 58.4 нм, для подавления излучения на длине волны 30.4 нм, интенсивной линии излучения Солнца (HeII), которая может попадать во второй порядок отражения от рентгеновских зеркал телескопа. Измеренные коэффициенты пропускания фильтров (на рефлектометре с использованием монохроматора ЛНТ-30) на длинах волн 30.4 нм и 58.4 нм, а также пропускание некоторых образцов на длине 58.4 нм примерно через год, представлены в таблице 3.3. Пропускание в видимом свете для всех структур было меньше чем 10^{-7} . За счёт использования магния удалось достичь величины пропускания фильтров в 15 % на длине волны 58.4 нм. Как видно, проведя год на открытом воздухе, пропускание образцов существенно снизилось. По всей видимости, это результат окисления магния внутри плёнки. Даже наличие Al/Si слоёв с обеих сторон фильтра не предотвращает уменьшение пропускания. Таким образом, фильтры на основе Mg оказались нестабильны при хранении на открытом воздухе. Отметим, что пропускание Al/Sc фильтра на длине волны 58.4 нм упало не столь значительно и такая комбинация материалов может использоваться в случае, если требуется подавить длину волны 30.4 нм.

Таблица 3.3. Измеренные значения пропускания многослойных Mg-содержащих фильтров на длинах волн 30.4 и 58.4 нм. Половинка в периоде означает, что имеется дополнительный слой второго (в скобках) материала.

Структура, нм	T(30.4 нм), %	T(58.4 нм), %	T(58.4 нм), % через 1 год)
---------------	---------------	---------------	----------------------------

(Sc-1/Al-3)*40.5, (Al-3/Si-2.4)*9.5	0.066	7.1	5.4
(Mg-4.7/Al-2)*30.5, (Al-3/Si-2.4)*9.5	41	12.2	-
(Mg-4.7/Al-2)*30.5, (Al-3/Si-2.4)*5.5	45	15.3	0
(Al-3/Si-2.4)*5.5, (Mg-4.7/Al-2)*25.5, (Al-3/Si-2.4)*5.5	43.8	15	7.6

3.6.2. Особенности метода напыления на свободновисящую плёнку

В отличие от случая магнетронного напыления на массивную подложку, влияние возникающих при магнетронном напылении на свободновисящую плёнку внутренних напряжений в растущей плёнке более существенно. Это создаёт дополнительные трудности при изготовлении таким способом плёнок большой площади.

Рассмотрим возникающие в процессе изготовления фильтра проблемы более подробно. Напомним, что основная цель – создать натянутый в ячейках поддерживающей сетки Mg/Al или Al/Sc фильтр. Стандартные поддерживающие сетки имеют размер порядка 70 мм в диаметре (или больше), мы будем ориентироваться на этот размер. Имеются два варианта последовательности технологических операций. Можно вначале приклеить натянутую на отверстия Ø80 мм (размеры отверстия должны быть больше размера опорной сетки, то есть сетка должна вписываться в отверстие) по периметру рамки Al/Si плёнку к поддерживающей сетке, а уже затем в магнетронной установке напылить поверх Al/Si структуры Mg/Al (или Al/Sc) многослойную структуру. Однако в процессе

напыления изначально натянутая в ячейках сетки Al/Si плёнка, под действием возникающих в процессе напыления Mg/Al (или Al/Sc) структуры внутренних напряжений, становится морщинистой, что, снижает прочность фильтра.

Второй способ – на выловленную на кремниевую рамку с отверстием Ø80 мм тонкую (толщиной 25 - 50 нм) свободновисящую Al/Si плёнку напылить сверху Mg/Al (или Al/Sc) структуру, затем натянуть полученную плёночную структуру по периметру рамки и приклеить к поддерживающей сетке. Такой способ встречает ещё больше сложностей. Во-первых, свободновисящую на отверстию Ø80 мм тонкую Al/Si плёнку необходимо поместить в вакуумную камеру. Тонкая плёнка очень хрупка и после вылавливания на рамку имеет большую «парусность», поэтому чтобы снизить вероятность повреждения плёнки при транспортировке, желательно либо предварительно её натянуть по периметру и (либо) заранее укрепить, нанеся на поверхность упрочняющий слой (например, слой полистирола). В процессе магнетронного напыления на Al/Si свободновисящую плёнку в растущей структуре возникают внутренние напряжения, которые могут стать причиной её разрушения. При прохождении свободновисящей плёнки над магнетроном, плёнка испытывает воздействие потока падающего вещества, в результате чего плёнка выгибается. Механическое воздействие осаждающего вещества и рост внутренних напряжений приводит к тому, что плёнка без укрепляющего слоя полистирола, при некотором очередном прохождении над магнетроном рвётся. Если плёнка укреплена слоем полистирола, то она выдерживает процесс магнетронного напыления и последующего натягивания по периметру рамки и приклейки к поддерживающей сетке. Однако на последнем этапе, в процессе удаления упрочняющего слоя полистирола, плёнка в ячейках натягивается, перетягивается и рвётся. Вероятная причина такого поведения – высокий коэффициент термического расширения полистирола (по сравнению с таковым для материала фильтра), что является причиной возникновения растягивающих термических напряжений в растущей плёнке при прохождении структуры над магнетроном (поток осаждаемого вещества нагревает плёнку с полистироловым слоем). В процессе постепенного

удаления слоя полистирола в плёнке происходит релаксация растягивающих напряжений, в результате чего плёнка перетягивается и рвётся (см. рис. 3.11).

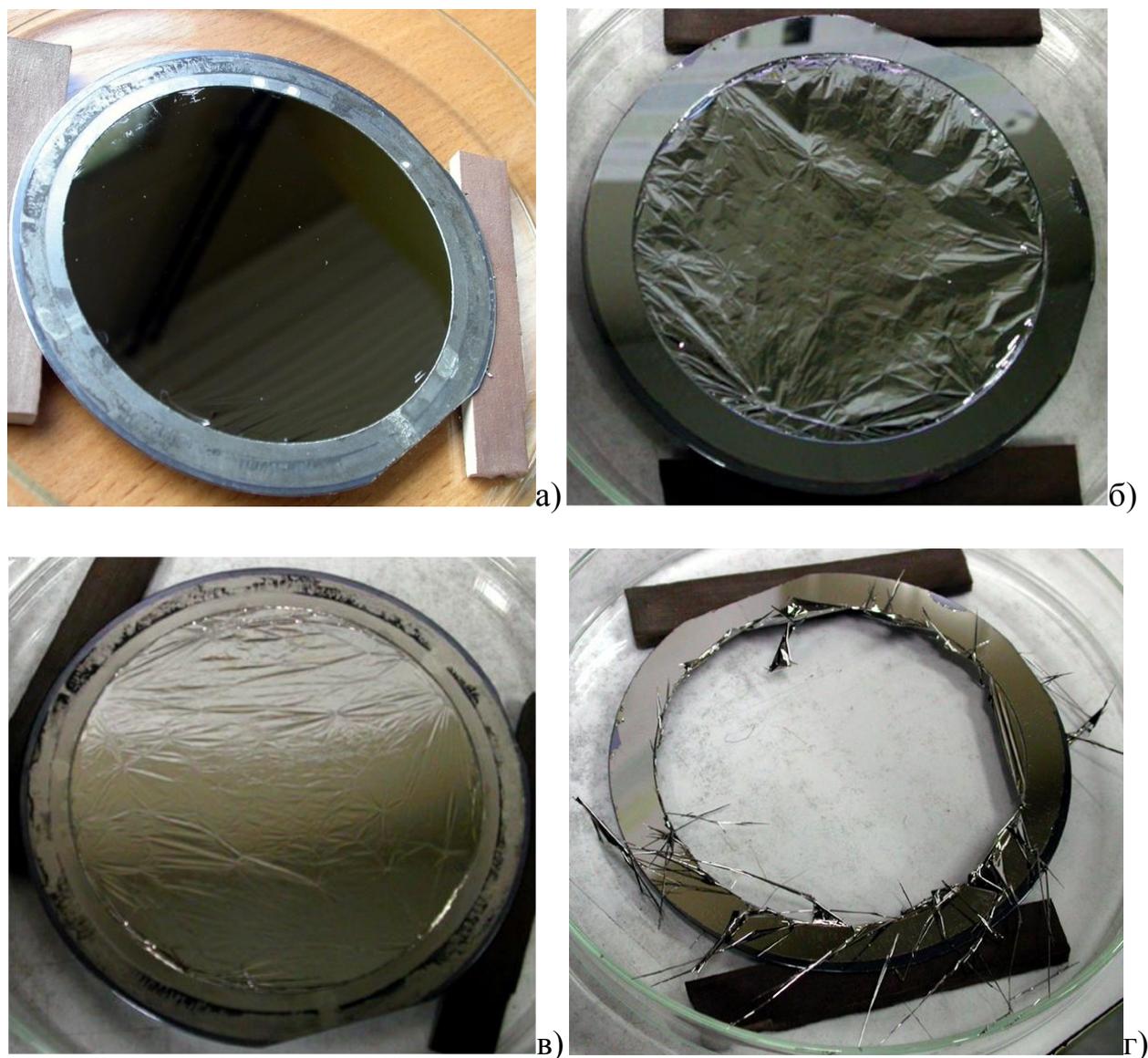


Рис. 3.11. Этапы изготовления (Mg/Al),(Al/Si) фильтра. На изначально натянутую по контуру кремниевой рамки с отверстием $\text{Ø}80$ мм $(\text{Al}-3\text{нм}/\text{Si}-2.4\text{нм})^*9.5$ структуру с упрочняющим слоем полистирола (а) напыляется Mg/Al структура, в результате чего плёнка становится мятой (б). После подтягивания по контуру (в) образец помещался под УФ излучение с целью удалить слой полистирола. В процессе облучения плёнка натягивалась и разрывалась (г).

3.7. Изучение термической стабильности многослойных фильтров Al/Si

Все действующие (в том числе и завершившие свою работу) космические обсерватории, проводящие наблюдения за Солнцем в ЭУФ диапазоне, находятся на космических аппаратах, вращающихся по околоземным орбитам. В настоящее время разрабатываются проекты по наблюдению за солнечной короной с более близких расстояний ("Solar Orbiter" [86], "Интергелиозонд" [87]). Предполагается, что орбита таких миссий в перигелии будет пролегать на расстоянии 60 солнечных радиусов ($R = 695500$ км). Воспользовавшись уже действующими ЭУФ телескопами на таком расстоянии можно получать изображение короны Солнца с более высоким пространственным разрешением (в 5 раз), кроме того, наблюдения с близких к Солнцу расстояний, особенно вне эклиптики, интересны с точки зрения более глубокого понимания механизмов образования солнечных вспышек и корональных выбросов [87]. Основная проблема с такими миссиями – это гораздо более сильное воздействие солнечного ветра и солнечного излучения на аппаратуру. Так на входной фильтр на расстоянии 60 солнечных радиусов будет падать солнечное излучение с плотностью мощности 1.75 Вт/см², что вызовет существенный его нагрев (если предположить, что 25-50% излучения поглотится, то температура фильтра составит (учитывается только охлаждение за счёт излучения) величину порядка 350 - 450°C. Поэтому необходимо найти оптимальные с точки зрения термостойкости и оптических характеристик материалы и структуру фильтра и определить предельно возможные тепловые и радиационные нагрузки, которые фильтр данного состава может выдержать в течение всей миссии.

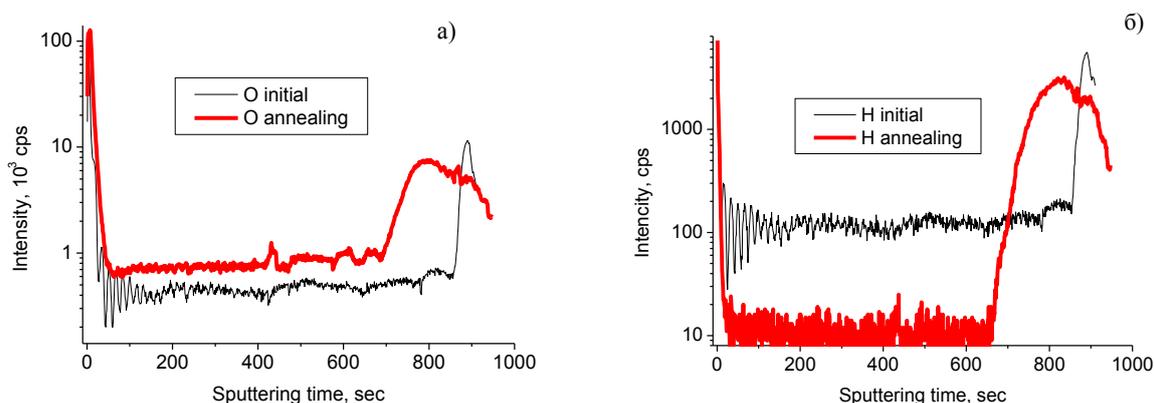
Предполагается, что в телескопе ТРЕК проекта "Интергелиозонд" будут каналы регистрации солнечного излучения на длинах волн 17.1 и 30.4 нм [87]. Для этих каналов наиболее подходящим по оптическим свойствам является Al/Si фильтр. Фильтры на основе Zr, Mo и Si, также могут рассматриваться в качестве кандидатов фильтров для канала 17.1 нм, уступая Al/Si структурам по оптическим характеристикам, но выигрывая по термической стойкости (см. главу 4).

В диссертационной работе изучалась термическая стойкость Al/Si фильтров. Были проведены следующие эксперименты. Выловленные на рамку с отверстием Al/Si фильтры помещались на поверхность нагревателя, располагавшегося внутри вакуумной камеры (давление остаточных газов в камере составляло 10^{-6} Торр). Структура фильтра была следующей: Si-1.8 нм,(Al-3.25нм/Si-1.8нм)*55, до и после отжига измерялось пропускание плёнки на длине волны 17.1 нм. Результаты измерений приведены в таблице. 3.4 Видно, что уже при непродолжительном отжиге при 100°C происходит существенное падение пропускания в ЭУФ диапазоне. Но при этом блокирующие свойства фильтра остаются на высоком уровне (лучше, чем 10^6 на длине волны 633 нм). Образец, отжигавшийся при 400°C, имеет существенное просветление в видимом диапазоне (табл. 3.4).

Таблица. 3.4. Измеренные коэффициенты пропускания Si-1.8 нм,(Al-3.25нм/Si-1.8нм)*55 структур до и после отжига.

Время, температура	6 часов 100°C	7 часов 150°C	4.5 часов 400°C
$T_{\text{исходная}} (\lambda=17.1 \text{ нм}), \%$	48±1		
$T_{\text{anneal}}(\lambda=17.1 \text{ нм}), \%$	36.5±1.5	33±1	25±1
$T_{\text{anneal}}(633 \text{ нм}), \%$	$<10^{-5}$		0.5

Был проведён ВИМС анализ образца Al/Si фильтра, отжигавшегося при температуре 400°C (см. рис. 3.12).



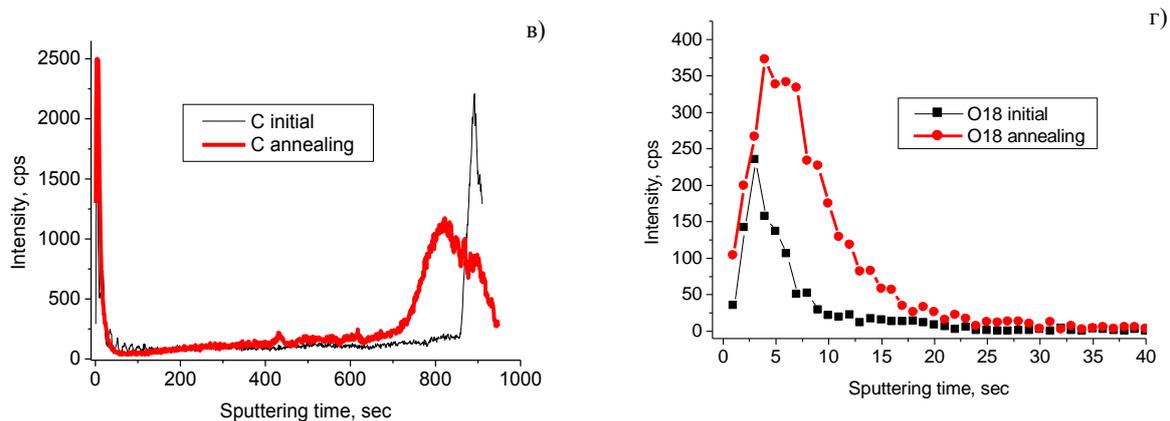


Рис. 3.12. По данным ВИМС распределение кислорода (а), водорода (б) и углерода (в) и изотопа кислорода O^{18} (г) по глубине (Al-3.25нм/Si-1.8нм)*55.5 фильтра до и после отжига при $T=380 - 400^{\circ}C$ в течение 4.5 часов.

Отметим, что резкий рост содержания кислорода, углерода и водорода у одного из края отожженного образца связан, по-видимому, с загрязнением слоем углеводорода (вероятно, парафина), попавшего на поверхность плёнки либо с рамки, либо с поверхности вакуумной печи (слой располагается на той стороне плёнки, которая была обращена к поверхности печи). Данные, полученные методом ВИМС, указывают на то, что основной причиной деградаций свойств Al/Si фильтра является его окисление и перемешивание слоёв. *(Пояснение. На рисунках видно, что по мере увеличения времени травления амплитуда модуляция периода примесей в исходной Al/Si структуре падает. Это связано с падением разрешения, вызванного ростом шероховатости плёнки по мере травления кратера.)*

Были проведены термические испытания Al/Si фильтров в высоком вакууме $(1 - 5) \cdot 10^{-8}$ торр при температуре около $190^{\circ}C$. Пропускание образца Si-1.9нм (Al-3.1нм/Si-1.9нм)*37 после токового отжига в течение 24 часов при плотности поглощённой мощности $q=0.1$ Вт/см² ($T \sim 190^{\circ}C$) на длине волны 17.1 нм уменьшилось с 63% до 46.5 %, прозрачность на длине волны $\lambda = 0.633$ мкм

выросла до $4.6 \cdot 10^{-5}$ (исходное пропускание лучше, чем 10^{-7}). При этом изначально "мятый" образец в процессе нагрева натянулся (см. рис. 3.13).

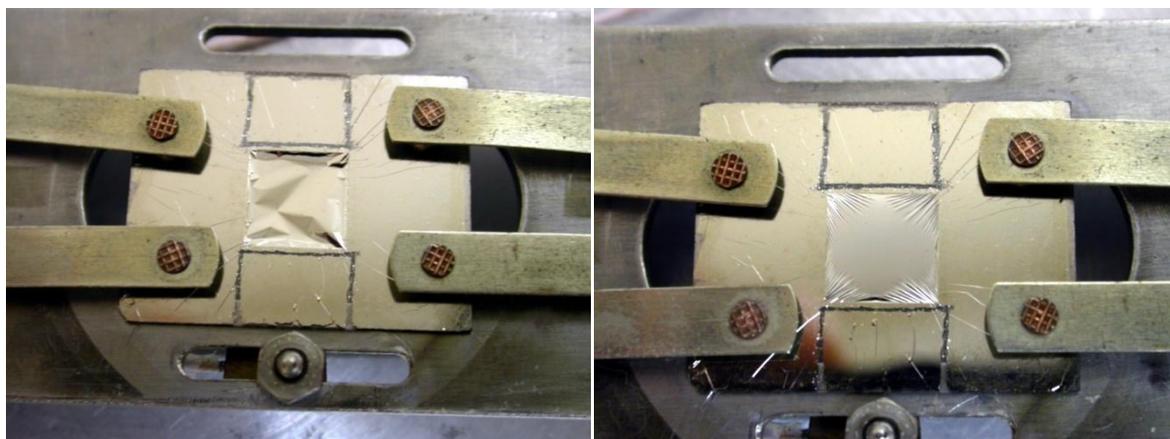


Рис. 3.13. Фотография Si-1.9,(Al-3.1нм/Si-1.9нм)*37 образца до (слева) и после (справа) токового отжига при $T \sim 190^\circ\text{C}$ в течение 24 часов.

Процесс натяжения наблюдается уже при температуре $140-150^\circ\text{C}$ ($q=0.05$ Вт/см²). Причина натяжения Al/Si структур при нагреве, вероятно, связана с индуцированной кристаллизацией Si (в присутствии слоёв металла, температура кристаллизации кремния может быть существенно ниже, чем в случае одиночного слоя) [88].

Таким образом, при вакуумном нагреве до температур выше 100°C , начинает происходить деградация свойств Al/Si фильтров. Поэтому при эксплуатации в телескопах ТРЕК необходимо использовать либо термически более стойкие фильтры, либо дополнительные системы для уменьшения тепловых нагрузок на Al/Si фильтры (мелкоячеистая сетка, радиаторы, дополнительные фильтры).

Глава 4. Термически стойкие фильтры для проекционной ЭУФ литографии

4.1. Требования, предъявляемые к фильтрам для установок проекционной литографии на длине волны 13.5 нм

Тонкие плёнки могут использоваться в качестве абсорбционных фильтров в установках проекционной ЭУФ литографии. Необходимость фильтрации излучения вне рабочей полосы (рабочая полоса определяется как $\pm 1\%$ от 13.5 нм) связана с тем, что вследствие относительно низкого (единицы процентов) коэффициента конверсии существующих лазерно-плазменных и газоразрядных источников излучения [89] большая часть мощности излучения источника приходится на длинноволновое ($\lambda > 13.5$ нм) излучение. Это фоновое излучение, отражаясь от коллектора и попадая в оптическую систему сканера, вызывает нагрев зеркал и дополнительную засветку фоторезиста, что отрицательно сказывается на величине достигаемого разрешения [90]. Установка абсорбционного фильтра после коллектора может существенно уменьшить тепловую нагрузку на оптические элементы литографической установки и снизить до приемлемого уровня интенсивность длинноволнового излучения, к которому чувствителен фоторезист (110 – 400 нм [91]). Поглощая падающее излучение (*оценки показывают, что при мощности ЭУФ излучения 250 Вт в промежуточном фокусе (после коллектора), поглощённая фильтром диаметром 180 мм плотность мощности превысит 4.5 Вт/см^2*), тонкоплёночный фильтр из-за отсутствия эффективного охлаждения может сильно нагреваться (охлаждение происходит в основном за счёт теплового излучения плёнки). Наличие в остаточной атмосфере сканера (литографа) углеводородов, кислорода, паров воды при высоких температурах ведёт к деградации оптических свойств фильтра. По спецификации, предъявляемой компанией ASML, крупнейшего производителя литографического оборудования, время эксплуатации фильтра составляет ~ 2000 часов. Поэтому важно определить те предельные тепловые нагрузки, которые

способен выдержать фильтр в течение этого периода времени без существенных изменений оптических свойств. Помимо высокой термической стойкости, фильтр должен иметь высокое пропускание (более 70%) на рабочей длине волны 13.5 нм (табл. 4.1).

