

УДК 536.212.2

## ИЗМЕРЕНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ФИЛЬТРОВ ЭКСТРЕМАЛЬНОГО УЛЬТРАФИОЛЕТОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

© 2023 г. А. Я. Лопатин<sup>а</sup>, \*, В. И. Лучин<sup>а</sup>, Н. Н. Салашенко<sup>а</sup>,  
Н. Н. Цыбин<sup>а</sup>, Н. И. Чхало<sup>а</sup>

<sup>а</sup>Институт физики микроструктур РАН,  
Нижний Новгород, 603087 Россия

\*e-mail: lopatin@ipt.sci-nnov.ru

Поступила в редакцию 22.12.2022 г.

После доработки 19.02.2023 г.

Принята к публикации 19.02.2023 г.

Знание излучательной способности и теплопроводности тонких металлических пленок, используемых совместно с многослойными зеркалами для спектральной селекции излучения в экстремальном ультрафиолетовом и “мягком” рентгеновском диапазонах длин волн, необходимо, чтобы правильно рассчитать нагрев пленочных элементов в условиях высоких тепловых нагрузок. Нагрев связан с поглощением в пленке значительной доли падающего излучения, а понятие высокой тепловой нагрузки в некоторой степени условно, поскольку даже при уровне поглощенной интенсивности порядка 1 Вт/см<sup>2</sup> помещенная в вакуум свободновисящая пленка может нагреваться на несколько сотен градусов. В первом приближении для оценки коэффициента теплопроводности можно было бы использовать табличные значения для массивных образцов соответствующих металлов или же воспользоваться известным соотношением Видемана–Франца, связывающим теплопроводность с удельным электросопротивлением образца: последнее проще измерить. Однако анализ литературных данных указывает на значительные погрешности, возможные при использовании любого из данных подходов. Поэтому в настоящей работе нами были выполнены непосредственные измерения теплопроводности на основе обработки полученного методом инфракрасной пирометрии распределения температур по пленочному образцу, смонтированному на подогреваемой рамке, либо же разогреваемому протекающим электрическим током. Теплофизические характеристики (теплопроводность и излучательная способность) были определены для образцов пленочных абсорбционных фильтров на основе Mo, Al и Be толщиной 0.1–0.6 мкм, а также для пленок из меди – металла, массивные образцы которого обладают высокими показателями тепло- и электропроводности. Как и следовало ожидать, обнаружены значительные отличия тепло- и электрофизических свойств материала пленок от свойств тех же металлов в монолитных образцах.

**Ключевые слова:** коэффициент теплопроводности, излучательная способность, магнетронное напыление, тонкопленочный металлический фильтр, экстремальное ультрафиолетовое излучение, соотношение Видемана–Франца, пирометрия, токовый нагрев, тепловые нагрузки, температурный коэффициент сопротивления.

**DOI:** 10.31857/S1028096023120129, **EDN:** AZNCKU

### ВВЕДЕНИЕ

Металлическим пленкам толщиной менее 1 мкм находят широкое применение в качестве абсорбционных фильтров, эффективно подавляющих видимое и ультрафиолетовое излучение горячей плазмы при незначительном ослаблении излучения в экстремальном ультрафиолетовом (ЭУФ) и “мягком” рентгеновском диапазонах излучения. Основные задачи, решаемые с использованием таких фильтров, – это измерение спектрально-яркостных характеристик лабораторных источников ЭУФ диапазона, формирование спектрально-

го состава экспонирующего излучения в установках проекционной рентгеновской литографии и защита элементов оптической схемы от загрязнений продуктами эрозии мишени, вещество которой создает излучающую плазму, а также от загрязнений газообразными продуктами фотодеструкции экспонируемых резистов [1, 2]. Тонкопленочные элементы, работающие в мощных литографических установках, поглощают значительные потоки излучения и разогреваются до высоких температур. Для оценки температур нагрева необходимо знать излучательную способность материала плен-

ки, поскольку в вакууме излучательный сброс тепла является единственным механизмом, ограничивающим температуру элемента (теплопроводность материала не вносит существенного вклада в охлаждение тонких пленок большой апертуры (габаритных размеров) в условиях высоких тепловых нагрузок). Существует также класс задач, требующих использования пленочных элементов, где для расчета рабочего теплового режима последних необходимо знать и теплопроводность материала. В первую очередь, это относится к задачам наблюдения и диагностики солнечной короны в ЭУФ-диапазоне. Фильтры, устанавливаемые в приборы солнечной астрономии, выполнены на обеспечивающей механическую прочность армирующей сетке, а кроме того имеют более значительную толщину и часто изготовлены из алюминия – материала с высокой теплопроводностью. В этом случае теплоперенос по пленке может вносить определяющий вклад в тепловой баланс, и знание коэффициента теплопроводности необходимо для расчета температуры фильтра. Данное утверждение также относится и к любым другим возможным применениям тонкопленочных элементов, если их апертура невелика или использована теплопроводящая поддерживающая сетка. Наиболее перспективные из таких применений будут кратко рассмотрены далее.

Использование металлических пленок толщиной менее 1 мкм открывает новые возможности создания компактных электронных пушек и рентгеновских трубок с работающим на пропускание пленочным анодом. При изучении прохождения через пленки пучков электронов было обнаружено [3], что слои металлов с малым атомным номером толщиной менее 1 мкм достаточно прозрачны даже для пучков частиц с энергией, не слишком большой по меркам вакуумной электроники. Так, бериллиевая пленка толщиной 100 нм пропускает около половины электронов с энергией 2 кэВ. Установка за ней острейшего электронного эмиттера позволяет получить источник электронов с невысокой монохроматичностью, но с такими преимуществами как мгновенный выход на рабочий режим, компактность конструкции и малый размер собственно источника, возможность наращивания интенсивности пучка в линейке последовательно размещенных пленочных электродов из материала с высокой эффективностью вторичной электронной эмиссии. Рентгеновские трубки с автоэмиссионным катодом и тонкопленочным анодом, работающим на про-свет, могут быть востребованы, например, в измерительных рентгеновских стендах с решеточными монохроматорами скользящего падения. Такие источники характеризуются малыми размерами излучающей области, сравнимыми с ме-

жэлектродным зазором, а при необходимости использовать источник еще меньших размеров ограничивающую апертуру можно сформировать литографическими методами непосредственно на пленочном аноде, т.е. отпадает потребность во входной щели в виде отдельного элемента.

