

На правах рукописи

Свечников Михаил Владимирович

**ДИАГНОСТИКА ВНУТРЕННЕГО СТРОЕНИЯ МНОГОСЛОЙНЫХ
РЕНТГЕНОВСКИХ ЗЕРКАЛ ПО ДАННЫМ РЕФЛЕКТОМЕТРИИ
В РАМКАХ РАСШИРЕННОЙ МОДЕЛИ**

01.04.01 – приборы и методы экспериментальной физики

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание учёной степени
кандидата физико-математических наук

Нижний Новгород – 2018 г.

Работа выполнена в Институте физики микроструктур РАН – филиале Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный исследовательский центр Институт прикладной физики Российской академии наук» (ИФМ РАН), г. Нижний Новгород.

Научный руководитель: **Чхало Николай Иванович**,
доктор физико-математических наук,
заведующий отделом многослойной
рентгеновской оптики ИФМ РАН

Официальные оппоненты: **Бушуев Владимир Алексеевич**,
доктор физико-математических наук,
профессор, профессор по кафедре физики
твердого тела Физического факультета МГУ
им. М.В. Ломоносова

Горай Леонид Иванович,
доктор физико-математических наук,
главный научный сотрудник Лаборатории
нанoeлектроники Центра нанотехнологий
Санкт-Петербургского Академического
университета

Ведущая организация: Институт кристаллографии
им. А.В. Шубникова РАН – филиал
Федерального государственного бюджетного
научного учреждения «Федеральный научно-
исследовательский центр «Кристаллография
и фотоника» Российской академии наук» (ИК
РАН)

Защита состоится 25 декабря 2018 г. в 14-00 часов на заседании диссертационного совета Д 002.069.03 при Федеральном исследовательском центре «Институт прикладной физики Российской академии наук» по адресу: 603087, Нижегородская обл., Кстовский р-н, д. Афонино, ул. Академическая, д.7, ауд. 237.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Института физики микроструктур РАН и на сайте
http://ipmras.ru/UserFiles/Diss/SvechnikovMV/Thesises_Svechnikov.pdf

Автореферат разослан « » ноября 2018 г.

Ученый секретарь диссертационного совета
доктор физико-математических наук, профессор РАН

Д.Ю. Водолазов

Общая характеристика работы

Актуальность темы исследования

«Рентгеновским излучением» (РИ) называют широкий диапазон электромагнитных волн, от 0.01 нм до 60 нм. В рамках общепринятой терминологии данный диапазон условно делится на три основных поддиапазона: жёсткое рентгеновское излучение (ЖР, $\lambda \sim 0.01\text{--}0.4$ нм), мягкое рентгеновское излучение (МР, $\lambda \sim 0.4\text{--}10$ нм), и экстремальное ультрафиолетовое излучение (ЭУФ, $\lambda \sim 10\text{--}60$ нм).

В настоящее время рентгеновское излучение активно применяется в научных исследованиях и современных технологиях. Можно выделить несколько причин этой растущей популярности. Первая причина связана с тем, что энергия многих внутриатомных электронных переходов лежит в рентгеновском диапазоне, благодаря чему рентгеновская спектроскопия представляет собой важный метод изучения строения вещества. Наблюдение характеристических линий, возбуждаемых пучком электронов или фотонов, анализ углового и энергетического распределения фотоэлектронов, выбитых под воздействием РИ, а также исследования тонкой структуры спектров рентгеновского поглощения или отражения лежат в основе современных методов элементного и химического анализа твёрдых тел и поверхностей [1]. В рентгеновском диапазоне лежит максимум интенсивности излучения горячей плазмы с температурой выше 30 эВ. Поэтому рентгеновское излучение оказывается наиболее естественным источником информации о состоянии вещества и физических процессах, протекающих как в лабораторной, так и в космической плазме, в том числе на Солнце [2].

Вторая причина связана с преобладанием процессов фотопоглощения над процессами рассеяния в веществе при энергиях кванта <10 кэВ [3], включая избирательное поглощение МР излучения отдельными химическими элементами; существенно большая, по сравнению с электронной микроскопией, глубина проникновения излучения в вещество и малость длины волны делают МР микроскопию уникальным методом нанодиагностики конденсированного вещества. В частности, МР микроскопия нашла наибольшее применение в микробиологических исследованиях. Преимущества МР микроскопии по сравнению с другими видами микроскопии следующие. Во-первых, благодаря резонансному характеру поглощения квантов излучения электронами внутренних оболочек, наблюдается сильный абсорбционный контраст в лёгких веществах, в то время, как в оптической микроскопии требуется химическое повышение контраста образцов. Во-вторых, как и электронная микроскопия, потенциально обладая нанометровым пространственным разрешением, МР микроскопия позволяет изучать образцы с толщиной до десятков микрон, в то время как электронной микроскопии из-за сильного рассеяния доступны толщины не более

0.1–0.3 мкм. Более того, благодаря относительно невысокому поглощению МР в области прозрачности воды (длины волн 2.3–4.3 нм) образцы можно помещать в кюветы с толщиной до 1 мм, заполненные влажным воздухом при нормальном давлении, т.е. изучать живые образцы. В-третьих, практически полное отсутствие рассеяния (на 5 порядков слабее, чем поглощение) существенно упрощает томографические исследования по глубине, сводя их к перемещению образца вдоль оптической оси. Подробнее о достоинствах МР микроскопии для изучения биологических (в общем случае органических) образцов можно найти в [3].

Третья причина – малая длина волны рентгеновского излучения, отодвигающая дифракционный предел изображающей оптики до единиц/десятков нанометров стала причиной масштабных работ по фотолитографии нового поколения – ЭУФ литографии, – идущих последние 20 лет [4]. Последние успехи в области разработки источников ЭУФ излучения, сканирующих механических систем и проекционной оптики, опытные работы по использованию ЭУФ литографов в реальном производстве указывают на то, что это действительно литография следующего поколения, и ее широкое использование в промышленности начнется в ближайшие годы [5]. Однако уже сейчас стало понятно, что современная ЭУФ литография, несмотря на короткую длину волны ($\lambda=13.5$ нм), не позволяет получать суб-10 нм разрешение в рамках однократного процесса засветки. Это связано с проблемой затенений рисунка фотошаблона, вызванных трёхмерным характером изображаемого объекта, что препятствует увеличению числовой апертуры проекционного объектива [6]. Поэтому, уже сейчас на повестке дня стоит задача поиска более короткой рабочей длины волны для литографа [7].

Актуальность темы диссертационной работы заключается в том, что для успешного решения отмеченных выше задач необходима разработка многослойных рентгеновских зеркал (МРЗ) следующего поколения: с точностью формы и шероховатостью, обеспечивающими дифракционное качество изображений в ЭУФ и МР диапазонах, а также с максимально высокими коэффициентами отражения при нормальном падении. В ряде случаев требуется одновременно повышение и коэффициентов отражения, и спектральной селективности зеркал. Пути решения этих проблем: развитие методов изучения поверхности, основанных на «первых принципах»; расширение класса напыляемых материалов, в том числе и химически активных, для синтеза МРЗ; широкое использование технологий «interface engineering» (управление качеством межслоевых границ); развитие комплексных методов напыления. Базой для развития технологии напыления МРЗ является развитие комплексных методов диагностики их внутреннего строения. Ведущую роль среди этих методов играет рентгеновская рефлектометрия.