Таблица 4.1. Основные оптические требования к фильтру.

Оптические	
Пропускание $\lambda=13.5$ нм ($\pm 1\%$)	$\geq 70\%$
Пропускание $\lambda=110 - 400$ нм	$\leq 5\%$
Пропускание $\lambda=10,6$ мкм	$\leq 0,8\%$
Равномерность пропускания $\lambda=13.5$ нм	$\leq 0,2$ %/мм

Это требование накладывает ограничения на возможный выбор состава фильтров, так как только наиболее прозрачные на этой длине волны материалы могут обеспечить прочность плёнок, достаточную для их изготовления и применения. Кроме того, в соответствии со спецификацией, степень подавления длинноволнового излучения (не менее чем в 20 раз в диапазоне 110-400 нм и не менее чем в 100 раз при $\lambda=10.6$ мкм) ещё больше ограничивает выбор подходящих материалов.

4.2. Изучение термической стабильности фильтров Zr/Si

4.2.1. Термостойкость Zr/Si структур при токовом нагреве в вакууме

Первые долговременные термические испытания проводились с многослойными Zr/Si фильтрами. Zr и Si являются одними из наиболее прозрачных веществ (имеют наименьший коэффициент поглощения) для излучения на длине волны 13.5 нм (см. рис. 4.1), а их композиция - достаточно технологичной с точки зрения изготовления тонких плёнок.

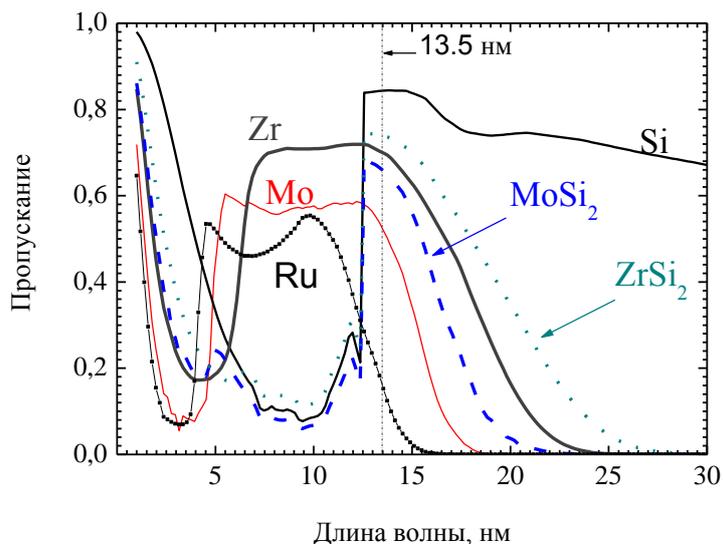


Рис. 4.1. Расчётный спектр пропускания однородных плёнок Si, Zr, Mo, Ru и силицидов металлов толщиной 100 нм. Расчёт проводился с использованием оптических констант, взятых из базы данных на сайте [69].

Параметры многослойной структуры, определённые методом малоугловой рентгеновской дифракции, были следующие: толщина слоёв $d_{\text{Zr}}=1.6$ нм, $d_{\text{Si}}=0.6$ нм, число слоёв $N=25$. Zr/Si плёнка была выловлена на тонкую кварцевую подложку с квадратным сквозным отверстием 9×9 мм². После измерения пропускания плёнки на двухзеркальном рефлектometре на длине волны 13.5 нм, а также на длине волны 0.633 мкм (на стенде, состоящем из гелий-неонового лазера, фотодетектора ФД-9), образец был помещён в вакуумную камеру и проводился вакуумный отжиг ($p \sim 1 \times 10^{-8}$ торр) плёнки в течение $t = 57$ суток (~ 1370 часов) при плотности мощности, выделяемой в плёнке, равной $q=0.5$ Вт/см². Во время отжига измерялось *in situ* сопротивление плёнки (см. рис. 4.2). При увеличении (в процессе нагрева) поглощённой мощности, сопротивление образца уменьшается, что указывает на неметаллический характер проводимости. В процессе отжига (при постоянной поглощённой мощности) происходит необратимый рост сопротивления (сопротивление исходного образца при комнатной температуре составляло 57.7 Ом, а отожжённого – 61.5 Ом), что свидетельствует о структурных изменениях в плёнке. Изменения подтверждаются

результатами измерений пропускания отожжённой плёнки на длинах волн 13.5 нм и 0.633 мкм и сравнением их с исходными: прозрачность тонкоплёночного фильтра упала с 75.5% до 72.2% на длине волны 13.5 нм (см рис. 4.3), а прозрачность на красном свете ($\lambda=0.633$ мкм) возросла с исходной 2.1% до 3.1%.

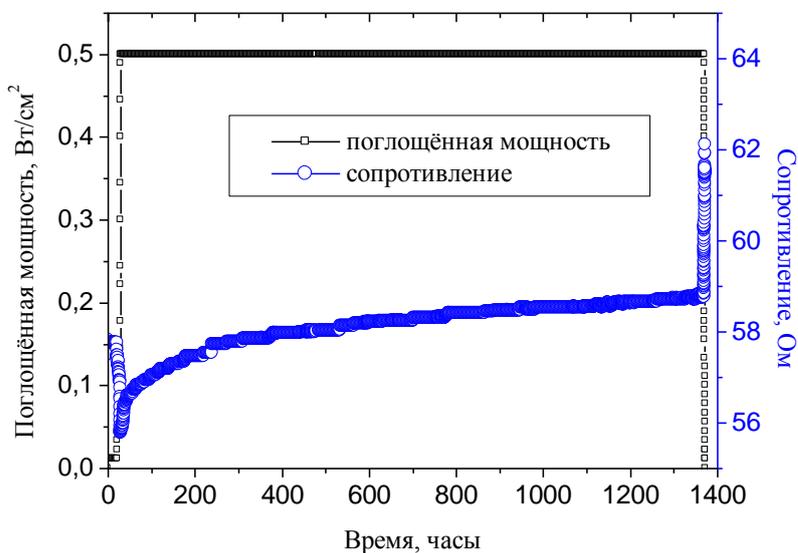


Рис. 4.2. Зависимости поглощённой мощности и сопротивления Zr/Si плёнки от времени.

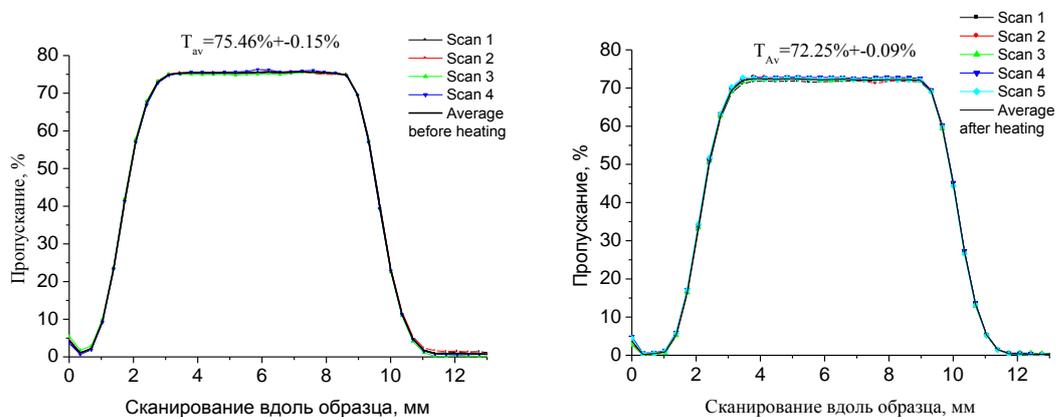


Рис. 4.3. Графики измерения пропускания образца Zr/Si фильтра на длине волны 13.5 нм до (слева) и после (справа) вакуумного отжига ($q=0.5$ Вт/см², $t=1370$ часов).

Другой образец (Zr-1.6нм/Si-0.6нм)*25 нагревался пучком электронов с энергией 1.6 кэВ в вакууме при средней плотности мощности электронного пучка 1 Вт/см² в течение 52 часов [Т6]. После облучения проводились исследования

структуры и оптических свойств облучённого фильтра. До и после отжига измерялось пропускание фильтра на длине волны 13.5 нм и в диапазоне длин волн 0.25 – 1.6 мкм. (Пропускание в области длин волн 0.2 – 1.6 мкм измерялась с помощью монохроматора МДР-23, где источником излучения являлись галогенная и ртутная лампы. Регистрация излучения проводилась с помощью германиевого фотодиода и фотозлектронного умножителя. В диапазоне длин волн 1.4 – 2.15 мкм был использован Фурье-спектрометр BOMEM DA3.36 с тепловым источником света, кварцевой пластинкой в качестве делителя пучка и InSb фотодиодом в качестве фотоприемника). Пропускание на длине волны 13.5 нм снизилось с 75.5% до 70.9%. Были обнаружены изменения спектральных свойств, проявляющиеся в просветлении фильтра в видимом и ближнем ИК диапазонах после отжига (см. рис. 4.4).

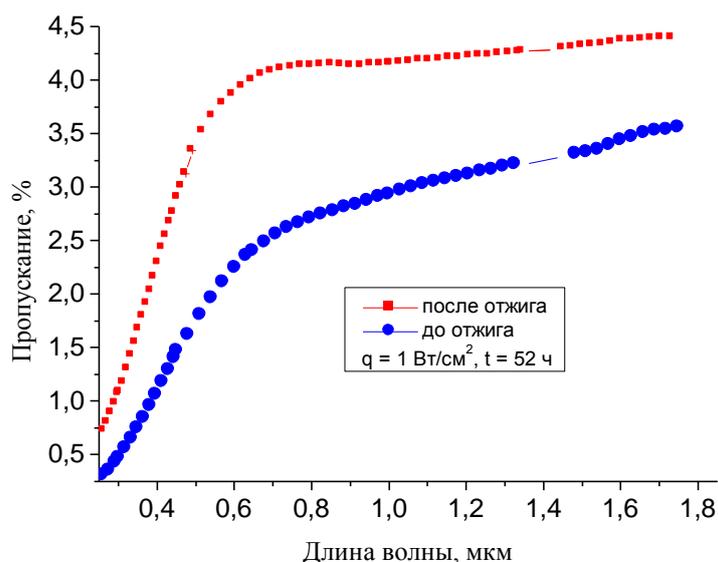


Рис. 4.4. Пропускание вблизи нормали к поверхности образца $(\text{Zr-1.6нм}/\text{Si-0.6нм}) \cdot 25$ фильтра в диапазоне длин волн 0.2-1.8 мкм до и после отжига ($q=1$ Вт/см², $t=52$ часов).

Для того чтобы выяснить какие произошли изменения в структуре и составе Zr/Si фильтра, и, тем самым, определить основные причины, приведшие к деградации оптических свойств фильтра, методами просвечивающей электронной дифракции и рентгеновского флуоресцентного анализа были изучены образцы

Zr/Si фильтров, отжигавшихся при бóльших (≥ 1 Вт/см²) тепловых нагрузках (при этом становятся более выраженными происходящие изменения).

Структура Zr/Si фильтра, отжигавшегося электронным пучком в течение 52 часов при плотности поглощённой мощности 1 Вт/см², была исследована методом электронной дифракции (с использованием просвечивающего электронного микроскопа JEOL JEM-2000EX, Гусев С.А., см. рис. 4.5).

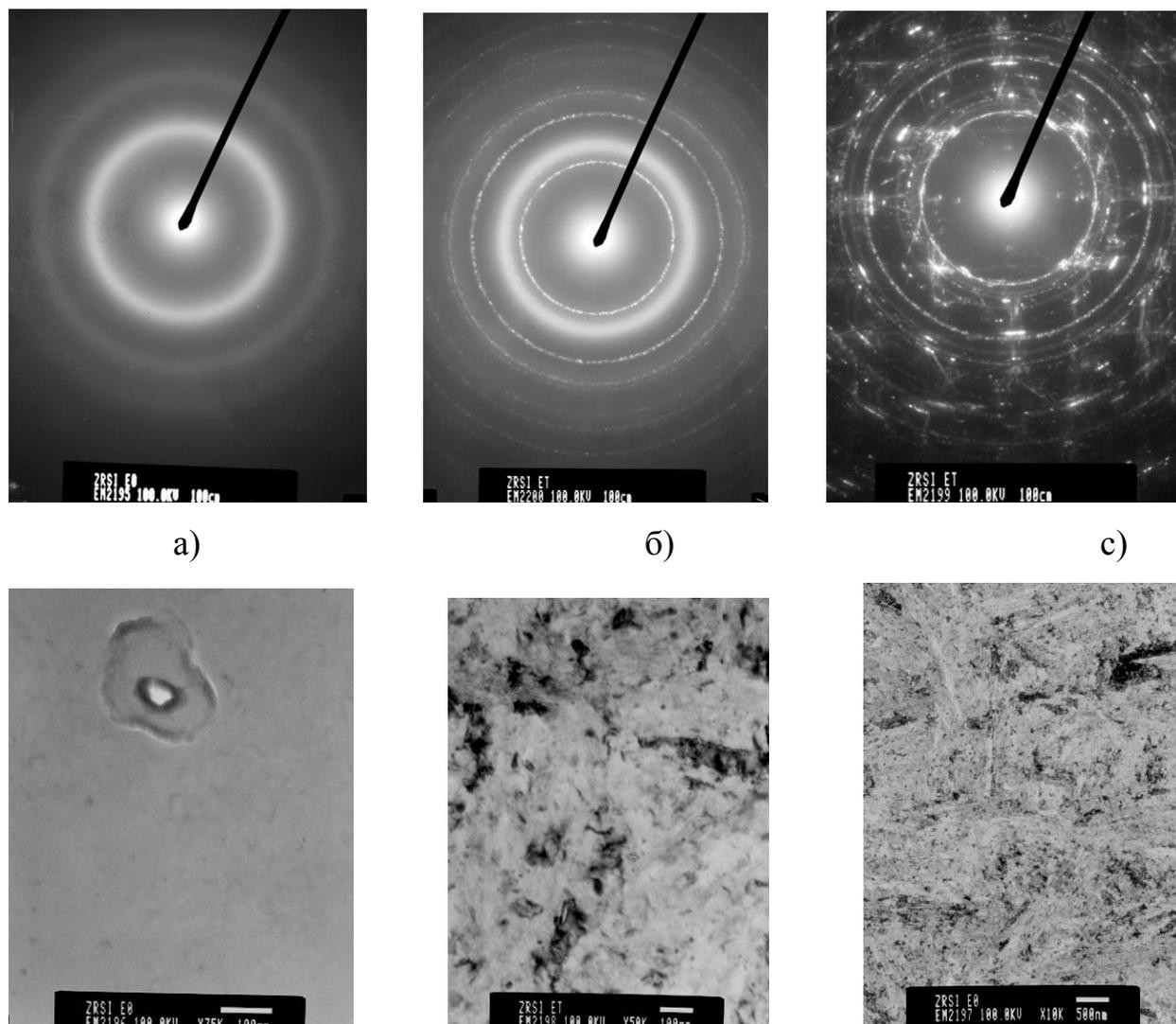


Рис. 4.5. Микродифракционные картины (верхний ряд) и изображение поверхности (нижний ряд) (Zr-1.6нм/Si-0.6нм)*25 фильтра (а – исходного, б – на границе зоны отжига, в – в центре зоны отжига ($q=1$ Вт/см², $t=52$ часов, отжиг электронным пучком)). На изображении а) видно одно из немногочисленных микроотверстий в фильтре размером приблизительно 30×40 нм.

В исходном состоянии (рис. 4.5 а) плёнка Zr/Si представляет собой квазиаморфную структуру, размер кристаллитов (область когерентного рассеяния) не превышает нескольких нанометров. На микродифракционной картине хорошо различимы три сильно размытых кольца, соответствующие первым трем порядкам дифракции. Средние межплоскостные расстояния, рассчитанные по положению этих колец, близки по величине к расстояниям Zr – Zr в структуре чистого циркония и расстояниям Zr – Zr и Zr – Si в Zr_3Si_2 . На границе зоны отжига, где плотность поглощенного потока энергии несколько меньше 1 Вт/см^2 , происходит формирование поликристаллической структуры. На микродифракционной картине (рис. 4.5 б) появляются чёткие кольца, соответствующие поликристаллу с размером кристаллитов от 10 нм до 50 нм. Средние межплоскостные расстояния наиболее соответствуют нестехиометричной структуре силицида типа $Zr_{3-x}Si_{2-y}$. Многослойная плёнка после воздействия в течение 52 часов электронным потоком с интенсивностью $q = 1 \text{ Вт/см}^2$ представляет собой текстурированную структуру сложного состава, состоящую из нескольких фаз. Размер кристаллов варьируется от десятых долей до нескольких микронов (рис. 4.5 в). Значительная часть материала состоит из различных силицидов, среди которых преобладает нестехиометричный силицид, близкий по составу к Zr_3Si_2 . На микродифракционной картине присутствуют также рефлексы от крупных (до единиц микронов) кристаллов циркония, которые образуют хорошо ориентированную текстуру [А3].

Образец (Zr-1.6нм/Si-0.6нм)*23 фильтра после токового отжига в вакууме при $q = 1.5 \text{ Вт/см}^2$ в течение 220 часов (в результате чего пропускание образца на длине волны 13.5 нм упало с 76.6% до 53.2%, а пропускание на длине волны 0.633 мкм выросло с 2.4% до 11.75%) изучался методом электронного дисперсионного микроанализа (сканирующий электронный микроскоп Supra 50VP, оснащенный рентгеновским энергодисперсионным анализатором INCA Energy SEM, Гусев С.А.). Количественное содержание элементов (атомные проценты) в фильтре до и после отжига представлены в таблице. 4.2. На рисунке 4.6 приведены соответствующие спектры.

Таблица 4.2. Содержание основных элементов и примесей в Zr/Si плёнки до и после отжига по данным рентгеновского микроанализа.

Элемент	До отжига (атомные %)	После отжига (атомные %)
C	9.00	1.70
O	7.11	37.21
Si	23.93	21.11
Zr	59.96	39.98

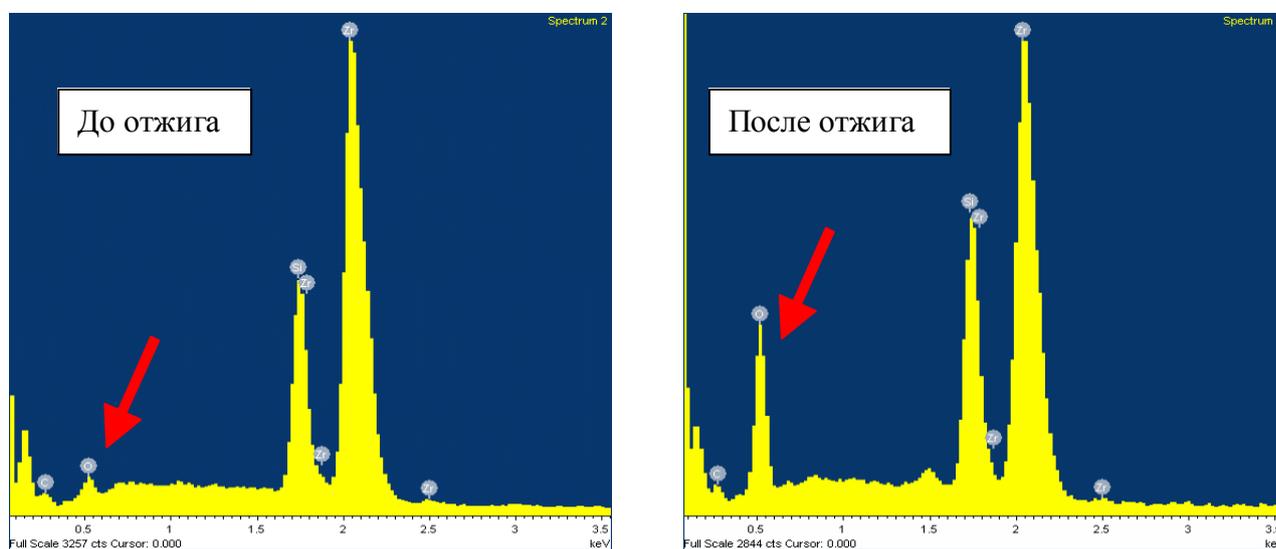


Рис. 4.6. Энергодисперсионные рентгеновские спектры $(\text{Zr-1.6nm/Si-0.6nm}) \times 23$ тонкоплёночной структуры до (слева) и после (справа) токового отжига при $q=1.5$ Вт/см², $t=220$ часов. Стрелкой показана линия кислорода.

Эти данные показывают, что при отжиге Zr/Si фильтров образуются нестехиометрические силициды, преимущественно близкие по составу к Zr_3Si_2 , и возрастает содержание кислорода в плёнке. Отсюда был сделан вывод, что вероятными причинами уменьшения прозрачности Zr/Si фильтра на длине волны 13.5 нм и просветления в видимом и УФ диапазонах в процессе вакуумного отжига являются процессы окисления плёнки и образования силицидов.

