

УДК 539.216.2

doi:10.20998/2413-4295.2023.02.13

СТРУКТУРНІ ОСОБЛИВОСТІ РЕНТГЕНІВСЬКИХ ДЗЕРКАЛ W/Mg₂Si

Л. Е. КОНОТОПСЬКИЙ, С. В. СУРОВИЦЬКИЙ, К. О. МІНАКОВА

Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут», 61002, м. Харків, вул. Кирпичова, 2, УКРАЇНА
e-mail: leonid.konotopsky@khp.edu.ua

АНОТАЦІЯ Досліджено структуру багатошарових рентгенівських дзеркал (БРД) W/Mg₂Si за допомогою електронно-мікроскопічних та рентгенодифракційних методів. Виявлено, що при виготовленні цих дзеркал спостерігається міжшарова взаємодія, при якій у сильно поглинаючому шарі формується змішана зона на границі Mg₂Si-на-W із силіциду вольфраму. Товщина шарів, що складають період дзеркала, визначає склад змішаної зони: у дзеркалі з періодом 3.1 нм формується зона силіциду вольфраму з найменшим вмістом кремнію, а у дзеркалі з періодом 14.2 нм склад змішаної зони схожий до WSi₂. Щільність змішаних зон у дзеркалі з періодами 3.1 нм та 14.2 нм складає 16.1 г/см³ та 8.2 г/см³ відповідно. Оцінено оптичні властивості БРД W/Mg₂Si, показано, що на довжині хвилі 9.89 нм відбивна здатність неоптимізованого БРД W/Mg₂Si порівнянна з оптимізованим БРД W/B₄C. Дослідження виявили, що метод магнетронного розпилення дозволяє отримати високоідеальні мультишарові дзеркала W/Mg₂Si з періодом приблизно 3 нм. Застосування малокутової рентгенівської дифракції та електронної мікроскопії підтверджує утворення структури з заданою періодичністю та середньоквадратичною шерохватістю, яка вважається прийнятною для дзеркал з даною періодом. Особливість утворення дзеркал полягає в міжшаровій взаємодії під час виробництва, що призводить до утворення перемішаної зони в сильнопоглиблюючому шарі. Склад та ширина цієї зони залежать від товщини шарів, і при збільшенні періоду дзеркал склад змінюється. Моделювання дифракційних спектрів підтверджує властивості перемішаних зон для різних періодів. Дослідження також вказують на можливість підвищення відбивної здатності дзеркал W/Mg₂Si на 10% шляхом оптимізації співвідношення товщин шарів. Неоптимізовані дзеркала показали порівнянну відбивну здатність з дзеркалами W/B₄C, але з певною перевагою на довжині хвилі Na-Kα.

Ключові слова: структура, багатошарові рентгенівські дзеркала, електронна мікроскопія, рентгенодифракція, перемішані зони, оптичні властивості.

STRUCTURAL FEATURES OF X-RAY MIRRORS W/Mg₂Si

L. KONOTOPSKY, S. SUROVITSKIY, K. MINAKOVA

National Technical University "Kharkiv Polytechnic Institute", 61002, Kharkiv, str. Kyrpychova, 2, UKRAINE

ABSTRACT The electron microscopy and X-ray diffraction methods were employed to investigate the structure of multilayer X-ray mirrors (MLMs) W/Mg₂Si. It is demonstrated that during the fabrication of W/Mg₂Si MLMs, interlayer interaction occurs, resulting in the formation of a mixed zone at the Mg₂Si-on-W interface from tungsten silicide. The thickness of layers comprising the X-ray mirror period determines the composition of the mixed zone. In W/Mg₂Si MLMs with a period of 3.1 nm, a mixed zone of tungsten silicide with the lowest silicon content, W₃Si, and/or W₅Si₃ is formed. In MLMs with a period of 14.2 nm, the composition of the mixed zone is close to WSi₂. The density of the mixed zones in W/Mg₂Si MLMs with periods of 3.1 nm and 14.2 nm is 16.1 g/cm³ and 8.2 g/cm³, respectively. The optical properties of W/Mg₂Si MLMs were estimated. It is demonstrated that at a wavelength of 9.89 nm, the reflectivity of the non-optimized W/Mg₂Si MLMs is on par with the optimized W/B₄C MLMs. Studies have shown that the magnetron sputtering method allows obtaining highly ideal W/Mg₂Si multilayer mirrors with a period of about 3 nm. The application of small-angle X-ray diffraction and electron microscopy confirms the formation of a structure with a given periodicity and rms roughness, which is considered acceptable for mirrors with a given period. The peculiarity of the formation of mirrors lies in the interlayer interaction during production, which leads to the formation of a mixed zone in the strongly deepening layer. The composition and width of this zone depend on the thickness of the layers, and as the period of the mirrors increases, the composition changes. Modeling of diffraction spectra confirms the properties of mixed zones for different periods. Research also indicates the possibility of increasing the reflectivity of W/Mg₂Si mirrors by 10% by optimizing the ratio of layer thicknesses. The non-optimized mirrors showed comparable reflectivity to the W/B₄C mirrors, but with a slight advantage at the Na-Kα wavelength.

Keywords: structure, multilayer X-ray mirrors, electron microscopy, X-ray diffraction, mixed zones, optical properties.

Вступ

Розвиток технологій нанесення плівкових покриттів дозволив виготовляти багатошарові періодичні композиції з нанометровими товщинами шарів. Багатошарові рентгенівські дзеркала є однією з різновидів таких покриттів [1]. Вони представляють собою штучні кристали, в яких в одному напрямку реалізовано періодичне чергування шарів двох матеріалів, співвідношення оптичних констант яких

забезпечує максимальний коефіцієнт відбиття дзеркала. Багатошарові рентгенівські дзеркала широко використовуються для керування рентгенівським випромінюванням в діапазоні довжин хвиль 0.5–50 нм в різних галузях науки та техніки, зокрема в рентгеновій астрофізиці та рентгеновому спектральному аналізі.