Степень разработанности темы исследования

Для измерений среднечастотной шероховатости (СШ) применяется диффузное рассеяние рентгеновского излучения (ДРРИ) с длиной волны 0.154 нм, атомно-силовая микроскопия и интерферометрия белого света. В силу различающихся физических принципов работы каждый из методов имеет свои частотные ограничения. Как правило, минимальная частота ДРРИ составляет около 10^{-2} мкм⁻¹ [8]. С практической точки зрения главным недостатком ДРРИ является то, что из-за маленьких углов падения, зондирующий пучок оказывается в пределах угла полного внешнего отражения, этот метод не может применяться для изучения криволинейных поверхностей. Наблюдаемый в [9] эффект шепчущей галереи на криволинейных поверхностях действительно усиливает влияние шероховатости на зеркальный пик отражения, однако это влияние является интегральной характеристикой, не несущей информации о частотных свойствах шероховатости поверхности.

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) предназначена для изучения высокочастотных шероховатостей (ВШ) и, частично, СШ, с латеральными размерами от размера атома до нескольких микрометров. Тем не менее, приведенные в работе [10] результаты систематических исследований подложек с различным качеством полировки продемонстрировали ряд проблем. Во-первых, несмотря на широкий спектр представленных на рынке АСМ, позволяющих изучать образцы с размерами от единиц миллиметров до десятков сантиметров, строго говоря, прибор, специально предназначенный для изучения оптических элементов, отсутствует. Во-вторых, фундаментальным ограничением возможностей АСМ является нелинейность движения сканера, проявляющаяся в наличии артефактной «волнистости» наблюдаемого рельефа при размере кадра в несколько десятков микрометров.

Наибольшее распространение для измерения рельефа среднечастотного диапазона, с диапазоном пространственных частот $10^{-3} - 1$ мкм⁻¹, получили интерферометры белого света, или оптические интерференционные микроскопы (ОИМ) [11]. Можно найти ряд работ, например [12], где показано хорошее совпадение данных измерений шероховатости, полученных различными методами, на основании чего делается вывод об адекватности данной методики. Однако авторы работы [8] показывают наличие проблемы с аттестацией сверхгладких поверхностей этим методом: качество используемого в микроскопе эталона вкупе с искажением волновых фронтов сложной оптической системой дают ошибку измерения, в разы превышающую высоту рельефа изучаемых образцов – рентгенооптических элементов.

Рефлектометрические измерения – одна из стандартных и широко используемых техник для контроля слоистых наноструктур. Однако интерпретация полученных данных и реконструкция профиля диэлектрической проницаемости образца оказывается проблемой. За десятилетия существования

метода рентгеновской рефлектометрии было разработано немало как аналитических, так и численных способов извлечения информации о структуре тонкоплёночных покрытий из рефлектометрических данных [13].

На данный момент основным методом анализа рефлектометрических кривых является построение модели слоистой структуры, основанной на априорной информации и общефизических соображениях, и численная подгонка параметров, таких как толщины, плотности слоёв, эффективные шероховатости и переходные слои интерфейсов [14]. Модель интерфейсов при этом жёстко задана. Очевидно, что такой подход может быть оправдан только если априорная модель достаточно хорошо описывает структуру. Обнаружение новых и исследование малоизученных особенностей в распределении вещества при такой постановке задачи затруднено или вообще невозможно.

Несколько менее распространённый класс методов реконструкции плёночных покрытий – т.н. «безмодельные» численные методы [15]. Подавляющее большинство безмодельных подходов успешно используются для анализа приповерхностных слоёв жидкостей и тонких плёнок, содержащих малое число слоёв [16]. Такое нишевое применение безмодельных алгоритмов связано с сильной неоднозначностью обратной задачи, быстро растущей по мере усложнения анализируемых структур [15].

Для многослойных интерференционных структур (МИС) (таких как МРЗ для экстремального ультрафиолетового диапазона), представление в виде простой модели – традиционный и, в некотором смысле, естественный подход. Дело в том, что коэффициент отражения от периодической бинарной структуры с резкими границами может быть найден в аналитической форме [17]. При использовании модели размытия границ в ряде случаев могут быть использованы модифицированные коэффициенты отражения от каждой границы раздела сред. Наиболее известные такие поправки – факторы Нево-Кросе и Дебая-Валлера [18], справедливые для переходного слоя в виде функции ошибок *erf*. Для других видов переходных слоёв также могут быть найдены модифицирующие факторы [19]. Использование модифицированных коэффициентов отражения вместо френелевских позволяет использовать аналитическое выражение для расчёта и оптимизации периодических МРЗ. В случаях, когда нельзя вместо учёта «реальных» переходных областей использовать простые модифицирующие множители (например, если размер переходной области сравним с толщиной слоя [20, 21]), производится разбиение профиля на достаточно тонкие слои и делается «честный» расчёт по рекуррентным соотношениям [22].

Таким образом, эта модель позволяет сравнительно просто рассчитывать и анализировать основные особенности коэффициента отражения, такие, как брэгговские пики. Тем не менее, в некоторых задачах этого недостаточно. Например, для описания многослойных периодических зеркал на основе La и В хорошо показала себя модель линейных переходных слоёв между материалами

[23, 24]. Но в работе [21] при изучении структур LaN/V и LaN/La/V с толщиной La прослойки 0.3 нм модель линейных переходных слоёв оказалась полностью бесполезна для сравнения профилей поляризуемости слабо различающихся структур, несмотря на более-менее разумное совпадение резонансных пиков отражения. Для этой задачи свою эффективность показала безмодельная реконструкция профиля поляризуемости внутри «элементарной ячейки», оттранслированного на заданное число периодов. Но эта методика более сложна в реализации, требует больше времени для вычислений, а также требует большей аккуратности от исследователя в процессе реконструкции из-за необходимости дополнительной регуляризации задачи.

Цель и задачи диссертационной работы

Данная работа посвящена разработке новых методов диагностики внутреннего строения многослойных рентгеновских зеркал по данным рентгеновской рефлектометрии и методов измерения шероховатости среднечастотного диапазона.

Для этого были поставлены и решены следующие задачи:

- 1) Разработка безэталонового метода измерения шероховатости подложек среднечастотного диапазона (латеральные размеры рельефа 1 мкм – 1 мм).
- 2) Разработка модели и программы для восстановления внутреннего строения МРЗ по данным рентгеновской рефлектометрии, учитывающих многообразие физических процессов, происходящих на поверхности, границах и в плёнках МРЗ.
- 3) Апробация разработанных методов на примере модельных и реальных МРЗ.
- 4) Изучение внутреннего строения Ве-содержащих МРЗ.