4.2.2. Изучение эффективности защитных покрытий B_4C , Ru

Скорость диффузии кислорода с поверхности внутрь плёнки можно существенно замедлить, используя защитные поверхностные слои. Защитные покрытия должны удовлетворять следующим требованиям: быть относительно прозрачными на 13.5 нм и обладать термостабильностью (в том числе быть химически инертными). На основе литературных данных, в том числе данных, полученных при изучении защитных покрытий для рентгеновских многослойных зеркал [92], были предложены следующие материалы для защитных покрытий: B_4C , Ru, а в дальнейшем $ZrSi_2$ и $MoSi_2$.

В первых экспериментах изучалось влияние тонких (~ 1 нм) защитных слоёв Ru и B_4C на изменение пропускания многослойной Zr/Si тонкоплёночной структуры на рабочей длине волны ($\lambda=13.5$ нм) после отжига.

Структура B_4C -1 нм, (Zr-2.8 нм/Si-1.4 нм)*42, Zr-2.8 нм, B_4C -1 нм нагревалась в течение 5 суток при плотности поглощённой мощности $q=1.5$ Вт/см² в вакууме с остаточным давлением 10^{-6} Па. Пропускание фильтра на $\lambda = 13.5$ нм уменьшилось с исходного значения 47.2% до 21.9%. Сравнение со структурой без защитных покрытий (Zr-2.8 нм/Si-1.4 нм)*50, отжигавшейся 5 суток при плотности поглощённой мощности $q = 1.6$ Вт/см², в результате чего пропускание упало с исходного значения 41.8% до 25.4%, показывает, что защитные покрытия из B_4C толщиной 1 нм не дают положительного эффекта.

В ходе дальнейших исследований (*об отжиге фильтров излучением CO_2 лазера будет сказано в разделе 4.3.1*) было выяснено, что под воздействием температуры слои B_4C начинают распадаться на компоненты (возможная причина – взаимодействие бора с Zr, см., например, [93]), а В (бор) диффундирует вглубь структуры [А6]. На рис. 4.7 показаны распределение углерода и бора до и после лазерного отжига ($q=2.5$ Вт/см², $t=21$ час) структуры B_4C -1 нм, (Zr-1.5 нм/ $ZrSi_2$ -1.5 нм)*30, B_4C -1 нм.

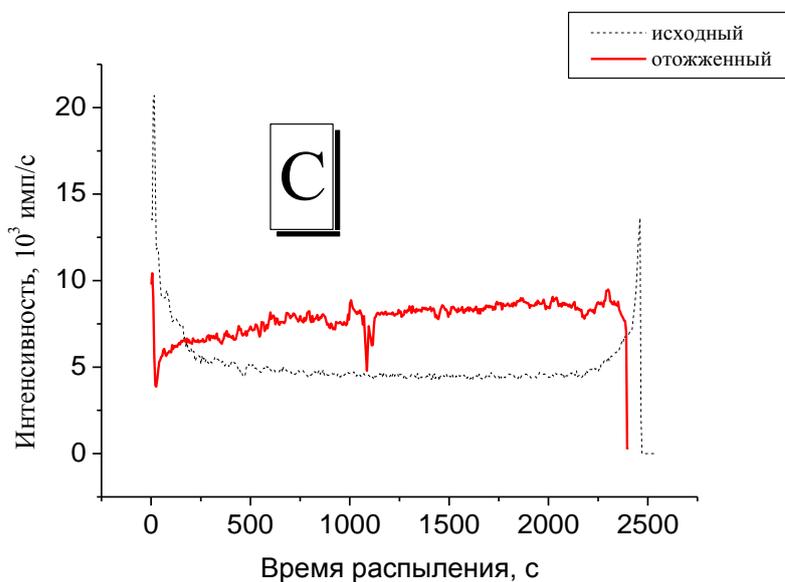
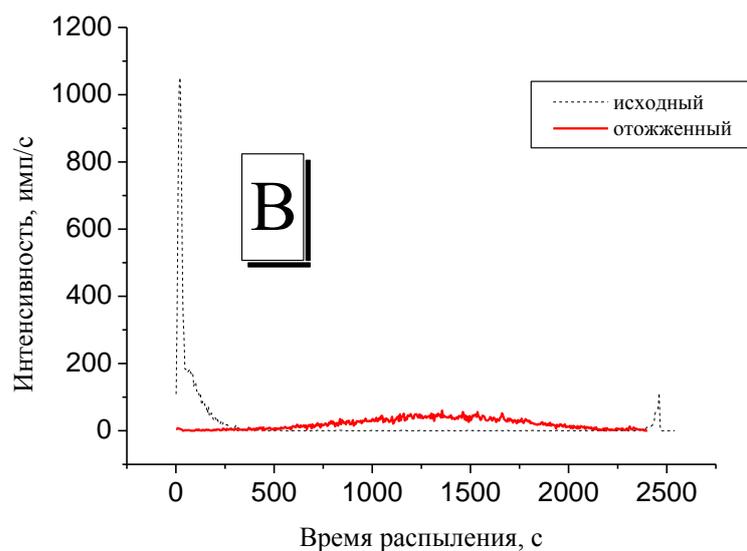


Рис. 4.7. Распределение, по данным ВИМС, бора (вверху) и углерода (внизу) по глубине B_4C -1нм, $(\text{Zr}$ -1.5нм/ ZrSi_2 -1.5нм)*30, B_4C -1нм структуры до и после лазерного отжига в течение 21 часа при плотности поглощённой мощности 2.5 Вт/см^2 .

Сравнение же величин пропускания структуры Ru -1нм, $(\text{Zr}$ -2.8 нм/ Si -1.4 нм)*43, Ru -1нм и той же структуры без рутениевых покрытий до и после вакуумного отжига показывает, что защитные покрытия из Ru толщиной в 1 нм заметно снижают скорость проникновения примесей в фильтр. Так, пропускание

на длине волны 13.5 нм образца без покрытий в результате отжига ($q = 1.27$ Вт/см², $t = 380$ часов, $p = 10^{-6}$ Па) уменьшилось с 49.3% до 19.2%, в то время как с рутениевыми покрытиями пропускание уменьшилось с 47.1% до 27.9%. Во время последовательно проводимых экспериментов *in situ* фиксировалось изменение пропускания образцов на длине волны 0.633 мкм (см. рис. 4.8). Для этого использовался He-Ne лазер и два кремниевых фотодиода ФД-24К в качестве детекторов (см. главу 2, рис. 2.7). Первый детектор служил в качестве монитора, измерявшего интенсивность падающего излучения (отражённого от тонкой стеклянной пластины, служившей делителем пучка). Интенсивность прошедшего сквозь фильтр излучения регистрировалась вторым детектором. Как видно из рисунка, наблюдается существенно более медленный рост пропускания (на длине волны He-Ne лазера $\lambda = 633$ нм) Zr/Si плёнки в случае, когда плёнка имеет двустороннее защитное Ru покрытие.

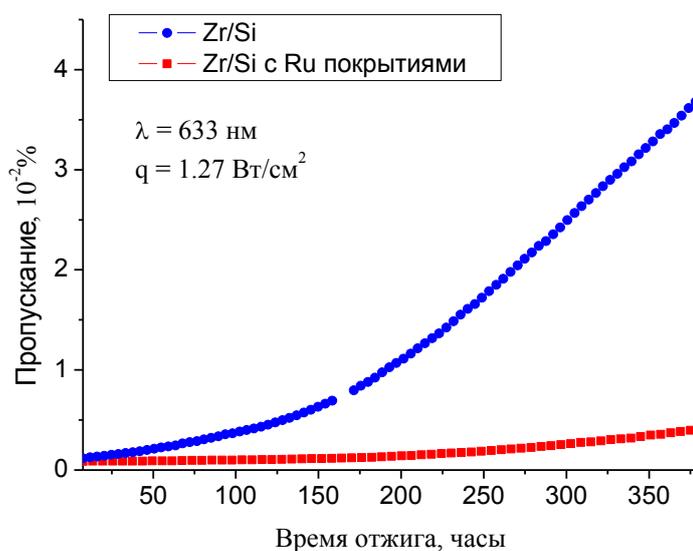


Рис. 4.8. Временные зависимости пропускания на длине волны 0.633 мкм образцов (Zr-2.8 нм/Si-1.4 нм)*43 фильтра с Ru (1 нм) защитными покрытиями (квадраты) и без защитных покрытий (кружки) при токовом отжиге с плотностью поглощённой мощности около 1.27 Вт/см².

4.2.3. Снижение тепловой нагрузки на Zr/Si фильтр при нагреве в атмосфере водорода

В установках проекционной литографии для плазменной очистки рентгеновских зеркал от оксидных и углеродных загрязнений будет использоваться водород при давлении несколько торр [94]. С целью изучить поведение образцов Zr/Si фильтра в условиях нагрева в водородной среде и влияние величины давления водорода на температуру фильтров, была модернизирована установка токового отжига фильтров: подведена линия напуска водорода и установлен дополнительный манометр.

Нагрев Zr/Si структуры (Zr-1.6 нм/Si-0.6 нм, N=25) осуществляется путём пропусканием постоянного тока или импульсов тока длительностью 100 нс и частотой 50 кГц. В последнем случае имитировался режим нагрева плёнки в установках проекционной литографии. Давление в камере измерялось в широком диапазоне значений датчиком Edwards WRG, совмещающим ионизационный и тепловой вакуумметры, а при давлениях $p > 10^{-2}$ торр – прецизионным манометром Pfeiffer Vacuum CMR-263 конденсаторного типа. Предварительно, для регистрации температуры плёнки с помощью ИК-пирометра (Metis MB35), была измерена излучательная способность Zr/Si плёнки указанного выше состава. Излучательная способность в диапазоне $T = 200 - 600$ °C составила 28.5 – 31% (табл. 4.3).

Таблица 4.3. Измеренная по методике, описанной в главе 2, зависимость излучательной способности Zr/Si структуры (толщины слоёв: Zr-1.6 нм, Si-0.6 нм) от температуры.

T, °C	190	250	350	450	500	550	600
ϵ , %	29	28.5	28.5	28.5	29	30	31

Были сняты зависимости температуры Zr/Si плёнки от давления водорода в камере при джоулевом нагреве структуры от источника постоянного тока в

диапазоне интенсивностей нагрева $q = 0.2 - 3.0 \text{ Вт/см}^2$ и от импульсного источника при $q = 0.5 - 1.8 \text{ Вт/см}^2$ (рис. 4.9). Из приведённых графиков видно, что при давлении водорода более $p = 10^{-2}$ торр температура Zr/Si фильтра может быть значительно ниже, чем в случае вакуумного нагрева.

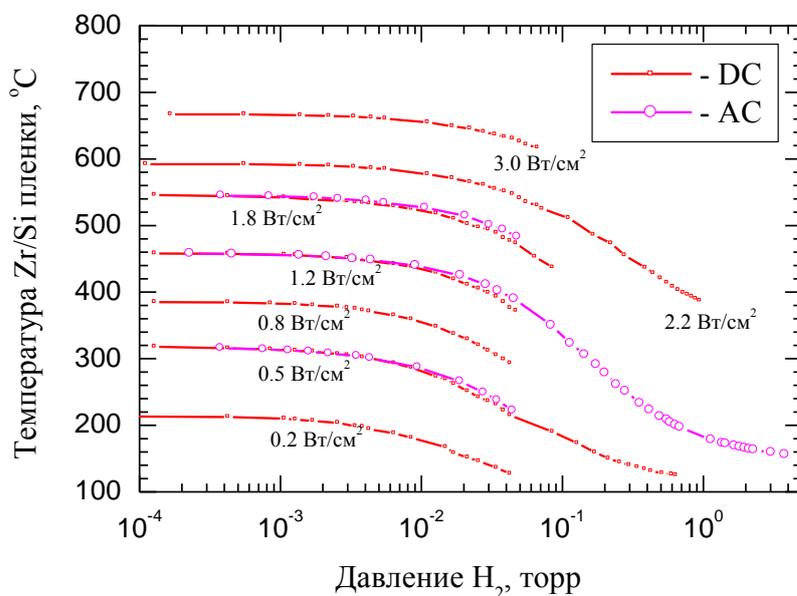


Рис. 4.9. Температура Zr/Si образца в зависимости от давления водорода при тепловых нагрузках $q = 0.2, 0.5, 0.8, 1.2, 1.8, 2.2$ и 3.0 Вт/см^2 (DC – нагрев постоянным током, AC – импульсный нагрев).

4.3. Изучение термической стабильности Zr/ZrSi₂ фильтров

4.3.1. Стенд лазерного отжига

Как было показано выше, использование Ru защитных покрытий снижает скорость проникновения кислорода внутрь структуры фильтра при отжиге. Можно было бы для достижения большего эффекта прослаивать Ru слоем каждый период структуры, но из-за относительно большого поглощения рутения на длине волны 13.5 нм это нецелесообразно. Однако можно попытаться найти, пусть менее эффективные с точки зрения защиты, но более прозрачные на рабочей длине волны вещества и путём прослаивания добиться большей

термостойкости структуры. В качестве прослоек было предложено использовать силициды относительно прозрачных на 13.5 нм металлов: $ZrSi_2$, $NbSi_2$ и $MoSi_2$.

Увеличение количества вариантов многослойных структур для изучения термостойкости вызвало необходимость разработки нового стенда для тестирования. В новом стенде нагревание фильтра осуществлялось за счёт поглощения плёнкой излучения CO_2 – лазера ($\lambda = 10.6$ мкм), что более соответствует реальным условиям облучения фильтра в установках проекционной литографии. К тому же с помощью сфокусированного излучения лазера можно было достичь высоких плотностей поглощённой мощности, что представлялось проблемным для токового нагрева из-за особенностей подводящих контактов и схемы. Стенд оборудован измерителем мощности лазерного излучения и фланцем с CaF_2 окном для пирометрического измерения температуры плёнок. Остаточное давление в вакуумной камере было лучше, чем 7.5×10^{-8} торр. Недостатком лазерного нагрева является невысокая стабильность по мощности и неоднородный нагрев поверхности плёнки (см. рис. 4.10).

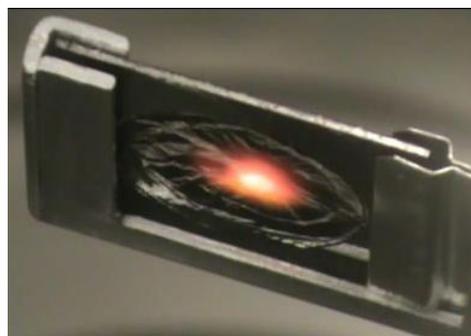
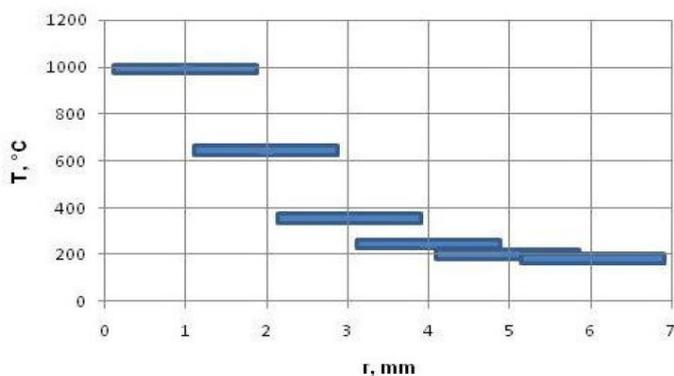


Рис.4.10. Слева - измеренное с помощью ИК-пирометра Metis MB35 (пирометр принимает сигнал с пятна $\varnothing 1.6$ мм) распределение температуры Zr/Si плёнки вдоль радиуса отверстия. Справа – фотография свободновисящего фильтра на кремниевой рамке с отверстием $\varnothing 14$ мм в процессе лазерного отжига (Л.А. Шмаенок).

Лазерный отжиг большинства плёнок проводился в импульсном режиме с частотой 3.3 Гц (см. рис. 4.11). Такой режим облучения ожидается в сканере и объясняется особенностями экспонирования маски и фоторезиста.

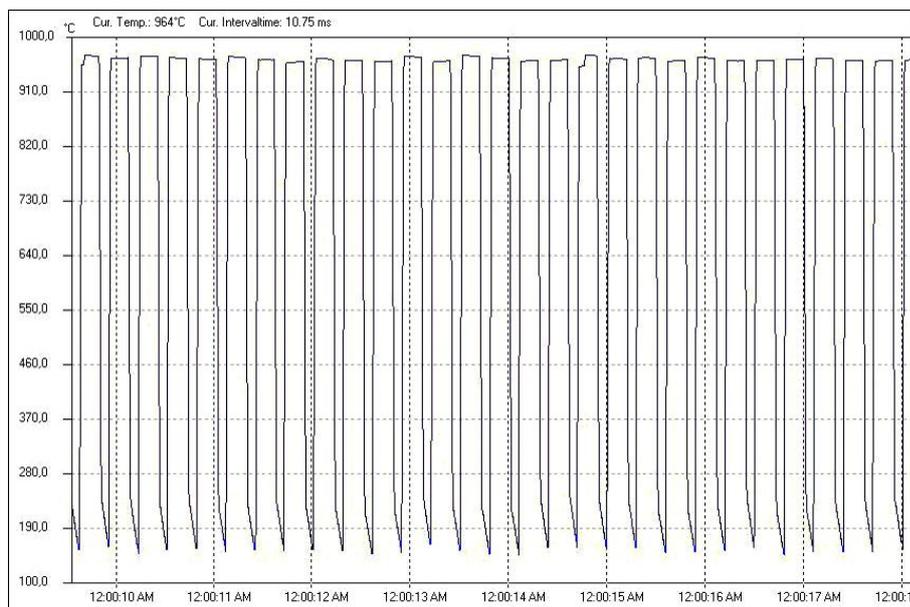


Рис. 4.11. Измеренная с помощью ИК – пирометра Metis MB35 зависимость температуры $Zr/ZrSi_2$ плёнки в центре пятна нагрева. Модуляция падающего потока осуществлялась с помощью прерывания лазерного пучка механической заслонкой, вращающейся с частотой 3.3 Гц.

4.3.2. Влияние толщины прослоек $ZrSi_2$ на характер окисления $Zr/ZrSi_2$ структур при вакуумном отжиге

Идея замены кремния на силициды возникла также из желания уменьшить пропускание фильтра на длине волны 10.6 мкм, где Si прозрачен (например, Si толщиной 120 нм пропускает 66% излучения, в то время как $MoSi_2$ толщиной 90 нм только 6.2%). Среди указанных выше силицидов наиболее прозрачным на длине волны 13.5 нм является $ZrSi_2$ (см. рис. 4.1), а, следовательно, наиболее прозрачной многослойной структурой – $Zr/ZrSi_2$. Был проведён кратковременный лазерный отжиг $Zr/ZrSi_2$ фильтров при сравнительно высоких температурах (700-740°C). При этих условиях происходила существенная деградация оптических характеристик фильтров. Так при вакуумном отжиге при температуре в центре пятна 700-740°C пропускание $(Zr-1.5nm/ZrSi_2-1.5nm)*19.5$ фильтра на длине волны 13.5 нм уменьшилось с 74.5% до 67.2% за 3 часа отжига, а $(Zr-2.8nm/ZrSi_2-1.25nm)*22.5$ фильтра с 66% до 55.9% за 7 часов отжига. Изучение образцов

методом ВИМС показало, что в плёнках увеличилось содержание примесей кислорода и углерода (см. рис. 4.12). При этом в случае, когда слои $ZrSi_2$ были толщиной 1.25 нм, увеличение содержания кислорода происходило равномерно по всей толщине плёнки, а при толщине 1.5 нм - с поверхности внутрь. Отсюда был сделан вывод, что относительно толстые слои $ZrSi_2$ препятствуют проникновению кислорода.

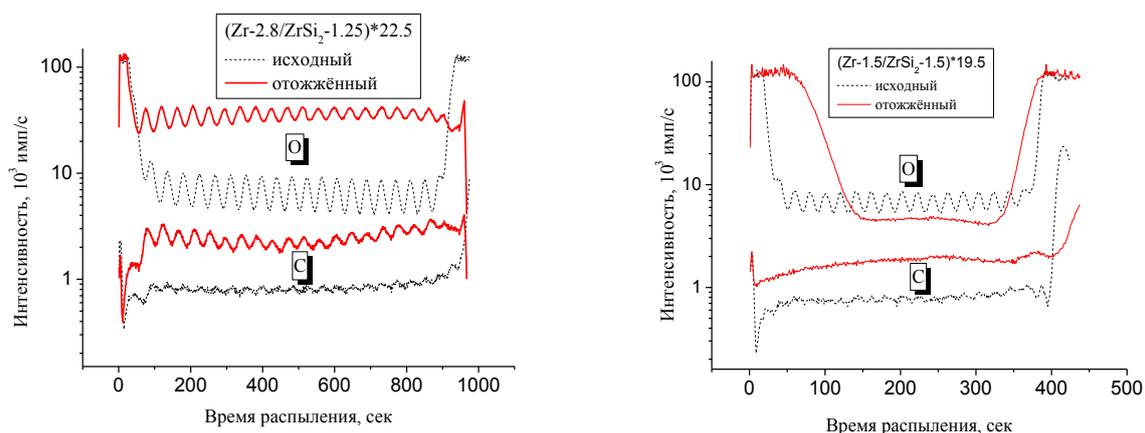


Рис. 4.12. Распределение, по данным ВИМС, кислорода и углерода по глубине $(Zr-2.8\text{нм}/ZrSi_2-1.25\text{нм})\cdot 22.5$ структуры (слева) до и после лазерного отжига в течение 7 часов и структуры $(Zr-1.5\text{нм}/ZrSi_2-1.5\text{нм})\cdot 19.5$ (справа) после отжига в течение 3 часов при плотности поглощённой мощности $2.5\text{ Вт}/\text{см}^2$.

