

## Étude des multicouches B<sub>4</sub>C/Mo pour la réalisation des réseaux multicouches alternés à efficacité élevée dans le domaine 1–5 KeV

F. Choueikani<sup>1</sup>, F. Delmotte<sup>1</sup>, F. Polack<sup>2</sup>, F. Bridou<sup>1</sup>, B. Lagarde<sup>2</sup> et M. Idir<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Laboratoire Charles Fabry, Institut d'Optique, Université Paris-Sud, CNRS, Campus Polytechnique, RD 128, 91127 Palaiseau Cedex, France

<sup>2</sup> Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, Saint-Aubin, BP. 48, 91192 Gif-sur-Yvette, France

**Résumé.** Ce papier présente une étude de miroirs interférentiels multicouches B<sub>4</sub>C/Mo en vue d'utilisation dans la fabrication des réseaux MultiCouches Alternés (MCA). L'objectif consiste donc à étudier particulièrement la formation des couches d'interface entre deux matériaux consécutifs. Les multicouches sont déposées sur des substrats polis de silicium. Elles sont caractérisées par réflectométrie en incidence rasante. Les ajustements numériques à l'aide d'un modèle à trois couches montrent la formation à l'échelle nanométrique d'une couche d'inter-diffusion à l'interface B<sub>4</sub>C/Mo.

### 1. INTRODUCTION

Dans le domaine du rayonnement synchrotron, il existe une coupure technologique nette entre les rayons X durs dont la sélection en énergie est effectuée par des cristaux et les rayons X mous pour lesquels on emploie des réseaux sous incidence rasante. Une amélioration des efficacités est possible avec des réseaux à profils triangulaires, mais les angles de blaze requis, quelques degrés, rendent leur réalisation très difficiles et les résultats aléatoires [1]. Les miroirs multicouches permettent également d'obtenir des réflectivités élevées dans cette gamme mais sont assez peu sélectifs.

Une solution susceptible de combler ce manque technologique entre X mous et X durs réside dans l'utilisation d'une structure bidimensionnelle appelée réseau MultiCouche Alterné (MCA) [2]. Un réseau MCA est constitué d'un empilement de couches alternées (B<sub>4</sub>C/Mo par exemple), d'épaisseur identique, déposé sur un substrat gravé selon un motif rectangulaire dont la profondeur est égale à l'épaisseur de chaque couche du dépôt. Ils présentent donc une double périodicité à l'échelle nanométrique dans le plan de la surface et dans le plan perpendiculaire à celle-ci. L'avantage d'un tel dispositif réside donc dans sa structure qui permet, en incidence rasante, de réduire drastiquement le nombre d'ordres diffractés et donc de renforcer l'efficacité dans l'ordre utile. De plus, il permet une utilisation dans le domaine spectral 500–5000 eV [2]. Cependant, l'obtention des performances est subordonnée à un accord très précis entre l'épaisseur des couches minces déposées, quelques nm, l'indice optique et la profondeur de gravure du substrat. Elle est notamment perturbée par la présence de couches d'inter-diffusion.

Dans ce contexte, nous présentons une étude expérimentale couplée à des simulations sur des multicouches B<sub>4</sub>C/Mo et notamment sur la possible existence d'une couche interfaciale pouvant nuire à l'efficacité du dispositif final. Pour cela, nous présentons, dans la section 2, le réseau MCA. Dans