Особливий інтерес для обох вищезазначених областей застосування багатошарових рентгенівських дзеркал представляє частина спектра 0.9 – 2.5 нм. Цей

уринок електромагнітного спектра містить характеристичні лінії таких елементів, як Mg, Na, F, O ($\lambda_{\text{Mg-ka}}=0.989$ нм $\lambda_{\text{Na-ka}}=1.191$ нм, $\lambda_{\text{F-ka}}=1.832$ нм, $\lambda_{\text{O-ka}}=2.362$ нм) [2]. Контроль вмісту зазначених елементів у сталях, алюмінієвих та магнієвих сплавах є важливим як для металургії, так і для інших галузей промисловості.

У рентгеновій астрофізиці для вказаного уривку спектра плануються дослідження чорних дір, нейтронних зір, спостереження гамма-сплесків [3].

У рентгеновських спектрометрах з хвильовою дисперсією традиційно для зазначеного діапазону довжин хвиль використовуються багатошарові рентгеновські дзеркала W/Si та W/B₄C. Покращення оптичних характеристик цих рентгеновських дзеркал дозволить збільшити чутливість приладу та скоротити час експозиції при аналізі досліджуваних зразків. Тому існує цілий ряд робіт [4, 5, 6], присвячених вдосконаленню методів виготовлення рентгеновських дзеркал W/Si та W/B₄C з метою підвищення їх коефіцієнта відбиття. Тем не менш, відбивальна здатність багатошарових рентгеновських дзеркал W/Si та W/B₄C, навіть у випадку відсутності "дефектів" конструкції, обмежена оптичними константами слабо поглиблюючих шарів Si та B₄C [7]. Тому пошук нових пар матеріалів є актуальною задачею.

За оптичними характеристиками найбільш перспективним у розглядуваному фрагменті рентгеновського спектра слабо поглиблюючим матеріалом є Mg. Однак низька температура плавлення Mg обмежує можливість вирощування короткоперіодних дзеркал на його основі. У роботі [8] вказується, що методом магнетронного розпилення не вдається виростити на основі магнію (W/Mg) дзеркала з періодом менше 4 нм. При цьому типове значення періоду дзеркала при його використанні в рентгеновських спектрометрах з хвильовою дисперсією становить приблизно 3 нм.

Для вирішення проблеми створення короткоперіодних дзеркал на основі магнію доцільно перейти до більш високотемпературних матеріалів, наприклад, магнієвого силіциду Mg₂Si. Силіцид магнію має близькі до Mg оптичні константи, що робить цей матеріал перспективним для виготовлення багатошарових рентгеновських дзеркал на його основі. При цьому відкривається можливість вирощувати сплошні слабо поглиблюючі шари на відміну від Mg при менших товщинах. Однак це припущення потребує експериментального підтвердження.

Другим матеріалом для дзеркала доцільно використовувати W, як і у випадку дзеркал W/Si та W/B₄C. На довжині хвилі $\lambda_{\text{Mg-ka}}=0.989$ нм при куті падіння 9° теоретично розрахований коефіцієнт відбиття ідеального W/Mg₂Si дзеркала вище, ніж у W/Si ($R_{\text{W/Si}}=54.3$ %) та W/B₄C ($R_{\text{W/B4C}}=52.1$ %) і становить 59.2%. Слід відзначити, що в W/Si та W/B₄C внаслідок міжшарової взаємодії формуються змішані зони [9, 11], які призводять до зменшення коефіцієнта відбиття. У зв'язку з цим необхідно знати

реальну структуру W/Mg₂Si. Це дозволить запропонувати оптимальну конструкцію дзеркала та оцінити його оптичні характеристики.

Раніше рентгеновські дзеркала W/Mg₂Si досліджувалися в роботі [12]. Було показано, що під час відкладання багатошарової композиції W/Mg₂Si з періодом 8 нм спостерігається взаємодія W з Si. В результаті формуються змішані зони на межах W-на-Mg₂Si та Mg₂Si-на-W. Методом еліпсометрії було встановлено, що товщина зони, яка формується на межі Mg₂Si-на-W, становить 2 нм, товщина другої зони – 0.5 нм. Разом з тим залишилися невизначеними такі важливі параметри для оптимізації конструкції дзеркал та подальшої їхньої експлуатації, як густина змішаних зон, вплив товщин шарів W та Mg₂Si на еволюцію зон. Крім того залишається відкритим питання про можливість вирощування W/Mg₂Si дзеркал з періодом 3 нм.

Мета роботи

Дослідження особливостей формування змішаних зон в короткоперіодних W/Mg₂Si з дзеркал у початковому стані, оцінка відбивальної здатності дзеркал з урахуванням їхньої реальної структури та порівняння оптичних характеристик даного рентгеновського дзеркала з W/B₄C у Mg-K_α та Na-K_α випромінюванні.

Методика роботи

Зразки багатошарових рентгеновських дзеркал W/Mg₂Si на скляних та монокристалічних кремнієвих (111) підкладках були виготовлені методом прямого магнетронного розпилення в атмосфері аргона. Багатошарові зразки були відкладені з періодами (товщина пари шарів) 3.1 нм та 14.2 нм і кількістю пар шарів 120 та 40 відповідно. Вакуумна камера перед цим нагрівалася і вакуумувалася до тиску 10⁻⁴ Па. Тиск аргона під час відкладення становив 0.3 Па. Підкладка перед відкладенням очищувалася пучком іонів аргона. Товщина шарів контролювалась шляхом налаштування швидкості транспортування підкладки над мішенями, при стабілізації швидкостей відкладення з мішеней W та Mg₂Si. У процесі нанесення багатошарового покриття температура підкладки не перевищувала 50 °С.

Структура W/Mg₂Si досліджувалася за допомогою просвічуючої електронної мікроскопії та рентгеновської дифрактометрії з подальшим комп'ютерним моделюванням.

Для отримання електронно-мікроскопічних зображень поперечних перерізів та зображень електронної мікродифракції використовувався просвічуючий електронний мікроскоп ПЕМ-У. Напруга прискорення становила 100 кВ.

Зйомка малокутових рентгеновських дифрактограм проводилася в $\theta/2\theta$ геометрії на дифрактометрі ДРОН-3М у випромінюванні Cu-K_{α1}

(0.15406 нм). Монохроматизація першинного пучка забезпечувалась нахиленим кремнієвим (110) монохроматором. Моделювання експериментальних кривих проводилося у програмі X-Ray Calc [12].