4.3.3. Сравнение эффективности защитных покрытий $ZrSi_2$ и $MoSi_2$

Было проведено сравнение эффективности толстых $ZrSi_2$ и $MoSi_2$ покрытий. Тонкоплёночные образцы $(Zr-1.5\text{ нм}/ZrSi_2-1.5\text{ нм})\cdot 17$ с защитными покрытиями $ZrSi_2-6\text{ нм}$ и $MoSi_2-6\text{ нм}$ отжигались при температурах в центре лазерного пятна $950 - 980^\circ\text{C}$ и $920 - 940^\circ\text{C}$ в течении 3.5 и 4 часов соответственно.

Сравнительное тестирование показало более эффективную защиту структуры с $MoSi_2$ покрытиями. Пропускание на длине волны $\lambda = 13.5\text{ нм}$ с исходного значения 73.5% в результате отжига уменьшилось на 9.2% в случае использования $ZrSi_2$ покрытий и на 4.8% в случае использования $MoSi_2$ покрытий. На рис. 4.13 приведены данные, полученные методом ВИМС, по распределению кислорода и углерода внутри образцов. Здесь имеет место различие характера

окисления: проникающий с поверхности через MoSi_2 защитные покрытия кислород, слабо взаимодействующий с MoSi_2 покрытием, накапливается в центре, в то время как с ZrSi_2 защитными покрытиями окисление идёт с поверхности структуры с постепенным проникновением вглубь. Похожая ситуация имеет место и с поступлением углерода в структуру [A8].

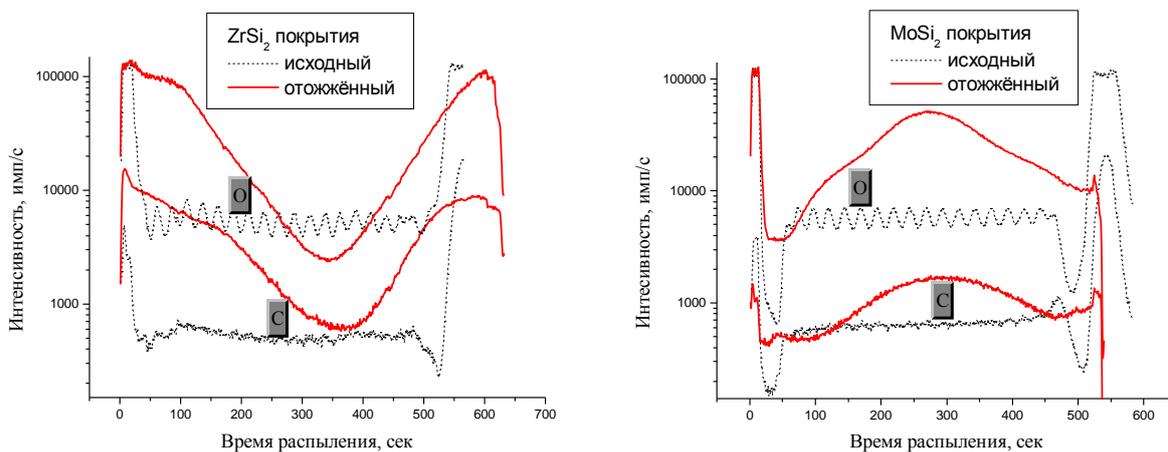


Рис. 4.13. Распределение, по данным ВИМС, кислорода и углерода в структурах фильтров ($\text{Zr-1.5 нм}/\text{ZrSi}_2\text{-1.5 нм}$)*17, Zr-1.5 нм с $\text{ZrSi}_2\text{-6 нм}$ и $\text{MoSi}_2\text{-6 нм}$ защитными покрытиями до и после отжига при температуре $950\text{--}980^\circ\text{C}$ и $920\text{--}940^\circ\text{C}$ в течение 3.5 и 4 часов соответственно.

Более высокая эффективность защиты от окисления тонкоплёночного покрытия MoSi_2 по сравнению с ZrSi_2 проявляется уже в том, что, несмотря на большее значение коэффициента поглощения в слое MoSi_2 , при одинаковой или сравнимой толщине защитных покрытий, исходное пропускание структур с MoSi_2 покрытиями оказывается даже выше (при не слишком большой толщине покрытий), чем в случае с ZrSi_2 покрытиями. Под защитными свойствами здесь подразумевается в первую очередь защита от поверхностного окисления, возникающего в процессе изготовления и при нахождении образцов плёнок на открытом воздухе (см. главу 2). Так, исходное пропускание на $\lambda = 13.5$ нм структуры $\text{MoSi}_2\text{-3.5 нм}$, $(\text{Zr-2.8 нм}/\text{ZrSi}_2\text{-1.25 нм})^*15$, Zr-2.8 нм , $\text{MoSi}_2\text{-3.5 нм}$ составляет 72.6%, в то время как структуры $\text{ZrSi}_2\text{-3 нм}$, $(\text{Zr-2.8 нм}/\text{ZrSi}_2\text{-1.25 нм})^*15$, Zr-2.8 нм , $\text{ZrSi}_2\text{-3 нм}$ - 71.9%. В случае же толщин защитных покрытий MoSi_2 и

ZrSi₂ по 6 нм, как описано выше, исходное пропускание двух структур Zr/ZrSi₂ оказывается одинаковым (около 73.5%), хотя по расчёту в случае ZrSi₂ покрытий пропускание должно быть на 2.5% (в абсолютных величинах) больше.

Защитный эффект от наличия MoSi₂ покрытий наблюдается уже при толщинах 2 – 3 нм (с меньшей толщиной не изучали). С повышением температуры, по-видимому, из-за распада и диффузии компонентов покрытий, MoSi₂ слои "размываются" (профиль слоя расплывается вглубь плёнки) (см. рис. 4.14). (Замечание. На рисунке 4.14 показано для наглядности распределение по глубине Zr/ZrSi₂ структуры ионов MoSi, а не MoSi₂, по причине малой интенсивности величины сигнала ВИМС для MoSi₂. Качественный вид распределения для MoSi и MoSi₂ совпадает.)

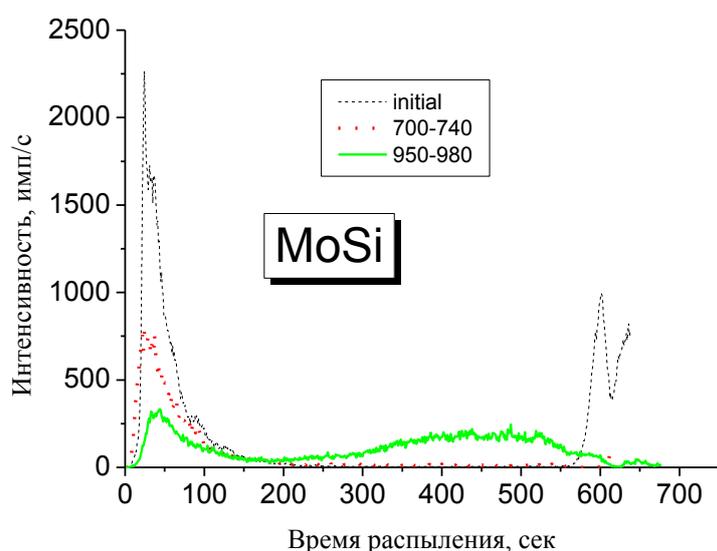


Рис. 4.14. ВИС-профиль распределение ионов MoSi⁻ в многослойной структуре MoSi₂-3.5 нм,(Zr-2.8 нм/ZrSi₂-1.25 нм)*15, Zr-2.8 нм, MoSi₂-3.5 нм до (штриховая линия) и после отжига при температуре 700–740°C (пунктирная линия) и 950–980°C (сплошная линия) в течение 3 и 4 часов соответственно.

4.3.4. Кристаллизация в слоях MoSi₂

Поэтому для лучшей защиты необходимо увеличивать толщину защитных слоёв. Однако уже при толщинах MoSi₂ защитных покрытий 5-6 нм, а более

заметно при ещё больших толщинах, на стадии нагрева или остывания образцов плёнок могут появляться трещины, вызванные возникающими в структуре внутренними напряжениями. Чаще всего трещина распространяется вдоль видимой границы пятна, радиально или вдоль периметра отверстия в кремниевой рамке. Образование трещин на границе зоны облучения происходит и в многослойных структурах, где MoSi_2 является прослойкой (например, в структурах Zr/MoSi_2 , Mo/MoSi_2). Вероятная причина появления трещин – возникновение растягивающих напряжений в плёнке вследствие кристаллизации MoSi_2 в зоне нагрева [A4].

На происходящие изменения в плёнке MoSi_2 при нагреве указывают следующие явления. Во-первых, при измерении коэффициента излучения MoSi_2 слоя, напылённого на вакуумную печь, обнаружилось, что при температуре около 380°C в интервале нескольких градусов происходит необратимый скачок излучательной способности плёнки примерно на 5 % (см. рис. 4.15) [T19].

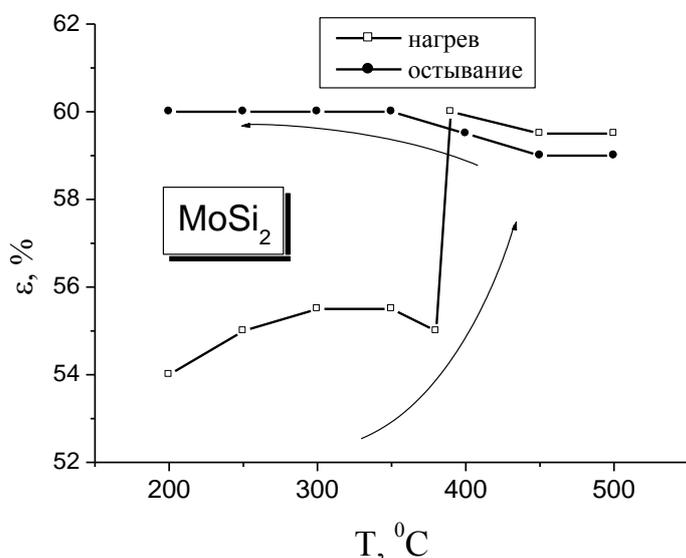


Рис. 4.15. Зависимость коэффициента излучения (ϵ) MoSi_2 плёнки, напылённой на поверхность вакуумного нагревателя (глава 2, рис.2.8).

Во-вторых, в процессе нагрева, при проведении токового вакуумного отжига однородной MoSi_2 плёнки, при достижении температуры $\sim 370^\circ\text{C}$ (при поглощённой мощности 0.7 Вт/см^2) происходит резкое натяжение плёнки на

рамке (плёнка из волнистой становится натянутой). Сравнение микродифракционной картины исходного и натянутого образца показывает (см. рис. 4.16), что при нагреве происходит рост размеров кристаллитов в плоскости плёнки (от нанометровых в исходном состоянии до десятков и сотен нанометров после нагрева). Анализ дифракционной картины и игловидный вид кристаллитов указывает на то, что плёнка представляет собой поликристалл гексагональной фазы силицида молибдена. Похожая дифракционная картина наблюдалась в работе [95], где изучалась кристаллизация MoSi_2 плёнки при вакуумном термическом отжиге в течение 16 часов при температуре 300°C и выше.

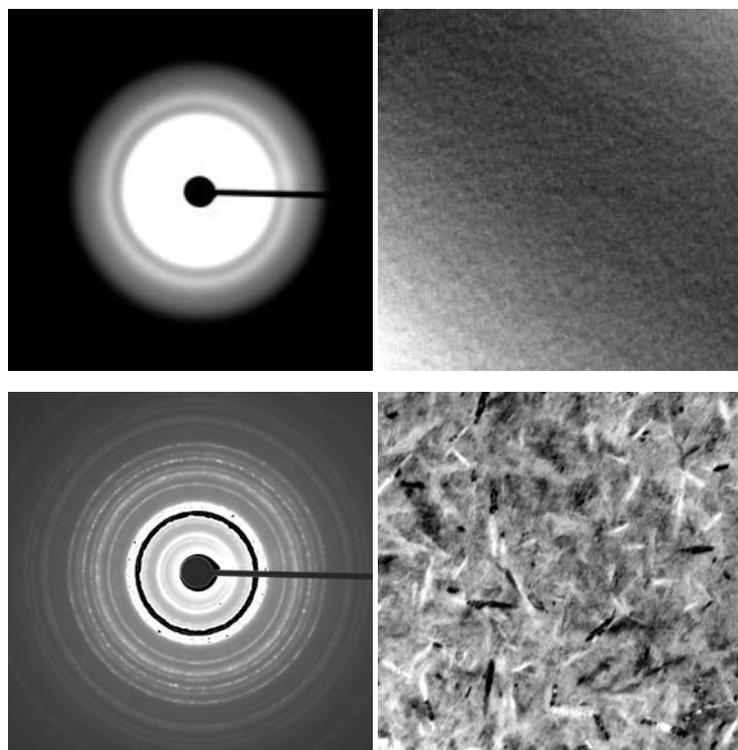


Рис. 4.16. Картина электронной микродифракции на просвет (слева) и изображение поверхности в электронном микроскопе (справа, ширина кадра 900 нм) от исходной структуры MoSi_2 -70 нм (вверху) и после нагрева до 370°C в вакууме (внизу) (Электронный микроскоп Libra 200МС, Гусев С.А.).

Лучшая из протестированных Zr/ZrSi_2 структур, $(\text{Zr-3 нм}/\text{ZrSi}_2\text{-3 нм})^*8$, Zr-3 нм структура с MoSi_2 – 6 нм защитными покрытиями, показала высокую термостабильность при лазерном отжиге в вакууме в течение 7 часов с

температурой в центре пятна 700–740°C. Пропускание на рабочей длине волны 13.5 нм упало с исходного значения 73.5% до 72.8 %, пропускание на длине волны 0.633 нм выросло с 0.8% до 1.1% [А8].

4.4. Изучение термической стабильности фильтров на основе Мо

4.4.1. Термостойкость Мо/Si структур

Основной причиной падения пропускания $Zr/ZrSi_2$ фильтров в ЭУФ диапазоне является увеличение содержания в отожжённой части образца кислорода, связывающегося в основном с Zr (см. рис. 4.17). Именно этот факт послужил поводом для замены в структуре фильтра слоёв Zr на химически менее активные Мо слои с целью повышения термической стойкости фильтра.

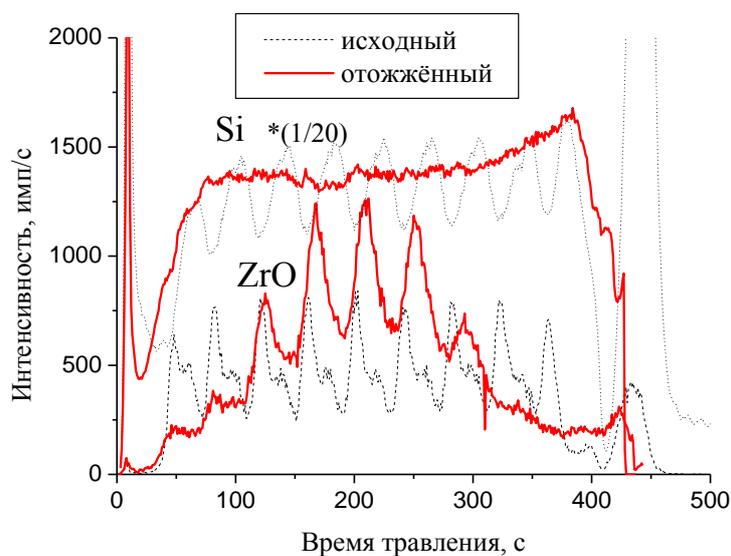


Рис. 4.17. Профиль, по данным ВИМС, распределения ионов Si^+ (для наглядности интенсивность сигнала уменьшена в 20 раз) и ZrO^+ в многослойной структуре $MoSi_2$ –6 нм, $ZrSi_2$ –3 нм, $(Zr$ –3 нм/ $ZrSi_2$ –3 нм) $*$ 8, $MoSi_2$ –6 нм до (штриховые линии) и после отжига при температуре 700–740°C (сплошные линии) в течение 7 часов.

Отметим, что после отжига в течение 7 часов при температуре 700 – 740°C

вид поверхности плёнки в зоне отжига стал волнообразным, что, вероятно, связано с кристаллизацией MoSi_2 защитных покрытий (рис. 4.18). Всё это указывает на начавшиеся процессы изменения структуры фильтра, так что величину поглощённой мощности 2.5 Вт/см^2 ($T \sim 700\text{--}740^\circ\text{C}$) можно считать порогом для исследованных Zr/ZrSi_2 фильтров с MoSi_2 защитными покрытиями.

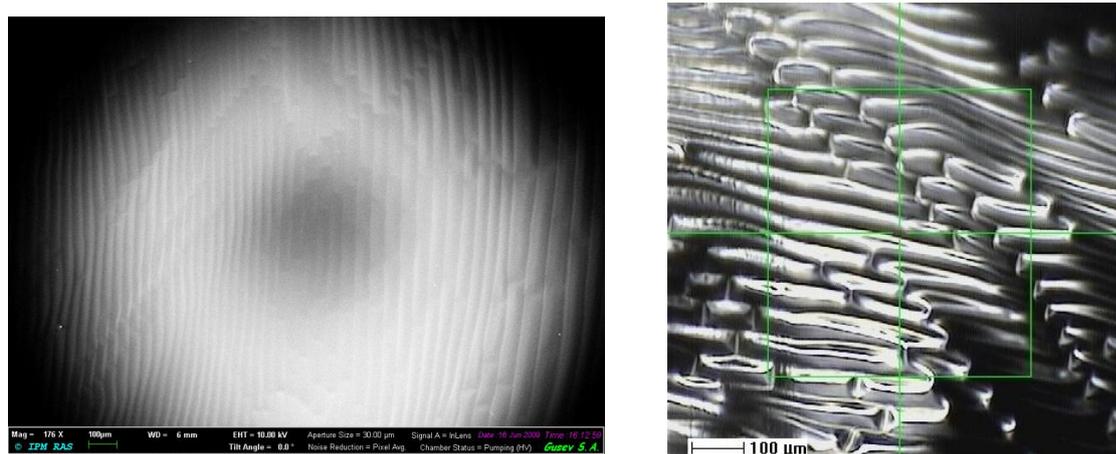


Рис. 4.18. Слева - изображения облучённой части поверхности MoSi_2 -6 нм, (Zr -3 нм/ ZrSi_2 -3 нм)*8, Zr -3 нм, MoSi_2 -6 нм фильтра, отожжённого при температуре 700–740 градусов Цельсия в течение 7 часов, полученное на электронном микроскопе (С.А. Гусев). Ширина кадра около 2 мм. Справа – оптическое изображение той же поверхности (М.Н. Дроздов).

Дальнейшего увеличения термической стабильности фильтра удалось добиться, заменив Zr на менее активный Mo (но при этом имеющий существенно большее поглощение на длине 13.5 нм, см. рис.4.1 и табл. 4.4).

Таблица.4.4. Измеренные коэффициенты пропускания Zr -100нм и Mo -60нм плёнок на длинах волн 10.6 мкм, 0.633 мкм и 13.5 нм.

Материал	T, %	T, %	T, %
	$\lambda = 10.6 \text{ мкм}$	$\lambda = 0.633 \text{ мкм}$	$\lambda = 13.5 \text{ нм}$
Zr -100 нм	0.27	$2.9 \cdot 10^{-2}$	62.3
Mo -60 нм	0.15	$2.5 \cdot 10^{-2}$	65.2

Лазерный отжиг Mo/Si структур, как наиболее прозрачных на длине волны 13.5 нм многослойных структур на основе Mo, показал, что Mo/Si плёнки обладают в целом более высокой термической стойкостью по сравнению с многослойными структурами на основе Zr (см. табл. 4.5 [A8-A9]).

Таблица.4.5. Приведены данные измерений пропускания некоторых отжигавшихся с помощью CO₂ лазера плёнок. Указана температура в центре пятна, время отжига, исходная прозрачность фильтров на длине волны 13.5 нм и величина уменьшения прозрачности на длине волны 13.5 нм после отжига (ΔT).

Структура (нм)	°C	Время отжига, часы	T _{исх} ,%	ΔT ,%
MoSi ₂ -2.1,Si-1.2,(Zr-2.8/Si-1.2)*21, MoSi ₂ -2.1	700–740	3	68.7	5.8
ZrSi ₂ -1.5,(Zr-1.5/ZrSi ₂ -1.5)*19	700–740	4	74.5	7.3
MoSi ₂ -6,(Zr-3/ZrSi ₂ -3)*8,Zr-3,MoSi ₂ -6	700–740	7	73.5	0.7
(Mo-2.5/Si-1.0)*14,Mo-2.5	730	1.5	72.3	4.5
MoSi ₂ -3.1,Si-1.0,(Mo-2.5/Si-1.0)*12, MoSi ₂ -3.1	730 760–790	0.5 2.5	74.3	1.2
MoSi ₂ -4.2,Si-1.0,(Mo-2.5/Si-1.0)*12, MoSi ₂ -4.2	770–800	3	73.6	2.2

Однако уже при температурах отжига 700–740°C происходило интенсивное перемешивание слоёв Mo и Si, и плёнка в пятне нагрева натягивалась (рис. 4.19), что временами приводило к образованию трещин на видимой границе пятна или разрушению образца фильтра [A11]. В области высокотемпературного воздействия менялась морфология плёнки, что отчётливо видно на фотографии её поверхности (поверхность исходной плёнки имеет вид как на рис. 4.22).

