

Алмаз-карбид-кремниевый композит „скелетон“ как перспективный материал для подложек рентгенооптических элементов

© М.В. Зорина,¹ М.С. Михайленко,¹ А.Е. Пестов,¹ М.Н. Торопов,¹ А.К. Чернышев,¹ Н.И. Чхало,¹ С.К. Гордеев,² В.В. Виткин³

¹ Институт физики микроструктур РАН,
603087 Нижний Новгород, Россия

² ЦНИИ материалов,
191014 Санкт-Петербург, Россия

³ Университет ИТМО,
197101 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: aepestov@ipm.sci-nnov.ru

Поступило в Редакцию 6 апреля 2022 г.

В окончательной редакции 6 апреля 2022 г.

Принято к публикации 6 апреля 2022 г.

Предложено применение алмаз-карбид-кремниевый композита „Скелетон“[®] с покрытием из аморфного кремния в качестве подложек многослойных рентгеновских зеркал для мощных источников синхротронного излучения (3+ и 4-го поколения). Стандартными методами глубокой шлифовки-полировки на образцах получены поверхности со следующими параметрами: плоскостность на уровне $RMS_{90\%} = 54.2$ nm; эффективная шероховатость $\sigma_{\text{eff}} \sim 1.0$ nm; высокочастотная шероховатость $\sigma_{2 \times 2} \sim 0.1$ nm.

Ключевые слова: рентгеновская оптика, рентгеновские зеркала, подложки для рентгеновских зеркал, шероховатость.

DOI: 10.21883/JTF.2022.08.52790.85-22

Введение

С развитием мощных источников синхротронного излучения (3+ и 4-го поколения), а также лазеров на свободных электронах [1–3] остро встала проблема прецизионных рентгенооптических элементов, стойких к большому (до нескольких kW) радиационным и тепловым нагрузкам. В настоящее время считается, что в качестве материала подложек для зеркал, работающих под столь мощными пучками излучения, может рассматриваться в первую очередь монокристаллический кремний [4–6]. Другие материалы, в том числе карбид кремния и металлы (медь, алюминий, бериллий) по своим теплофизическим характеристикам сильно ему уступают [7,8]. Лучшими по этим свойствам характеристиками обладает монокристаллический алмаз, однако из-за сложности получения этого материала с размерами в десятки сантиметров он главным образом применяется в качестве кристалл-монокроматоров, сплиттеров рентгеновских пучков и преломляющих линз [9–11], но не в качестве подложек для многослойных рентгеновских зеркал.

Что касается шероховатости поверхности монокристаллического кремния, то в настоящее время существует отработанная методика полировки, обеспечивающая шероховатость поверхности на уровне 0.1 nm [12], но с формообразованием возникают существенные сложности. Кремний, как правило, обрабатывают на ультрапрецизионном микрофрезерном станке с алмазным резцом [13–15]. Эта технология достаточно неплохо отработана, но имеет ряд недостатков. В первую очередь, это формирующийся приповерхностный нарушенный слой

и повышенная шероховатость, в частности, образуются борозды с шагом резца [13,14]. Эти дефекты удаляют с помощью химико-динамического травления, однако при таком методе обработки зачастую деградируют параметры формы поверхности.

В качестве альтернативы кристаллическим материалам, в первую очередь монокристаллическому кремнию, может быть рассмотрен алмаз-карбид-кремниевый (АКК) композит „Скелетон“[®] [16]. Структура АКК „Скелетон“[®] сформирована алмазными зернами, связанными в единый композит карбидокремниевой матрицей. Материал уступает по своим физико-механическим и теплофизическим свойствам только монокристаллическому алмазу, однако позволяет формировать заготовку практически произвольных размеров и формы („net-shape“-технология, за счет осуществления химических реакций в объеме заготовки). Таким образом, технология производства позволяет изготавливать в том числе развитую тыльную сторону подложки для повышения теплоотдачи при жидкостном охлаждении. Применение данного материала в качестве подложек для рентгенооптических элементов, работающих под мощными пучками синхротронного излучения, может позволить перейти от сложных в обработке монокристаллических материалов к традиционной технологии финишного формообразования и полировки применяемых на аморфных заготовках, таких как плавленый кварц, Zerodur, ситалл и др. Данный подход сочетает в себе механические притир и шлифовку-полировку, а также финишную ионно-пучковую коррекцию локальных ошибок формы.

