

05.3; 12

© 1990

ТЕРМИЧЕСКАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ $Mo-Si$ И $MoSi_2-Si$
МНОГОСЛОЙНЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ ЗЕРКАЛВ.В. К о н д р а т е н к о, Ю.П. П е р ш и н,
О.В. П о л ь ц е в а, А.И. Ф е д о р е н к о,
С.А. Ю л и н

Многослойные периодические системы из чередующихся тонких пленок сильно- и слабопоглощающего рентгеновское излучение веществ перспективны для использования в качестве элементов рентгеновской оптики для исследования плазмы, синхротронного излучения, рентгеновских лазеров, телескопов, спектрометров [1]. Однако состоящие из супертонких пленок разнородных материалов многослойные рентгеновские зеркала с очень большими градиентами концентраций компонентов могут представлять собой весьма неравновесные термодинамические системы, склонные к старению, особенно под воздействием потоков электромагнитного излучения и частиц. Поэтому области и масштабы применения зеркал будут определяться в значительной степени временной, термической и радиационной стабильностями их структуры и оптических характеристик.

Целью данной работы являлось сравнительное исследование термической стабильности двух типов зеркал: $Mo-Si$ и $MoSi_2-Si$. Выбор материалов для изготовления зеркал был обусловлен следующим. Известно [2, 3], что деградация зеркал протекает по нескольким основным механизмам интердиффузионного перемешивания соседних слоев с образованием твердых или жидких растворов и химических соединений. Для ослабления действия этих механизмов разрушения зеркал необходимо для пленок, составляющих многослойную систему, выбирать наиболее тугоплавкие материалы, находящиеся в термодинамическом равновесии и образующие друг с другом эвтектику с высокой температурой плавления.

Два материала из одной системы сплавов находятся в термодинамическом равновесии друг с другом только в том случае, если они являются соседями на диаграмме фазового равновесия и лежат на концах одной общей коноды [4]. Исходя из этого, для сравнительного исследования термической стабильности зеркал были выбраны две пары материалов: одна пара фаз-соседей ($MoSi_2$ и Si) и вторая пара (Mo и Si), не соседствующих друг с другом на диаграмме фазового равновесия сплавов $Mo-Si$ [5]. Температуры плавления Mo , $MoSi_2$ и Si составляют 2898, 2293 и 1688 К соответственно, а температура плавления эвтектики $MoSi_2-Si$ равна 1673 К.

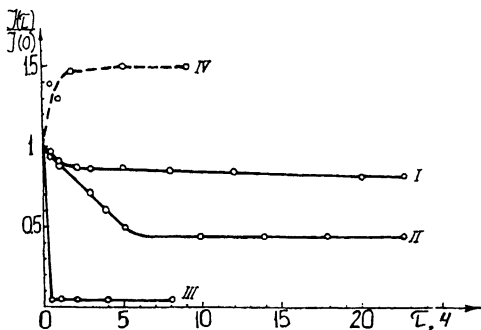


Рис. 1. Изменение отношения интенсивности первого порядка отражения $J(\tau)$ после отжига при температурах 570 К (I), 670 К (II) и 770 К (III, IV) в течение времени τ к ее значению $J(0)$ в исходном состоянии для многослойных рентгеновских зеркал $Mo-Si$ (I, II, III) и $MoSi_2-Si$ (IV) с периодом $H \approx 80 \text{ \AA}$.

Методика изготовления зеркал заключалась в последовательном нанесении слоев Mo и Si или $MoSi_2$ и Si на полированные поверхности стекла и кремния с помощью прямоточного магнетронного распыления материалов при давлении аргона $\sim 3 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст. Характеристики геометрии зеркал и структурное состояние слоев в исходном состоянии и после отжигов определялись методами рентгеновской дифрактометрии в $Cu-K\alpha$ излучении и электронной микроскопии. Отжиг зеркал проводился в вакууме 10^{-7} мм рт. ст. при 570–1070 К.

Установлено, что в исходном состоянии слои Mo и $MoSi_2$ были мелкокристаллическими, а слои Si — аморфными.

В процессе отжига контролировались интенсивности и положения всех порядков отражения зеркал на дифрактограмме, а также фазовый состав и структурное состояние слоев. Степень деградации зеркал оценивалась по изменению отношения интенсивности первого порядка отражения $J(\tau)$ после отжига в течение времени τ к ее значению $J(0)$ в исходном состоянии.

Типичные зависимости $\frac{J(\tau)}{J(0)}$ от τ для $Mo-Si$ и $MoSi_2-Si$ систем представлены на рис. 1. Анализ этих зависимостей, структуры и фазового состава зеркал показал, что сильнонеравновесные системы слоев $Mo-Si$ начинают заметно деградировать уже при 570 К. Об этом свидетельствует монотонное уменьшение $J(\tau)$ первого порядка отражения, немонотонное изменение интенсивности второго и более высоких порядков отражения, монотонное уменьшение периода зеркал с увеличением τ рис. 2. При всех использованных в данной работе температурах отжига характерным для систем было ускоренное падение $J(\tau)$ и периода H на начальном этапе изотермической выдержки. При этом интенсификация интердиффузионного перемешивания слоев Mo и Si была

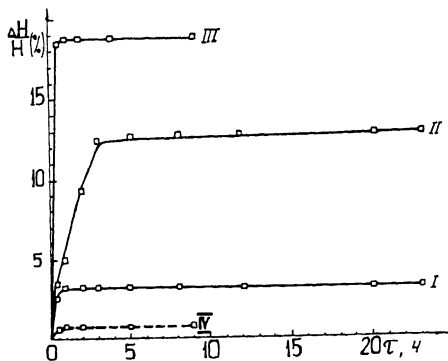


Рис. 2. Относительное изменение периода $\frac{\Delta H}{H}$ многослойных рентгеновских зеркал $Mo-Si$ (I, II, III) и $MoSi_2-Si$ (IV) в результате отжига при температурах 570 К (I), 670 К (II), 770 К (III, IV).