Результати та їх обговорення

Малокутова рентгенівська дифрактограма від багатошарового рентгенівського дзеркала W/Mg₂Si з періодом 3.1 нм у початковому стані (рис. 1) свідчить про високий рівень періодичності шарів. Наявність дифракційних максимумів при кутах >14° вказує на низький рівень середньоквадратичної шероховатості границь розділу шарів. Задовільне співпадіння експериментальної та розрахункової малокутової кривої рентгенівської дифракції досягається при значенні густини шарів W приблизно 16.2 г/см³. Отримане значення густини шарів вольфраму значно менше табличного значення для масивного W ($\rho=19.25$ г/см³ [7]).

Враховуючи результати роботи [2], ми вважаємо, що зменшення щільності сильнопоглиблюючого шару пов'язане з формуванням перемішаних зон в MPЗ W/Mg₂Si в результаті взаємодії W з Si (W з Mg не взаємодіє [13]). Для підтвердження цього факту прямим методом були проведені електронно-мікроскопічні дослідження поперечних зрізів MPЗ W/Mg₂Si.

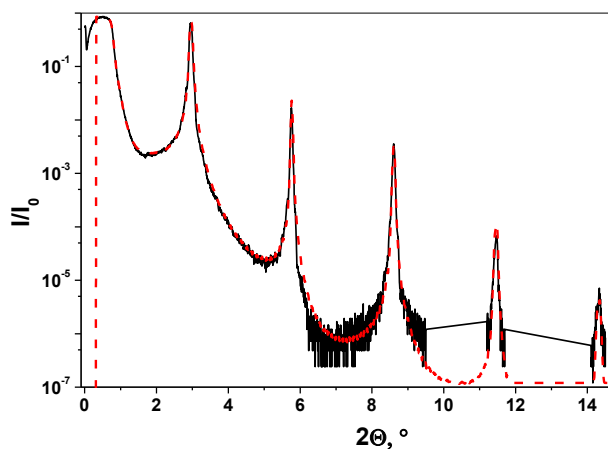


Рис. 1 – Експериментальна (—) та теоретична (---) малокутові рентгенівські дифрактограми в випромінюванні Cu- α_1 від MPЗ W/Mg₂Si з періодом 3.1 нм

Згідно з електронно-мікроскопічним зображенням поперечного зрізу, MPЗ W/Mg₂Si з періодом 3.1 нм (рис. 2а) в початковому стані представляє собою структуру періодично чередуючих шарів двох матеріалів. Товщини шарів, як впливає з фотометрію поперечного зрізу (рис. 2б), є близькими. Зображення електронної мікродифракції (рис. 2в) свідчить про те, що шари силіциду магнію є кристалічними. Важливо відзначити, що силіцид

магнію утворюється у рівноважній кубічній, а не гексагональній модифікації, як спостерігалось в багатошаровій системі Si/Mg₂Si [16].

Це непрямо свідчить про відсутність механічних напруг в MPЗ W/Mg₂Si, достатніх для формування силіциду магнію в гексагональній модифікації. Також на зображенні електронної мікродифракції присутнє гало, яке відповідає аморфним шарам другого матеріалу. Положення гало знаходиться близько до положення рефлексів, що відповідають найінтенсивнішим лініям W, WSi₂ і W₅Si₃ ($d_{W(110)}=0.2238$ нм, $d_{WSi_2(511)}=0.212$ нм, $d_{W_5Si_3(411)}=0.2109$ нм). Тому віднести гало до чистого вольфраму або його силіцидам не представляється можливим.

Отже, за допомогою електронної мікроскопії поперечних зрізів не вдається візуалізувати наявність перемішаних зон в MPЗ W/Mg₂Si з періодом 3.1 нм. Відсутність їх на електронно-мікроскопічному зображенні (рис. 2а) можна пояснити припущенням, що весь матеріал одного з шарів, у цьому випадку W, витрачається на формування перемішаної зони. Щоб перевірити це припущення, було виготовлено дзеркало W/Mg₂Si з більшим періодом 14.2 нм і відповідно більшими товщинами складових шарів ($t_w=5.8$ нм, $t_{Mg_2Si}=8.4$ нм).

Електронно-мікроскопічне зображення поперечного зрізу MPЗ W/Mg₂Si з періодом 14.2 нм (рис. 3а) свідчить про те, що дане рентгенівське дзеркало складається з трьох чергуючих шарів. Перемішана зона формується на межі Mg₂Si-на-W. Визначити товщини шарів з високою точністю в рентгенівському дзеркалі за даними картини поперечного зрізу неможливо. Тим не менш, фотометрування дозволяє отримати оціночні дані про товщини шарів. Згідно з даними, отриманими в результаті фотометрування електронно-мікроскопічного зображення (рис. 3б), товщина зони, яка формується при відкладенні силіциду магнію на вольфрам, становить приблизно 2.5 нм. Отриманий результат про формування перемішаної зони та її товщину узгоджується з даними, які отримали автори роботи [11]. Однак у нашому випадку зона виявляється тільки на одній межі розділу шарів (Mg₂Si-на-W). Перемішана зона на межі W-на-Mg₂Si не виявляється. Це може бути пов'язано з тим, що зона має таку щільність, яка не забезпечує абсорбційний контраст на електронно-мікроскопічному зображенні. Крім того, виявлення цієї зони ускладнює її мала товщина (0.5 нм), як впливає з роботи [11].

Відсутність на електронно-мікроскопічному зображенні перемішаних зон в MPЗ W/Mg₂Si з періодом 3.1 нм обумовлено тим, що більша частина шару або весь шар вольфраму взаємодіє з кремнієм. Тому ми вважаємо, що рентгенівське дзеркало W/Mg₂Si з періодом 3.1 нм представляє собою чергування шарів Mg₂Si і W_xSi_y.