В рамках настоящей работы проведена аттестация получаемых при механической обработке поверхностей и оценены перспективы применения подложек на базе АКК „Скелетон“® в качестве подложек для рентгено-оптических приложений.

1. Методика измерений

Аттестация шероховатости поверхности производилась при помощи атомно-силового микроскопа (АСМ) Ntegra Prima (NT-MDT). Фотография стенда представлена на рис. 1.

Измерялись кадры от 2×2 до $40 \times 40 \mu\text{m}$. По результатам измерений восстанавливалась PSD-функция (Power Spectral Density) шероховатости и по ней определялась эффективная шероховатость. PSD-функция — функция спектральной плотности мощности определяется по формуле (1), а по сути представляет собой разложение шероховатости по частотам пространственного спектра [17]:

$$\text{PSD}(v) = |\hat{F}[z(\vec{\rho})]|, \quad (1)$$

где $z(\vec{\rho})$ — высота поверхности в точке, заданной радиус-вектором $(\vec{\rho})$; \hat{F} — фурье-преобразование. Если L линейный размер области сканирования (АСМ кадра) и N — число точек (пикселей), тогда модуль вектора пространственной частоты, в котором вычисляется PSD-функция, лежит в диапазоне от $\nu_{\min} = 1/L$ до $\nu_{\max} = N/2L$.

Для перехода на язык шероховатостей используется понятие эффективная шероховатость (2), представляющая собой интеграл от PSD-функции в некотором

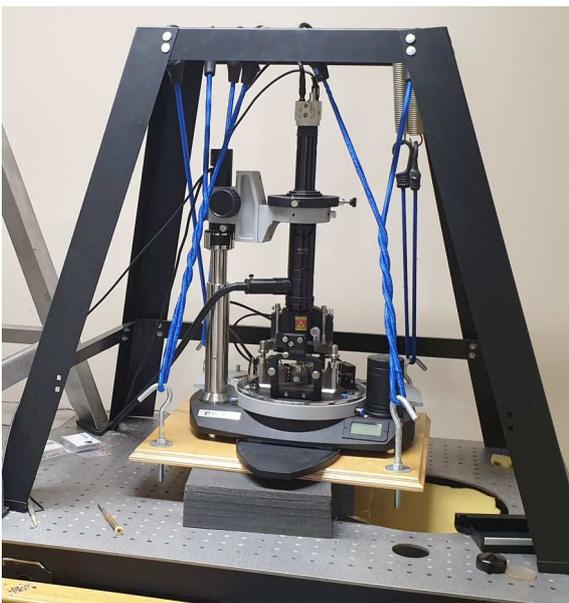


Рис. 1. АСМ Ntegra Prima (NT-MDT).

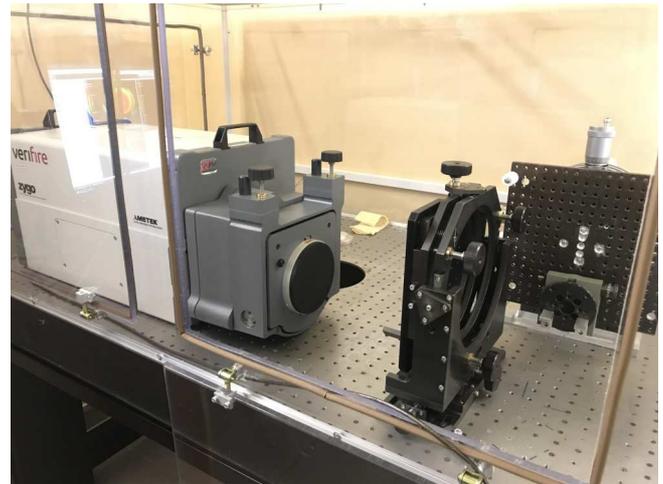


Рис. 2. Лазерный интерферометр ZYGO Verifire 4.

диапазоне пространственных частот:

$$\sigma_{\text{eff}}^2 = \int_{\nu_{\min}}^{\nu_{\max}} \text{PSD}(\nu) d\nu. \quad (2)$$

В нашем случае интервал пространственных частот составлял $\nu \in [2.5 \cdot 10^{-2} - 6.4 \cdot 10^1 \mu\text{m}^{-1}]$. Этот диапазон охватывает весь спектр шероховатостей с латеральными размерами от $40 \mu\text{m}$ до 15nm , которые оказывают влияние как на изображающие свойства оптического элемента, так и на отражательные характеристики многослойных рентгеновских зеркал.