обусловлена миграцией межзеренных границ, дислокаций и других несовершенств строения поликристаллических слоев Mo в процессе их рекристаллизации, а также структурными изменениями и последующей кристаллизацией аморфных слоев Si . После стабилизации структуры зеркал скорость деградации $Mo-Si$ систем замедлялась и выходила на постоянное ненулевое значение (рис. 1 и 2). Характерным для второй стадии отжига систем $Mo-Si$ являлось немонотонное изменение всех порядков отражения, что указывало на непрерывность процессов перестройки рельефа границ раздела и концентрационных профилей зеркал. При увеличении температуры отжига до 670 К и особенно до 770 К скорость деградации зеркал $Mo-Si$ увеличивалась (рис. 1 и 2) и к вышеперечисленным явлениям добавлялось образование гексагонального $MoSi_2$ на границах раздела слоев Mo и Si . Всего за $\tau=0.5$ часа при 770 К отношение $\frac{J(\tau)}{J(0)}$ падает до уровня 0.03–0.05 (рис. 1), что означает практически полное разрушение зеркал.

Формальное применение модели Хиллиарда [6] на поздней стадии деградации зеркал $Mo-Si$ с постоянной скоростью при 570 К позволило оценить интегральный коэффициент взаимодиффузии Mo и Si в многослойных системах $Mo-Si$ с различными периодами (при $H=2.4, 4.1$ и 8.2 нм коэффициент диффузии $D=1.88 \cdot 10^{-25}, 2.72 \cdot 10^{-25}$ и $6.22 \cdot 10^{-25}$ м²/с соответственно).

Для выяснения роли аргона, растворенного в слоях Mo и Si при магнетронной технологии их нанесения, было проведено исследование термической стабильности аналогичных зеркал $Mo-Si$, приготовленных электроннолучевым испарением материалов в вакууме $\sim 10^{-7}$ мм рт. ст. Существенных различий в поведении $\frac{J(\tau)}{J(0)}$ от времени отжига для магнетронных и электроннолучевых зеркал $Mo-Si$ не обнаружено.

В отличие от зеркал $Mo-Si$ отжиг многослойных систем $MoSi_2-Si$ при 770–970 К вначале изотермической выдержки сопровождается ростом отношения $\frac{J(\tau)}{J(0)}$ на 20–50 %, что свидетельствует об уменьшении шероховатости межслоевых границ и выравнивании толщины переходных зон между слоями $MoSi_2$ и Si . Только при повышении температуры отжига до 1020 К наблюдалось уменьшение $\frac{J(\tau)}{J(0)}$ с самого начала изотермической выдержки вследствие кристаллизации аморфных слоев Si и рекристаллизации мелкокристаллических слоев $MoSi_2$. Эти структурные преобразования слоев $MoSi_2$ и Si вызывали интенсификацию диффузионных процессов агломерации планарных слоев и развития шероховатости межслоевых границ зеркал. При 1070 К наблюдалось превращение гексагонального $MoSi_2$ в его тетрагональную модификацию, что также способствовало деградации многослойных систем $MoSi_2-Si$.

Таким образом, результаты данной работы служат убедительным доказательством более высокой термической стабильности менее неравновесных многослойных систем $MoSi_2-Si$ по сравнению с более неравновесными системами $Mo-Si$. Практическое использование зеркал $MoSi_2-Si$ ограничено температурой 1000 К, в то время как применение зеркал $Mo-Si$ возможно только при температурах ≤ 600 К. Это подтверждает эффективность подхода к выбору материалов для высокостабильных многослойных рентгеновских зеркал по принципу максимального приближения к термодинамическому равновесию слоев в исходной системе.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] А н д е р в у д Дж.Х., А т т в у д Д.Т. // УФН. 1987. Т. 151. В. 1. С. 105–117.
- [2] G r e e r A.L., S p a e r e n F. Diffusion in: Synthetic modulated structures, Orlando, Academic Press, 1985. P. 149–488.
- [3] Н о л л о в а у К., Д о К.В., S i n c l a i r R. // J. Appl. Phys. 1989. V. 65. N 2. P. 474–480.
- [4] Р а й н з С. Диаграммы фазового равновесия в металлургии. М.: Металлургиздат, 1960. 376 с.
- [5] Х а н с е н М., А н д е р к о К. Структура двойных сплавов. М.: Металлургиздат, 1962, т. 2. 1488 с.
- [6] С о о к Н.Е., H i l l i a r d J.E. // J. Appl. Phys. 1969. V. 40, N 5. P. 2191–2198.

Харьковский
политехнический
институт
им. В.И. Ленина

Поступило в Редакцию
10 мая 1990 г.