Научная новизна

- 1) Предложено применение интерферометрии с дифракционной волной сравнения для изучения шероховатости среднечастотного диапазона (латеральные размеры рельефа 1 мкм – 1 мм). Проведены эксперименты, подтвердившие работоспособность предложенного метода.
- 2) Установлена связь между степенью старших полиномов Цернике в наборе, используемом при аппроксимации поверхности, и максимальной отображаемой пространственной частотой поверхностного рельефа.
- 3) Разработана модель для восстановления внутреннего строения МРЗ по данным рентгеновской рефлектометрии, в которой профили межслоевых областей (интерфейсов) представлены в виде линейной комбинации набора функций, соответствующих физическим процессам, протекающим при формировании интерфейсов. Весовые коэффициенты при этих функциях являются подгоночными параметрами. Эта модель, помимо формального описания кривых отражения, предоставляет информацию и о физических процессах на границах,

имеющих место при росте МРЗ, а также при воздействии на структуру различных факторов, например, температуры.

4) Изучены переходные области между слоями в Ве/Al, Мо/Ве и Мо/Ве/Si МРЗ, а также влияние прослоек С, В₄С и Si на внутреннюю структуру и коэффициенты отражения этих МРЗ в ЭУФ и МР диапазонах длин волн. Обнаружен эффект повышения резкости интерфейсов при введении тонкой кремниевой прослойки в Ве/Al и Мо/Ве МРЗ.

Научная и практическая значимость

Применение интерферометрии с дифракционной волной сравнения для изучения шероховатости среднечастотного диапазона позволит провести калибровку интерферометра белого света и атомно-силового микроскопа в среднечастотном диапазоне шероховатости, что повысит точность измерений шероховатости подложек для изображающей рентгеновской оптики.

Соотношения, устанавливающие связь между степенью полиномов Цернике, используемых при аппроксимации рельефа поверхности и максимальной отображаемой пространственной частотой рельефа, и результаты численного моделирования влияния флуктуаций интенсивности лазера, разности фаз волновых фронтов и пиксельных шумов регистрирующей матрицы на предельную пространственную частоту и точность восстановления волновых фронтов, стали составной частью уникальной методики, разработанной в ИФМ РАН по изучению формы поверхности и aberrаций оптических систем с помощью фазосдвигающей интерферометрии с дифракционной волной сравнения. С использованием этих результатов разработаны зеркала для рентгеновского микроскопа, стенда нанолитографа с рабочей длиной волны 13.5 нм, опытных образцов телескопов для изучения Солнца и мониторинга ближнего космоса в вакуумном ультрафиолетовом и ультрафиолетовом диапазонах длин волн.

Программа для реконструкции внутреннего строения МРЗ по данным рентгеновской рефлектометрии, основанная на разработанной модели, является мощным инструментом анализа и уже заменила ее аналоги для изучения МРЗ в ИФМ РАН. С её помощью получен ряд новых данных о ранее изготовленных и вновь разрабатываемых МРЗ.

Продемонстрированные рекордные коэффициенты Мо/Ве/Si МРЗ на длине волны 13.5 нм представляют огромный интерес для литографических применений. Потенциально в многозеркальной системе литографа такие зеркала повысят производительность литографического процесса почти на 20% по сравнению с традиционными Мо/Si МРЗ, что может привести к значительному экономическому эффекту.

Зеркала на основе Ве/Al показывают рекордно высокие коэффициенты отражения при высокой спектральной селективности благодаря чему станут основой для следующих космических миссий в диапазоне 17.1–30.4 нм.

Методология и методы исследований

Объектом для изучения шероховатости поверхности стала кварцевая суперполированная вогнутая подложка с диаметром 100 мм и радиусом кривизны 100 мм.

Объектами для нахождения структурных свойств МРЗ стали многослойные периодические отражающие покрытия на основе пары Ве/Al (а именно, Ве/Al, Al/Si/Ве, Ве/Si/Al, Si/Ве/Al/Ве с субнанометровыми прослойками кремния; период структур ~ 8.9 нм), на основе пары Мо/Ве (а именно, Мо/Ве, Мо/Ве/В₄С, Мо/Ве/С, Мо/Ве/Si; толщины прослоек карбида бора, углерода и кремния около 0.5 нм; период структур ~ 5.8 нм) и на основе трехкомпонентной структуры Мо/Ве/Si с толщинами всех слоёв, превышающими 1.5 нм (период структур ~ 7 нм). Покрытия нанесены на суперполированные кремниевые подложки, шероховатость ~ 0.2 нм, толщина 0.3 мм, размер от 20×20 мм до 30×30 мм. МРЗ нанесены методом магнетронного распыления.

Рельеф вогнутой подложки измерялся методами интерферометрии с дифракционной волной сравнения и атомно-силовой микроскопии, результаты измерений сопоставлялись.

Поверхность исследуемых МРЗ характеризовалась методом АСМ, внутренняя структура покрытий определялась по угловым и спектральным зависимостям коэффициентов отражения в мягкой и жёсткой рентгеновской области, измеренным с помощью лабораторных и синхротронных рефлектометров, по диффузному рассеянию рентгеновского излучения и по высокоразрешающим электронно-микроскопическим изображениям на просвет. В результате обработки данных определяются такие параметры, как плотность и толщина слоёв МРЗ и протяжённость межслоевых интерфейсов.

Положения, выносимые на защиту

- 1) Предложенная оптическая схема эксперимента, созданный экспериментальный стенд и развитая методика позволяют использовать интерферометрию с дифракционной волной сравнения для изучения шероховатости среднечастотного диапазона, а именно с латеральными размерами 20 мкм – 1 мм, с субнанометровой чувствительностью по высоте рельефа.
- 2) Разработанная модель МРЗ на основе представления межслоевых областей (интерфейсов) в виде линейной комбинации набора функций, соответствующих физическим процессам на границах, позволяет восстановить внутреннее строение МРЗ по данным рентгеновской рефлектометрии и дать качественное представление о процессах, происходящих в МРЗ.
- 3) Нанесение тонких прослоек Si поверх слоёв Ве в Ве/Al МРЗ уменьшает протяжённость интерфейсов, что приводит к увеличению отражательной способности в ЭУФ диапазоне.

- 4) Введение тонких прослоек С, В₄С в Мо/Ве МРЗ приводит к снижению коэффициента отражения в окрестности длины волны 11 нм по сравнению с чистой Мо/Ве структурой вследствие роста межслоевых шероховатостей.
- 5) Трехкомпонентное Мо/Ве/Si МРЗ является наиболее высокоотражающей структурой для диапазона длин волн 12.5–14 нм.

Личный вклад автора

Все основные результаты диссертации были получены при определяющем участии автора. Все теоретические работы, а также восстановление структурных параметров МРЗ по данным рентгеновской рефлектометрии были выполнены автором самостоятельно. Эксперименты по измерению коэффициентов отражения МРЗ на синхротроне BESSY-II были выполнены самостоятельно. Планирование и проведение экспериментов по измерению среднечастотных шероховатостей с помощью интерферометра с дифракционной волной сравнения были выполнены в соавторстве с коллегами, однако обработка экспериментальных данных и расчёт спектра шероховатости, сравнение с результатами измерений, полученных с помощью АСМ, были выполнены автором самостоятельно.