---

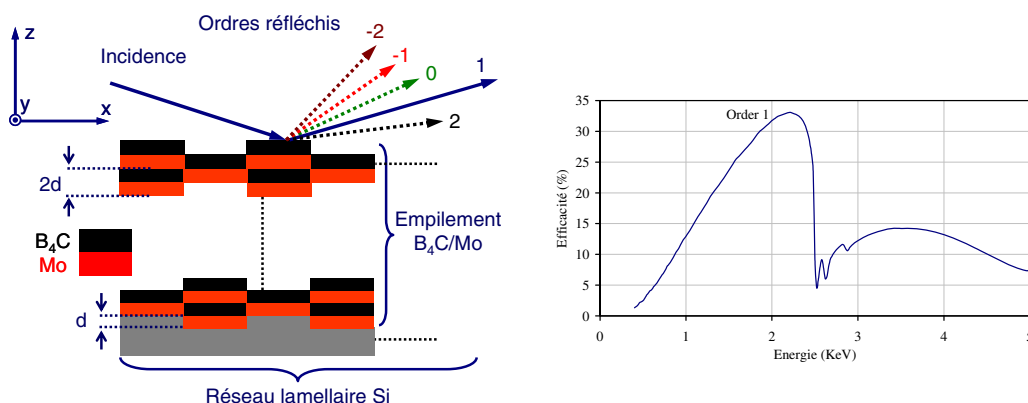
\* Les travaux ont été financés par le Triangle de la physique.

This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution-Noncommercial License 3.0, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any noncommercial medium, provided the original work is properly cited.

la section 3, nous aborderons brièvement les dispositifs expérimentaux permettant la fabrication et la caractérisation des multicouches. Les résultats sont ensuite détaillés dans la section 4.

## 2. RÉSEAU MULTICOUCHE ALTERNÉ

Le réseau MCA est réalisé par un dépôt d'un empilement périodique de couches minces sur un réseau lamellaire classique de profondeur et d'espacement entre les traits bien définis. Il présente donc une double périodicité comme le montre la figure 1. Une périodicité horizontale suivant  $x$  qui est directement liée à la période de réseau lamellaire ainsi qu'une autre verticale suivant  $z$ . Le dispositif final sera placé sur une ligne de lumière de Synchrotron Soleil. Son rôle consiste à assurer une efficacité de diffraction élevée pour l'ordre 1 et une extinction pour les autres ordres de diffraction. Il va donc servir de monochromateur dans la gamme spectrale de 500–5000 eV.



**Figure 1.** Gauche : Une coupe transversale d'un modèle parfait du réseau MCA constitué d'une multicouche  $B_4C/Mo$  déposé sur un réseau lamellaire de profondeur  $d$ . Droite : Un exemple de simulation pour ce modèle. Les caractéristiques de ce réseau sont les suivantes : 2400 t/mm,  $d = 25 \text{ \AA}$ , 30 périodes suivant  $z$ , rapport cyclique  $c/d = 0.5$  et l'angle d'incidence est de  $0.65^\circ$ .

La performance du réseau MCA repose sur la maîtrise de la technologie des couches minces. Elle nécessite la réalisation des empilements des films d'épaisseur de l'ordre de nanomètre et qui présentent une symétrie géométrique parfaite. En effet, la condition d'accord de phase, permettant une sélectivité forte et une efficacité élevée pour l'ordre sélectionné, nécessite la réalisation de damiers à forte symétrie. Un exemple de simulation avec le logiciel Calcul de Réseaux par Propagation ElectroMagnétique (CARPEM) [3] est illustré sur la figure 1. Il s'agit d'un réseau MCA  $B_4C/Mo$  de 2400 traits/mm suivant  $x$ , de profondeur  $25 \text{ \AA}$  et de 30 périodes suivant  $z$ . L'angle d'incidence est fixé à  $0.65^\circ$ . La figure 1 montre une efficacité de l'ordre de 30% autour de 2200 eV pour l'ordre diffracté 1. L'efficacité est comprise entre  $10^{-2}$  et  $10^{-1}\%$  pour les autres ordres.