Перспективы применения тонких металлических пленок в литографии в качестве масок мы связываем со следующими обстоятельствами. Высказаны небезосновательные опасения [4], что изготовление полноформатной отражательной маски для проекционной ЭУФ-литографии может оказаться весьма трудоемкой и дорогостоящей процедурой из-за неизбежно присутствующих, пусть даже и в незначительных количествах, микроскопических дефектов многослойных отражающих покрытий. Их выявление до этапа проекционного переноса изображения маски на подложку с резистом затруднительно, поскольку такие дефекты могут быть не контрастны для относительно простых методов микроскопии. Для пропускающих же масок, представляющих собой массив микроотверстий в металлической пленке, выявление дефектов должно быть более простым и в значительной мере выполнимым методами микроскопии в видимом диапазоне длин волн.

В настоящее время разработка литографических масок пропускающего типа ведется на основе технологии глубокого травления кремния. По нашему мнению, в качестве альтернативы можно рассматривать маски на основе тонких металлических пленок, поскольку изготовление отверстий размером менее 1 мкм в пленках толщиной порядка 100 нм не встречает серьезных технологических трудностей (отверстия могут быть изготовлены на значительной площади, например, методом ионного травления через резистивную маску). При таком подходе основная сложность заключается в обеспечении регулярности расположения и стабильности положения микроотверстий, но эти задачи, вероятно, могут быть решены использованием материала с регулярной поддерживающей пленку структурой.

В связи с упомянутым выше интересом к схемам проекционной ЭУФ-литографии с масками в виде массивов микроотверстий нельзя оставить без внимания еще одну сферу применения тонкопленочных элементов. Для реализации всех возможностей безмасочного подхода нужно снабдить каждое отверстие индивидуальной механической заслонкой. Однако наличие заслонок мешает создавать отверстия, близко расположенные друг к другу, и не позволяет создать матрицу отверстий с более чем двумя строками. Это резко снижает коэффициент использования падающего излучения. Например, при упаковке отверстий

размером 1 мкм в двумерный массив с шагом 100 мкм отношение мощности прошедшего излучения к мощности падающего составит  $10^{-4}$ , что пропорционально отразится на производительности процесса литографии. Давно предложенный [5], но все еще не реализованный в ЭУФ-диапазоне вариант преодоления этой проблемы состоит в фокусировке излучения на отверстия с помощью помещенного перед ними массива зонных пластинок, который, в частности, также может быть изготовлен по тонкопленочной технологии.

Наконец, маски на просвет, сформированные на тонких мембранах, традиционно широко применяют в проекционной и теневой литографии с экспонированием электронным пучком, показывая приемлемые для ряда задач уровни пространственного разрешения и производительности. Например, в [6], подложку диаметром 100 мм экспонировали в течение 15 мин в пучке электронов с энергией 5 кэВ при плотности тока, соответствующей дозе 14 мкКл/см<sup>2</sup>. В результате на всей поверхности пластины был сформирован рисунок с характерным масштабом 300 нм. В проекционной схеме электронного литографа, разработанной в Институте прикладной оптики им. Фраунгофера, рисунок с характерным масштабом 100 нм на подложке диаметром 300 мм может быть сформирован за 1.5 дня, но это время в 50 раз меньше, чем необходимое для получения того же изображения в сканирующем режиме с изменяемым размером фокального пятна [7].

Отличительной особенностью тонких металлических пленок, получаемых по технологии магнетронного напыления, является малый размер кристаллических зерен, что проявляется, в частности, в малом температурном коэффициенте сопротивления (ТКС) материала по сравнению с массивными металлическими образцами. Для хорошо проводящих металлов с поликристаллической структурой рост сопротивления при нагреве на 100°C составляет около 40%. У пленок ТКС кратно ниже, в чем легко убедиться, располагая металлопленочным резистором и омметром. Причина состоит в том, что в пленке основное рассеяние электронов происходит на границах кристаллических зерен — средняя длина пробега электронов меньше, чем в массивном металле, и практически не зависит от температуры. В крупных кристаллитах длина пробега электронов определяется электрон-фононным взаимодействием. Удельное сопротивление таких образцов меньше, но сильно растет при нагреве из-за увеличения тепловых колебаний решетки.

Коэффициент теплопроводности массивных металлических образцов, напротив, слабо изме-

няется при температурах выше комнатной [8], так что достаточно хорошо выполняется известное соотношение Видемана—Франца:

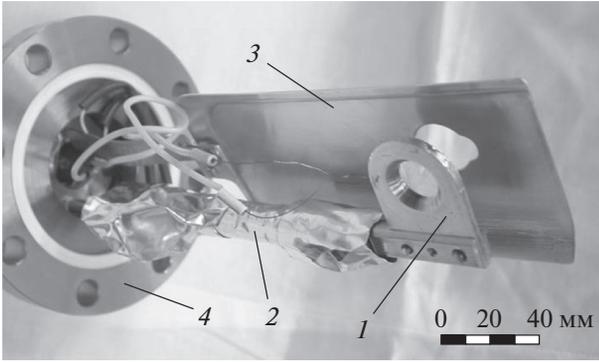
$$\kappa\rho = LT, \quad (1)$$

где  $\kappa$  — теплопроводность;  $\rho$  — удельное сопротивление;  $L$  — число Лоренца;  $T$  — температура (в Кельвинах). К мелкодисперсным металлическим пленкам, по данным работы [9], соотношение Видемана—Франца также применимо с удовлетворительной точностью. Однако этот вывод противоречит результатам ряда других работ схожей тематики. Так, при исследовании металлических нанопроволок из серебра [10] экспериментально измеренный коэффициент  $L$  из формулы (1) оказался вдвое больше ожидаемого.

Учитывая вышесказанное, мы провели измерение коэффициента теплопроводности некоторых наиболее используемых тонкопленочных систем на основе анализа пирометрических данных о распределении температуры по образцам, размещенным на подогреваемой рамке. Также была определена излучательная способность пленок.