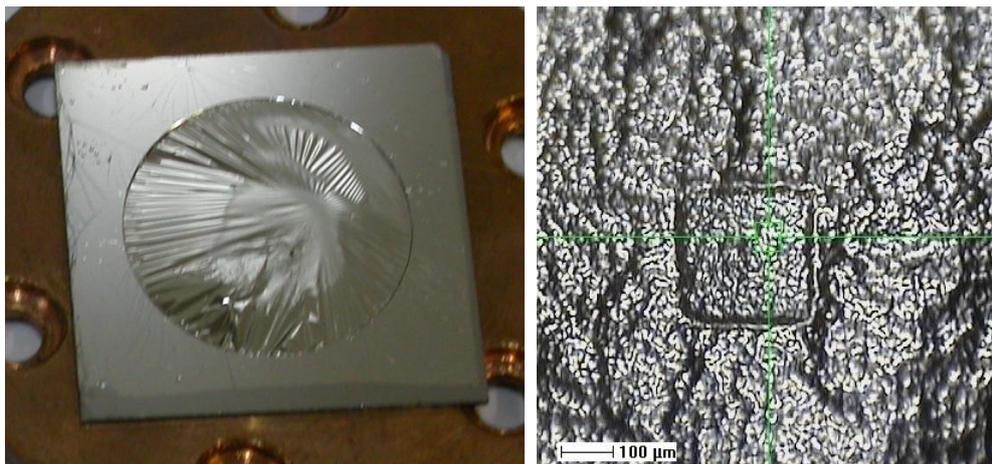


Рис. 4.19. Фотография (слева) образца MoSi_2 -3.1 нм, Si-1.0 нм, (Mo-2.5 нм/Si-1.0 нм)*12, MoSi_2 -3.1 нм фильтра на кремниевой рамке с отверстием \varnothing 14 мм, отжигавшегося при температурах 730°C в течении 30 минут, а затем ещё 2.5 часа при температуре 760 – 790°C . На фотографии, в области вблизи центра лазерного воздействия, виден прокол после проведения ВИМС анализа. Справа - микрофотография поверхности образца в месте будущего прокола.

На рис. 4.20 представлены распределения Mo, Si, C, и O в структуре фильтра MoSi_2 -3.1 нм, Si-1.0 нм, (Mo-2.5 нм/Si-1.0 нм)*12, MoSi_2 -3.1 нм до и после отжига. Слои Mo и Si в структуре после отжига перемешались, увеличилось содержание кислорода и углерода в плёнке, что явилось причиной уменьшения пропускания фильтра на рабочей длине волны 13.5 нм.

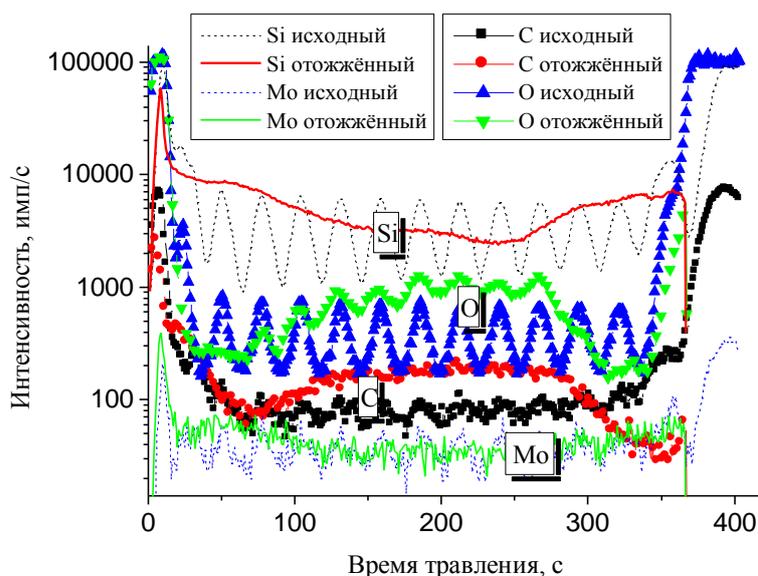


Рис. 4.20. Распределение, по данным ВИМС, Mo, Si, C и O в структуре фильтра MoSi_2 -3.1 нм, Si-1.0 нм, (Mo-2.5 нм/Si-1.0 нм)*12, MoSi_2 -3.1 нм до и после отжига при температурах 730°C в течении 30 минут, а затем ещё 2.5 часа при температуре 760–790°C.

4.4.2. Термостойкость Mo/ZrSi₂ структур с MoSi₂ защитными покрытиями

4.4.2.1. Поведение структуры при температурах нагрева до 800°C

Лучшую термическую стойкость из протестированных Mo-содержащих структур показала структура Mo/ZrSi₂ с MoSi₂ защитными покрытиями [A9-A11]. Пропускание на длине волны 13.5 нм MoSi_2 -3.5 нм, (Mo-2.5 нм/ZrSi₂-1.5 нм)*11, Mo-2.5 нм, MoSi_2 -3.5 нм образца фильтра после отжига в вакууме $7.5 \cdot 10^{-8}$ торр в течение 3 часов при температуре около 780°C практически не изменилось. Тем не менее, наблюдались изменения в пропускании на 0.633 мкм и 10.6 мкм длинах волн (см. рис. 4.21).

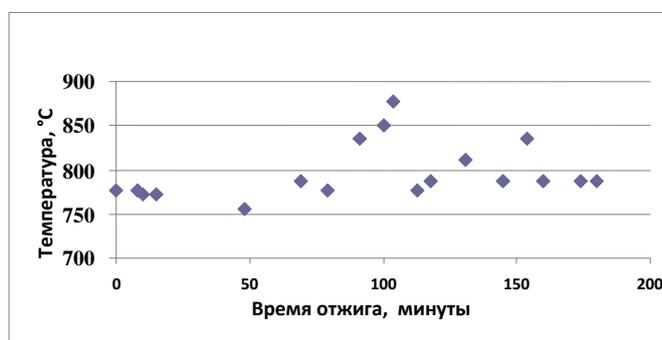
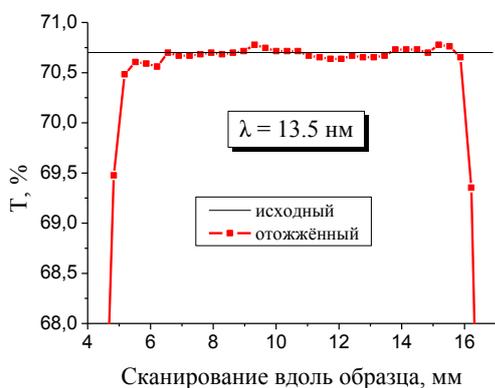
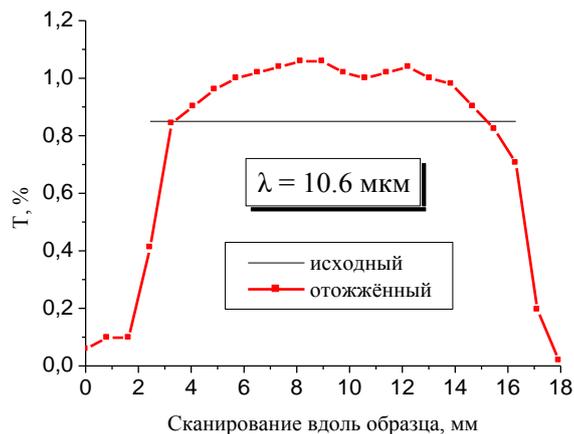
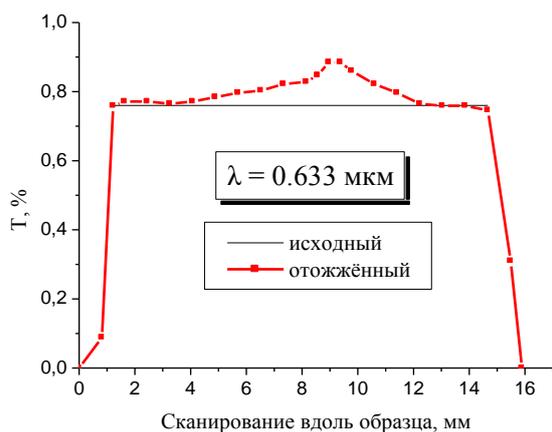


Рис. 4.21. Измеренные значения пропускания $\text{MoSi}_2\text{-}3.5 \text{ нм}$, $(\text{Mo-}2.5 \text{ нм}/\text{ZrSi}_2\text{-}1.5 \text{ нм}) \cdot 11$, $\text{Mo-}2.5 \text{ нм}$, $\text{MoSi}_2\text{-}3.5 \text{ нм}$ на длинах волн 13.5 нм, 0.633 мкм, 10.6 мкм после отжига в течение 3 часов при температуре около 780°C в центре лазерного пятна. Исходные средние значения пропускания показаны сплошными линиями. На нижнем (справа) графике представлены данные по температуре плёнки в центре лазерного пятна в процессе отжига, снятые с использованием ИК-пирометра.

На следующем рисунке 4.22 показана микрофотография поверхности плёнки, сделанная в процессе проведения ВИМС анализа. Поверхность выглядит гомогенной, как у исходного образца.

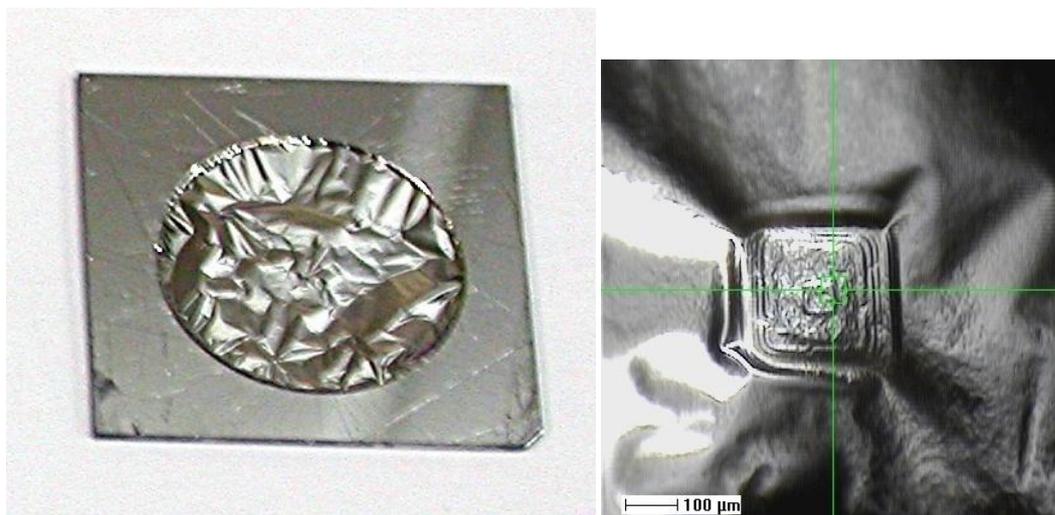


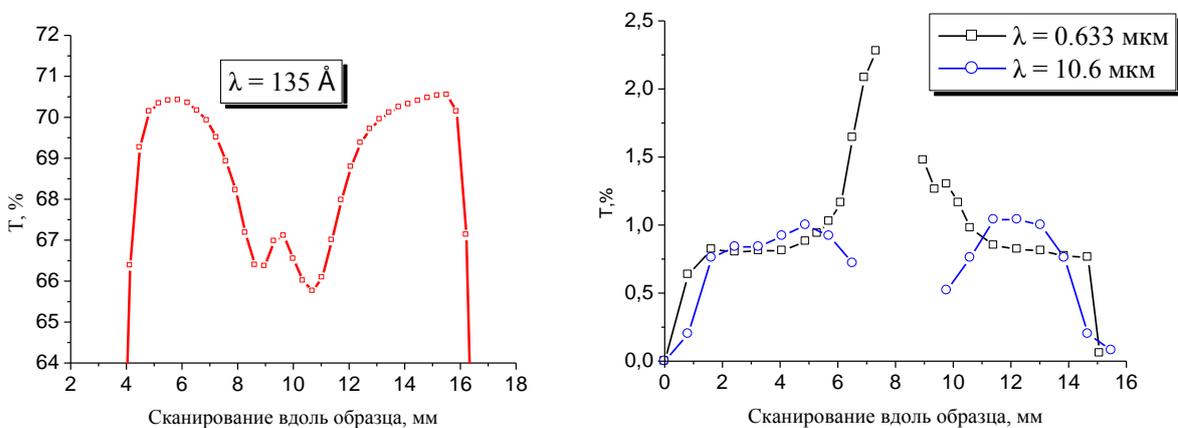
Рис. 4.22. Фотография (слева) образца MoSi_2 -3.5 нм, (Mo-2.5 нм/ ZrSi_2 -1.5 нм)*11, Mo-2.5 нм, MoSi_2 -3.5 нм на кремниевой рамке с отверстием \varnothing 14 мм, отжигавшегося при температурах 780°C в течении 3 часов. Справа - микрофотография поверхности образца, в центре виден кратер распыления, образовавшийся в процессе проведения ВИМС анализа.

С повышением температуры отжига (более 800°C) Mo/ZrSi₂ с MoSi₂ защитными покрытиями фильтра наблюдается увеличение концентрации кислорода и, отчасти, углерода в плёнке, происходит перемешивание слоёв многослойного фильтра, а при температурах выше 850°C при временах отжига более десятка часов становится заметным уменьшение концентрации кремния в структуре, что по-видимому связано с интенсификацией процесса сублимации кремния.

4.4.2.2. Деградация фильтров при температурах нагрева около 1000°C . Сублимация кремния

Далее приведены данные по исследованию MoSi_2 -3.5 нм, (Mo-2.5 нм, ZrSi_2 -1.5 нм)*11, Mo-2.5 нм, MoSi_2 -3.5 нм образца фильтра, отжигавшегося в течение 7 часов с использованием CO₂-лазера при температуре в центре пятна более 1000°C . (Примечание. Так как максимально измеряемая температура пирометром ограничена 1000°C , то в данном случае расчёт температуры проводился по

результатам данных измерений пирометра при другом (большем) значении излучательной способности: вместо измеренной при температурах 200–700°C излучательной способности фильтра $\varepsilon=0.2$ в пирометре устанавливалось значение $\varepsilon_{пир}=0.25$. Полученные при $\varepsilon_{пир}=0.25$ показания пирометра ($T_{пир}$) затем пересчитывались по формуле $\varepsilon_{пир}T_{пир}^4 = \varepsilon T^4$, где T – абсолютная температура.) В процессе отжига образца образовалась трещина. На рисунке 4.23 представлены измерения пропускания образца после отжига на длинах волн 13.5 нм, 0.633 мкм и 10.6 мкм. Подъём в центре на графике пропускания на длине 13.5 нм связан с трещиной. Отметим падение пропускания плёнки после отжига на длине 10.6 мкм, которое, возможно, объясняется ростом отражения излучения от плёнки вследствие ухода кремния из структуры в пятне нагрева. На рисунке 4.24 приведены распределения кислорода, углерода и кремния по глубине, полученные методом ВИМС анализа в нескольких местах отожжённого образца. Эти участки располагаются последовательно на разных расстояниях между краем кремниевой рамки и центром лазерного пятна, для некоторых из них обозначена приблизительная температура (полученная из предположения, что интенсивность в пятне распределена по гауссу). Из этих распределений видно, что основной причиной уменьшения пропускания фильтра является рост содержания кислорода в структуре. Наблюдается существенное уменьшение количества кремния при приближении к центру пятна. Возможно, что обеднение структуры кремнием стало одной из причин образования трещины в образце.



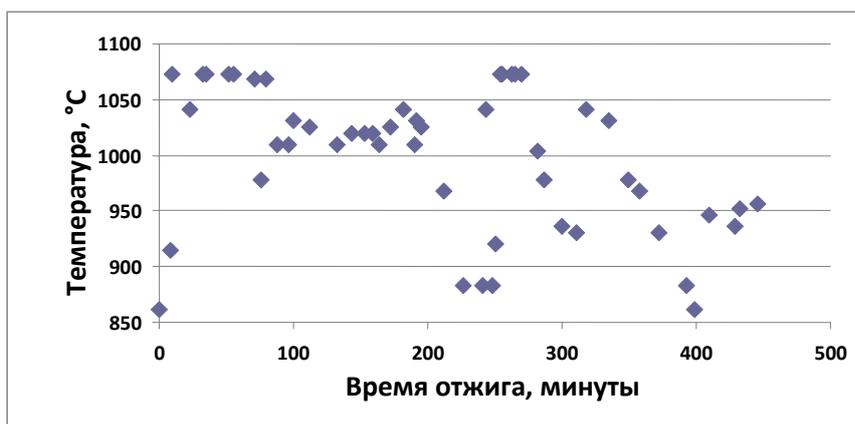


Рис. 4.23. Измеренные значения пропускания MoSi_2 -3.5 нм, (Mo-2.5 нм, ZrSi_2 -1.5 нм)*11, Mo-2.5 нм, MoSi_2 -3.5 нм образца на длинах волн 13.5 нм, 0.633 мкм, 10.6 мкм после отжига в течение 7 часов при температуре более 1000°C в центре лазерного пятна. На отдельном графике показана температура плёнки, рассчитанная по результатам измерения потока излучения плёнки ИК-пирометром Metis MB35.

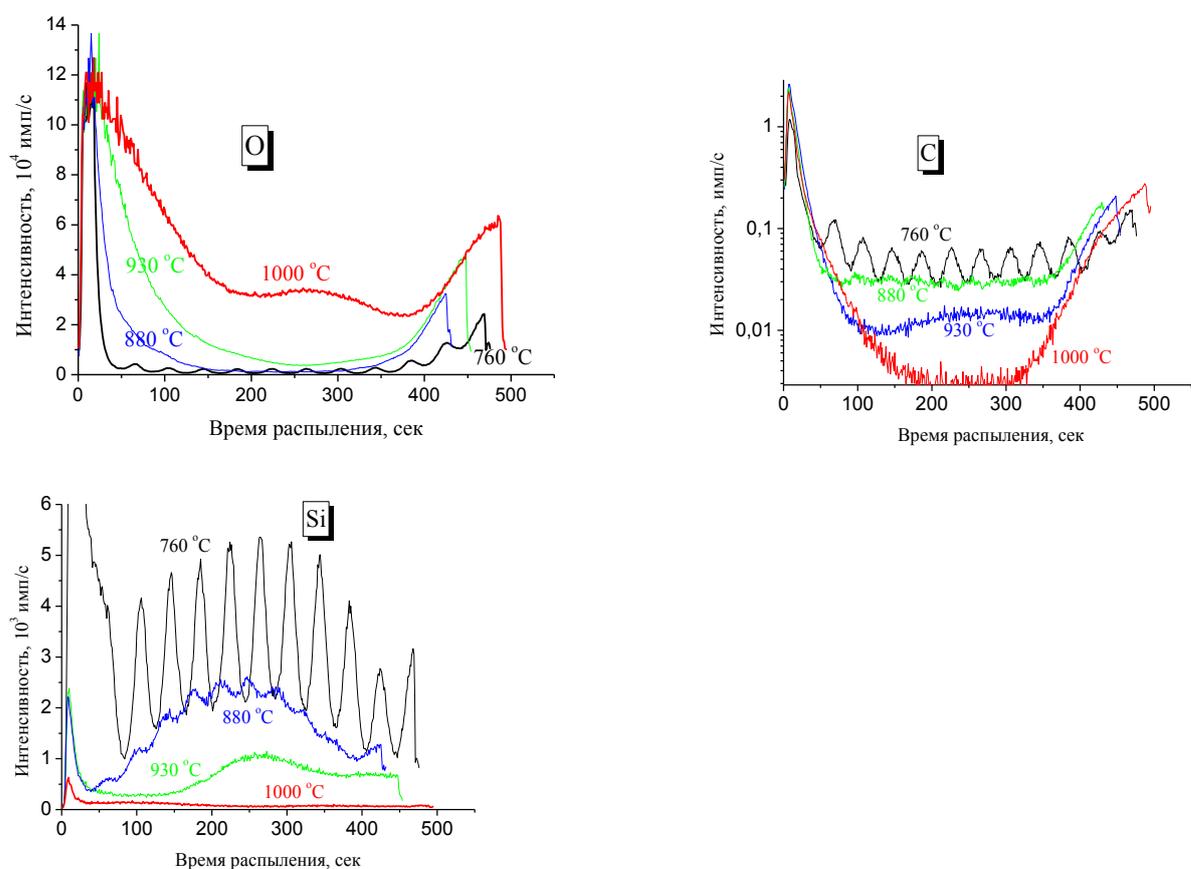


Рис. 4.24. Распределение, по данным ВИМС, O, C и Si в структуре фильтра MoSi_2 -3.5 нм, (Mo-2.5 нм, ZrSi_2 -1.5 нм)*11, Mo-2.5 нм, MoSi_2 -3.5 нм после вакуумного

отжига в течение 7 часов при температуре более 1000°C в центре пятна. На каждом графике показаны распределения, снятые в разных местах последовательно между областью вблизи края рамки (температура 760°C) и центром лазерного пятна (температура 1000°C).

Подтверждение уменьшения содержания кремния в отожжённых областях фильтра мы находим и в результатах анализа образца методом электронной дифракции. Уменьшение концентрации кремния в плёнке проявляется в изменении фазового состава силицидов. В исходном состоянии (см. рис. 4.25 а) многослойная плёнка MoSi₂-3.5 нм, (Mo-2.5 нм/ZrSi₂-1.5 нм)*11, Mo-2.5 нм, MoSi₂-3.5 нм представляет собой поликристалл. На микродифракционной картине наблюдается ряд достаточно чётких колец. Средние межатомные расстояния, рассчитанные по положению этих колец, близки по величине к расстояниям Mo–Mo в структуре чистого молибдена. Кристаллическая фаза материалов защитного слоя MoSi₂ и прослойки ZrSi₂ в исходной плёнке не зарегистрирована.

Между границей зоны отжига и краем рамки, (рис. 4.25 б), где плотность поглощенного потока энергии превышает значение 1 Вт/см², соответствующее температуре более 500°C, многослойная пленка представляет собой текстурированную структуру сложного состава, состоящую из нескольких фаз. Значительная часть материала состоит из различных силицидов, в частности, ZrSi₂, MoSi₂ и нестехиометричного силицида молибдена, близкого по составу к Mo₃Si₂. Наряду с рефлексами от кристаллов силицидов на микродифракционной картине присутствуют кольца от кристаллов молибдена.

В центре зоны отжига (рис. 4.25 в), где температура превышает 1000°C, отсутствуют фазы MoSi₂ и ZrSi₂, но регистрируются слабые рефлекссы от кристаллов ZrSi с меньшим содержанием Si. По-прежнему, присутствуют кольца от кристаллов Mo.