Степень достоверности и апробация результатов

Достоверность результатов, представленных в диссертационной работе, достигается применением нескольких независимых экспериментальных методик, прямо или косвенно подтверждающих сделанные выводы, а также сопоставлением с данными, представленными в литературе.

Результаты работы докладывались на семинарах Института физики микроструктур РАН и на всероссийских и международных конференциях в России и за рубежом: XVIII–XXII международные симпозиумы «Нанофизика и наноэлектроника» (Н. Новгород, 2014–2018 годы); VI-VII международные научные семинары и IV-V международная молодежная научная школа-семинар «Современные методы анализа дифракционных данных и актуальные проблемы рентгеновской оптики» (Великий Новгород, 2015-2016 годы); Physics of X-Ray and Neutron Multilayer Structures Workshop (University Twente, the Netherlands, 2016); «Рентгеновская оптика» (Черноголовка, 2016); The PTB Seminar VUV and EUV Metrology (Berlin, Germany, 2017); The Frontier of optical coating (FOC) (Sun Yat-sen University, Guangzhou, China, 2017). По теме диссертации опубликованы 30 печатных работ, в том числе 10 статей в рецензируемых журналах, рекомендуемых ВАК, и 20 публикаций в сборниках тезисов докладов и трудов конференций, симпозиумов.

Структура диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав и заключения, изложена на 148 страницах, содержит 124 наименований библиографии, 87 рисунков и 11 таблиц.

Основное содержание работы

Во **Введении** обоснована актуальность темы исследований, сформулированы цель и задачи работы, отражены научная новизна и значимость работы, сформулированы положения, выносимые на защиту.

Глава 1 посвящена вопросам метрологии поверхности и отражающих покрытий элементов изображающей рентгеновской оптики, а также вопросам применения такой оптики для фотолитографии и солнечной астрономии ЭУФ диапазона.

В **разделе 1.1** обосновывается деление шероховатостей на диапазоны по латеральным масштабам в соответствии с их влиянием на свойства изображающей оптики нормального падения МР и ЭУФ диапазона. Подчеркивается особая деструктивная роль т.н. среднечастотной шероховатости, связанная с брэгговским усилением рассеянного излучения. Приводится оценка характерного латерального масштаба такой шероховатости, основанная на ширине полосы интерференционного усиления зеркал.

В **разделе 1.2** приводится обзор существующих методик для наблюдения среднечастотной шероховатости, обосновывается их ограничения, не позволяющие изучать неплоские оптические элементы, а также сверхгладкие поверхности с субнанометровой шероховатостью. Так, например, существующие АСМ не позволяют изучать рельеф с латеральным масштабом, большим ~ 20 мкм из-за нелинейности пьезосканера. Измерение ДРРИ затруднено при изучении кривых поверхностей; диапазон латеральных масштабов также ограничен сверху несколькими десятками микрометров из-за близости зеркального пика при рассеянии на малые углы. Демонстрируются недостатки оптических интерференционных микроскопов, использующих эталонные поверхности. Показано, что зачастую качество эталона может быть сравнимым или худшим, чем измеряемая поверхность, предназначенная для рентгенооптических задач.

В **разделе 1.3** приводится краткий обзор подходов к численному решению обратной задачи рефлектометрии. Выделяются методы, разработанные для реконструкции многослойных периодических зеркал и т.н. «безмодельные» подходы, пригодные для восстановления профилей приповерхностных слоев жидкостей и тонких пленок с малым числом слоев [16].

В **разделе 1.4** приводится краткий экскурс в область астрономических наблюдений за Солнцем в окрестности $\lambda \approx 17$ нм, в область ЭУФ фотолитографии на длинах волн $\lambda = 11.2$ нм и $\lambda = 13.5$ нм. Показаны требования к величине отражения, к ширине спектральной полосы пропускания, к временной стабильности отражающих покрытий. Обосновывается высокая перспективность исследуемых зеркал на основе бериллия для этих задач.

Глава 2 посвящена вопросу практического применения интерферометрии с дифракционной волной сравнения (ИДВС) для измерения среднечастотного рельефа сверхгладких подложек.

В разделе 2.1 описан эксперимент по наблюдению рельефа вогнутой сферической суперполированной кварцевой подложки с радиусом кривизны 100 мм, покрытой алюминиевой нанопленкой. Дифракционно разрешаемый период выбранной оптической схемы оценен в 7.5 мкм. Спектр шероховатостей, полученный методом ИДВС сравнивался со спектрами АСМ. PSD-функции, полученные методом ИДВС, перекрывают проблемную часть спектра шероховатостей $0.001 - 0.01 \text{ мкм}^{-1}$, непротиворечиво стыкуясь с кривыми АСМ (см. рис. 1)

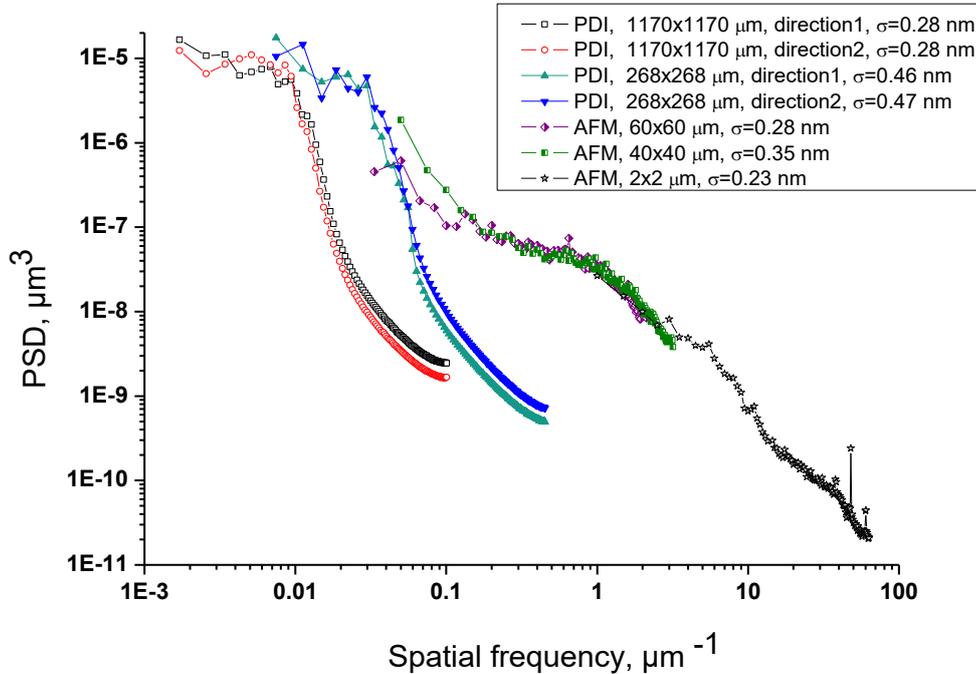


Рис. 1. PSD-функции сферической подложки радиуса кривизны 100 мм. Эффективная шероховатость по ИДВС в диапазоне $0.0017-0.05 \text{ мкм}^{-1}$ составляет 0.8 нм, по АСМ в диапазоне $0.05-70 \text{ мкм}^{-1}$ составляет 0.5 нм.