## МЕТОДИКА

В большинстве статей в научных периодических изданиях, посвященных определению теплопроводности тонких пленок, речь идет об измерении характеристик пленок на подложке. Образцы металлических пленок, как правило, напыляют в виде узкой полоски между двумя островками значительной площади, играющими роль термостатов. В работе [9] в непосредственной близости от островков напыляли также токопроводящие дорожки, используемые в качестве электронагревателя и термодатчика; во многих других работах [11, 12] эти функции выполняет сама полоска исследуемого материала — она разогревается протекающим током, а ее электрическое сопротивление характеризует температуру. Нагревающий образец ток может быть как постоянным, так и переменным. Измерения с использованием переменного тока считаются наиболее точными и составляют основу так называемого  $3\omega$ -метода, в котором теплофизические характеристики образца извлекают из зависимости амплитуды напряжения на источнике нагрева на частоте  $3\omega$  от частоты протекающего тока  $\omega$ . Изначально разработанный для нахождения коэффициента теплопроводности не проводящей ток подложки, на которую напылен нагреватель, в дальнейшем  $3\omega$ -метод также успешно применялся для определения тепловых свойств неметаллических [13] или металлических [14] тонких пленок. Общей для упомянутых выше методик является сложность подготовки образца — требуется формировать элементы малого размера, исполь-



**Рис. 1.** Внешний вид узла подогрева с установленным пленочным образцом: 1 – медная рамка с закрепленной пленкой и с термопарным датчиком; 2 – трубчатый электронагреватель; 3 – тепловой экран; 4 – вакуумный фланец.

зую приемы литографии. Оригинальный подход предложен в работе [15], где использован метод нагрева пленки на подложке пучком фемтосекундного лазера с последующим зондированием поверхности лазерным импульсом (“pump-and-probe” метод). Динамика релаксации температуры пленки после нагрева лазерным излучением восстанавливалась из зависимости коэффициента отражения зондирующего импульса от времени задержки. Возможность использования подобной методики определяется наличием лазера и оптических элементов для деления и задержки пучка. Наименее затратным способом исследования теплопроводности пленок является, по нашему мнению, инфракрасная (ИК) пирометрия. В [16] ее применили для нахождения коэффициентов теплопроводности ряда полимерных пленок толщиной от долей до нескольких мкм. Пирометрический контроль температуры использован ранее в работах [17–19] по изучению термостойкости тонкопленочных металлических фильтров, а в рамках настоящей работы с применением метода пирометрии были определены коэффициенты теплопроводности и излучательная способность образцов свободновисящих металлических пленок различного состава.

Методика основана на измерении распределения температуры вдоль диаметра круглого пленочного образца, подогреваемого с помощью рамки, на которой он помещен. Подогрев осуществляли нагревательным элементом электропаяльника, к жалу которого с хорошим тепловым контактом прикреплена массивная медная оправа образца. Образец размещали в вакуумной камере, чтобы исключить конвективное охлаждение воздушными потоками, а бесконтактное измерение температуры пленки осуществляли через окно ИК пирометром Metis MB35. Спектральная

полоса чувствительности пирометра – 2–5 мкм, пространственное разрешение – около 1.6 мм. Одновременно с пирометрическим определением температуры пленки проводили контроль температуры оправы с помощью установленной на ней термопары. Устройство подогрева образца было установлено на фланце вакуумной камеры (рис. 1); со стороны, обращаемой к пирометру, дополнительно установлен металлический тепловой экран, который должен минимизировать возможность случайного попадания в приемную апертуру прибора ИК-излучения от протяженных горячих деталей нагревателя. Коэффициент теплопроводности материала пленки определяли путем сопоставления экспериментального температурного распределения с расчетным, получаемым в результате численного решения стационарного уравнения теплопроводности:

$$\kappa h \left( \frac{d^2 T}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{dT}{dr} \right) = 2\epsilon \sigma T^4 - 2\epsilon \sigma T_s^4, \quad (2)$$

где  $\kappa$  – коэффициент теплопроводности,  $h$  – толщина пленки,  $\epsilon$  – ее излучательная способность,  $T$  – температура в градусах Кельвина,  $T_s$  – равновесная температура пленки в отсутствие подогрева. Коэффициент  $\kappa$  подбирался таким образом, чтобы обеспечить наилучшее соответствие между экспериментальными и расчетными данными.

Еще один вариант развитой методики определения теплопроводности тонких пленок состоит в измерении температурного поля образца на квадратной рамке, нагреваемого за счет протекающего по пленке электрического тока. В этом случае образец изготавливался на кварцевом держателе с квадратным отверстием размером  $8 \times 8$  мм. На боковых сторонах держателя выполнены контактные площадки (напылены проводящие области значительной толщины 2–3 мкм), а по верхней и нижней сторонам пленка процарапана таким образом, чтобы исключить пути тока выше и ниже отверстия (рис. 2). Такая конструкция обеспечивает равномерность выделения мощности по поверхности свободновисящей части пленки при пропускании электрического тока. Измерения четырехконтактным методом позволяют прецизионно определять сопротивление образца и его изменение при нагреве – это использовано в настоящей работе при оценке ТКС пленок. Для определения коэффициента теплопроводности материала по данной методике проведено сравнение полученного пирометрическим методом распределения температуры вдоль образца и результата численного решения нестационарного двумерного уравнения теплопроводности с однородно распределенными источниками тепла.

Нахождение коэффициента теплопроводности пленок требует предварительного измерения их

излучательной способности. Последнюю определяли следующим образом. На полированную поверхность теплораспределительной пластины электронагревателя напыляли интересующую нас пленочную систему, а затем в процессе нагрева снимали (калибровочную) зависимость температуры поверхности, измеряемой пирометром, от температуры пластины, измеряемой встроенной термопарой. В используемой модели пирометра предусмотрена возможность пользовательского задания излучательной способности  $\epsilon$  исследуемого объекта в качестве параметра в интервале от 5 до 100%. За излучательную способность пленки принимали то значение задаваемого параметра, при котором в области достаточно высоких температур (при которых тепловой поток от нагретой пленки значительно преобладал над потоком от объектов, имеющих комнатную температуру) имело место наилучшее совпадение показаний пирометра с температурой, регистрируемой термопарным способом. Указанный подход неоднократно использован нами и ранее, однако в настоящей работе его не удалось непосредственно применить для пленок из меди, излучательная способность которых оказалась значительно меньше 5%. В этом случае калибровочную зависимость снимали при некотором произвольном, не слишком высоком, значении параметра  $\epsilon$ , после чего значение излучательной способности, которое должно обеспечить совпадение пирометрических и термопарных данных, получалось расчетом. Предполагали, что при фиксированном принимаемом пирометром тепловом потоке  $F$ , определяемом выражением

$$F = \epsilon \int S(\lambda) \rho(\lambda, T) d\lambda, \quad (3)$$

где  $S(\lambda)$  – спектральная чувствительность прибора,  $\rho(\lambda, T)$  – планковское распределение спектральной плотности излучения абсолютно черного тела, любому задаваемому параметру  $\epsilon$  отвечает такое значение выдаваемой пирометром температуры  $T$ , которое сохраняет величину  $F$  неизменной. Справедливость данного предположения была проверена опытным путем: по парам значений  $\epsilon$  и  $T$ , полученным при измерении характеристик одного и того же нагретого объекта, рассчитывали величину  $F$ , и расчет с хорошей точностью давал совпадающие значения (табл. 1); спектральную чувствительность  $S(\lambda)$  считали постоянной в рабочей полосе пирометра.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Первые эксперименты были выполнены по упрощенной методике – без использования теплового экрана. В качестве держателя пленок использовали медную рамку толщиной 3 мм с диа-