Измерения плоскостности поверхности исследовалась при помощи лазерного интерферометра ZYGO Verifire 4 (ZYGO Corporation). Фотография интерферометра представлена на рис. 2.

По данным измерений вычислялись параметры поверхности: PV (Peak-to-Valley — размах высот по поверхности) и RMS (среднеквадратическое отклонение поверхности от плоскости).

2. Результаты измерений

В качестве экспериментальных образцов на исследование было предложено 4 пластины диаметром 40mm , состав АКК „Скелетон“®: алмаз — $60 \text{vol.}\%$, SiC — $34 \text{vol.}\%$, Si — $6 \text{vol.}\%$. Высокая твердость и износостойкость композита крайне затрудняют его механическую обработку, в том числе шлифовку-полировку. Для решения данной проблемы на подложках из АКК „Скелетон“® формировалось тонкое (порядка 0.5mm) покрытие из аморфного кремния. Данное покрытие хорошо поддается полировке и, в силу своей малой толщины, не должно снижать теплофизические характеристики подложки. Таким образом, общая толщина образца составила 4.5mm . Все образцы показали близкие параметры, как по шероховатости поверхности, так и по

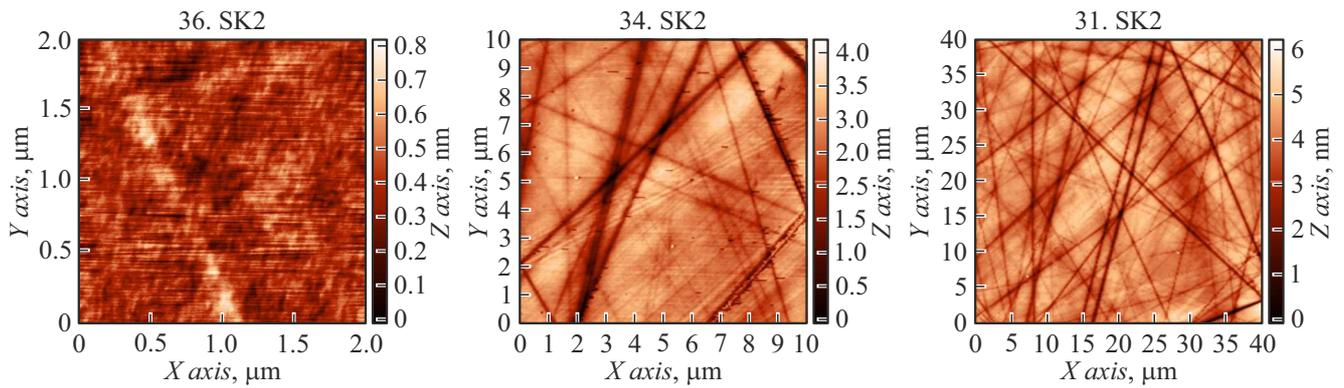


Рис. 3. АСМ кадры поверхности образца SK2: *a* — кадр 2 × 2, *b* кадр 10 × 10, *c* — кадр 40 × 40 μm.

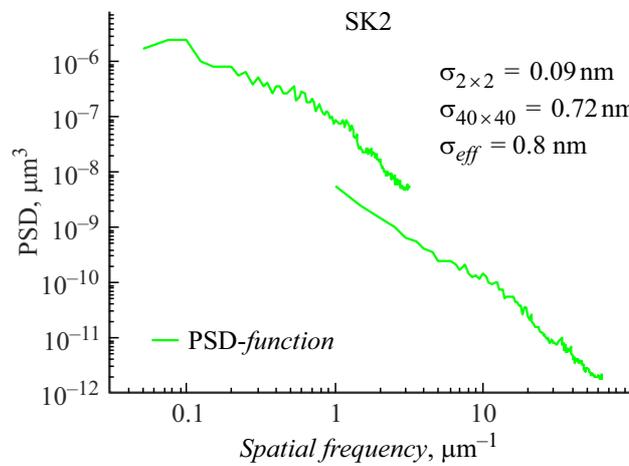


Рис. 4. PSD-функции шероховатости поверхности образца SK2, построенные по данным АСМ. $\sigma_{eff} = 0.8 \text{ nm}$.