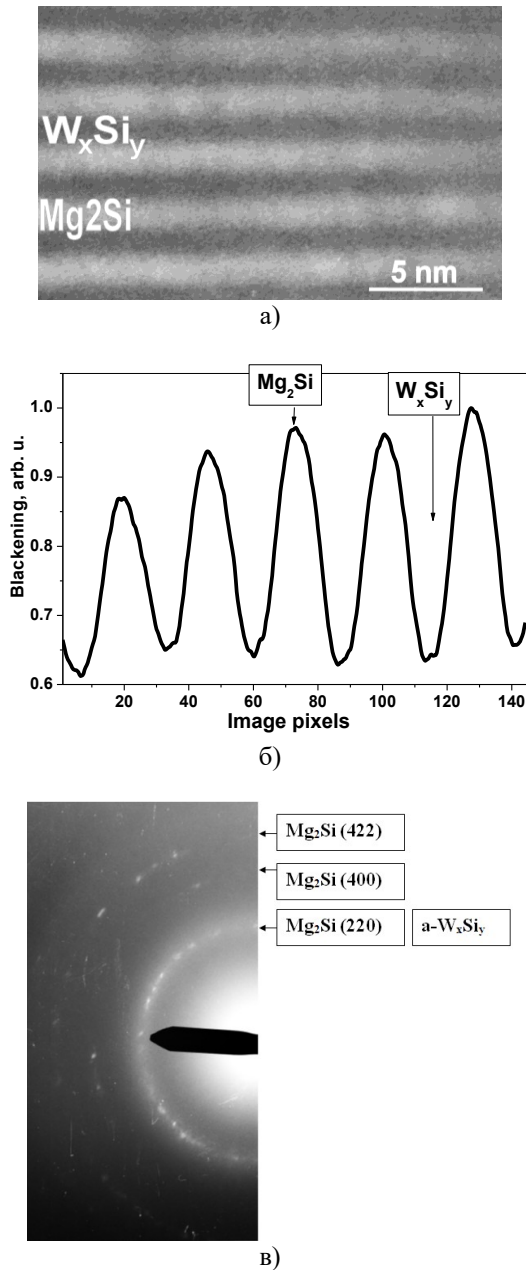


Рис. 2 – а) Електронно-мікроскопічне зображення поперечного зрізу W/Mg_2Si в початковому стані, підкладка внизу. б) Розподіл інтенсивності на зображенні поперечного зрізу W/Mg_2Si . в) Зображення електронної мікродифракції від поперечного зрізу W/Mg_2Si в початковому стані

Відомо, що у системі W–Si можуть утворюватися такі силіциди: W_5Si_3 , WSi_2 та метастабільний W_3Si [16]. Ми проаналізували можливість утворення кожного з цих силіцидів на основі моделювання експериментального спектра малокутової рентгенівської дифракції від МРЗ W/Mg_2Si з періодом 3.1 нм та 14.2 нм. Моделювання проводилося з урахуванням даних електронно-мікроскопічних досліджень поперечних зрізів щодо співвідношення товщин шарів в періоді.

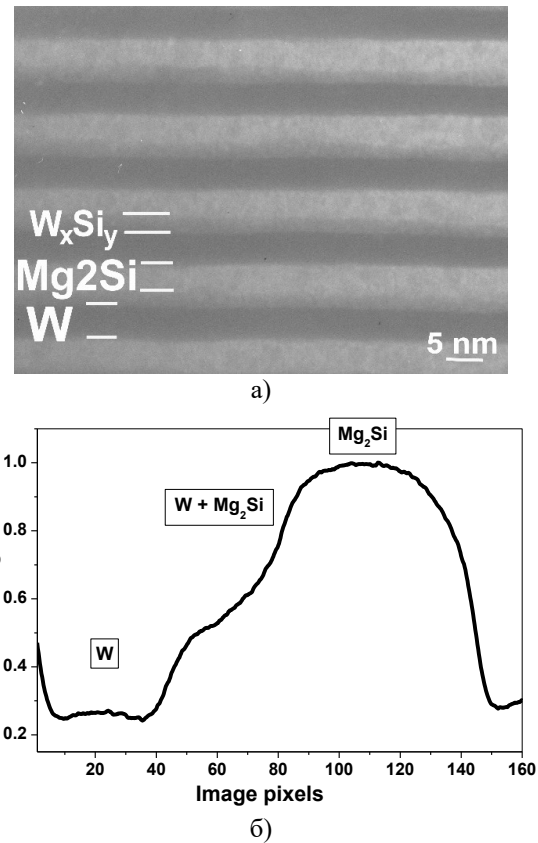


Рис. 3 – а) Електронно-мікроскопічне зображення поперечного зрізу W/Mg_2Si з періодом 14.2 нм в початковому стані, підкладка внизу. б) Фотометрування одного періоду на зображенні поперечного зрізу W/Mg_2Si

Для дзеркал з періодом 3.1 нм хороше збігання експериментального і теоретичного спектрів досягається при моделюванні двошаровою моделлю W_3Si-Mg_2Si , з густиною перемішаної зони $\rho_{W_3Si} = 16 \text{ г/см}^3$. У цьому випадку розрахункове значення густини перемішаної зони знаходиться найближче до значення густини масивного W_3Si , яке вказане в літературі $\rho_{W_3Si} = 16.1 \text{ г/см}^3$ [15].

Під час моделювання шару, що містить вольфрам, силіцидом W_5Si_3 , хороше збігання розрахункової та експериментальної кривих для короткоперіодного дзеркала досягається, якщо припустити, що не весь шар вольфрама взаємодіє з кремнієм. У випадку, коли невазємодіючий шар вольфрама та силіцид W_5Si_3 мають табличні густини, товщина вольфрама становить 0.6 нм. Якщо врахувати, що в плівковому стані вольфрам має густину на 10% менше, тоді його товщина складає 0.8 нм.

Розрізнити варіанти з утворенням W_5Si_3 з невазємодіючим та W_3Si шляхом моделювання не є можливим. Моделювання експериментального спектра від МРЗ W/Mg_2Si в рамках двошарової моделі WSi_2-Mg_2Si не дозволяє задовільно описати експериментальну дифракційну криву.