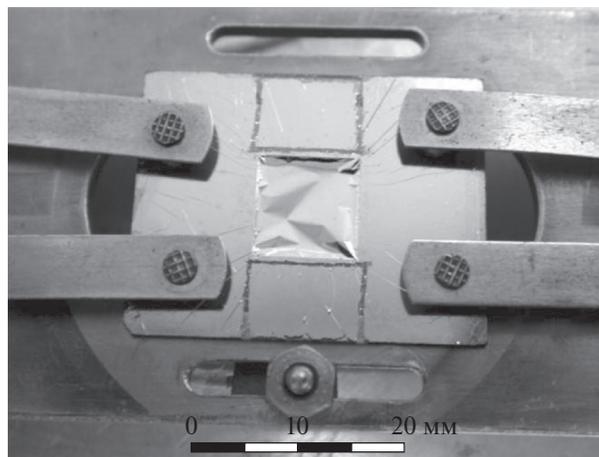


Рис. 2. Тонкая пленка на кварцевом держателе, подготовленная для эксперимента по токовому нагреву.

метром отверстия 9 мм. Использование рамки со значительным отношением толщины к диаметру должно систематически завышать результаты измерения коэффициентов теплопроводности, поскольку возникает дополнительный, не учитываемый в модели, источник нагрева центра пленки – нагрев тепловым излучением рамки. Эта поправка тем больше, чем больше телесный угол, перекрываемый рамкой при обзоре из центра пленочного образца. Отсутствие же экрана на практике приводит к невозможности построить гладкое распределение температуры по образцу из-за случайного попадания в апертуру пирометра тепловых потоков, связанных не с самим образцом, а с незранированными поверхностями более горячего, чем образец, нагревателя. Поэтому в первых экспериментах температурное распределение как таковое не было получено, а снимали и сравнивали с расчетной разность температур между центром пленки и рамкой (табл. 2). Измерения проводили, в частности, для многослойных тонких пленок  $\text{Mo/ZrSi}_2$  и  $\text{Al/Si}$ . Выбор исследуемых систем был обусловлен тем, что они

Таблица 1. Зависимость пирометрической температуры  $T$  от задаваемого пользователем значения параметра  $\epsilon$  при измерениях одного и того же нагретого объекта; соответствующее расчетное значение  $F$  принимаемого потока

$\epsilon$ , %	$T$ , °C	$F$ , отн. ед.
10	222	2.85
20	181	2.89
30	161	2.95
40	136	3.00
50	121	3.05

**Таблица 2.** Данные пирометрических измерений перепада температур между центром и краем пленочных образцов  $\Delta T$ ; величины коэффициентов излучательной способности  $\epsilon$  и теплопроводности  $\kappa$  к некоторым пленочным системам

Система	Толщина, нм	$T_{\text{края}}, ^\circ\text{C}$	$\Delta T, ^\circ\text{C}$	$\epsilon, \%$	$\kappa, \text{Вт} \cdot \text{см}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$
Mo/ZrSi <sub>2</sub>	150	270	140	20	1.5
Al/Si	270	150	47	19	1.2
Al	150	250	27	5	3.9
Al	60	250	55	5	3.9

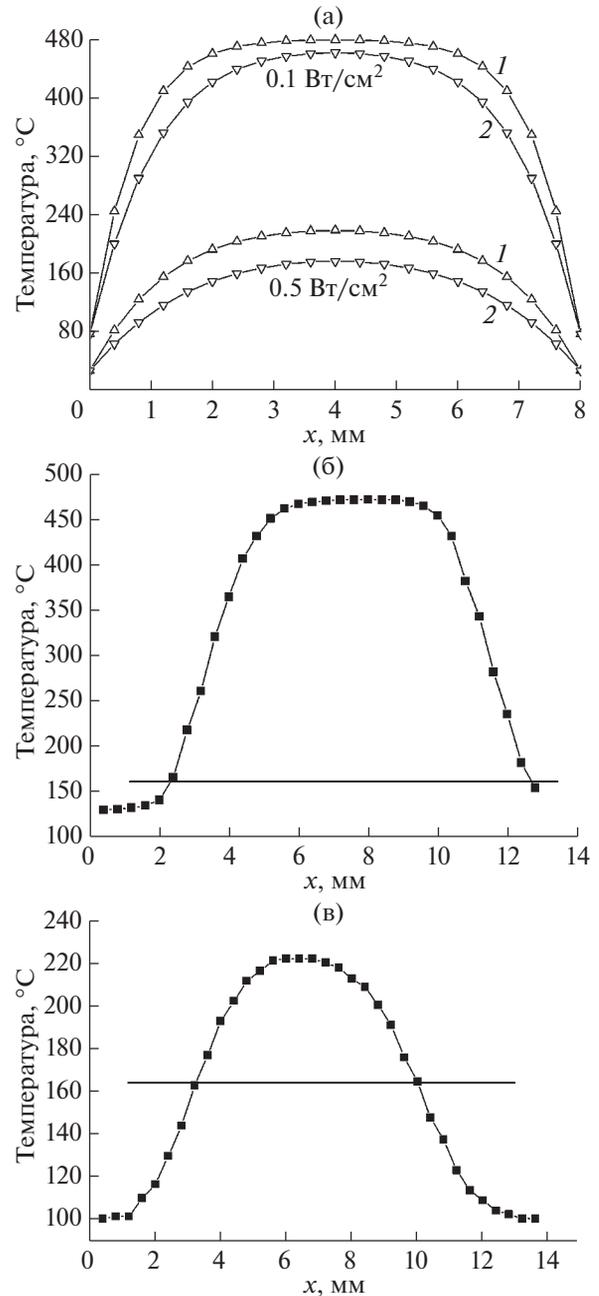
показали себя как наиболее перспективные спектральные фильтры для, соответственно, литографических установок диапазона 13 нм [17] и солнечных телескопов, работающих на длине волны HeI ( $\lambda = 30.4$  нм) [20]. Также были изучены пленки различной толщины из чистого алюминия, применимые в тех же задачах солнечной астрономии, что и многослойные Al/Si пленки, но способные работать при более высоких падающих потоках солнечного излучения и имеющие более высокие коэффициенты пропускания в полосе прозрачности. Основным выводом из результатов, приведенных в табл. 2, состоит в том, что коэффициенты теплопроводности свободновисящих металлических пленок, изготавливаемых по технологии магнетронного напыления, достаточно высокие (по сравнению с массивными поликристаллическими материалами). Так, для многослойной пленки Mo/ZrSi<sub>2</sub>, около 63% общей толщины которой составляет Mo, коэффициент  $\kappa$  оказывается даже несколько больше, чем у чистого массивного молибдена. У алюминиевых же пленок ситуация еще более удивительная: их теплопроводность оказывается более чем в 1.5 раза выше, чем у массивных образцов алюминия. Отчасти это может быть связано с упомянутыми выше ошибками, присущими упрощенной методике, поэтому измерения тепловых характеристик пленок из Al в дальнейшем были выполнены более тщательно. Логичным представляется существенное уменьшение коэффициента теплопроводности многослойных пленок Al/Si по сравнению с монопленками из Al: в многослойных структурах, период которых составлял около 5 нм, должны быть заметны как вклад рассеяния на границах раздела слоев, так и последствия возможного достаточно глубокого перемешивания слоев с образованием материала с более низкой теплопроводностью.