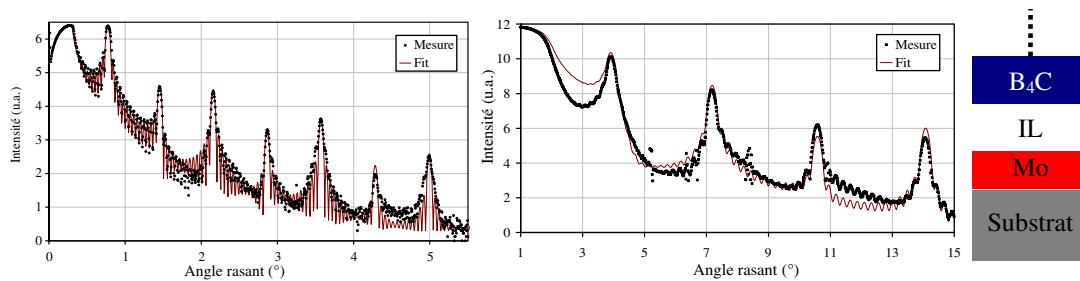
Le but notre étude consiste à réaliser une étude métrologique sur des multicouches déposées sur des substrats plans afin de contrôler l'épaisseur à l'échelle du dixième de nanomètre. Nous examinons également l'existence d'une couche d'interface qui peut nuire à la symétrie du système.

## 3. DEPÔT DES COUCHES MINCES ET CARACTERISATIONS

Le dépôt des multicouches  $B_4C/Mo$  est réalisé par pulvérisation cathodique magnétron en utilisant le bâti MP800 décrit auparavant par J. Gautier et al. [4]. Ce Bâti est composé d'une enceinte de dépôt à quatre cibles rectangulaires, d'un système de pompage, d'un sas de transfert, d'une baie électronique.

Il est commandé via un ordinateur. Il est conçu pour réaliser des dépôts de faible épaisseur ainsi que des structures comportant jusqu'à quatre matériaux. De plus, il permet des dépôts en mode dynamique ; l'échantillon est satellisé et passe successivement au dessus des cibles souhaitées. La vitesse de passage et la puissance (RF ou DC) appliquée à la cible permettent de contrôler l'épaisseur de dépôt à 0,1 nm près.

L'enceinte est sous une pression résiduelle de l'ordre de  $5 \times 10^{-8}$  mTorr. La pulvérisation est réalisée en présence d'Ar sous une pression de 2 mTorr. La cible de B<sub>4</sub>C est en mode RF à 150 W et la cible de Mo est en mode DC à 60 mA. Des multicouches périodiques de différentes épaisseurs de B<sub>4</sub>C visées (6.3, 12.5, 25 et 50 Å) pour une épaisseur visée de Mo fixée à 25 Å ont été fabriquées. Une deuxième série de multicouches à été réalisée en fixant l'épaisseur visée de B<sub>4</sub>C à 25 Å et en variant celle de Mo entre 6.3 et 70 Å. Les substrats utilisés sont à base de silicium polis. Le nombre de périodes est de 15. Il faut noter que l'épaisseur visée est celle théorique estimée en fonction de la vitesse de passage à partir d'une calibration en couches minces.

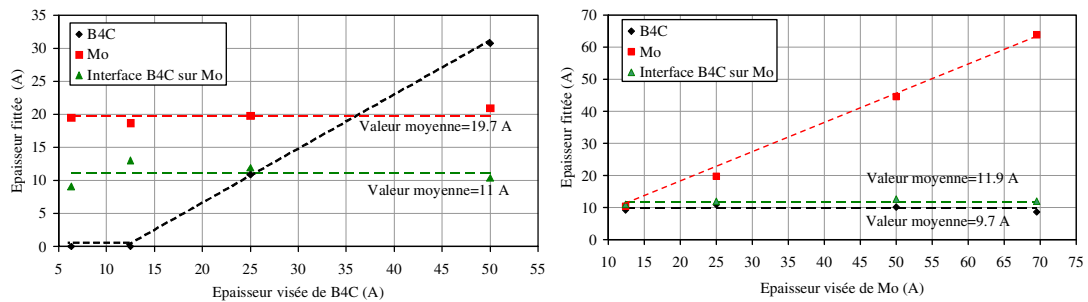


**Figure 2.** Réflectivité sous incidence rasante à 0.154 nm (gauche) et 0.83 nm (droite) : mesures (points) et ajustements avec un modèle à trois couches par période (traits continus). L'épaisseur visée de B<sub>4</sub>C est 50 Å. La figure à droite présente le modèle à trois couches : B<sub>4</sub>C/IL/Mo.