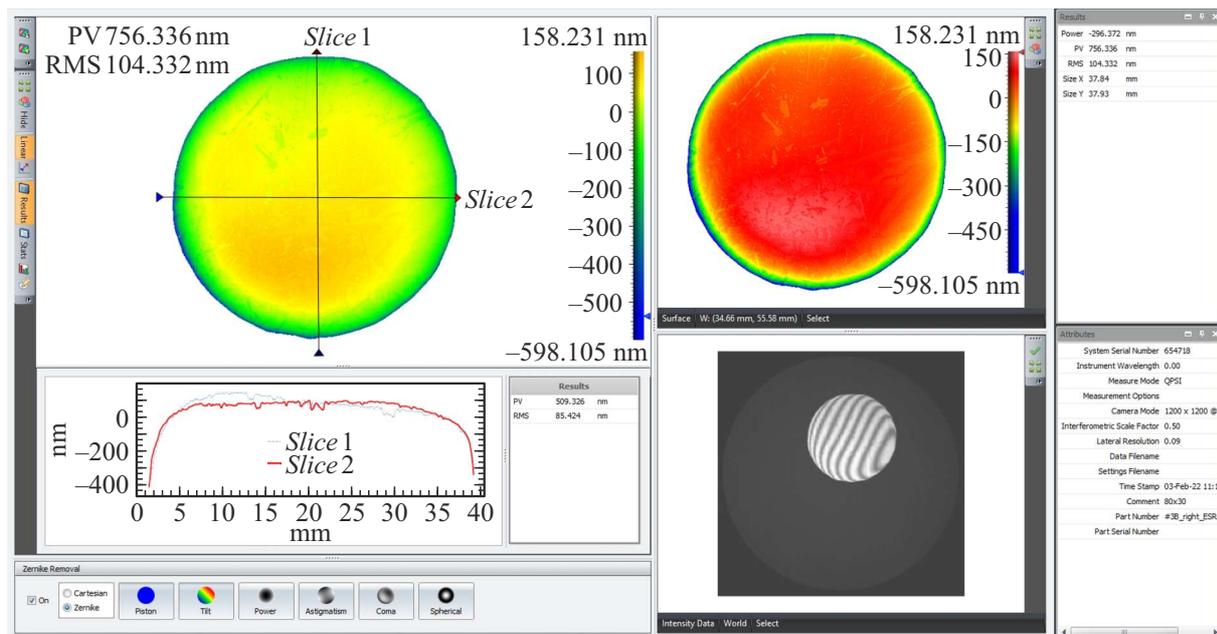


Рис. 5. Результаты измерения формы поверхности образца SK3. PV = 0.76 μm, RMS = 104.3 nm.

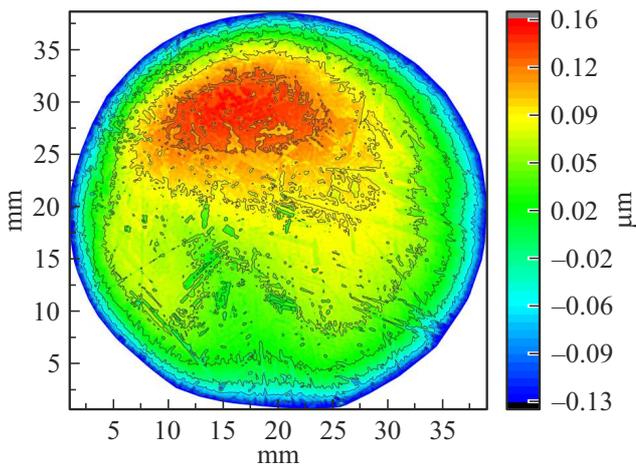


Рис. 6. 90% поверхности образца SK3, $PV_{90\%} = 287 \text{ nm}$, $RMS_{90\%} = 60.1 \text{ nm}$.

плоскостности. На рис. 3 представлены типичные АСМ кадры поверхности (образец SK2).

На рис. 4 представлена кривая PSD-функции шероховатости поверхности образца SK2, построенная по данным АСМ измерений.