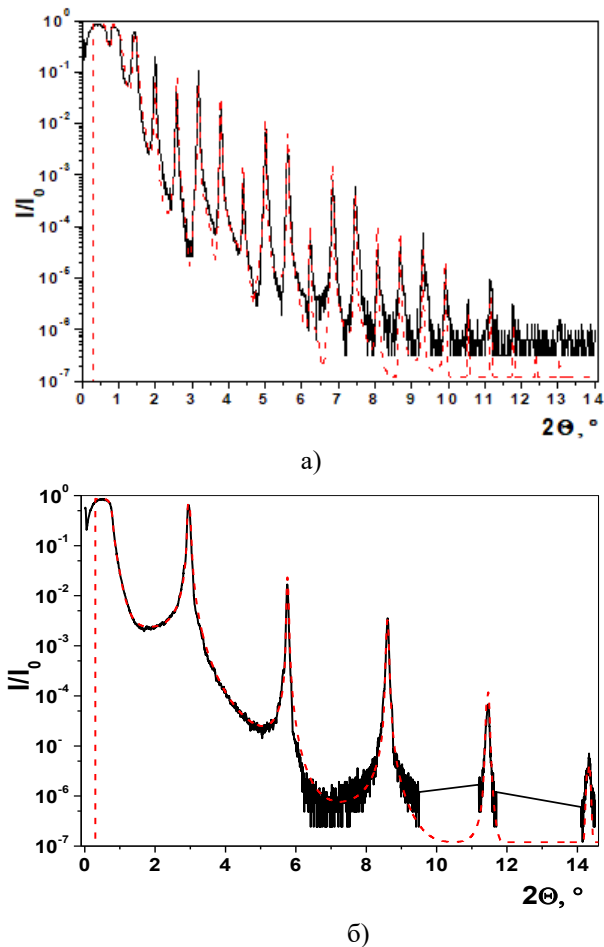


Рис. 4 – Експериментальні (—) та теоретичні (----) спектри малокутової рентгенівської дифракції при випромінюванні $Cu-K\alpha_1$ від мультишарового рентгенівського зеркала (MPЗ) W/Mg_2Si з періодами 3 нм (а) і 14,2 нм (б)

Отримані результати свідчать про те, що наявних даних недостатньо, щоб однозначно вказати склад W -містить шар в MPЗ W/Mg_2Si з періодом 3.1 нм. Однак ми можемо стверджувати, що його густина становить приблизно 16 г/см^3 , що менше густини вольфраму. Важливо відзначити, що значення середньоквадратичної шероховатості, з якою проводиться моделювання, не перевищує 0.3 нм.

В результаті аналізу збігу експериментальних і теоретичних спектрів малокутових рентгенівських дифракцій від MPЗ W/Mg_2Si з періодом 14.2 нм (рис. 4б) визначено значення щільності перемішаної зони на рівні 8.2 г/см^3 . Отримана щільність перемішаної зони найбільше наближена до щільності WSi_2 ($\rho_{WSi_2}=9.528 \text{ г/см}^3$). У науковій роботі [9] наведено докази того, що всі шари, що входять до складу MPЗ W/Si (а саме W , Si , W_5Si_3 та WSi_2), у початковому стані є аморфними. Щільності цих шарів відрізняються від табличних значень на 7-9%. Отримане нами значення щільності перемішаної зони в MPЗ W/Mg_2Si з періодом 14.2 нм менше табличного

значення щільності масивного WSi_2 на 14.4%. Така розбіжність може бути пов'язана з труднощами правильного врахування наявності вільного магнію (див. нижче) в слабо поглиблюючому шарі Mg_2Si .

Отже, у системі $W-Mg_2Si$ утворюються перемішані зони, склад яких залежить від товщин шарів у багатошаровому покритті. У MPЗ W/Mg_2Si з періодом 3.1 нм утворюються перемішані зони, склад яких близький до силіцидів з мінімальним вмістом кремнію: W_5Si_3 або W_3Si . Це зумовлено малою товщиною шару, який містить кремній ($t_{Mg_2Si}=1.51 \text{ нм}$), що порівнюється з товщиною W ($t_W=1.5 \text{ нм}$). При цьому не весь кремній взаємодіє з вольфрамом, що підтверджується наявністю рефлексів силіциду магнію на електронній мікродифракційній картині поперечного зрізу (рис. 2в).

У MPЗ W/Mg_2Si з періодом 14.2 нм товщина шару Si значно перевищує товщину W ($t_W=5.8 \text{ нм}$, $t_{Si}=8.4 \text{ нм}$). У цьому випадку кількість кремнію не обмежує утворення силіциду вольфраму, збагаченого Si , а саме WSi_2 . Цей силіцид має найбільшу від'ємну теплоту утворення серед всіх можливих силіцидів у даній композиції: $\Delta H_{298,15}^0(W_5Si_3)=-9.3 \text{ ккал/ат.металу}$ [17], $\Delta H_{298,15}^0(WSi_2)=-22.2 \text{ ккал/ат.металу}$ [16], $\Delta H_{298,15}^0(Mg_2Si)=-5.07 \text{ ккал/ат.металу}$ [16]. Таким чином, утворення силіцидів вольфраму замість силіциду магнію спрямоване на зменшення вільної енергії системи.

Утворення силіциду вольфраму на межі Mg_2Si -на- W супроводжується збагаченням шару Mg_2Si магнієм. Хоча на мікродифракційній картині від MPЗ W/Mg_2Si в початковому стані магній не виявляється, однак, після відпалювання MPЗ W/Mg_2Si при $T=400 \text{ }^\circ\text{C}$ на мікродифракційній картині з'являється рефлекс, що відповідає 100%-ій лінії Mg (рис. 5).