Следующим объектом для изучения теплофизических характеристик стали тонкие пленки из бериллия, имеющие, по нашему мнению, обширные перспективы использования в новых конструкциях электронных пушек и источников ЭУФ-излучения [3], а также в установках ЭУФ-лито-

графии с рабочей длиной волны 11 нм [19]. Первые данные о коэффициенте теплопроводности пленок из Be были получены ранее [3]. Коэффициент  $\kappa = 1.0 \text{ Вт} \cdot \text{см}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$  был найден из температурного распределения, полученного для пленки Be толщиной 400 нм и диаметром 12 мм, при температуре рамки 190°C. Это значение коэффициента теплопроводности в 1.5–2 раза меньше справочных значений для массивных образцов этого металла. Излучательная способность пленок составила 13%. В настоящей работе представлены некоторые дополнительные сведения, полученные в экспериментах со свободновисящими бериллиевыми пленками толщиной 100 нм, нагреваемыми протекающим электрическим током. ТКС таких образцов на основании экспериментальных данных можно оценить значением  $5 \times 10^{-4}$ , что почти на порядок меньше характерного значения для массивных металлических образцов. Удельное сопротивление при комнатной температуре оказалось равным  $4 \times 10^{-7} \text{ Ом} \cdot \text{м}$ , превосходя табличные значения для бериллия также примерно на порядок. Расчетные распределения температуры по пленке при токовом нагреве с плотностями выделяемой мощности 0.5 и 0.1 Вт/см<sup>2</sup> приведены на рис. 3а для значений параметра  $\kappa = 1.0$  и 2.0 Вт · см<sup>-1</sup> · К<sup>-1</sup>. На рис. 3б и 3в приведены соответствующие распределения, снятые с помощью пирометра. Горизонтальными линиями на рис. 3б, 3в отделены зоны температур ниже 160°C, в которых не уточненные по калибровочным зависимостям пирометрические данные уже не отражают реальную температуру бериллиевой пленки. Из сравнения экспериментальных и расчетных графиков можно заключить, что коэффициент теплопроводности для пленок толщиной 100 нм также близок к значению 1.0 Вт · см<sup>-1</sup> · К<sup>-1</sup>, найденному ранее для пленок большей толщины.

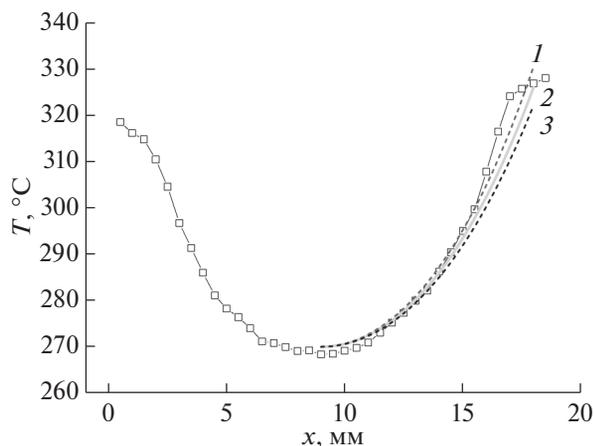
Наибольшие сложности возникают с определением теплофизических характеристик металлических пленок, обладающих малой излучательной способностью, — алюминиевых и медных. Уверенная пирометрическая регистрация ИК-излучения от таких пленок возможна только при достаточно сильном их нагреве, в противном слу-

чае проблематично разделить их тепловое излучение с отраженным от образцов излучением окружающих предметов, имеющих комнатную температуру, но существенно более высокую излучательную способность. Эксперименты по исследованию теплофизических характеристик пленок из этих двух металлов выполняли на рамках диаметром 18 мм с использованием теплового экрана (компоновка узла подогрева образца полностью соответствовала приведенной на рис. 1). На рис. 4 представлено экспериментальное распределение температуры алюминиевой пленки толщиной 600 нм вдоль ее диаметра, а также несколько аппроксимирующих расчетных кривых, соответствующих различным значениям коэффициента теплопроводности в диапазоне от 2.8 до 3.2 Вт · см<sup>-1</sup> · К<sup>-1</sup>. Наилучшее соответствие опытных и расчетных данных достигается при коэффициенте  $\kappa = 3.0$  Вт · см<sup>-1</sup> · К<sup>-1</sup>, что хотя и существенно меньше значения, полученного нами из менее надежных данных предварительных экспериментов, тем не менее, все еще больше табличного значения равного 2.4 Вт · см<sup>-1</sup> · К<sup>-1</sup>, обычно приводимого для монокристаллических образцов алюминия. В литературных источниках типичной является ситуация, когда напыленный металл уступает по теплопроводности массивным образцам, приближаясь к ним по мере увеличения толщины пленки. Так, в достаточно ранних работах [21, 22] теплопроводность свободновисящих алюминиевых пленок соответствовала значениям для монокристаллических образцов при толщине 110 нм, а при уменьшении толщины до 50 нм уменьшалась примерно в 1.5 раза. Кроме того, определенные в этих работах значения излучательной способности Al находились в диапазоне 2–3%, т.е. были существенно ниже полученного в настоящей работе значения равного 5%. В работе [23] приведены данные болометрических измерений, позволившие определить излучательную способность алюминиевых образцов в диапазоне от 20 до 325 К, а также сделан вывод, что излучательная способность алюминия при комнатной температуре близка к 2% и имеет тенденцию к росту с увеличением температуры приблизительно на 0.5% на каждые 100 К. Поэтому представляет интерес также выяснение, в какой мере уменьшение параметра  $\epsilon$  может повлиять на значение параметра  $\kappa$ , обеспечивающего наилучшее совпадение расчетной и экспериментальной зависимостей. Результат расчета приведен в табл. 3. Какое именно значение  $\kappa$  принимать для тех или иных тепловых расчетов зависит от характерных температур пленки. С ростом температуры максимум ИК-излучения пленки смещается в область с меньшей длиной волны, и тогда необходимо брать более высокие значения  $\epsilon$  и  $\kappa$  из табл. 3. При температурах,