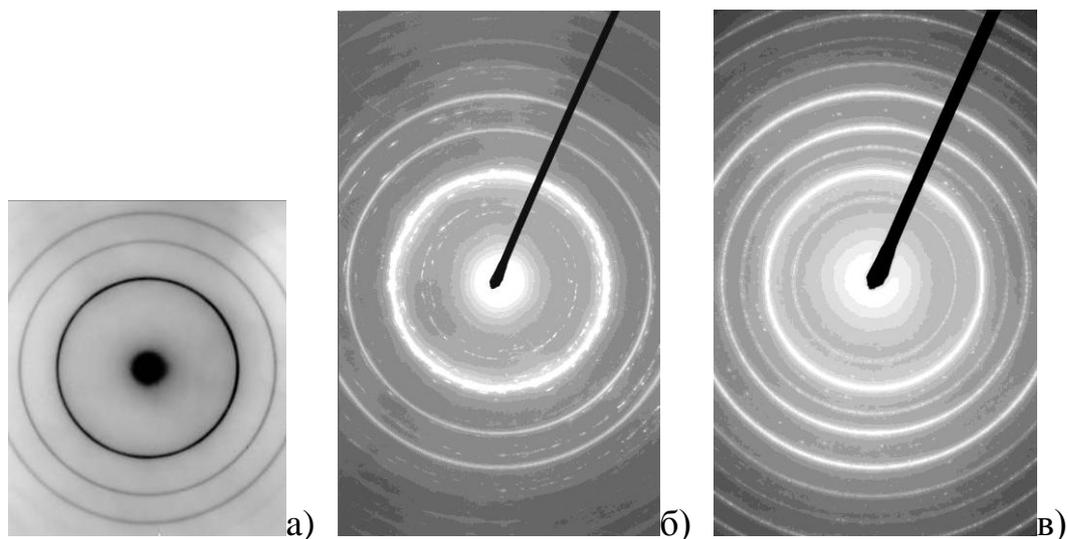


Рис. 4.25. Картины электронной микродифракции на просвет от структуры MoSi_2 -3.5 нм, $(\text{Mo}-2.5 \text{ нм}/\text{ZrSi}_2-1.5 \text{ нм}) \cdot 11$, $\text{Mo}-2.5 \text{ нм}$, MoSi_2 -3.5 нм. а) - исходный образец, б-в) - образец после лазерного отжига (б- в месте между центром лазерного луча и краем рамки, в – около центра (температура 1000°C)).

Сравнение распределения Si в исходной и отожженной структурах, полученных методом ВИМС (рис. 4.26), позволяет оценить количество сублимировавшего вещества (предполагается, что количество кремния до и после отжига приблизительно пропорционально площади под кривой, если исключить приповерхностные слои, где оказывают влияние матричные эффекты). В зоне с максимальным нагревом интегральная концентрация Si в плёнке снизилась примерно в 30 раз за 19 часов отжига. Оценка скорости и энергии сублимации кремния даёт значения 10^{-4} нм/с (при температуре 930°C) и 4.2 эВ, соответственно. Найденное значение энергии сублимации попадает в интервал данных (4.1–4.5 эВ) ряда работ (см. ссылки к статье [96]), в которых измерялся этот параметр.

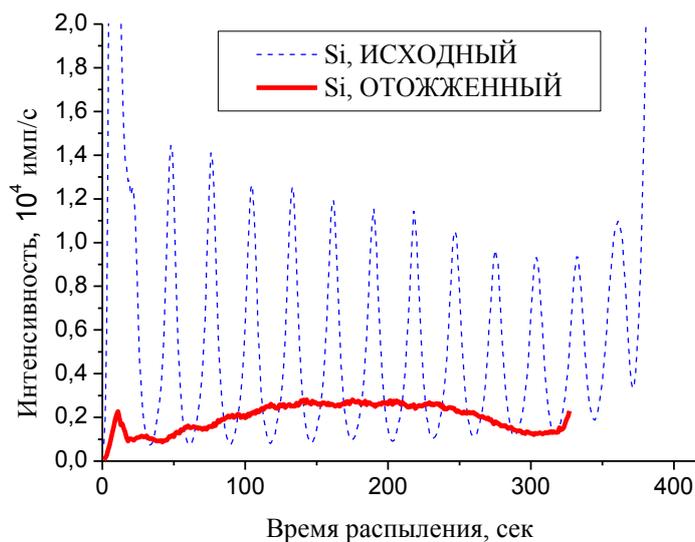


Рис. 4.26. Распределение кремния в структуре MoSi_2 -3.5 нм, (Mo-2.5 нм/ ZrSi_2 -1.5 нм)*11, Mo-2.5 нм, MoSi_2 -3.5 нм до и после лазерного отжига при температуре 930°C в течение 19 часов.

4.4.3. Изучение эксплуатационной стойкости фильтра при длительных тепловых нагрузках

Проводился долговременный токовый отжиг Mo/ ZrSi_2 фильтра с MoSi_2 защитными покрытиями при температуре 840°C. Давление остаточных газов в камере составляло $P_{\text{ост}}=(1-3)*10^{-8}$ торр, время отжига - 120 часов. Результаты измерения пропускания на трёх длинах волн до и после отжига представлены в таблице 4.6.

Таблица 4.6. Измеренные пропускания MoSi_2 -3.2 нм, (Mo-2.5 нм/ ZrSi_2 -1.4 нм)*11, Mo-2.5 нм, MoSi_2 -3.2 нм фильтра до и после токового отжига при температуре 840°C в течение 120 часов.

Исходный	Отожженный
$T(\lambda=13.5 \text{ нм})=71.5\%$	$T(\lambda=13.5 \text{ нм})=69.3\%$
$T(\lambda=0.633 \text{ мкм})=0.68\%$	$T(\lambda=0.633 \text{ мкм})=0.82\%$
$T(\lambda=10.6 \text{ мкм})=0.8\%$	$T(\lambda=10.6 \text{ мкм})=1.7\%$

В отличие от экспериментов с подобным образцом при лазерном отжиге, изменение пропускания Mo/ZrSi₂ фильтра на рабочей длине волны 13.5 нм связано в первую очередь с накоплением углерода в плёнке (см. рис. 4.27). Отметим также, что в отличие от лазерного отжига, пропускание на длине волны 10.6 мкм образца существенно возросло. Одна из возможных причин такого отличия – наличие в стенде для долговременного отжига паров вакуумного масла, попадающего в камеру при предварительной откачке камеры турбомолекулярным насосом.

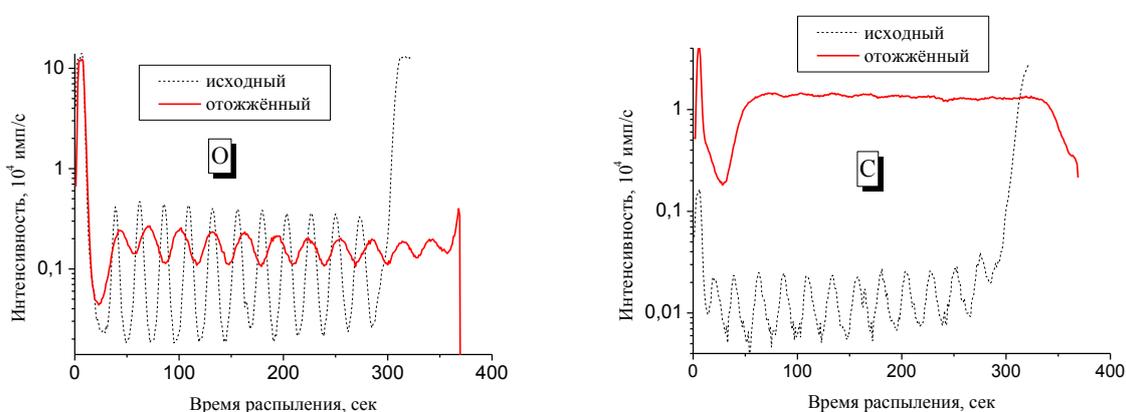


Рис. 4.27. Распределение, по данным ВИМС, кислорода и углерода по глубине MoSi₂-3.2 нм, (Mo-2.5 нм/ZrSi₂-1.4 нм)*11, Mo-2.5 нм, MoSi₂-3.2 нм структуры до и после токового отжига при температуре 840°C в течение 120 часов.

Другая возможная причина – особенность лазерного отжига, состоящая в том, что температура фильтра не постоянна, а периодически изменяется (см. рис. 4.11). На это указывает следующий эксперимент. Образец MoSi₂-3.5 нм, (Mo-2.5 нм/ZrSi₂-1.5 нм)*11, Mo-2.5 нм, MoSi₂-3.5 нм отжигался в установке для проведения лазерного отжига. Чтобы повысить временную стабильность интенсивности падающего на фильтр излучения, вместо CO₂ лазера для нагрева фильтра использовался диодный лазер JOLD-45-CPXF-1L, $\lambda = 808$ нм. Нагрев фильтра осуществлялся в непрерывном (в отличие от случая, когда применялся CO₂ лазер) режиме в течение 20 часов, температура плёнки в центре пятна составляла 940°C, остаточное давление в камере – менее 10⁻⁵ Па. В результате

отжига наблюдаются изменения в оптических характеристиках фильтра аналогичные изменениям при токовом отжиге (см. рис.4.28). Кроме того, анализ распределения примесей О и С в плёнке, полученный методом ВИМС, показывает, что основная причина падения пропускания фильтра в ЭУФ диапазоне связано с увеличением содержания С в структуре плёнки (см. рис. 4.29).

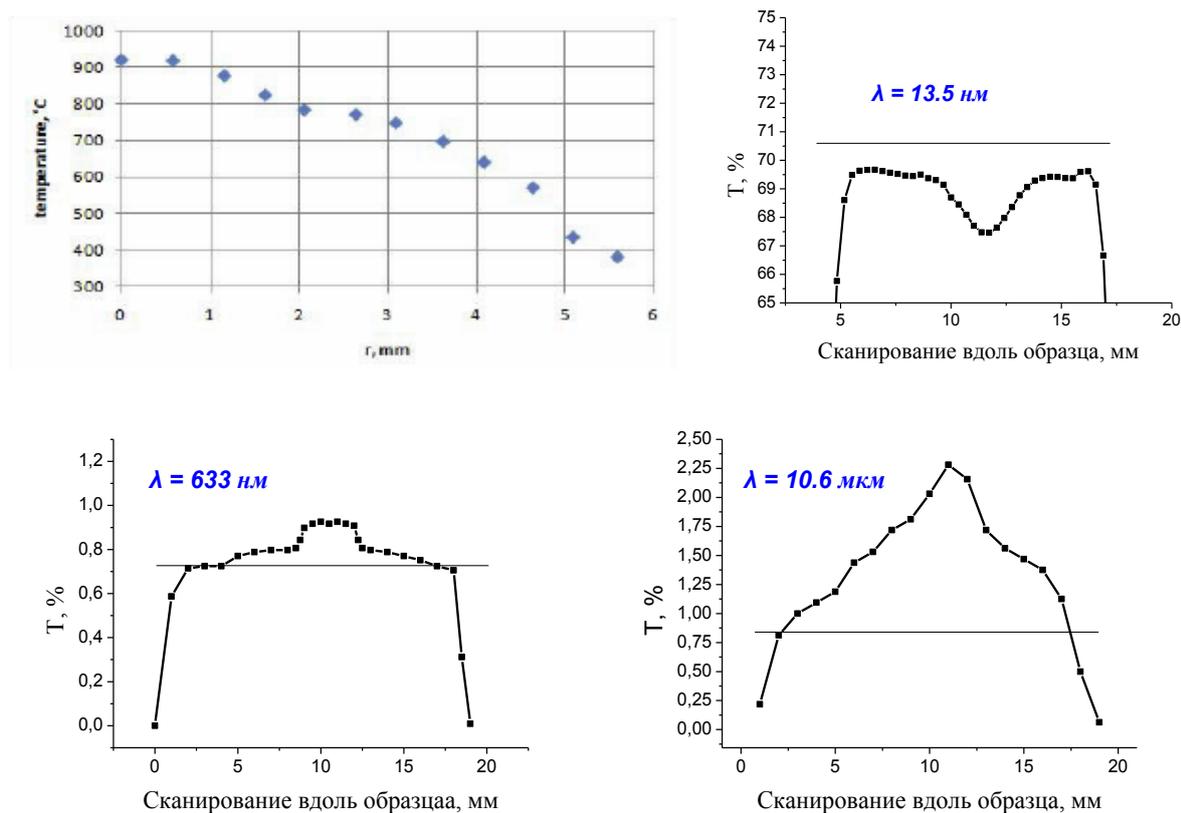


Рис. 4.28. Измеренные значения пропускания MoSi_2 -3.5 нм, (Mo -2.5 нм, ZrSi_2 -1.5 нм)*11, Mo -2.5 нм, MoSi_2 -3.5 нм образца на длинах волн 13.5 нм, 0.633 мкм, 10.6 мкм после отжига в течение 20 часов при температуре более 940°C в центре лазерного пятна. На отдельном графике показано распределение температуры плёнки вдоль радиуса отверстия, измеренного ИК пирометром.

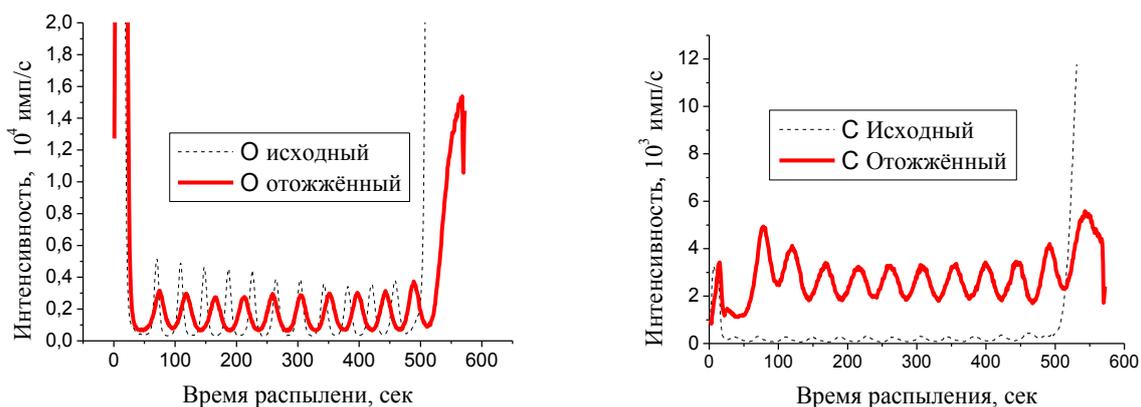


Рис. 4.29. Распределение, по данным ВИМС, кислорода и углерода по глубине MoSi_2 -3.5 нм, $(\text{Mo}$ -2.5 нм/ ZrSi_2 -1.5 нм)*11, Mo -2.5 нм, MoSi_2 -3.5 нм структуры до и после лазерного отжига в непрерывном режиме при температуре 940°C в течение 20 часов.

Из сопоставления графиков распределения температуры по радиусу пятна нагрева и измеренной кривой пропускания на длине 13.5 нм (см. рис. 4.28) можно построить примерную зависимость пропускания образца от температуры (рис. 4.30).

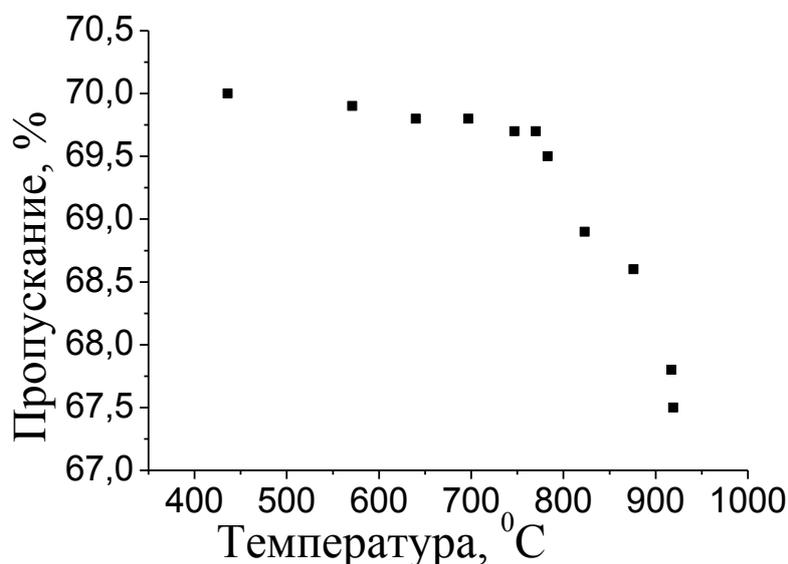


Рис. 4.30. Построенная на основе данных рис. 4.26 зависимость пропускания фильтра MoSi_2 -3.5 нм, $(\text{Mo}$ -2.5 нм, ZrSi_2 -1.5 нм)*11, Mo -2.5 нм, MoSi_2 -3.5 нм от температуры (продолжительность отжига 20 часов).

4.4.4. Прототип большеапертурного Mo/ZrSi₂ фильтра с MoSi₂ защитными покрытиями

Таким образом, лучшей по термостабильности из протестированных структур является Mo/ZrSi₂ структура с MoSi₂ защитными покрытиями с порогом по поглощённой мощности около 2.5 - 3 Вт/см² (температура 750-800°C). Были изготовлены прототипы свободновисящих фильтров указанной структуры апертурой 160 мм, состоящих из двух половинок (рис. 4.31).

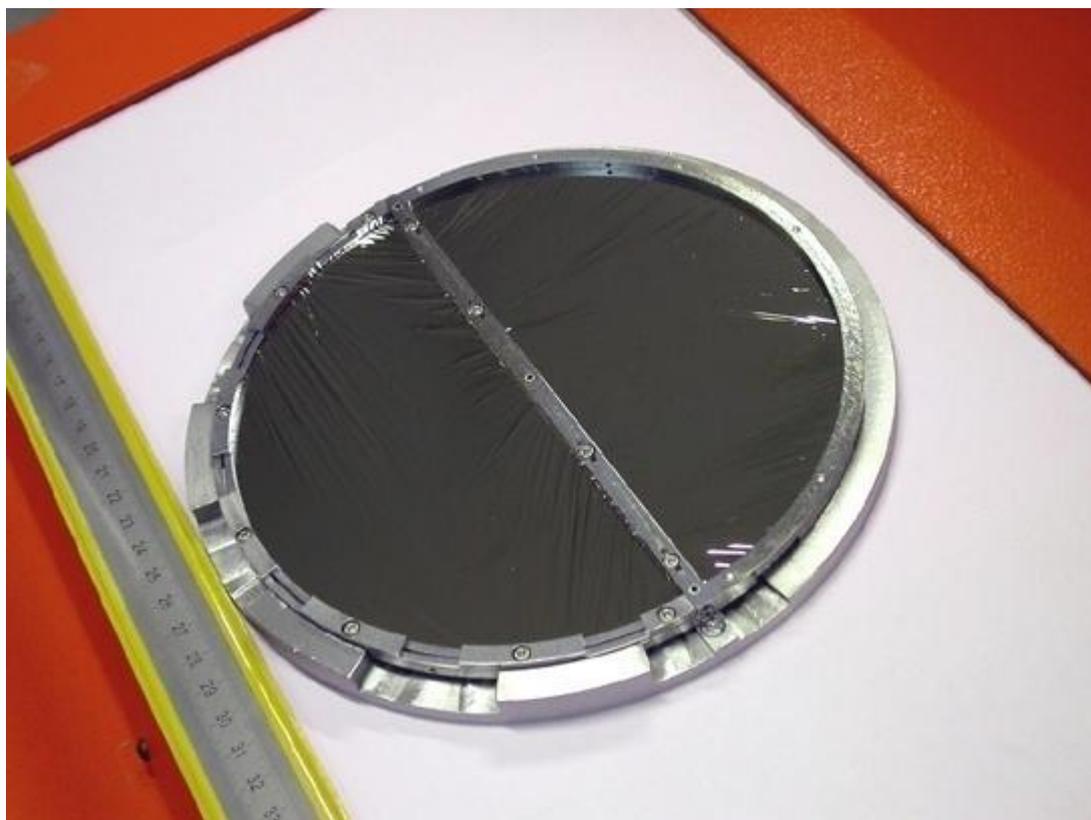


Рис. 4.31. Фотография прототипа абсорбционного свободновисящего фильтра MoSi₂-3.5 нм, (Mo-2.5 нм/ZrSi₂-1.5 нм)*11, Mo-2.5 нм, MoSi₂-3.5 нм для установок проекционной ЭУФ литографии. Фильтр состоит из двух круговых секторов, апертура фильтра 160 мм.

Пропускание фильтра на длине волны 13.5 нм составляет 70.7%, пропускание в УФ, видимом и ИК диапазоне менее 1.5% (см. рис. 4.32).

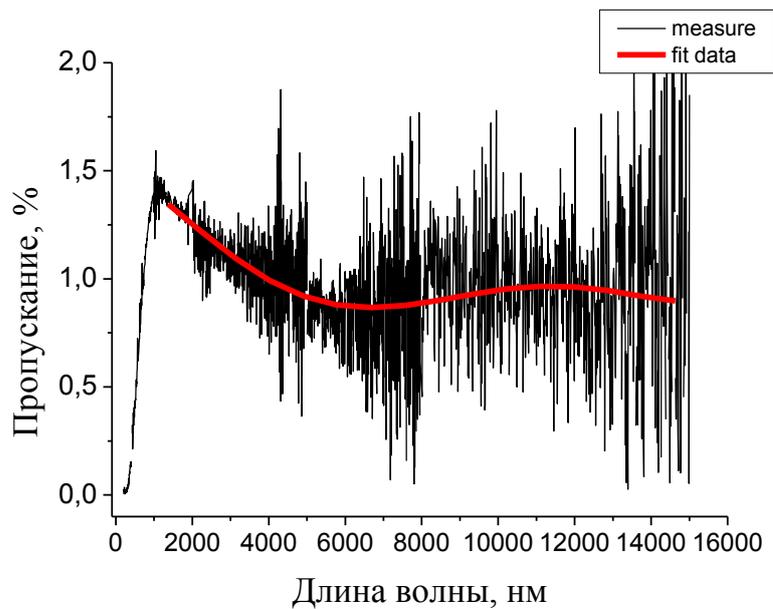


Рис. 4.32. Измеренное пропускание MoSi_2 -3.5 нм, $(\text{Mo}-2.5 \text{ нм}/\text{ZrSi}_2-1.5 \text{ нм})^*11$, $\text{Mo}-2.5 \text{ нм}$, MoSi_2 -3.5 нм фильтра в длинноволновом диапазоне (от 200 нм до 15 мкм). (Лукьянов А.Ю.)