Эффективная среднеквадратичная шероховатость измеренной подложки составила 1.3 нм в диапазоне $0.0017 - 70 \text{ мкм}^{-1}$. Основной выявленной проблемой, затрудняющей применение ИДВС, стал узкий диапазон латеральных масштабов, передаваемых в одном кадре. Причины этого – использование алгоритма восстановления деформации волнового фронта в экстремумах интерферограммы и представление рельефа в виде разложения по ограниченному набору полиномов Цернике.

В разделе 2.2 проведён анализ свойств полиномов Цернике и их применимость для представления рельефа в виде ограниченного набора. Установлена связь между порядком используемых полиномов (и, соответственно, их числом) и частотными свойствами отображаемого рельефа. Показано, что минимальный порядок полиномов, необходимый для отображения пространственной частоты ν составляет $n_{\min} = 2\pi\nu$, при условии, что частота измеряется в обратных радиусах единичного круга. Сделан вывод, что узкий спектральный состав набора

полиномов разумного порядка не способен обеспечить адекватное представление рельефа во всем среднечастотном диапазоне; для этого в обязательном порядке нужно использовать фазосдвигающую интерферометрию, позволяющую получить карту рельефа в каждом пикселе регистрирующей ПЗС-матрицы без каких-либо разложений.

В разделе 2.3 приводится анализ влияния реальных шумовых факторов, воздействующих на фазосдвигающий интерферометр, на точность восстановления исследуемого волнового фронта. Для определения величины допустимых искажений использовалась численная симуляция интерферограмм с искусственно внесенными ошибками и последующая обработка этих интерферограмм тем же программным обеспечением интерферометра, что и при реальных измерениях. Также экспериментально были измерены шумовые характеристики используемых матриц и источников, а также временная стабильность разницы фаз эталонных фронтов. Результаты моделирования следующие: для разрешения рельефа по высоте в 0.001λ (что при рабочей длине волны интерферометра ~ 500 нм составляет ~ 0.5 нм) среднеквадратичная ошибка определения фазовых сдвигов между интерферограммами не должна превышать $2\pi/10000$. Аналогично, относительные флуктуации интенсивности источника не должны превышать 0.001 между кадрами серии. Пиксельный шум, характерный для реально используемых ПЗС -матриц, приводит к высокочастотному артефактному рельефу амплитуды $0.001-0.01 \lambda$, но из-за независимости пикселей низкочастотная составляющая отсутствует. В результате пиксельный шум эффективно уменьшает верхнюю доступную для наблюдения частоту в ~ 3 раза.

Результаты, представленные в данной главе диссертационной работы, подробно описаны в авторских публикациях [A2-3, A7].

Глава 3 посвящена решению обратной задачи рефлектометрии, а именно численной реконструкции одномерной структуры МРЗ по набору кривых отражения.

В разделе 3.1 предложена расширенная модель многослойной структуры с функциями переходных слоев в виде линейной комбинации заранее заданного набора зависимостей (пример – см. рис. 2). Таким образом, вид переходного слоя перестает быть фиксированным, но, в то же время, содержит меньше степеней свободы, чем в безмодельных подходах. Особенности такой расширенной модели рассмотрены в общем ключе и проиллюстрированы на примерах реальных зеркал, оптимизированных для фотолитографии на длине волны 11.2 нм.

В разделе 3.2 описывается написанная автором программа – инструмент для численной реконструкции МРЗ по рефлектометрическим измерениям. Особенности программы и ее основные отличия от уже существующих, таких как, например, IMD [14], – использование расширенной модели многослойной структуры, описанной в разделе 3.1, возможность наложения кросс-структурных связей между параметрами и отсутствие ограничений на количество

одновременно используемых рефлектометрических кривых для каждой из реконструируемых структур. Программа имеет графический интерфейс, во многом схожий с популярной IMD, что потенциально позволяет распространять ее для широкого круга специалистов, занимающихся характеристикой МРЗ.

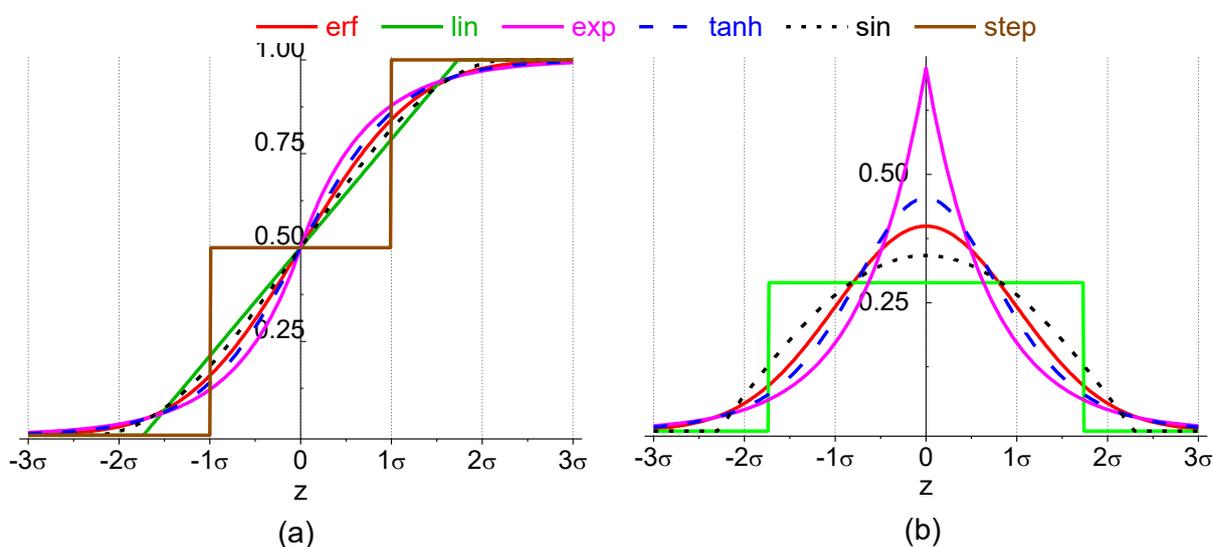


Рис. 2. (а) – Примеры функций, используемых для описания диэлектрической проницаемости на интерфейсах, (б) – их производные.

Результаты исследований по данной теме опубликованы в работах [А6, А9].

Глава 4 посвящена практическому исследованию Ве-содержащих многослойных зеркал ЭУФ диапазона с помощью рефлектометрической техники как основного метода.