**Рис. 3.** Расчетные распределения температуры вдоль пленки толщиной 100 нм при токовом нагреве с интенсивностями 0.5 (снизу) и 0.1 Вт/см<sup>2</sup> (сверху), построенные для значения  $\epsilon = 13\%$  и для двух различных значений коэффициента  $\kappa = 1.0$  (1) и 2.0 Вт · см<sup>-1</sup> · К<sup>-1</sup> (2) (а). Экспериментальные распределения, по данным пирометрии, температуры бериллиевой пленки толщиной 100 нм при нагреве с интенсивностью 0.5 (б) и 0.1 Вт/см<sup>2</sup> (в).

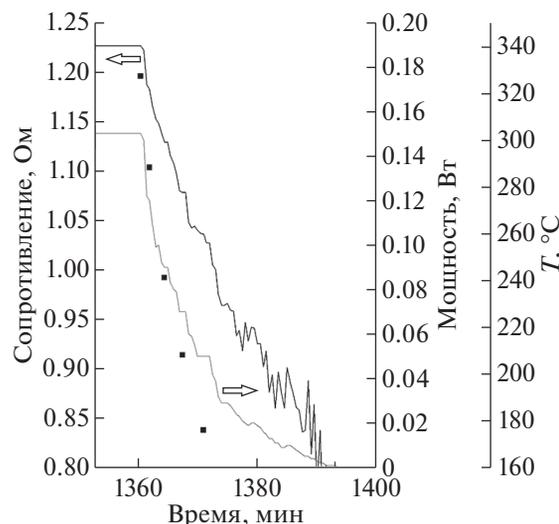
незначительно превышающих комнатную, можно принимать значение  $\epsilon$  в диапазоне 3–4%. В целом же описанная методика не может претендовать на определение и учет температурных зависимостей теплофизических параметров и должна



**Рис. 4.** Экспериментальное распределение температуры по Al пленке толщиной 600 нм и диаметром 18 мм, подогреваемой со стороны рамки (точки); серия расчетных зависимостей (сплошные линии), аппроксимирующих экспериментальные данные, при значениях коэффициента теплопроводности 2.8 (1), 3.0 (2) и 3.2 Вт · см<sup>-1</sup> · К<sup>-1</sup> (3),  $\epsilon = 5\%$ .

быть рассмотрена как источник некоторых средних значений для не слишком широких температурных интервалов. Также на основании полученных данных мы не можем дать четкого объяснения того факта, что коэффициент теплопроводности получаемых магнетронным напылением алюминиевых пленок в любом случае довольно высок и сравним с таковым для массивных образцов. В научной литературе при регистрации аномально высокой, против ожидаемой, теплопроводности в качестве возможной причины указывается, в частности, “передача энергии электронов через границы кристаллических зерен посредством фононов” [10].

При изучении свойств пленок из алюминия и меди отдельно было уделено внимание их электрической проводимости. Для свободновисящей алюминиевой пленки толщиной 72 нм оценки удельного электрического сопротивления и ТКС были сделаны из зависимостей сопротивления и характерных температур пленки от выделяемой в ней мощности электрического тока (рис. 5). Удельное электрическое сопротивление оценивается величиной  $\rho = 6 \times 10^{-8}$  Ом · м, а ТКС составляет  $(0.8-1.0) \times 10^{-3}$ . Также с целью уточнения данных о сопротивлении проводили напыление пленок различной толщины (как алюминиевых, так и медных) на стеклянные полоски и затем измеряли удельное электросопротивление образцов. Данные приведены в табл. 4 и дополнены табличными значениями для массивных образцов этих металлов. Электропроводность образцов пленок из Al уступает электропроводности образ-



**Рис. 5.** Временные зависимости температуры в центре нагреваемой током пленки из Al толщиной 72 нм (точки) и сопротивления образца при уменьшении мощности нагрева (сплошные линии). Зависимости использованы для оценки удельного сопротивления и ТКС пленки.

цов монолитного металла более чем втрое, а пленок из Cu – более чем в два раза.

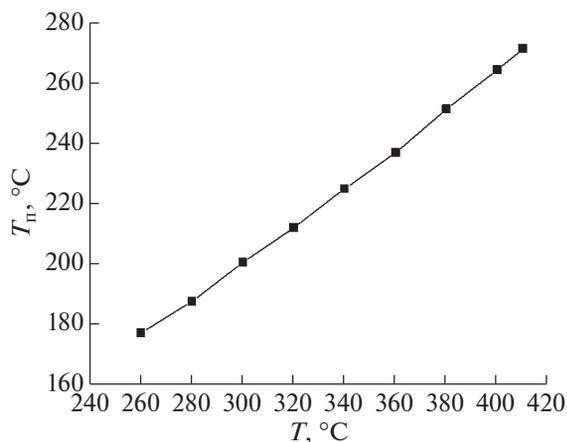
Излучательная способность меди определена из калибровочной кривой, снятой при устанавливаемом для пирометра значении параметра  $\epsilon = 10\%$  (рис. 6). Из-за малого реального значения излучательной способности в регистрируемом пирометром потоке содержится заметная добавка, не связанная с тепловым излучением медной пленки.