Основные результаты

К основным результатам диссертационной работы можно отнести следующее:

1. Развита методика изготовления ультратонких, толщиной 40-200 нм, с рекордно высокой апертурой, до 160 мм, свободновисящих тонкоплёночных спектральных фильтров экстремального ультрафиолетового диапазона.

2. Экспериментально показано, что оптимизированные многослойные фильтры, состоящие из чередующихся слоёв металла нанометровых толщин и упрочняющих прослоек, при сравнимой общей толщине плёнки существенно превосходят по прочности однослойные фильтры из того же металла. Эффект упрочнения связан с зависимостью размеров кристаллитов и внутренних напряжений от толщины металлических слоёв.

3. Разработана методика и создан испытательный стенд для долговременных термических испытаний свободновисящих плёнок. Методика основана на нагреве плёночных образцов в вакууме за счёт джоулева тепла, выделяющегося в плёнке при пропускании через неё электрического тока. Испытательный стенд оснащён схемой стабилизации выделяемой в плёнке мощности и каналами для измерения пропускания образца на длине волны 633 нм и для контроля температуры плёнки с помощью ИК пирометра.

4. Для астрономических применений предложены и разработаны многослойные тонкоплёночные Zr/Si фильтры на длину волны 13.2 нм (линии излучения ионов Fe XXI - Fe XXIII) и Al/Si фильтры на длины волн 17.1 нм (линии излучения ионов Fe IX, Fe X) и 30.4 нм (линия излучения иона He II) на поддерживающих сетках с размером ячейки до 5 мм. Изготовлены комплекты фильтров для обсерватории ТЕСИС и ракетного эксперимента Ni-C. В ходе этих экспериментов были получены изображения солнечной короны с высоким временным (1-5 сек) и рекордным пространственным разрешением (0.3-0.4").

5. Создана методика изготовления Mg-содержащих фильтров с прозрачностью более 15% на рабочей длине волны 58.4 нм при высоком давлении длинноволнового фонового излучения.

6. Для стендов проекционной нанолитографии на длине волны 13.5 нм предложены и разработаны многослойные свободновисящие структуры на основе различных комбинаций слоёв Si, Zr, Mo, ZrSi₂, MoSi₂. Проведено сравнительное тестирование термической стабильности изготовленных образцов при вакуумном нагреве. Изучена возможность и целесообразность их применения в промышленных литографических системах в качестве спектральных термостойких фильтров с высокой прозрачностью (>70%) на рабочей длине волны.

7. Продемонстрирована эффективность применения Ru, MoSi₂ защитных покрытий для увеличения устойчивости фильтра к долговременному тепловому воздействию.

8. Предложена и реализована наиболее термически стабильная структура Mo/ZrSi₂ с MoSi₂ защитными покрытиями, выдерживающая многочасовой нагрев в вакууме при плотности поглощённой мощности до 2.5 Вт/см². При более интенсивных поглощаемых тепловых потоках уменьшается прозрачность на рабочей длине волны и ослабляется блокировка длинноволнового фона, что вызвано увеличением содержания в плёнке кислорода.

Литература

1. Hunter, W.R. Thin Films and Their Uses for the Extreme Ultraviolet / W.R. Hunter, D.W. Angel, and R. Tousey // *Appl. Opt.* – 1965. - Vol. 4. - № 8. – P. 891-898.
2. Feldman, U. The importance of spectroscopy in the 80-800 Å region for plasma diagnostics in the solar atmosphere / U. Feldman, G.A. Doschek, and W.E. Behring // *Space Science Reviews.* – 1978. – v. 22. – p. 191-212.
3. Kemp, K. EUV lithography /K. Kemp and S. Wurn // *Comptes Rendus Physique.* -2006. - v.7. – p. 875–886.
4. Виноградов, А.В. Многослойная рентгеновская оптика / А.В. Виноградов // *Квантовая электроника.* – 2002. – v. 32. - №12. – с. 1113–1121.
5. Banine, V. Plasma sources for EUV lithography exposure tools / V. Banine and R. Moors // *J. Phys. D: Appl. Phys.* – 2004. - v.37. – p. 3207–3212.
6. Herpen, M. M. J. W. Spectral-purity-enhancing layer for multilayer mirrors / M. M. J. W. van Herpen, R. W. E. van de Kruijs, D. J. W. Klunder, E. Louis, A. E. Yakshin, S. Alonso van der Westen, F. Bijkerk and V. Banine // *Opt. lett.* – 2008.- Vol. 33. - №. 6.- p. 560-562.
7. Tousey, R. The extreme ultraviolet spectrum of the sun / R. Tousey // *Space Science Reviews.*- 1963.- V. 2. - № 1. – p. 3-69.
8. Harada, T Thin film filters for an EUV multilayer mirror optics with a laser produced plasma light source / T. Harada and T. Hatano // *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena.* – 2005. - v.144–147. – p. 1075–1077.
9. Зайдель, А.Н. Вакуумная спектроскопия и ее применение / А.Н. Зайдель, Е.Я. Шрейдер // М.: Наука.- 1976. – с.83.
10. Хантер, В.Р. Изготовление свободных металлических пленок и их применение в качестве светофильтров для крайней ультрафиолетовой области спектра / В.Р. Хантер // *Физика тонких пленок.* М.: Мир – 1977. - т.VII.-с.52.
11. Powell, F.R. Thin film filter performance for extreme ultraviolet and x-ray

- application / F.R. Powell, P.W. Vedder, J.F. Lindblom, S.F. Powell // *Optical Engineering*. – 1990. - 29(6). - p.614-624.
12. Wilhelm, K. Observations of the Sun at vacuum-ultraviolet wavelengths from space. Part II: Results and interpretations / K. Wilhelm, E. Marsch, B. N. Dwivedi, U. Feldman // *Space Science Reviews*. – 2007. - Volume 133, Issue 1-4. - p. 103-179.
13. Rousseau, A.D. Stability of EUV multilayers to long-term heating, and to energetic protons and neutrons, for extreme solar missions / A.D. Rousseau; D.L. Windt; B. Winter; L. Harra; H. Lamoureux; F. Eriksson // *Proc. of SPIE*. -2005. – V.5900. – p. 590004-1-9.
14. Böwering, N.R. Performance results of laser-produced plasma test and prototype light sources for EUV lithography / N.R. Böwering, I.V. Fomenkov, D.C. Brandt, A.N. Bykanov, A.I. Ershov, W.N. Partlo, D.W. Myers, N.R. Farrar, G.O. Vaschenko, O.V. Khodykin, J.R. Hoffman, C.P. Chrobak, S.N. Srivastava, I. Ahmad, C. Rajyaguru, D. Golich, D.A. Vidusek, S. D. Dea, R.R. Hou // *J. Micro/Nanolith. MEMS MOEMS*. – 2009.-V.8(4). - p. 041504-1-11.
15. George, S.A. Estimating the out-of-band radiation flare levels for extreme ultraviolet lithography / S.A. George, P.P. Naulleau, S. Rekawa, E. Gullikson, C.D. Kemp // *J. Micro/Nanolith. MEMS MOEMS*. -2009.- V.8(4). - p. 041502-1-8.
16. Wood, R.W. Optical properties of homogeneous and granular films of sodium and potassium / R.W. Wood // *Philosophical Magazine Series 6*. – 1919. – v. 38. –№ 223.- p. 98-112
17. Zener, C. Remarkable optical properties of the alkali metals / C. Zener // *Nature*. - 1933.- v. 132.- p. 968
18. Kronig, R.L. Remarkable optical properties of the alkali metals / R.L. Kronig // *Nature*. – v. 133. – p. 211-212
19. Блохин, М.А. Физика рентгеновских лучей / М.А. Блохин // М.: Гос. изд-во технико-теорет. лит. – 1953.

20. O'Brayen, H.M. Structure of the extremely soft X-ray absorption of solids / H.M. O'Brayen // Physical Review. – v. 49. – p. 944.
21. Hartzler, H.H. Transparency of thin metallic films in the ultraviolet / H.H. Hartzler // J.O.S.A. – 1934. – v.24. – p. 339-341.
22. Givens, M.P. Soft X-ray absorption of tellurium and vitreous and metallic selenium / M.P. Hartzler // Physical review. – 1955. – v. 100. -№ 4. – p. 1112-1115.
23. Tomboulion, D.H. Absorption by aluminum in the soft X-ray region / D.H. Tomboulion and E.M. Pell // Physical review. – 1951. – v. 83. - №6. –p. 1996-2001.
24. Philipp, H.R. Optical constants in the X-ray range / H.R. Philipp and H. Ehrenreich // Journal of applied physics.- 1964. - v.35, №5, p. 1416-1419.
25. Слэтер, Дж. Диэлектрики, полупроводники, металлы / Дж. Слэтер // М.: Мир – 1969.
26. Walker, W.C. Optical and photoelectric properties of thin metallic films in the vacuum ultraviolet / W.C. Walker, O.P. Rustgi, G.L. Weissler // J.O.S.A. – 1959. –v.49. - №5 – p. 471-475.
27. Rustgi, O.P. Transmittance of thin metallic films in the vacuum-ultraviolet region below 1000 Å / O.P. Rustgi // J.O.S.A. – 1965. –v.55. - №6 – p. 630-634.
28. Laird, E.R. Absorption in the region of soft X-rays / E.R. Laird // Physical Review. – 1927. - v.29. - p. 41-49.
29. O'Bryan, H.M. The absorption and dispersion of celluloid between 300A and 1000A / O'Bryan H.M. // J.O.S.A. – 1932. –v.22. - p. 739.
30. Tomboulion, D.H. Metal foils as filter in the soft x-ray region / D.H. Tomboulion, D.E. Bedo // The review of scientific instruments. – 1955. – v. 26. - №8. - p.747-750.
31. Carpenter, F.E. Preparation of unbacked metallic films / F.E. Carpenter and J. A. Curcio // Rev. Sci. Instrum. – 1950. – v.21. – p. 675.
32. Hast, N. Production of extremely thin metal films by evaporation on to liquid surfaces / N. Hast // Nature. – 1947. – v.162. – p. 892-893.

33. Bashkin, S. A note on thin nickel foils / S. Bashkin and G. Goldhaber // *Rev. Sci. Instrum.* – 1951. – v. 22. – p. 112.
34. Spear, W.E. The preparation of unbacked gold films of known thickness / W.E. Spear // *J. Sci. Instrum.* – 1954. - v. 32. - p. 34-35.
35. Sawyer, G.A. Unbacked thin films / G.A. Sawyer // *Rev. Sci. Instrum.* – 1952. - v. 23. - p. 604-606.
36. Conlon, D. Preparation of unbacked thin films / D. Conlon and W.P. Doyle // *J. Sci. Instrum.* – 1965. - v. 42. - p. 286-287.
37. Mitrofanov, A.V. Fabrication of multilayer thin film filter on support screen and their properties / A.V. Mitrofanov and D.N. Tokarchuk // *Nuclear instruments and methods in physics research A.* – 1989. - v. 282. - p. 546-550.
38. Hatayama, M. High-transmittance free-standing aluminum extreme ultraviolet filter / M. Hatayama, H. Takenaka, E.M. Gullikson, A. Suda, K. Midorikawa // *Japanese journal of applied physics.* – 2009. – v. 48. – p. 122202
39. Зайдель, А.Н. Вакуумная спектроскопия и ее применение / А.Н. Зайдель, Е.Я. Шрейдер // *М.:Наука.* – 1976. – с. 122.
40. Powell, F.R. Filter windows for EUV lithography / F.R. Powell and T.A. Johnson / *Proceedings of SPIE.* – 2001. – v. 4343. – p. 585-589.
41. Mitrofanov, A.V. The soft X-ray and extremely ultraviolet filters with negligible pinholes transmittance / A.V. Mitrofanov // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A.* – 1998. - v. 405. - p. 286-288.
42. Powell, F.R. Transmittance measurements for a variety of x-ray/EUV filter materials and pinhole leak measurements utilizing a new visible light photometer system / F.R. Powell and J. Fox // *Proc. SPIE.* – 1994. – v. 2011. – p. 428.
43. Stephan, K.H. Performance of an optical filter for the XMM focal plane CCD camera EPIC / K.H. Stephan, C. Reppin, M. Hirschinger, H.J. Maier, D. Frischke, D. Fuchs, P. Mueller and P. Guertler // *Proc. SPIE.* – 1996. – v. 2808. – p. 421.
44. Hunter, W.R. Evaluation of pinholes in unbacked metal film filters to be used in rocket- and satellite-borne XUV spectroheliographs / W.R. Hunter, J. D. Purcell, and G.N. Steele // *Applied Optics.* – 1973. – v. 12. - №8. – p. 1874-1879.

- 45.Палатник, Л.С. Механические свойства металлических пленок / Л.С. Палатник, А.И. Ильинский // УФН. – 1968. – т. 95. - №4. – с. 613-645.
- 46.Beams, J.W. Mechanical properties of thin films of gold and silver / J.W. Beams // Structure and properties of thin films. – 1959. –p. 183-192.
- 47.Powell, F.R. Care and feeding of soft x-ray and extreme ultraviolet filters / F.R. Powell // Proc. SPIE. – 1993. – v. 1848. – p. 503-514.
- 48.Chakrabarti, S. Long term variability of transmission of thin In-Sn and Sn-C films for EUV instrumentation / S. Chakrabarti, S. Bowyer, F. Paresce, J. B. Franke, and A. B. Christensen // Applied Optics. – 1982. – v. 21. - №19. – p. 3417-3418.
- 49.Lavoy, R.M. A study of GOES SXI entrance filter designs and the potential for on-orbit degradation / R.M. Lavoy, J. Lemen, S. Benner, M. Morrison, D. Datlowe, F. Powell, H. Lopez, R. Smith, J. Anne // Proc. SPIE. – 2008. – v. 7011. – p. 701112F.
- 50.Powell, F.R. Filter windows for EUV lithography / F.R. Powell and T.A. Johnson // Proc. SPIE. – 2001. – v. 4343. – p. 585.
- 51.Белик, В.П. Разработка свободных оптических фильтров на область спектра 12-15 нм для источника излучения нанолитографа / В.П. Белик, Ю.М. Задиранов, Н.Д. Ильинская, А.В. Корляков, В.В. Лучинин, М.А. Маркосов, Р.П. Сейсян, Э.М. Шер // Письма в ЖТФ. – 2007. – т. 33. - №12. – с. 29-36
- 52.Митрофанов, А.В. Тонкоплёночные фильтры рентгеновского и вакуумного ультрафиолетового излучений с высоким уровнем блокировки светового фона / А.В. Митрофанов // Приборы и техника эксперимента. – 1997. - №5. – с. 137-141
- 53.Hemphill, R. Extreme-ultraviolet calibration of thin-film Zr filter for the Cosmic Hot Interstellar Plasma Spectrometer / R. Hemphill, M.G. Pelizzo, M. Hurwitz // Applied Optics. – 2002. – v. 41. - №22. – p. 4680-4685.
- 54.Henneck, R. Transmission of thin indium filters in the EUV and lifetime tests / R. Henneck, K. Bjoerknaes and S.R. Jelinsky // Proc. SPIE. – 1997. – v. 3114. – p. 648.

55. Hurwitz, M. Very long-term stability of thin indium/tin film transmission / M. Hurwitz, S. Labov, and S. Chakrabarti // *Applied Optics*. – 1985. – v. 24. - №12. – p. 1735-1736.
56. Canfield, L.R. Silicon photodiodes with integrated thin-film filters for selective bandpasses in the extreme ultraviolet / L.R. Canfield, R.E. Vest, T.N. Woods and R.S. Korde // *Proc. SPIE*. – 1994. – v. 2282. – p. 31.
57. Palombara, N.L. The filters for EPIC: optimized design / N.L. Palombara, C. Musso, M. Conte, M. Barbera // *Astrophysics and Space Science*. – 1996. – v. 239. – p. 281-296.
58. Собельман, И.И. Эксперимент ТЕРЕК по исследованию рентгеновского излучения Солнца на космическом аппарате «ФОБОС» / И.И. Собельман, И.А. Житник, Б. Вальничек и др. // *Препринт ФИАН 241*. – 1988.
59. Sobelman, I. Diagnostics of the inner corona by XUV-imaging of the sun / I. Sobelman, I. Zhitnik, A. Ignatiev, V. Korneev et al. // *Adv. Space Res.* – 1991. – v. 11.-№1. - p. 99-107.
60. Zhitnik, I.A. Instruments for imaging XUV spectroscopy of the sun on board the CORONAS-I satellite / I.A. Zhitnik, A.P. Ignatiev, V.V. Korneev et al. // *Proc. SPIE*. – 1998. – v. 3406. – p. 1-19.
61. Mitrofanov, A.V. Spectral filtration of XUV radiation with the help of thin film filters in the TEREK-C solar telescope and RES-C spectroheliograph / A.V. Mitrofanov, F.A. Pudonin, N. Starodubzev and I.A. Zhitnik // *Proc. SPIE*. – 1998. – v. 3406. – p. 35.
62. Mitrofanov, A.V. SiC: filter for extreme ultraviolet / A.V. Mitrofanov, F.A. Pudonin, I.A. Zhitnik // *Proc. SPIE*. – 1994. – v. 2280. – p. 272-279.
63. Slemzin, V.A. Observations of solar EUV radiation with the CORONAS-F/SPIRIT and SOHO/EIT instruments / V.A. Slemzin, S.V. Kuzin, I.A. Zhitnik, J.-P. Delaboudinière, F. Auchere et al. // *Solar System Research*. – 2005. – v. 39. - №6. – p. 489-500.

64. Митрофанов, А.В. О стабильности пропускания тонкопленочных алюминиевых фильтров / А.В. Митрофанов, С.Ю. Зуев // Известия РАН. Серия физическая. – 2004. – т. 68. - №4. – с. 556-559
65. Platonov, Y.Y. Multilayer mirrors and filters for soft x-ray spectroscopy of a high-temperature plasma / Y.Y. Platonov, S.V. Bobashev, N.N. Salashchenko, D.M. Simanovski, L.A. Shmaenok and S.Y. Zuev // Proc. SPIE. – 1994. – v. 2011. – p. 476-485.
66. Андреев, С.С. Компенсация упругих деформаций Mo/Si-многослойных структур, нанесенных на подложки кварца и зеродура, посредством буферных Cr/Sc слоев / С.С. Андреев, Е.Б. Ключенков, А.Л. Мизинов, В.Н. Полковников, Н.Н. Салащенко, Л.А. Суслов, В.В. Чернов // Материалы совещания «Рентгеновская оптика-2003». ИФМ РАН. Нижний Новгород. – 2003. - С.182-186.
67. Андреев, С.С. Фильтры для экстремального ультрафиолетового диапазона на основе многослойных структур Zr/Si, Nb/Si, Mo/Si и Mo/C / С.С. Андреев, С.Ю. Зуев, Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, К.А. Прохоров, Н.Н. Салащенко, Л.А. Суслов // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. -2003. - №2. – с. 8-11.
68. Виноградов, А.В. Зеркальная рентгеновская оптика / А.В. Виноградов, И.А. Брытов, А.Я. Грудский // Л.: Машиностроение – 1989. – с. 79.
69. URL: http://henke.lbl.gov/optical_constants/
70. Montcalm, C. Extreme-ultraviolet Mo/Si multilayer mirrors deposited by radio-frequency-magnetron sputtering / C. Montcalm, B.T. Sullivan, H. Pepin, J.A. Dobrowolski, and M. Sutton // Applied Optics. – 1994. – v. 33. - №10. – p. 2057-2068.
71. Kozhevnikov, I. Effect of anomalous transmittance in EUV multilayer optics / I. Kozhevnikov, S. Yulin, T. Feigl, N. Kaiser // Optics Communications. – 2008. – v. 281. – p. 3025-3031.
72. Powell, F.R. Thin film filter performance for extreme ultraviolet and X-ray application / Optical engineering. . – 2005. – v. 29. - №6. – p. 614-624.

73. Бибишкин, М.С. Двухзеркальный рефлектометр для относительных измерений коэффициентов отражения многослойных зеркал на длине волны 13.5 нм / М.С. Бибишкин, И.Г. Забродин, И.А. Каськов, Е.Б. Ключенков, А.Е. Пестов, Н.Н. Салашенко, Д.П. Чехонадских, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок // Известия академии наук. Серия физическая. – 2004. – т.68. - №4. – с. 560-564.
74. Кузина, С.И. Цепной и фотоцепной механизмы фотоокисления полимеров / С.И. Кузина, А.И. Михайлов // Химия высоких энергий. – 2010. – т. 44. - №1. – с. 39-53.
75. Кузин, С.В. Исследования Солнца в мягком рентгеновском и вакуумном ультрафиолетовом диапазонах спектра / С.В. Кузин // Материалы симпозиума «Нанопизика и наноэлектроника-2006», г. Нижний Новгород. - 2006 г. –т.1 - С.36-39.
76. Cessateur, G. New observation strategies for the solar UV spectral irradiance / G. Cessateur, J. Liliensten, T. Dudok de Wit, A. BenMoussa and M. Kretzschmar // J. Space Weather Space Clim. – 2012. - v. 2. – p. A16 (1-10).
77. Lin, A.C. Diffraction pattern analysis of bright TRACE flares / A.C. Lin, R.W. Nightingale, T.D. Tarbell // Solar Physics. – 2001. - v. 198. – p. 385-398.
78. Бибишкин, М.С. Рефлектометрия в мягком рентгеновском и экстремальном ультрафиолетовом диапазонах / М.С. Бибишкин, И.Г. Забродин, С.Ю. Зуев, Е.Б. Ключенков, Н.Н. Салашенко, Д.П. Чехонадских, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2003. – №1. – С.70–77.
79. Andreev, S.S. The microstructure and X-ray reflectivity of Mo/Si multilayers / S.S. Andreev, S.V. Gaponov, S.A. Gusev et al. // Thin Solid Films.-2002. - v. 415. – p.123-132.
80. Зуев, С.Ю. Измерение характеристик оптических элементов рентгеновских телескопов / С.Ю. Зуев, А.В. Митрофанов // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2002. - №1.- с. 81-83.