В **разделе 4.1** перечислено экспериментальное оборудование, с помощью которого были синтезированы и исследованы образцы МРЗ – установки магнетронного напыления, лабораторный дифрактометр, лабораторный и синхротронный рефлектометры, атомно-силовой микроскоп, электронный микроскоп.

В **разделе 4.2** описаны свойства двухкомпонентных зеркал Ве/Al и зеркал с прослойками кремния Ве/Si/Al, Al/Si/Ве, Si/Al/Si/Ве, предназначенных для длины волны 17.1 нм. Показано, что структура Ве/Si/Al является наиболее высокоотражающей ($R=61\%$), а самой низкоотражающей является Ве/Al ($R=46\%$). По данным рефлектометрии выявлено, что введение прослойки кремния поверх слоя бериллия уменьшает шероховатость на всех границах в 2 раза. Введение прослойки кремния поверх слоя алюминия не приводит к столь сильному эффекту и протяжённости интерфейсов в структуре становятся различными для разных границ.

В **разделе 4.3** проведено сравнительное исследование внутренней структуры и отражательной эффективности четырёх видов МРЗ для ЭУФ фотолитографии на $\lambda=11.2$ нм: чистая Мо/Ве структура, а также структуры с тонкими (толщина ~ 0.5 нм) прослойками V_4C , C и Si: Мо/Ве/C, Мо/Ве/ V_4C и Мо/Ве/Si. Показано, что

максимальным отражением при нормальном падении обладают Mo/Be зеркала, а максимальным структурным совершенством – Mo/Be/Si зеркала. Введение В₄С и С слоев в структуру увеличивает межслоевую шероховатость и снижает резкость интерфейсов, что отрицательно сказывается на целевых характеристиках покрытий. Введение Si, несмотря на уменьшение межслоевых шероховатостей, значительно увеличивает поглощение в структуре, что проявляется в уменьшении коэффициента отражения в окрестности длины волны 11 нм. Приведены результаты исследований с помощью четырех методик: рентгеновской рефлектометрии, диффузного рассеяния рентгеновского излучения, атомно-силовой микроскопии и высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии (HRTEM). Электронно-микроскопические изображения исследуемых структур приведены на рис. 3.

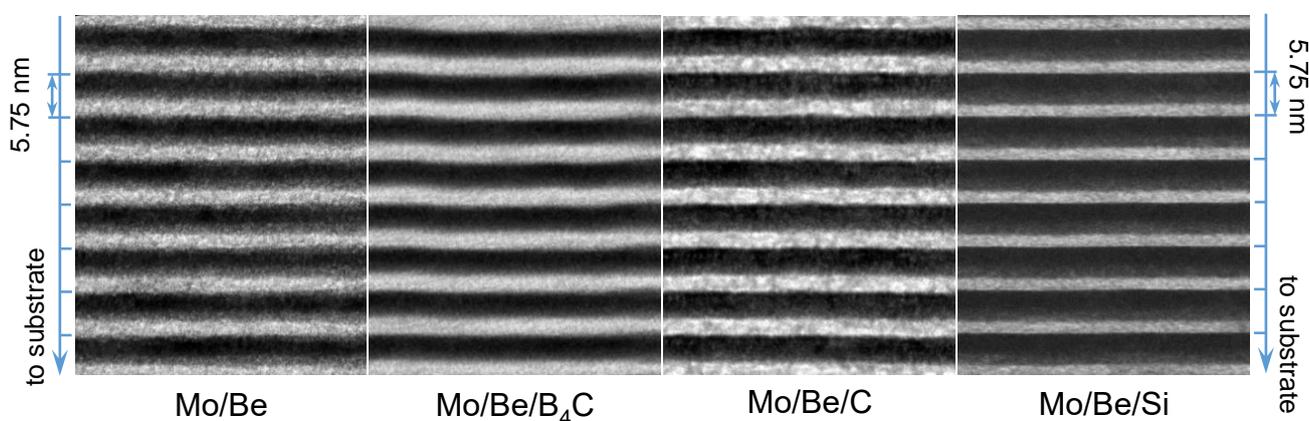


Рис. 3. HRTEM изображения сечений изучаемых образцов. Яркие области соответствуют прозрачному материалу (Be), а темные – непрозрачному (Mo).

В разделе 4.4 исследована Mo/Be/Si структура в качестве высокоотражающего покрытия для задач фотолитографии на длине волны 13.5 нм. Приводятся результаты исследований четырёх образцов с периодами структур 6.95–7.06 нм. Образцы изучались с использованием дифрактометра на длине волны 0.154 нм, и в ЭУФ диапазоне с помощью лабораторного рефлектометра и рефлектометра на синхротроне BESSY-II. На длине волны 13.5 нм при углах падения, близких к нормали все исследованные образцы имеют коэффициенты отражения выше 71%. Эти результаты представляют значительный интерес для ЭУФ литографии.

Исследования, представленные в данной главе диссертационной работы, описаны в авторских публикациях [A1, A4-5, A8-10].

В **Заключении** сформулированы основные результаты работы.

Основные результаты работы

1. Предложено применение интерферометрии с дифракционной волной сравнения для изучения шероховатости среднечастотного диапазона (латеральные размеры 1 мкм – 1 мм). Создан экспериментальный стенд ИДВС и проведены эксперименты, подтвердившие работоспособность принципов,

заложенных в основу предложенного метода. Получен спектр шероховатости тестовой подложки в диапазоне 0.0017–0.05 мкм⁻¹, среднеквадратическая эффективная шероховатость составила 0.8 нм. Выявлены и проанализированы ограничения интерферометра, не позволившие экспериментально наблюдать в одном кадре весь требуемый диапазон латеральных масштабов рельефа.