Как можно видеть, на кривых PSD-функций, построенных по кадрам разного размера, наблюдается разрыв, что объясняется резким повышением значения шероховатости при попадании в кадр царапин при увеличении его размера. Интегральное значение эффективной шероховатости поверхности составило $\sigma_{\text{eff}} = 0.8 \text{ nm}$ во всем диапазоне пространственных частот $\nu \in [2.5 \cdot 10^{-2} - 6.3 \cdot 10^1 \mu\text{m}^{-1}]$. Основным вклад в значение шероховатости вносит именно наличие большого числа глубоких (глубина $\sim 10 \text{ nm}$) царапин, области между царапинами (кадры $2 \times 2 \mu\text{m}$) показывают хорошую гладкость поверхности ($\sigma_{2 \times 2} \sim 0.1 \text{ nm}$).

На рис. 5 показан экран измерений с ZYGO-интерферометра.

Максимальный размах высот составил более $0.75 \mu\text{m}$, при среднеквадратической ошибке формы поверхности более 100 nm . Максимальный „завал“ по плоскостности наблюдается на краях образца, в то время как в центральной области (90% поверхности по уровню от максимума) характеристики поверхности намного лучше: $PV_{90\%} = 287 \text{ nm}$, $RMS_{90\%} = 60.1 \text{ nm}$, однако проявляются макроскопические дефекты (царапины, выбоины) (рис. 6).

Разброс параметров по всем четырем образцам составил: $\sigma_{\text{eff}} = 0.8 - 1.1 \text{ nm}$, $PV_{90\%} = 240 - 290 \text{ nm}$ и $RMS_{90\%} = 50 - 60 \text{ nm}$. Такой малый разброс параметров шероховатости и плоскостности поверхности говорит об отработанной технологии, позволяющей получать поверхности с обозначенными выше параметрами.

Заключение

Проведенные измерения показывают высокое качество высокочастотной шероховатости ($\sigma_{2 \times 2} \sim 0.1 \text{ nm}$), которая находится на уровне значений, получаемых на стандартных подложках для многослойных рентгеновских зеркал из таких материалов как плавленый кварц, ситалл, ULE, Zerodur. Однако среднечастотная шероховатость ($\sigma_{40 \times 40}$) находится на уровне 1.0 nm , что не позволяет использовать подготовленные по данной технологии поверхности в качестве подложек для многослойных рентгеновских зеркал. (Эффективная шероховатость во всем диапазоне пространственных частот $\nu \in [2.5 \cdot 10^{-2} - 6.3 \cdot 10^1 \mu\text{m}^{-1}]$ должна быть не хуже 0.3 nm .) Основным вклад в величину среднеквадратической шероховатости среднечастотного диапазона вносят многочисленные царапины шириной порядка 100 nm и глубиной до 10 nm .

Плоскостность поверхности также заметно уступает параметрам, получаемым по традиционным оптическим технологиям (притир позволяет получать поверхность с перепадом высот $PV < 100 \text{ nm}$ и среднеквадратическим отклонением формы поверхности от плоскости/сферы $RMS < 10 \text{ nm}$). Тем не менее значения шероховатости на уровне 1 nm позволяют надеяться, что применение методов притира с финишной суперполировкой, развитых в работе [18], и прецизионная коррекция ошибок формы, в том числе ионно-пучковые методы [19], позволят получить шероховатость и плоскостность на приемлемом для рентгенооптических приложений уровне.

Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (соглашение № 075-15-2021-1362).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] [Электронный ресурс] Режим доступа: http://www.esrf.eu/Apache_files/Upgrade/ESRF-orange-book.pdf
- [2] [Электронный ресурс] Режим доступа: <https://www.maxiv.lu.se/about-us/>
- [3] S.V. Rashchenko, M.A. Skamarokha, G.N. Baranov, Ya.V. Zubavichus, I.V. Rakshun. AIP Conf. Proc., **2299**, 060001 (2020). DOI: 10.1063/5.0030346
- [4] A.R. Belurea, A.K. Biswas, D. Raghunathan, Rishipal, S. Bhartiya, R. Singh, S.K. Rai, R.S. Pawade, M.P. Kamath, N.S. Benerji. Mater. Today: Proceed., **26**, 2260 (2020). DOI: 10.1016/j.matpr.2020.02.490
- [5] L. Assoufid, H. Graafsma. MRS Bull., **42** (6), 418 (2017). DOI: 10.1557/mrs.2017.118