81. Кузин, С.В. Спектральные калибровки фильтров и детекторов солнечного телескопа на диапазон 13.2 нм проекта ТЕСИС // С.В. Кузин, С.В. Шестов, А.А. Перцов, А.А. Рева, С.Ю. Зуев, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Х. Жоу, Т. Хуо / Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2008. - №7.- с. 1-5.
82. Kobayashi, K. The High-Resolution Coronal Imager (Hi-C) / K. Kobayashi, J. Cirtain, A.R. Winebarger, K. Korreck et al. // Solar Phys. – 2014. – v.289. – p. 4393–4412.
83. Кузин, С.В. Исследование солнечной короны со сверхвысоким пространственным разрешением в проекте “Арка” / С.В. Кузин, С.А. Богачев, А.А. Перцов, С.В. Шестов, А.А. Рева, А.С. Ульянов // Известия РАН. Серия физическая. – 2011.- т. 75. - №1. – с. 91-94.
84. Шестов С.В. Спектрогелиографы EUV диапазона для аппаратуры Кортес на МКС / Материалы симпозиума «Нанопластика и нанопластика-2013» , г. Нижний Новгород. - 2013 г. –т.1 - С.340-341.
85. Богачёв, С.А. Космические исследования Солнца методами изображающей рентгеновской спектроскопии / С.А. Богачёв, А.С. Кириченко // Вестник РАН. – 2014. – т. 84. - №3. – с. 206-211.
86. Halain, J.-P. The EUVI instrument on board the Solar Orbiter mission: from breadboard and prototypes to instrument model validation / J.-P. Halain, P. Rochus, E. Renotte et al. // Proc. of SPIE. – 2012. – v. 8443. – p. 844307-1-21.
87. Кузин, С.В. Комплекс изображающих инструментов проекта ИНТЕРГЕЛИОЗОНД / С.В. Кузин, С.А. Богачев, А.А. Перцов, С.В. Шестов, А.С. Ульянов, А.А. Рева, А. Кириченко, И.В. Зимовец, В.Д. Кузнецов // Проект ИНТЕРГЕЛИОЗОНД. Труды рабочего совещания по проекту ИНТЕРГЕЛИОЗОНД, г.Таруса. – 2011. – с. 27-36.
88. Konno, T.J. Crystallization of silicon in aluminium/amorphous-silicon multilayers / . T.J. Konno, R. Sinclair // Philosophical Magazine B. – 1992. - v. 66. – p. 749-765.

- 89.Калмыков, С.Г. Верхняя оценка коэффициента конверсии лазерно-плазменного источника коротковолнового излучения для нанолитографии / С.Г. Калмыков // Письма в ЖТФ. – 2009. – т. 35. - №21. – с. 97-102.
- 90.Sakaguchi, H. Absolute evaluation of out-of-band radiation from laser-produced tin plasmas for extreme ultraviolet lithography / H. Sakaguchi, S. Fujioka, S. Namba et al. // Applied physics letters. – 2008. – v. 92. – 111503-1-3.
- 91.Roberts, J.M. Sensitivity of EUV resists to out-of-band radiation / J.M. Roberts, R.L. Bristol, T.R. Younkin, T.H. Fedynyshyn, D.K. Astolfi, and A. Cabral // Proc. of SPIE. – 2009. – v. 7273. – p. 72731W-1-13.
- 92.Rastegar, A. Study of alternative capping and absorber layers for extreme ultraviolet (EUV) masks for sub-16nm half-pitch nodes / Rastegar, M. House, R. Tian, T. Laursen, A. Antohe and P. Kearney // Proc. of SPIE. – 2014. – v. 9048. – p. 90480L-1-11.
- 93.Bruijn, S. Thermally induced decomposition of B₄C barrier layers in Mo/Si multilayer structures / S. Bruijn, R.W.E. van de Kruijs, A.E. Yakshin, E. Zoethout, F. Bijkerk // Surface & Coatings Technology. – 2010. – v.205. – p. 2469-2473.
- 94.Klunder, D. J. W. Debris mitigation and cleaning strategies for Sn-based sources for EUV lithography / D.J.W. Klunder, M.M.J.W. van Herpen, V.Y. Banine and K. Gielissen // Proc. of SPIE. – 2005. – v. 5751. – p. 943-951.
- 95.Chou, T.C. Phase transformation and mechanical properties of thin MoSi₂ films produced by sputter deposition / T.C. Chou and T.G. Neih // Thin Solid Films. – 1992. – v. 214. -№1. –p. 48-57.
- 96.Souchière, J.L. On the evaporation rate of silicon / J.L. Souchière, V.T. Binh // Surface science. – 1986. – v. 168. - №1-3. – p. 52-58.

Список публикаций автора

Публикации в журналах

A1. Андреев, С.С. Поляризаторы и фазовращатели на основе многослойных зеркал и свободно висящих пленок для диапазона длин волн излучения 2.1 – 4.5 нм / С.С. Андреев, М.С. Бибишкин, Х. Кимура, Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, К.А. Прохоров, Н.Н. Салащенко, Т. Хироно, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало // Известия Академии наук. Серия физическая. - 2004. - Т. 68. - № 4. - С. 565-568.

A2. Андреев, С.С. Фазовращатели на основе свободновисящих многослойных структур Cr/Sc / С.С. Андреев, М.С. Бибишкин, Н. Kimura, Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, К.А. Прохоров, Н.Н. Салащенко, Т. Hirono, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало // Известия Академии наук. Серия физическая. - 2005. - Т.69, - №2, - С.207-210.

A3. Bibishkin, M.S. Multilayer Zr/Si filters for EUV lithography and for radiation source metrology / M.S. Bibishkin, N.I. Chkhalo, S.A. Gusev, E.B. Kluekov, A.Y. Lopatin, V.I. Luchin, A.E. Pestov, N.N. Salashchenko, L.A. Shmaenok, N.N. Tsybin, S.Y. Zuev // Proc. SPIE. – 2008. - V.7025. – 702502.

A4. Chkhalo, N.I. Influence of annealing on the structural and optical properties of thin multilayer EUV filters containing Zr, Mo and silicides of these metals / N.I. Chkhalo, S. A. Gusev, M.N. Drozdov, E. B. Kluekov, A. Ya. Lopatin, V.I. Luchin, A.E. Pestov, N. N. Salashchenko, L.A. Shmaenok, N.N. Tsybin // Proc. SPIE. – 2010. - V.7521. – 752105.

A5. Володин, Б.А. Многослойные тонкопленочные фильтры экстремального ультрафиолетового и мягкого рентгеновского диапазонов / Б.А. Володин, С.А. Гусев, М.Н. Дроздов, С.Ю. Зуев, Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, А.Е. Пестов, Н. Н. Салащенко, Н.Н. Цыбин, Н. И. Чхало, Л. А. Шмаенок // Известия Академии наук. Серия физическая. - 2010. - Т.74, - №1, - С.53-57.

A6. Дроздов, М.Н. Изучение методом ВИМС влияние отжига на распределение элементов в свободновисящих многослойных пленках Al/Si и Zr/ZrSi₂ / М.Н.

Дроздов, Ю.Н. Дроздов, Е.Б. Ключенков, В.И. Лучин, А.Я. Лопатин, Н.Н. Салашченко, Н.Н. Цыбин, Л.А. Шмаенок // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования.-2010.- №5, С. 50-56.

A7. Дроздов, М.Н. Термически стойкие многослойные фильтры на основе молибдена для экстремального УФ-диапазона / М.Н. Дроздов, Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, А.Е. Пестов, Н.Н. Салашченко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало // Известия Академии наук. Серия физическая. - 2011. - Т.75, - №1, - С.77-79.

A8. Дроздов, М.Н. Эволюция распределения элементов в свободно висящих структурах $Zr/ZrSi_2$ с защитными слоями $MoSi_2$ и $ZrSi_2$ при отжиге / М.Н. Дроздов, Ю.Н. Дроздов, Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Н.Н. Салашченко, Н.Н. Цыбин, Л.А. Шмаенок // Известия Академии наук. Серия физическая. - 2011. - Т.75, - №1, - С.80-83.

A9. Chkhalo, N.I. Freestanding multilayer films for application as phase retarders and spectral purity filters in the soft X-ray and EUV ranges / N.I. Chkhalo, M.N. Drozdov, S.A. Gusev, E.B. Kluevokov, A.Ya. Lopatin, V.I. Luchin, N.N. Salashchenko, L.A. Shmaenok, N.N. Tsybin, B.A. Volodin // Proc. of SPIE. – 2011. – Vol. 8076. – 807600-1.

A10. Chkhalo, N.I. Free-standing spectral purity filters for extreme ultraviolet lithography / N.I. Chkhalo, M.N. Drozdov, E.B. Kluevokov, A.Ya. Lopatin, V.I. Luchin, N.N. Salashchenko, N.N. Tsybin, L.A. Sjmaenok, V.E. Vanine, A.M. Yakunin // J. Micro/Nanolith. MEMS MOEMS. – 2012.-Vol. 11(2).- 021115.

A11. Гусев, С.А. Термостабильность свободновисящих ЭУФ-фильтров в условиях длительного вакуумного отжига при температуре 700-1000°C / С.А. Гусев, М.Н. Дроздов, Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Н.Н. Салашченко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования.-2012.- №6. - С. 23-27.

A12. Дроздов, М.Н. Сравнительное тестирование свободно висящих многослойных фильтров $Mo/ZrSi_2$ и $Mo/NbSi_2$ по термостабильности / М.Н. Дроздов, Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, А.Е. Пестов, Н.Н. Салашченко,

Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок // Известия Академии наук. Серия физическая. - 2013. - Т.77. - №1. - С.94-96.

A13. Клюенков, Е.Б. Свободностоящие пленочные структуры для лазерно-плазменных экспериментов / Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин // Квантовая электроника. – 2013. – Т.43. - №4. - С.388-391

Материалы конференций и тезисы докладов с участием автора

T1. Андреев, С.С. Короткопериодные рентгеновские зеркала и поляризаторы на их основе / С.С. Андреев, М.С. Бибишкин, М.В. Зорина, Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, К.А. Прохоров, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало // Материалы совещания "Рентгеновская оптика - 2003". Нижний Новгород - 2003. - С. 173-181.

T2. Андреев, С.С. Свободностоящие многослойные рентгенооптические элементы для XEUV-диапазона / С.С. Андреев, М.С. Бибишкин, Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, К.А. Прохоров, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, Х. Кимура, Т. Хироно // Тезисы докладов IV Национальной конференции по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования материалов РСНЭ-2003. ИК РАН, Москва. - 2003 - С. 459.

T3. Андреев, С.С. Многослойные рентгеновские фильтры и поляризаторы на просвет / С.С. Андреев, М.С. Бибишкин, С.Ю. Зуев, Х. Кимура, Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, К.А. Прохоров, Н.Н. Салашенко, Л.А. Суслов, Т. Хироно, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало // Материалы совещания "Рентгеновская оптика-2004". Нижний Новгород. - 2004. - с. 51-52.

T4. Andreev, S.S. Transmission type phase retarders based on freestanding Cr/Sc multilayers / S.S. Andreev, M.S. Bibishkin, N.I. Chkhalo, E.B. Kluev, A.Ya. Lopatin, V.I. Luchin, K.A. Prokhorov, N.N. Salashchenko, N.N. Tsybin, H. Kimura, T.

Hirono // Digest of the 15th International Synchrotron Radiation Conference. Novosibirsk. - 2004. - P. 145.

T5. Andreev, S.S. Freestanding multilayers for the soft-x-ray and EUV ranges / S.S. Andreev, M.S. Bibishkin, N.I. Chkhalo, E.B. Klunokov, A.Ya. Lopatin, V.I. Luchin, K.A. Prokhorov, N.N. Salashchenko, N.N. Tsybin, H. Kimura T. Hirono // Proceeding of 7th International Conference on the Physics of X-Ray Multilayer Structures. Sapporo, Japan. - 2004. – P1-04.

T6. Бибишкин, М.С. Фильтры на пропускание для станков проекционной EUV-литографии / М.С. Бибишкин, С.Ю. Зуев, А.Ю. Климов, Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Н.Н. Салашченко, Л.А. Суслов, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок // Материалы симпозиума "Нанопизика и наноплектроника". Нижний Новгород. - 2005. - с.497-498.

T7. Бибишкин, М.С. Характеристики абсорбционных EUV-фильтров при высоких тепловых нагрузках / М.С. Бибишкин, С.А. Гусев, И.Г. Забродин, А.Ю. Климов, Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, А.Е. Пестов, Н.Н. Салашченко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок // Материалы X Симпозиума "Нанопизика и наноплектроника". Нижний Новгород. - 2006. - т 2. - с. 358-359.

T8. Бибишкин, М.С. Долговременные испытания абсорбционных EUV-фильтров при высоких тепловых нагрузках / М.С. Бибишкин, С.А. Гусев, И.Г. Забродин, Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, А.Е. Пестов, Н.Н. Салашченко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок // Материалы симпозиума "Нанопизика и наноплектроника". Нижний Новгород. - 2007. – Т.2. - с.388-389.

T9. Зуев, С.Ю. Многослойные свободновисящие фильтры с окнами прозрачности в диапазоне 2.2-20 нм / С.Ю. Зуев, Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Н.Н. Салашченко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало // Материалы симпозиума "Нанопизика и наноплектроника". Нижний Новгород. - 2008. – Т.1. - С.210.

T10. Зуев, С.Ю. Многослойная оптика для рентгеновской астрофизики в рамках эксперимента ТЕСИС / С.Ю. Зуев, С.В. Кузин, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, В.Н. Полковников, Н.Н. Салашченко, Л.А. Суслов, Н.Н. Цыбин, С.В. Шестов //

Материалы совещания «Рентгеновская оптика – 2008». Черноголовка. - 2008 .- с. 49-52.

T11. Зуев, С.Ю. Многослойные тонкопленочные фильтры экстремального ультрафиолетового и мягкого рентгеновского диапазонов / С.Ю. Зуев, Е.Б. Клюенков, З.Л. Кожевникова, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, А.Е. Пестов, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало // Материалы совещания «Рентгеновская оптика – 2008». Черноголовка. - 2008 .- с. 47-49.

T12. Гусев, С.А. Влияние водородной среды на характеристики пленочных EUV-фильтров в условиях высоких тепловых нагрузок / С.А. Гусев, И.Г. Забродин, И.А. Каськов, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, А.Е. Пестов, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок // Материалы совещания «Рентгеновская оптика – 2008». Черноголовка. - 2008 .- с. 58-59.

T13. Волгунов, Д.Г. Многослойные свободновисящие фильтры с рабочей апертурой до 160 мм для стенда проекционной EUV нанолитографии / Д.Г. Волгунов, Б.А. Володин, С.Ю. Зуев, М.Н. Дроздов, З.Л. Кожевникова, Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, А.Е. Пестов, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок // Материалы симпозиума "Наноп физика и наноэлектроника". Нижний Новгород. - 2009. – Т.1. - С.60-61.

T14. Дроздов, М.Н. Анализ методом ВИМС распределения элементов в свободновисящих фильтрах ЭУФ Al/Si и Zr/ZrSi₂ / М.Н. Дроздов, Ю.Н. Дроздов, Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Н.Н. Цыбин, Л.А. Шмаенок // Материалы симпозиума "Наноп физика и наноэлектроника". Нижний Новгород. - 2009. – Т.1. - С.188-189.

T15. Зуев, С.Ю. Свойства многослойной оптики для рентгеновской астрофизики / С.Ю. Зуев, С.В. Кузин, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, В.Н. Полковников, Н.Н. Салашенко, Л.А. Суслов, Н.Н. Цыбин, С.В. Шестов // Материалы симпозиума "Наноп физика и наноэлектроника". Нижний Новгород. - 2009. – Т.1. - С.62.

T16. Дроздов, М.Н. Эволюция распределения элементов в свободновисящих фильтрах ЭУФ Zr/ZrSi₂ с защитными слоями MoSi₂ и ZrSi₂ при отжиге / М.Н. Дроздов, Ю.Н. Дроздов, Е.Б. Клюенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Н.Н.

Салашенко, Н.Н. Цыбин, Л.А. Шмаенок // Материалы симпозиума "Нанопфизика и нанопэлектроника". Нижний Новгород. - 2010. – Т.1. - С.81-82.

T17. Дроздов, М.Н. Термически стойкие многослойные EUV-фильтры на основе молибдена / М.Н. Дроздов, Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, А.Е. Пестов, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок // Материалы симпозиума "Нанопфизика и нанопэлектроника". Нижний Новгород, 2010. – Т.1. - С.83-84.

T18. Гусев, С.А. Термостабильность свободновисящих ЭУФ-фильтров в условиях длительного вакуумного отжига при температуре 600-1000°С / С.А. Гусев, М.Н. Дроздов, Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Д.Е. Парьев, А.Е. Пестов, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок // Материалы совещания «Рентгеновская оптика – 2010». Черноголовка. - 2010. - с. 109-111.

T19. Ключенков, Е.Б. Измерение излучательной способности плёночных структур в температурном интервале 200-700°С / Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин // Материалы совещания «Рентгеновская оптика – 2010». Черноголовка. - 2010. - с. 90-92.

T20. Алексеев, А.Г. Солнечно-слепые кремниевые детекторы для EUV диапазона / А.Г. Алексеев, П.Н. Аруев, Б.Я. Бер, Н.В. Забродская, Д.Ю. Казанцев, А.Е. Пестов, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало // Материалы совещания «Рентгеновская оптика – 2010». Черноголовка. - 2010. - с. 107-109.

T21 Кузин, С.В. Применение элементов рентгеновской оптики в космических экспериментах / С.В. Кузин, Ю.С. Иванов, С.В. Шестов, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, В.Н. Полковников, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин // Материалы симпозиума "Нанопфизика и нанопэлектроника". Нижний Новгород. - 2011. – Т.1. - С.180-181.

T22. Дроздов, М.Н. Трансформация состава и структуры свободновисящих Mo/ZrSi₂-пленок в условиях высокотемпературного отжига в вакууме и водородной атмосфере / М.Н. Дроздов, Ю.Н. Дроздов, Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин, Л.А. Шмаенок // Материалы

симпозиума "Нанопфизика и наноэлектроника". Нижний Новгород. - 2011. – Т.1. - С.202-203.

T23. Дроздов, М.Н. Долговременные испытания Mo/ZrSi₂-фильтра методом токового нагрева в вакууме// М.Н. Дроздов, Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, А.Е. Пестов, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок // Материалы симпозиума "Нанопфизика и наноэлектроника". Нижний Новгород. - 2011. – Т.2. - С.628-629.

T24. Дроздов, М.Н. Сравнительное тестирование свободновисящих многослойных Mo/ZrSi₂ и Mo/NbSi₂ фильтров по термостабильности / М.Н. Дроздов, Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, А.Е. Пестов, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, Л.А. Шмаенок // Материалы симпозиума "Нанопфизика и наноэлектроника". Нижний Новгород. - 2012. – Т.2. - С.567-568.

T25. Гусев, С.А. Влияние долговременного теплового воздействия на кристаллическую структуру свободновисящего Mo/ZrSi₂-фильтра / С.А. Гусев, М.Н. Дроздов, Е.Б. Ключенков, Б.С. Каверин, Л.Б. Каверина, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Д.Е. Парьев, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин, Л.А. Шмаенок. Материалы симпозиума "Нанопфизика и наноэлектроника". Нижний Новгород. - 2012. – Т.2. - С.569-570.

T26. Дроздов, М.Н. Абсорбционные многослойные фильтры в космических проектах по изучению солнечной короны / М.Н. Дроздов, С.Ю. Зуев, С.В. Кузин, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин, С.В. Шестов // Материалы совещания «Рентгеновская оптика – 2012». Черногловка. - 2012 .- с. 128-131.

T27. Salashchenko, N. Nanoscale multilayer membranes as optical elements for EUVL /
N. Salashchenko, V. Luchin, A. Lopatin, N. Tsybin et al. //2012 International EUVL Symposium, Brussels. – 2012. – v.1.- p.938.

T28. Кузин, С.В. Эксперимент Hi-C по регистрации изображения Солнца в ВУФ диапазоне со сверхвысоким разрешением / С.В. Кузин, С.А. Богачев, С.В. Шестов, Дж. Сертан, К. Кобаяши, Л. Голуб, А.Я. Лопатин, Н.Н. Цыбин // Материалы

симпозиума "Нанопфизика и нанопэлектроника". Нижний Новгород. - 2013. – Т.1. - С.288.

Т29. Ключенков Е.Б. Тонкопленочные элементы на пропускание: перспективы использования в промышленных литографических установках ЭУФ диапазона / Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, Н.Н. Салашенко, Н.Н. Цыбин, Л.А. Шмаенок // Материалы симпозиума "Нанопфизика и нанопэлектроника". Нижний Новгород. - 2013. – Т.1. - С.291-292.

Т30. Дроздов М.Н. Тонкоплёночные абсорбционные фильтры на длину волны He I (584 Å) / М. Н. Дроздов, С. Ю. Зуев, А. Я. Лопатин, В. И. Лучин, Н. Н. Салашенко, Н. Н. Цыбин // Труды XVIII Международного симпозиума "Нанопфизика и нанопэлектроника". Нижний Новгород. - 2014. – Т.1. - С.354-355.