2. Разработана модель МРЗ для восстановления его внутреннего строения по данным рентгеновской рефлектометрии, в которой межслоевые области (интерфейсы) представлены в виде линейной комбинации набора функций, соответствующих физическим процессам, протекающим при формировании интерфейсов. Предложенная модель, помимо формального описания кривых отражения, даёт качественное представление о физических процессах на границах, протекающих в МРЗ.
3. На основе разработанной модели написана программа для восстановления структурных параметров МРЗ по данным рентгеновской рефлектометрии. Этот инструмент рефлектометрической реконструкции предназначен для широкого круга пользователей. Данную программу также отличает возможность проводить реконструкцию каждой структуры по произвольному количеству рефлектометрических кривых одновременно.
4. Показано, что для МРЗ на основе Ве/Al, оптимальных в спектральном диапазоне 17.1–20 нм, возрастание коэффициента отражения на $\lambda=17.14$ нм с 46% для чистого Ве/Al МРЗ до рекордных 61% для Ве/Si/Al МРЗ с прослойкой Si толщиной 1 нм связано с уменьшением протяженности интерфейсов с 1.3 нм до 0.5 нм.
5. Показано, что в окрестности длины волны 11 нм бинарное Мо/Ве МРЗ является наиболее высокоотражающим среди структур Мо/Ве, Мо/Ве/Si, Мо/Ве/C, Мо/Ве/V₄C. Его отражение составляет рекордные $70.25 \pm 0.1\%$. Изучено влияние прослоек на внутреннее строение МРЗ. Элементарная ячейка Мо/Ве МРЗ обладает сильной асимметрией: протяжённость интерфейса Мо-оп-Ве составляет 0.67 нм, а интерфейса Ве-оп-Мо – 0.33 нм. Субнанометровые прослойки C и V₄C в Мо/Ве МРЗ приводят к увеличению межслоевой шероховатости, а прослойка Si межслоевую шероховатость уменьшает. Протяжённость интерфейса Ве-оп-Мо улучшается с 0.33 в Мо/Ве до 0.28 нм в Мо/Ве/Si МРЗ.
6. Показано, что трехкомпонентное Мо/Ве/Si МРЗ обладает наивысшим пиковым отражением среди всех известных структур в диапазоне длин волн 12.5–14 нм. Рекордный коэффициент отражения на длине волны 13.5 нм составил $71.8 \pm 0.1\%$, а на длине волны 12.9 нм – до $72.8 \pm 0.1\%$. Выявлено, что в Мо/Ве/Si структурах с толстым слоем Si (2.5–2.7 нм) протяжённость интерфейса Ве-оп-

Mo оказалось меньше, чем в МРЗ с тонкой прослойкой Si (0.5 нм) и составила 0.22 нм.

Список работ автора по теме диссертации

- A1. Chkhalo N.I. Sub-micrometer resolution proximity X-ray microscope with digital image registration / N.I. Chkhalo, a. E. Pestov, N.N. Salashchenko, a. V. Sherbakov, E. V. Skorokhodov, M. V. Svechnikov // Review of Scientific Instruments. – 2015. – Vol. 86. – № 6. – P. 063701.
- A2. Svechnikov M. V. Resolving capacity of the circular Zernike polynomials / M. V. Svechnikov, N.I. Chkhalo, M.N. Toropov, N.N. Salashchenko // Optics Express. – 2015. – Vol. 23. – № 11. – P. 14677.
- A3. Svechnikov M. V. Application of point diffraction interferometry for middle spatial frequency roughness detection / M. V. Svechnikov, N.I. Chkhalo, M.N. Toropov, N.N. Salashchenko, M. V. Zorina // Optics Letters. – 2015. – Vol. 40. – Opt. Lett. – № 2. – P. 159.
- A4. Garakhin S.A. Laboratory reflectometer for the investigation of optical elements in a wavelength range of 5 – 50 nm: description and testing results / S.A. Garakhin, I.G. Zabrodin, S.Y. Zuev, I.A. Kas'kov, A.Y. Lopatin, A.N. Nechay, V.N. Polkovnikov, N.N. Salashchenko, N.N. Tsybin, N.I. Chkhalo, M. V. Svechnikov // Quantum Electronics. – 2017. – Vol. 47. – № 4. – P. 385-392.
- A5. Chkhalo N.I. High-reflection Mo/Be/Si multilayers for EUV lithography / N.I. Chkhalo, S.A. Gusev, A.N. Nechay, D.E. Pariev, V.N. Polkovnikov, N.N. Salashchenko, F. Schäfers, M.G. Sertsu, A. Sokolov, M. V. Svechnikov, D.A. Tatarsky // Optics Letters. – 2017. – Vol. 42. – № 24. – P. 5070.
- A6. Svechnikov M. Extended model for the reconstruction of periodic multilayers from extreme ultraviolet and X-ray reflectivity data / M. Svechnikov, D. Pariev, A. Nechay, N. Salashchenko, N. Chkhalo, Y. Vainer, D. Gaman // Journal of Applied Crystallography. – 2017. – Vol. 50. – № 5. – P. 1428-1440.
- A7. Akhsakhalyan A.D. Current status and development prospects for multilayer X-ray optics at the Institute for Physics of Microstructures, Russian Academy of Sciences / A.D. Akhsakhalyan, E.B. Kluev, A.Y. Lopatin, V.I. Luchin, A.N. Nechay, A.E. Pestov, V.N. Polkovnikov, N.N. Salashchenko, M. V. Svechnikov, M.N. Toropov, N.N. Tsybin, N.I. Chkhalo, A. V. Shcherbakov // Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. – 2017. – Vol. 11. – № 1. – P. 1-19.
- A8. Chkhalo N.I. Be/Al-based multilayer mirrors with improved reflection and spectral selectivity for solar astronomy above 17 nm wavelength / N.I. Chkhalo, D.E. Pariev, V.N. Polkovnikov, N.N. Salashchenko, R.A. Shaposhnikov, I.L. Stroulea, M. V. Svechnikov, Y.A. Vainer, S.Y. Zuev // Thin Solid Films. – 2017. – Vol. 631. – P. 106-111.
- A9. Nechay A.N. Study of oxidation processes in Mo/Be multilayers / A.N. Nechay, N.I. Chkhalo, M.N. Drozdov, S.A. Garakhin, D.E. Pariev, V.N. Polkovnikov, N.N. Salashchenko, M.V. Svechnikov, Y.A. Vainer, E. Meltchakov, F. Delmotte // AIP Advances. – 2018. – Vol. 8. – № 7. – P. 075202.

- A10. Chkhalo, N.I. Beryllium-Based Multilayer Mirrors and Filters for the Extreme Ultraviolet Range / N.I. Chkhalo, A. Ya. Lopatin, A.N. Nechay, D.E. Pariev, A.E. Pestov, V.N. Polkovnikov, N.N. Salashchenko, F. Schäfers, M.G. Sertsu, A. Sokolov, M.V. Svechnikov, N.N. Tsybin, S.Yu. Zuev // *J. Nanosci. Nanotechnol.* – 2019. – V.19. – P.546-553.