**Таблица 3.** Значение коэффициента теплопроводности пленок из Al к в зависимости от принимаемого для расчетов коэффициента излучательной способности  $\epsilon$

$\epsilon, \%$	5	4	3	2
$\kappa, \text{Вт} \cdot \text{см}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$	3.0	2.5	1.8	1.2

**Таблица 4.** Сводные значения удельного электрического сопротивления пленок из Al и Cu различных толщин, напыленных на подложки из стекла; дополнительно приведены справочные значения для монолитных образцов ( $\infty$ )

Al		Cu	
$d, \text{нм}$	$\rho, \times 10^{-8} \text{ Ом} \cdot \text{м}$	$d, \text{нм}$	$\rho, \times 10^{-8} \text{ Ом} \cdot \text{м}$
65	9.4	150	3.7
135	9.3	300	3.9
270	8.8	600	3.5
$\infty$	2.8	$\infty$	1.7



**Рис. 6.** Калибровочная зависимость показаний пирометра  $T_{п}$  от измеряемой термодатчиком температуры  $T$  поверхности напыленной медной пленки при установке значения параметра  $\epsilon = 10\%$ .

Относительно этой добавки сделаны два предположения: она остается постоянной при изменении температуры нагревателя; температурные зависимости коэффициента излучательной способности подобны для медной и алюминиевой пленок, т.е. наблюдается его слабый рост с нагревом. Мы приняли величину добавки равной 40% от потока, регистрируемого в точке графика (рис. 6) с наименьшей температурой. После вычитания этой добавки из регистрируемого пирометром потока можно воспользоваться выражением (3) для расчета действительного значения излучательной способности, если в подынтегральном выражении использовать действительную температуру, измеряемую термодатчиком. Результаты представлены в табл. 5. В дальнейшем при оценке теплопроводности свободновисящих пленок меди использовалось значение  $\epsilon = 1.8\%$ , наиболее соответствующее температурному диапазону, в ко-

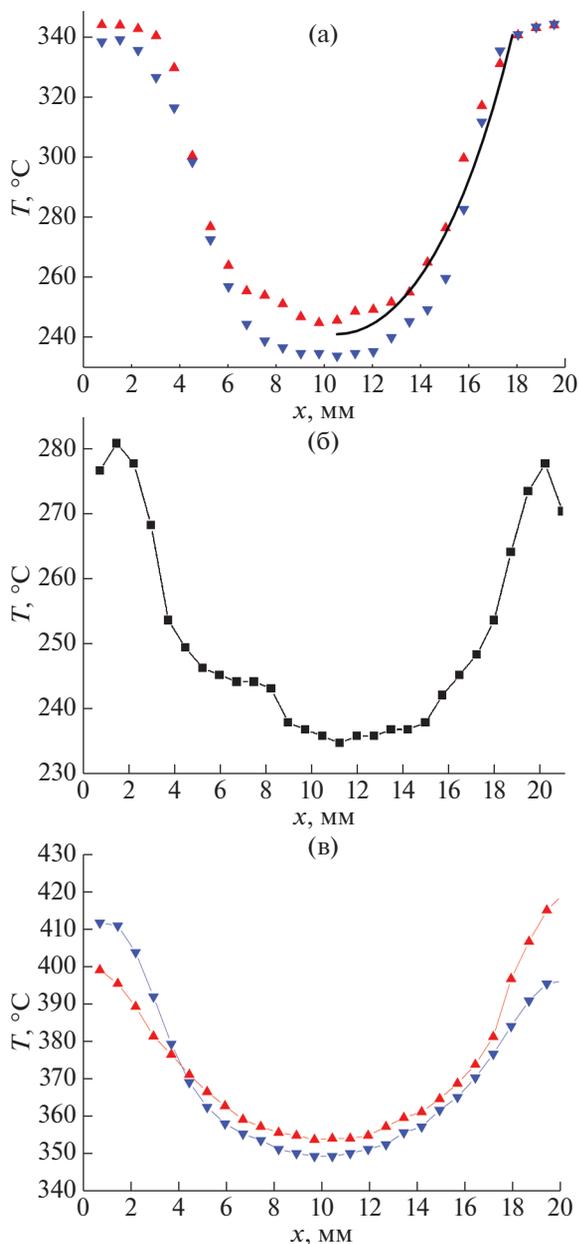
тором проводили измерения. Распределения температуры в пленках из меди толщиной 150, 300 и 600 нм, приведены на рис. 7а–7в. На рис. 7а сплошной кривой обозначена расчетная зависимость, соответствующая значению  $\kappa = 2.1 \text{ Вт} \cdot \text{см}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$  и оптимально аппроксимирующая экспериментальную кривую (показанную точками). Построение расчетных зависимостей для пленок двух других толщин также дают близкие значения коэффициента теплопроводности:  $\kappa = 1.9\text{--}2.0 \text{ Вт} \cdot \text{см}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$  для медной пленки толщиной 300 нм и  $\kappa = 2.0\text{--}2.1 \text{ Вт} \cdot \text{см}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$  для пленки толщиной 600 нм. Зависимости коэффициента теплопроводности от толщины образца в изученном диапазоне толщин, таким образом, не наблюдается.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Определенные в работе теплофизические характеристики свободновисящих металлических пленок — коэффициент теплопроводности и излучательная способность — позволяют рассчитывать распределение температуры по апертуре абсорбционных фильтров ЭУФ-излучения и других созданных на базе тонких пленок и работающих на пропускание в условиях высоких тепловых нагрузок элементов приборов и схем. Примененная методика, основанная на пирометрической регистрации температуры в диапазоне длин волн ИК излучения 2–5 мкм, конечно, не может претендовать на высокую точность определения параметров или на получение их температурных зависимостей, особенно при измерении слабо нагретых пленок с низкой излучательной способностью. Однако она показала себя вполне пригодной для получения необходимых для расчетов ориентировочных значений, а также для понимания зависимости характеристик от толщины пленок. Установлено, что многослойные пленки Mo/ZrSi<sub>2</sub> и

**Таблица 5.** Результат вычисления по калибровочной зависимости (рис. 6) излучательной способности напыленной медной пленки:  $T_{п}$  — температура; выдаваемая пирометром при излучательной способности  $\epsilon = 10\%$ ;  $F$  — тепловой поток на пирометр в соответствии с формулой (3);  $T$  — температура пленки, определяемая из зависимости  $T_{п}(t)$ ;  $\epsilon$  — рассчитанная излучательная способность образца

$T_{п}, \text{ }^\circ\text{C}$	177	187.5	200.5	212	225	237	251.5	264.5	271.5
$F$ , отн. ед.	0.82	1.1	1.5	1.9	2.4	3.0	3.8	4.6	5.1
$T$ , $^\circ\text{C}$	260	280	300	320	340	360	380	400	410
$\epsilon$ , %	1.7	1.7	1.8	1.9	1.9	2.0	2.0	2.1	2.1



**Рис. 7.** Пирометрическое распределение температуры по диаметру подогреваемых со стороны рамки свободно висящих медных пленок толщиной 150 (а), 300 (б) и 600 нм (в), полученные при прямых и обратных измерениях (точки) и в результате расчетов при значении коэффициента  $\kappa = 2.1 \text{ Вт} \cdot \text{см}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$ .