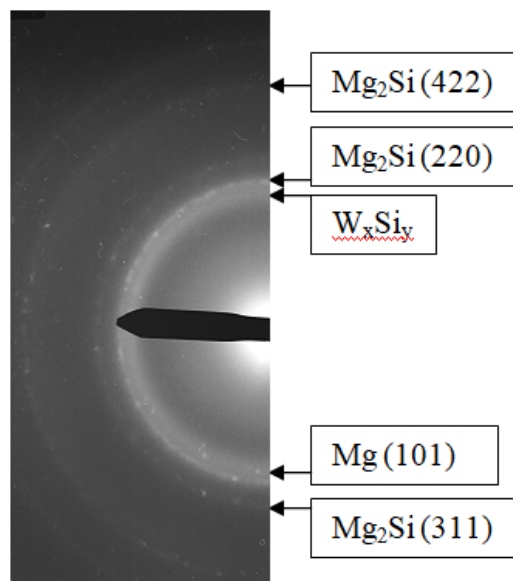


Рис. 5 – Електронна мікродифракція від поперечного зрізу MPЗ W/Mg_2Si з періодом 3,1 нм, віджареного при $T=400 \text{ }^\circ\text{C}$

Теоретично розрахована відбивна здатність МРЗ W/Mg₂Si з періодом 3,1 нм при довжині хвилі $\lambda_{Mg-K\alpha}=0,989$ нм, яку вивчали в даній роботі, з реальною структурою шарів складає 30% (рис. 6). Це близько до розрахункового значення відбивної здатності МРЗ W/B₄C–29% (рис. 6).

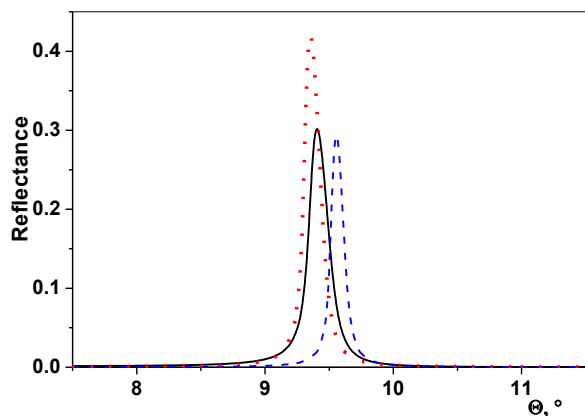


Рис. 6 – Теоретично розрахований коефіцієнт відбиття для МРЗ W/Mg₂Si з періодом 3,1 нм з урахуванням формування перемішаних зон та з оптимальним співвідношенням товщин шарів (•••••). Теоретичний розрахунок коефіцієнта відбиття для МРЗ W/Mg₂Si з періодом 3,1 нм, яке вивчалось в даній роботі (—). Теоретичний розрахунок коефіцієнта відбиття для МРЗ W/B₄C, з яким проводилося порівняння (-----)

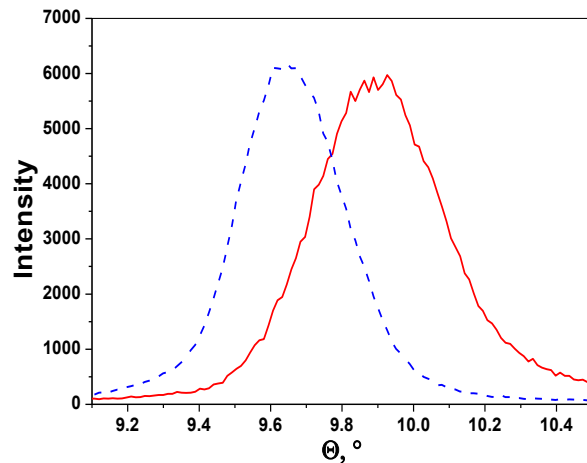
Розрахунок відбивної здатності МРЗ W/B₄C виконувався з урахуванням реальної структури дзеркала та оптимальним співвідношенням товщин шарів. Дані для розрахунку були взяті з роботи [10]. Отже, відбивна здатність неоптимізованого МРЗ W/Mg₂Si знаходиться на одному рівні з МРЗ W/B₄C з оптимальною конструкцією.

Ефективність МРЗ W/Mg₂Si та W/B₄C з періодами ~ 3 нм була оцінена на рентгенівському спектральному приладі СПРУТ [17]. Згідно з проведеними вимірюваннями, відбивна здатність МРЗ W/Mg₂Si на довжині хвилі $\lambda_{Mg-K\alpha}=0,989$ нм знаходиться на рівні відбивної здатності МРЗ W/B₄C (рис. 7а). Слід відзначити, що отримані експериментальні дані, стосовно співвідношення інтенсивностей МРЗ W/B₄C та W/Mg₂Si, узгоджуються з теоретично розрахованими (рис. 6).

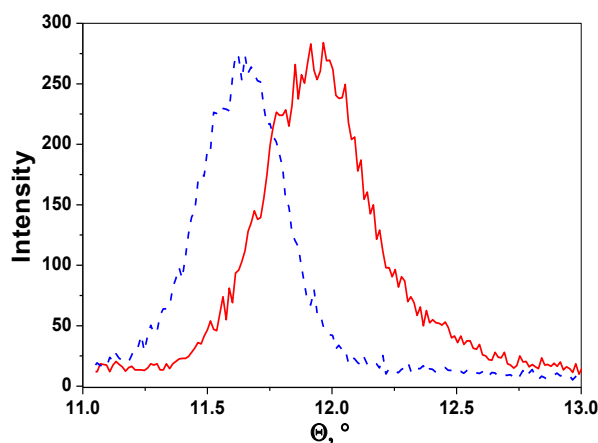
На більшій довжині хвилі, що відповідає характеристичному випромінюванню Na-K α ($\lambda_{Na-K\alpha}=1,191$ нм), перевага неоптимізованого МРЗ W/Mg₂Si над МРЗ W/B₄C становить 5 відсоткових відносин.

Слід відзначити, що при виготовленні МРЗ W/Mg₂Si формування перемішаних зон не враховувалося. Це вплинуло на співвідношення товщин шарів в МРЗ. Виготовлення

рентгенівського дзеркала W/Mg₂Si з оптимальним співвідношенням товщин шарів, згідно з теоретичним розрахунком, призведе до підвищення його відбивної здатності на довжині хвилі $\lambda_{Mg-K\alpha}=0,989$ нм на 10% (рис. 6).



а)



б)

Рис. 7 - Ефективність МРЗ W/Mg₂Si (—) в порівнянні з МРЗ W/B₄C (----) при випромінюванні Mg-K α (а), Na-K α (б)

Висновки

Проведені дослідження показали, що метод магнетронного розпилення забезпечує можливість вирощування високоідеальних МРЗ W/Mg₂Si з періодом ~ 3 нм, що підтверджується даними малокутової рентгенівської дифракції та електронної мікроскопії поперечних зрізів. Середньоквадратична шерохватість міжшарових границь цих дзеркал становить $\sim 0,3$ нм, що є прийнятним для дзеркал з таким періодом.