Список цитируемой литературы

1. Koval'chuk M.V. X-ray standing waves—a new method of studying the structure of crystals / M.V. Koval'chuk, V.G. Kohn // *Uspekhi Fizicheskikh Nauk.* – 1986. – Vol. 149. – № 05. – P. 69-103.
2. Walker A.B.C. Soft X-ray Images of the Solar Corona with a Normal-Incidence Cassegrain Multilayer Telescope / A.B.C. Walker, T.W. Barbee, R.B. Hoover, F. Joakim. – 1988. – Vol. 241. – № 4874. – P. 1781-1787.
3. Kirz J. Soft X-ray microscopes and their biological applications / J. Kirz, C. Jacobsen, M. Howells // *Quarterly Reviews of Biophysics.* – 1995. – Vol. 28. – № 1. – P. 33-130.
4. Bakshi V. EUV Lithography / V. Bakshi; ed. V. Bakshi. – 1000 20th Street, Bellingham, WA 98227-0010 USA: SPIE, 2008.
5. Kim S.-S. Progress in EUV lithography toward manufacturing / S.-S. Kim, R. Chalykh, H. Kim, S. Lee, C. Park, M. Hwang, J.-O. Park, J. Park, H. Kim, J. Jeon, I. Kim, D. Lee, J. Na, J. Kim, S. Lee, H. Kim, S.-W. Nam. – 2017. – Vol. 1014306. – № March 2017. – P. 1014306.
6. Pirati A. The future of EUV lithography: enabling Moore's Law in the next decade / A. Pirati, J. van Schoot, K. Troost, R. van Ballegoij, P. Krabbendam, J. Stoeldraijer, E. Loopstra, J. Benschop, J. Finders, H. Meiling, E. van Setten, N. Mika, J. Dredonx, U. Stamm, B. Kneer, B. Thuring, W. Kaiser, T. Heil, S. Migura // *Spie* / eds. E.M. Panning, K.A. Goldberg. – 2017. – Vol. 10143. – P. 101430G.
7. Chkhalo N.I. Next generation nanolithography based on Ru/Be and Rh/Sr multilayer optics / N.I. Chkhalo, N.N. Salashchenko // *AIP Advances.* – 2013. – Vol. 3. – № 8. – P. 082130.
8. Barysheva M.M. Problem of roughness detection for supersmooth surfaces / M.M. Barysheva, B.A. Gribkov, Y.A. Vainer, M. V. Zorina, A.E. Pestov, Y.Y. Platonov, D.N. Rogachev, N.N. Salashchenko, N.I. Chkhalo // *Proceedings of SPIE 8076, EUV and X-Ray Optics: Synergy between Laboratory and Space II* / eds. R. Hudec, L. Pina. – Prague, Czech Republic, 2011. – Vol. 8076. – P. 80760M-80760M-10.
9. Yakimchuk I. V. Study of the whispering gallery effect on a spherical surface in the hard X-ray region / I. V. Yakimchuk, B.S. Roshchin, I. V. Kozhevnikov, V.E. Asadchikov, Z. Wang // *Crystallography Reports.* – 2008. – Vol. 53. – № 6. – P. 1054-1060.
10. Barysheva M.M. On the problems of the application of atomic-force microscopes for studying the surface roughness of elements for imaging optics / M.M. Barysheva, B.A. Gribkov, M. V. Zorina, N.N. Salashchenko, N.I. Chkhalo // *Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques.* – 2013. – Vol. 7. – № 4. – P. 797-801.
11. Blunt R.T. White Light Interferometry – a production worthy technique for measuring surface roughness on semiconductor wafers / R.T. Blunt // *CS MANTECH Conference.* –

2006. – Vol. 44. – P. 59-62.

12. Dinger U. Mirror substrates for EUV lithography: progress in metrology and optical fabrication technology / U. Dinger, F. Eisert, H. Lasser, M. Mayer, A. Seifert, G. Seitz, S. Stacklies, F.-J. Stickel, M. Weiser // Proc. SPIE / eds. W.M. Kaiser, R.H. Stulen. – 2000. – Vol. 4146. – P. 35-46.
13. Zimmermann K.-M. Phase determination of x-ray reflection coefficients / K.-M. Zimmermann, M. Tolan, R. Weber, J. Stettner, A.K. Doerr, W. Press // Physical Review B. – 2000. – Vol. 62. – № 15. – P. 10377-10382.
14. Windt D. IMD—Software for modeling the optical properties of multilayer films / D. Windt // Computers in Physics. – 1998. – Vol. 12. – № 4. – P. 360.
15. Kozhevnikov I. V. Physical analysis of the inverse problem of X-ray reflectometry / I. V. Kozhevnikov // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2003. – Vol. 508. – № 3. – P. 519-541.
16. Chou C. Model-independent reconstruction of smooth electron density profiles from reflectivity data of liquid surfaces / C. Chou, M.J. Regan, P.S. Pershan, X.-L. Zhou // Physical Review E. – 1997. – Vol. 55. – № 6. – P. 7212-7216.
17. Lee P. Uniform and graded multilayers as x-ray optical elements / P. Lee // Applied Optics. – 1983. – Vol. 22. – № 8. – P. 1241.
18. Névoit L. Caractérisation des surfaces par réflexion rasante de rayons X. Application à l'étude du polissage de quelques verres silicates / L. Névoit, P. Croce // Revue de Physique Appliquée. – 1980. – Vol. 15. – № 3. – P. 761-779.
19. Stearns D.G. The scattering of x rays from nonideal multilayer structures / D.G. Stearns // Journal of Applied Physics. – 1989. – Vol. 65. – № 2. – P. 491-506.
20. Haase A. Multiparameter characterization of subnanometre Cr/Sc multilayers based on complementary measurements / A. Haase, S. Bajt, P. Hönicke, V. Soltwisch, F. Scholze // Journal of Applied Crystallography. – 2016. – Vol. 49. – № 6. – P. 2161-2171.
21. Zameshin A. Reconstruction of interfaces of periodic multilayers from X-ray reflectivity using a free-form approach / A. Zameshin, I.A. Makhotkin, S.N. Yakunin, R.W.E. van de Kruijs, A.E. Yakshin, F. Bijkerk // Journal of Applied Crystallography. – 2016. – Vol. 49. – № 4. – P. 1300-1307.
22. Parratt L.G. Surface studies of solids by total reflection of x-rays / L.G. Parratt // Physical Review. – 1954. – Vol. 95. – № 2. – P. 359-369.
23. Andreev S.S. Multilayered mirrors based on La/B₄C(B₉C) for X-ray range near anomalous dispersion of boron ($\lambda \approx 6.7$ nm) / S.S. Andreev, M.M. Barysheva, N.I. Chkhalo, S.A. Gusev, A.E. Pestov, V.N. Polkovnikov, N.N. Salashchenko, L.A. Shmaenok, Y.A. Vainer, S.Y. Zuev // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2009. – Vol. 603. – № 1-2. – P. 80-82.
24. Makhotkin I.A. Short period La/B and LaN/B multilayer mirrors for ~ 6.8 nm wavelength / I.A. Makhotkin, E. Zoethout, R. van de Kruijs, S.N. Yakunin, E. Louis, A.M. Yakunin, V. Banine, S. Müllender, F. Bijkerk // Optics Express. – 2013. – Vol. 21. – № 24. – P. 29894.

Свечников Михаил Владимирович

**ДИАГНОСТИКА ВНУТРЕННЕГО СТРОЕНИЯ МНОГОСЛОЙНЫХ
РЕНТГЕНОВСКИХ ЗЕРКАЛ ПО ДАННЫМ РЕФЛЕКТОМЕТРИИ
В РАМКАХ РАСШИРЕННОЙ МОДЕЛИ**

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание учёной степени
кандидата физико-математических наук

Подписано к печати 18.10.2018 г.

Тираж 100 экз.

Отпечатано на ризографе Института физики микроструктур РАН — филиала
Федерального государственного бюджетного научного учреждения
«Федеральный исследовательский центр
Институт прикладной физики Российской академии наук»
603087, Нижегородская область, Кстовский район,
д. Афонино, ул. Академическая, д.7.