La caractérisation des miroirs multicouches est réalisée par réflectométrie en X rasants. Couplée à un ajustement numérique de la courbe expérimentale à la courbe théorique par une méthode essai-erreur [5], cette technique permet de déterminer la période, l'épaisseur et l'indice complexe de chaque couche ( $n = 1 - \delta - i\beta$ ) ainsi que les rugosités interfaciales.  $\delta$  et  $\beta$  représentent respectivement le décrément à un de l'indice de réfraction et le coefficient d'extinction du matériau. Dans cette étude nous nous sommes servis de deux goniomètres dont dispose le laboratoire, GRX1 [6] et Bruker-D8, permettant une caractérisation à 8 KeV (0.154 nm la longueur d'onde de la raie K<sub>α</sub>). La ligne métrologie du Synchrotron Soleil a été également utilisée à 1.5 KeV (0.83 nm) [7]. Les mesures sont effectuées en configuration  $\theta - 2\theta$ . Un ordinateur de contrôle permet d'acquérir les courbes de réflectivité donnant l'intensité mesurée en fonction de l'angle du détecteur ( $2\theta$ ). Un exemple de mesure de réflectivité en X-rasant à 0.154 et 0.83 nm avec les ajustements numériques correspondant est illustré dans la figure 3. Il concerne un miroir multicouche d'épaisseur visée de Mo et B<sub>4</sub>C 25 et 50 Å respectivement.

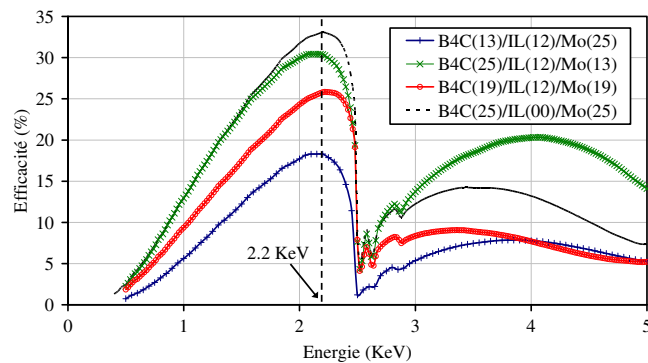
#### 4. RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Les ajustements numériques réalisés sur les deux séries des multicouches B<sub>4</sub>C/Mo ont montré qu'un modèle à 3 couches par période est le mieux adapté pour décrire ces structures. Ils montrent l'existence d'une couche à l'interface B<sub>4</sub>C sur Mo. Les systèmes B<sub>4</sub>C/Mo formés sont donc asymétriques : chaque période est constituée d'une couche de Mo, d'une couche d'interdiffusion du dépôt de B<sub>4</sub>C sur Mo notée « IL » et d'une couche B<sub>4</sub>C (voir figure 2). La valeur du décrément  $\delta$  et celle du coefficient  $\beta$  de la couche d'interface sont respectivement de l'ordre  $2 \times 10^{-5}$  et  $9 \times 10^{-7}$ . Ces deux valeurs se situent entre celles de B<sub>4</sub>C et Mo.



**Figure 3.** Gauche : Variation de l'épaisseur de B<sub>4</sub>C, IL et Mo en fonction de l'épaisseur visée de B<sub>4</sub>C, pour une épaisseur visée de Mo fixée à 25 Å. Droite : évolution de l'épaisseur de B<sub>4</sub>C, IL et Mo en fonction de l'épaisseur visée de Mo, pour une épaisseur visée de B<sub>4</sub>C fixée à 25 Å.