Важливою особливістю формування МРЗ W/Mg₂Si є міжшарова взаємодія під час виготовлення, в результаті якої в сильнопоглиблюючому шарі утворюється перемішана зона на межі Mg₂Si-на-W з

силіциду вольфрама, а шар Mg_2Si збагачується магнієм. Склад і ширина перемішаної зони залежать від товщини шарів, що складають період. Так в початковому стані в МРЗ W/Mg_2Si з періодом 3,1 нм формується перемішана зона, стехіометричний склад якої близький до силіцидів вольфрама з мінімальним вмістом кремнію: W_3Si і/або W_5Si_3 . При збільшенні періоду МРЗ до 14,2 нм склад перемішаної зони змінюється, і на міжшарових границях формується силіцид вольфрама із складом, близьким до WSi_2 . Моделювання експериментальних спектрів малокутової рентгенівської дифракції свідчить про те, що густини перемішаних зон в МРЗ W/Mg_2Si з періодами 3,1 нм і 14,2 нм становлять 16,1 г/см³ і 8,2 г/см³ відповідно. Перехід від силіциду магнію до силіциду вольфрама обумовлений прагненням системи до зниження вільної енергії за рахунок посилення міжатомних зв'язків у сполуках з більш негативною теплоотою утворення.

Показано, що відбивна здатність неоптимізованого МРЗ W/Mg_2Si знаходиться на рівні з МРЗ W/B_4C на довжині хвилі $Mg-K_{\alpha}$ (9,89 нм). На довжині хвилі $Na-K_{\alpha}$ (1,191 нм) перевага неоптимізованого МРЗ W/Mg_2Si над МРЗ W/B_4C складає 5%. Згідно з розрахунками оптимізація співвідношення товщин шарів рентгенівського дзеркала W/Mg_2Si з урахуванням формування перемішаних зон підвищить його відбивну здатність на 10% на довжині хвилі 9,89 нм.

Представлені результати свідчать про перспективність використання короткоперіодних МРЗ W/Mg_2Si в рентгеноспектральному аналізі для визначення таких елементів, як Mg, Na, F, O.

Список літератури

- Spiller E. Low-Loss Reflection Coatings Using Absorbing Materials. *Appl. Phys. Lett.* 1972. Vol. 20, No. 9. P. 365-367.
- Блохін М. А., Швейцер І. Г. *Рентгеноспектральний довідник*. М. Наука, 1982. 376 с.
- Yongwei Dong. The x-ray timing and polarization satellite - 1, 2, 3: uncovering the mysteries of black holes and extreme physics in the universe. *Proc. of SPIE*. 2014. Vol. 9144. P. 91443O-1-91443O-7.
- David L. Windt. Reduction of stress and roughness by reactive sputtering in W/B_4C X ray multilayer films. *Proc. of SPIE*. 2007. Vol. 6688. P. 66880R-1-66880R-10.
- Kristin K. Madsen, Fiona A. Harrison, Peter H. Mao, Finn E. Christensen, Carsten P. Jensen, Nicolai Brejnholt, Jason Koglin, Michael J. Pivovarov. Optimizations of Pt/SiC and W/Si multilayers for the Nuclear Spectroscopic Telescope Array. *Proc. of SPIE*. 2009. Vol. 7437. P. 743716-1-743716-11.
- Michaelsen C., Ricardo P., Anders D. Improved graded multilayer mirrors for XRD applications. *Adv. X-Ray Anal.* 2000. Vol. 42. P. 308-320.
- URL: <http://cxro.lbl.gov/>
- Platonov Y., Kazuaki Shimizu, Hiroshi Kobayashi, Gary Fournier, Jim Rodriguez. Mg_2Si -based multilayer XRF analyzers with two- and three-layer structure design. *Adv. X-Ray Anal.* 2009. Vol. 52, pp. 129-134.
- Pershin Y. P., Devizenko A. Y., Mamon V. V., Chumak V. S., Kondratenko V. V. Structure, phase composition, and growth model of amorphous multilayer X-ray mirrors W-Si, analyzers with two- and three-layer structure design. *Adv. X-Ray Anal.* 2009. Vol. 52. P. 129-134.
- Першин Ю. П., Девізенко О. Ю., Мамон В. В., Чумак В. С., Кондратенко В. В. Структура, фазовий склад та модель зростання аморфних багатошарових рентгенівських дзеркал W-Si, виготовлених методом магнетронного розпилення. *ЖФІІІ*. 2016. Т.1, № 6. С. 27-41.
- Копилець І. А., Кондратенко В. В., Зубарев О. М., Рошупкін Д. В. Особливості формування короткоперіодних багатошарових композицій W/B_4C . *ЖТФ*. 2012. Т.82., Вип. 12. С. 101-107.
- Pierre Boher, Philippe Houdy, Kuhne M., Muller P., Barchewitz R., P. Delaboudiniere, David Smith. Tungsten/Magnesium Silicide Multilayers for Soft X-Ray Optics. *J. X-ray Sci. Technol.* 1992. Vol. 3, No. 2. P. 118-132.
- URL: <http://sci-progs.com/>
- Діаграми стану подвійних залізних систем. Довідник*. За ред. Н. П. Лякішева. М. Машинобудування, 2001, Т. 3, Книга 1. С. 872
- Конотопський Л. Є., Копилець І. А., Севрюкова В. А., Зубарев О. М., Кондратенко В. В. Особливості зростання нанорозмірних шарів Mg_2Si у багатошарових рентгенівських дзеркалах Si/Mg_2Si . *J. Nano-Electron. Phys.* 2016. Т. 8, № 2. С. 02021-1-02021-6.
- Властивості, отримання та застосування тугоплавких сполук*. Довідник. Під ред. Т.Я. Косолаповій. М. Металургія, 1986. 928 с.
- М'юрарка Ш. *Силіциди для НВІС*. М. Світ, 1986. 176 с.
- URL: <http://www.ukrrentgen.kharkiv.com/>

References (transliterated)