- [6] Z. Wang, L. Wu, Y. Fang, A. Dun, J. Zhao, X. Xu, X. Zhu. *Micromachines*, **13** (2), 318 (2022). DOI: 10.3390/mi13020318
- [7] P.Z. Takacs. *Synchrotron Radiat. News.*, **2** (26), 24 (1989). DOI: 10.1080/08940888908261239
- [8] Н.И. Чхало, М.В. Зорина, И.В. Малышев, А.Е. Пестов, В.Н. Полковников, Н.Н. Салашенко, Д.С. Казаков, А.В. Мильков, И.Л. Струля. *ЖТФ*, **89** (11), 1686 (2019). DOI: 10.21883/JTF.2022.08.52790.85-22
[N.I. Chkhalo, M.V. Zorina, I.V. Malyshev, A.E. Pestov, V.N. Polkovnikov, N.N. Salashchenko, D.S. Kazakov, A.V. Mil'kov, I.L. Strulya. *Tech. Phys.*, **64** (11), 1596 (2019). DOI: 10.1134/S1063784219110070]
- [9] D. Zhu, Y. Feng, S. Stoupin, S.A. Terentyev, H.T. Lemke, D.M. Fritz, M. Chollet, J.M. Glowina, R. Alonso-Mori, M. Sikorski, S. Song, T.B. van Driel, G.J. Williams, M. Messerschmidt, S. Boutet, V.D. Blank, Yu.V. Shvyd'ko, A. Robert. *Rev. Sci. Instrum.*, **85** (6), 063106 (2014). DOI: 10.1063/1.4880724
- [10] K. Li, Y. Liu, M. Seaberg, M. Chollet, T.M. Weiss, A. Sakdinawat. *Opt. Express*, **28** (8), 10939 (2020).
- [11] M. Polikarpov, V. Polikarpov, I. Snigireva, A. Snigirev. *Phys. Proced.*, **84**, 213 (2016). DOI: 10.1016/j.phpro.2016.11.037
- [12] [Электронный ресурс] Режим доступа: <http://siliconwafers.net/>
- [13] N. Khatri, R. Sharma, V. Mishra, H. Garg, V. Karar. *Adv. Mater. Proc.*, **2** (7), 425 (2017). DOI: 10.5185/amp.2017/704
- [14] L.N. Abdulkadir, K. Abou-El-Hossein, A.I. Jumare, P.B. Odedeyi, M.M. Liman, T.A. Olaniyan. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, **96**, 173 (2018). DOI: 10.1007/s00170-017-1529-x
- [15] A. Mir, X. Luo, K. Cheng, A. Cox. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, **94**, 2343 (2018). DOI: 10.1007/s00170-017-1021-7
- [16] С. Кагаев, В. Сидоров, С. Гордеев. *Электроника: НТБ*, **3**, 60 (2011).
- [17] L. Peverini, E. Ziegler, T. Bigault, I. Kozhevnikov. *Phys. Rev. B*, **72**, 045445 (2005).
- [18] М.Н. Торопов, А.А. Ахсахалян, М.В. Зорина, Н.Н. Салашенко, Н.И. Чхало, Ю.М. Токунов. *ЖТФ*, **90** (11), 1958 (2020). DOI: 10.21883/JTF.2022.08.52790.85-22
[M.N. Toropov, A.A. Akhsakhalyan, M.V. Zorina, N.N. Salashchenko, N.I. Chkhalo, Yu.M. Tokunov. *Tech. Phys.*, **65** (11), 1873 (2020). DOI: 10.1134/S1063784220110262]
- [19] И.Г. Забродин, М.В. Зорина, И.А. Каськов, И.В. Малышев, М.С. Михайленко, А.Е. Пестов, Н.Н. Салашенко, А.К. Чернышев, Н.И. Чхало. *ЖТФ*, **90** (11), 1922 (2020). DOI: 10.21883/JTF.2022.08.52790.85-22 [I.G. Zabrodin, M.V. Zorina, I.A. Kas'kov, I.V. Malyshev, M.S. Mikhailenko, A.E. Pestov, N.N. Salashchenko, A.K. Chernyshev, N.I. Chkhalo. *Tech. Phys.*, **65** (11), 1837 (2020). DOI: 10.1134/S1063784220110274]