L'évolution des épaisseurs de B<sub>4</sub>C, IL et Mo en fonction des épaisseurs visées de B<sub>4</sub>C est illustrée par la courbe à gauche de la figure 3. Les épaisseurs sont déterminées à partir des ajustements numériques effectués sur les résultats expérimentaux obtenus sur la série des multicouches d'épaisseur de Mo fixée à 25 Å. Cette courbe montre que la période déduite des ajustements est toujours plus faible que celle visée lors de la fabrication. L'épaisseur de Mo est diminuée d'une valeur visée de 25 Å à une valeur de 20 Å environ. De plus, l'épaisseur de la couche Mo est réduite d'une valeur de 15 Å. L'épaisseur de la couche d'interface est de 11 à 12 Å. Ainsi, chaque couche de B<sub>4</sub>C qui a une épaisseur visée inférieure à 15 Å (6.3 et 12.5 Å) est complètement "consommée" pour créer la couche interfaciale IL. Le système peut donc être modélisé par un modèle à deux couches IL/Mo. Ce résultat est confirmé par la série de multicouches d'épaisseur visée de B<sub>4</sub>C fixée à 25 Å et celles de Mo variant de 6.5 à 70 Å. Le récapitulatif est illustré par la courbe de droite de la figure 3. Cette courbe montre une couche d'interface IL d'épaisseur 11-12 Å, une diminution de l'épaisseur de Mo et de B<sub>4</sub>C de 5 Å et 15 Å respectivement.



**Figure 4.** Un exemple de simulation pour le réseau MCA en tenant compte de la couche d'interface IL. Les caractéristiques de ce réseau sont les mêmes de la figure 1. B<sub>4</sub>C (13)/IL(12)/Mo (25) veut dire 13 de B<sub>4</sub>C 12 de IL et 25 de Mo.

Des simulations ont été effectuées sur le réseau MCA B<sub>4</sub>C/Mo, pour différentes répartitions de la couche IL dans le système à trois couches. Les résultats, présentés sur la figure 4, ont montré que la meilleure configuration pour avoir une réflectivité proche du modèle parfait est celle B<sub>4</sub>C (25)/IL(12)/Mo (13). Cette dernière présente une réflectivité de l'ordre de 30% pour l'ordre 1 et une valeur comprise entre 10<sup>-1</sup> et 10<sup>-2</sup>% pour les autres ordres. Cette efficacité proche celle du modèle

parfait peut être interprétée par le fait que l'indice du matériau de la couche IL est plus proche de l'indice de Mo que de celui de B<sub>4</sub>C.

## 5. CONCLUSION

L'existence d'une couche IL à l'interface B<sub>4</sub>C sur Mo de 1 nm d'épaisseur est démontrée. Cette couche IL casse la symétrie parfaite nécessaire pour l'accord de phase. Cependant, l'indice du matériau de la couche d'interface est proche de celui de Mo ce qui garde le contraste d'indice entre Mo, IL d'une part et B<sub>4</sub>C d'autre part. On peut donc parler d'un modèle quasi-symétrique. Une efficacité théorique de l'ordre de 30% a été démontrée pour la configuration B<sub>4</sub>C (25)/IL(12)/Mo (13).

## Références

- [1] Bianco A., Sostero G., Nelles B., Heidemann K.F. and Cocco D., Proc. SPIE, **5918** (2005) 253-262.
- [2] Polack F., Idir M., Jourdain E. and Liard-Cloup A., Brevet, **WO 2005/064364 A1** (2005).
- [3] Mirone A., Delcamp E., Idir M., Cauchon G., Polack F., Dhez P. and Bizeuil C., Appl. Opt. **37** (1998) 5816-5822.
- [4] Gautier J., Delmotte F., Roulliy M., Bridou F., Ravet M.-F. and Jérôme A., Appl. Opt. **44** (2005) 384-390.
- [5] Bridou F. and Pardo B., J. Opt. **21** (1990) 183-191.
- [6] Névoit L., Pardo B. and Corno J., Rev. Phys. Appl. **23** (1988) 1675-1686.
- [7] Idir M., Brochet S., Delmotte A., Lagarde B., Mercere P., Moreno T., Polack F. and Thomasset M., J. Phys. IV France **138** (2006) 265-274.