- Spiller E. Low-Loss Reflection Coatings Using Absorbing Materials. *Appl. Phys. Lett.*, 1972, Vol. 20, No. 9, pp. 365-367.
- Blokhin M. A., Schweitzer I. G. *X-ray Spectral Handbook*. Moscow. Nauka, 1982. 376 p.
- Yongwei Dong. The x-ray timing and polarization satellite - 1, 2, 3: uncovering the mysteries of black holes and extreme physics in the universe. *Proc. of SPIE*, 2014, Vol. 9144, pp. 91443O-1-91443O-7.
- David L. Windt. Reduction of stress and roughness by reactive sputtering in W/B_4C X-ray multilayer films. *Proc. of SPIE*, 2007, Vol. 6688, pp. 66880R-1-66880R-10.
- Kristin K. Madsen, Fiona A. Harrison, Peter H. Mao, Finn E. Christensen, Carsten P. Jensen, Nicolai Brejnholt, Jason Koglin, Michael J. Pivovarov. Optimizations of Pt/SiC and W/Si multilayers for the Nuclear Spectroscopic Telescope Array. *Proc. of SPIE*, 2009, Vol. 7437, pp. 743716-1-743716-11.
- Michaelsen C., Ricardo P., Anders D. Improved graded multilayer mirrors for XRD applications. *Adv. X-Ray Anal.*, 2000, Vol. 42, pp. 308-320.
- Available at: <http://cxro.lbl.gov/>
- Platonov Y., Kazuaki Shimizu, Hiroshi Kobayashi, Gary Fournier, Jim Rodriguez. Mg_2Si -based multilayer XRF analyzers with two- and three-layer structure design. *Adv. X-Ray Anal.*, 2009, Vol. 52, pp. 129-134.
- Pershin Y. P., Devizenko A. Y., Mamon V. V., Chumak V. S., Kondratenko V. V. Structure, phase composition, and growth model of amorphous multilayer X-ray mirrors W-Si,

- fabricated by magnetron sputtering. *JFIP*, 2016, Vol.1, No.6, pp. 27–41.
10. Kopylets I. A., Kondratenko V. V., Zubarev E. N., Roshchupkin D. V. Features of short-period multilayer compositions W/B4C formation. *JTF*, 2012, Vol. 82, issue 12, pp. 101–107.
11. Pierre Boher, Philippe Houdy, Kuhne M., Muller P., Barchewitz R., Delaboudiniere P., David Smith. Tungsten/Magnesium Silicide Multilayers for Soft X-Ray Optics. *J. X-ray Sci. Technol.*, 1992, Vol. 3, No. 2, pp. 118–132.
12. Available at: <http://sci-progs.com/>
13. *State diagrams of binary metallic systems*. Handbook. Ed. N. P. Lyakishev. Moscow. Mashinostroenie, 2001, Vol. 3, Book 1. P. 872.
14. Konotopsky L. E., Kopylets I. A., Sevryukova V. A., Zubarev E. N., Kondratenko V. V. Features of nanoscale Mg₂Si layer growth in Si/Mg₂Si multilayer X-ray mirrors. *J. Nano-Electron. Phys.*, 2016, Vol. 8, No. 2, pp. 02021-1-02021-6.
15. *Properties, production, and application of refractory compounds*. Handbook. Ed. T. Ya. Kosolapova. Moscow. Metallurgiya, 1986. 928 p.
16. Myurarka Sh. *Silicides for ICs*. Moscow. Mir, 1986. 176 p.
17. Available at: <http://www.ukrrentgen.kharkiv.com/>

Відомості про авторів (About authors)

Конотопський Леонід Євгенович - кандидат фізико-математичних наук, старший викладач кафедри фізики металів та напівпровідників Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут» м. Харків, Україна ORCID: 0000-0003-1983-4999, e-mail: lkonotopsky@gmail.com

Leonid Yevgenovych Konotopsky - candidate of physical and mathematical sciences, senior lecturer at the department of physics of metals and semiconductors, National Technical University "Kharkiv Polytechnic Institute," Kharkiv, Ukraine. ORCID: 0000-0003-1983-4999, e-mail: lkonotopsky@gmail.com

Суровицький Сергій Вікторович – молодший науковий співробітник кафедри фізики металів та напівпровідників, Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут» м. Харків, Україна ORCID: 0000-0003-0037-3694; e-mail: Serhiy.Surovitskiy@khpi.edu.ua

Serhiy Viktorovich Surovitskiy – junior researcher at the department of physics of metals and semiconductors, National Technical University "Kharkiv Polytechnic Institute," Kharkiv, Ukraine. ORCID: 0000-0003-0037-3694; e-mail: Serhiy.Surovitskiy@khpi.edu.ua

Мінакова Ксенія Олександрівна – кандидат фізико-математичних наук, доцент, Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут», доцент кафедри Фізики, м. Харків, Україна; ORCID: 0000-0002-8869-1082; e-mail: Kseniia.Minakova@khpi.edu.ua

Kseniia Oleksandrivna Minakova – candidate of physical and mathematical sciences, associate professor, National Technical University "Kharkiv Polytechnic Institute", associate professor of the Department of Physics; Kharkiv, Ukraine; ORCID: 0000-0002-8869-1082; e-mail: Kseniia.Minakova@khpi.edu.ua

Будь ласка, посилайтеся на цю статтю наступним чином:

Конотопський Л. Е., Суровицький С. В., Мінакова К. О. структурні особливості рентгенівських дзеркал W/Mg₂Si. *Вісник Національного технічного університету «ХПІ»*. Серія: *Нові рішення в сучасних технологіях*. – Харків: НТУ «ХПІ». 2023. № 2 (16). С. 92-99. doi:10.20998/2413-4295.2023.02.13.

Please cite this article as:

Konotopsky L., Surovitskiy S., Minakova K. Structural features of X-ray mirrors W/Mg₂Si. *Bulletin of the National Technical University "KhPI"*. Series: *New solutions in modern technology*. – Kharkiv: NTU "KhPI", 2023, no. 2(16), pp. 92–99, doi:10.20998/2413-4295.2023.02.13.

*Надійшла (received) 01.04.2023
Прийнята (accepted) 06.05.2023*