пленки из чистого Al обладают высокой теплопроводностью, практически не уступая по этому параметру образцам из монокристаллического молибдена и алюминия. Для тонких медных и бериллиевых пленок ситуация иная: коэффициент теплопроводности в 1.5–2 раза ниже, чем у массивных образцов металла. Тем не менее, для всех образцов, для которых также измеряли удельное электросопротивление (пленки из Al, Cu и Be), было отме-

чено, что отличие этого параметра от табличных значений для чистых металлов более существенно.

#### БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена в рамках государственного задания № 0030-2021-0022.

**Конфликт интересов:** Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Brouns D.* // *Adv. Opt. Technol.* 2017. V. 6. Iss. 3–4. P. 221. <https://www.doi.org/10.1515/aot-2017-0023>
2. *Van de Kerkhof M., Jasper H., Levasier L., Peeters R., van Es R., Bosker J.-W., Zdravkov A., Lenderink E., Evangelista F., Broman P., Bilski B., Last T.* // *Proc. SPIE.* 2017. V. 10143. P. 101430D. <https://www.doi.org/10.1117/12.2258025>
3. *Барышева М.М., Зуев С.Ю., Лопатин А.Я., Лучин В.И., Пестов А.Е., Салащенко Н.Н., Цыбин Н.Н., Чхало Н.И.* // *Журнал технической физики.* 2020. Т. 90. Вып. 11. С. 1806. <https://www.doi.org/10.21883/JTF.2020.11.49966.150-20>
4. *Салащенко Н.Н., Чхало Н.И.* Состояние дел и перспективы развития рентгеновской литографии // *Труды школы молодых ученых “Современная рентгеновская оптика – 2022”.* 19–22 сентября 2022, Нижний Новгород. С. 72. <http://modern.xray-optics.ru>
5. *Smith H.I.* // *J. Vac. Sci. Technol.* B. 1996. V. 14. № 6. P. 4318. <https://www.doi.org/10.1116/1.589044>
6. *Okada M., Kishiro T., Yanagihara K., Ataka M., Anazawa N., Matsui S.* // *J. Vac. Sci. Technol.* B. 2010. V. 28. № 4. P. 740. <https://www.doi.org/10.1116/1.3449270>
7. *Hädrich M., Siefke T., Banash M., Zeitner U.D.* // *Photonics Views.* 2022. V. 19. Iss. 5. P. 28. <https://www.doi.org/10.1002/phvs.202200036>
8. *Hust J.G., Lankford A.B.* Thermal conductivity of aluminum, copper, iron, and tungsten for temperatures from 1 K to the melting point. National Bureau of Standards, Boulder, CO (USA). Chemical Engineering Science Div. 1984.
9. *Avery A.D., Mason S.J., Basset D., Wesenberg D., Zink B.L.* // *Phys. Rev. B.* 2015. V. 92. Iss. 21. P. 214410. <https://www.doi.org/10.1103/PhysRevB.92.214410>
10. *Cheng Z., Liu L., Xu S., Lu M., Wang X.* // *Sci. Rep.* 2015. V. 5. № 1. P. 1. <https://www.doi.org/10.1038/srep10718>
11. *Zhang X., Xie H., Fujii M., Ago H., Takahashi K., Ikuta T., Abe H., Shimizu T.* // *Appl. Phys. Lett.* 2005. V. 86. № 17. P. 171912. <https://www.doi.org/10.1063/1.1921350>
12. *Völklein F., Reith H., Meier A.* // *Physica Status Solidi A.* 2013. V. 210. Iss. 1. P. 106. <https://www.doi.org/10.1002/pssa.201228478>

13. Kim D.J., Kim D.S., Cho S., Kim S.W., Lee S.H., Kim J.C. // *Int. J. Thermophys.* 2004. V. 25. № 1. P. 281.  
<https://www.doi.org/10.1023/b:ijot.0000022340.65615.22>
14. Bodenschatz N., Liemert A., Schnurr S., Wiedwald U., Ziemann P. // *Rev. Sci. Instr.* 2013. V. 84. № 8. P. 084904.  
<https://www.doi.org/10.1063/1.4817582>
15. Zhu L.D., Sun F.Y., Zhu J., Tang D.W., Li Y.H., Guo C.H. // *Chin. Phys. Lett.* 2012. V. 29. № 6. P. 066301.  
<https://www.doi.org/10.1088/0256-307X/29/6/066301>
16. Greppmair A., Stoib B., Saxsena N., Gerstberger C., Müller-Bushbaum P., Stutzmann M., Brandt M.S. // *Rev. Sci. Instr.* 2017. V. 88. № 4. P. 044903.  
<https://www.doi.org/10.1063/1.4979564>
17. Гусев С.А., Дроздов М.Н., Клюенков Е.Б., Лопатин А.Я., Лучин В.И., Парьев Д.Е., Пестов А.Е., Салащенко Н.Н., Цыбин Н.Н., Чхало Н.И., Шмаенок Л.А. // *Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед.* 2012. № 6. С. 23.
18. Chkhalo N.I., Drozdov M.N., Gusev S.A., Lopatin A.Ya., Luchin V.I., Salashchenko N.N., Tatarskiy D.A., Tsybin N.N., Zuev S.Yu. // *Appl. Opt.* 2019. V. 58. № 1. P. 21.  
<https://www.doi.org/10.1364/AO.58.000021>
19. Зув С.Ю., Лопатин А.Я., Лучин В.И., Салащенко Н.Н., Татарский Д.А., Цыбин Н.Н., Чхало Н.И. // *Журнал технической физики.* 2022. Т. 92. Вып. 1. С. 92.  
<https://www.doi.org/10.21883/JTF.2022.01.51857.197-21>
20. Chkhalo N.I., Drozdov M.N., Kluenkov E.B., Kuzin S.V., Lopatin A.Ya., Luchin V.I., Salashchenko N.N., Tsybin N.N., Zuev S.Yu. // *Appl. Opt.* 2016. V. 55. № 17. P. 4683.  
<https://www.doi.org/10.1364/AO.55.004683>
21. Volkov Y.A., Palatnik L.S., Pugachev A.T. // *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* 1976. V. 70. P. 2244.
22. Boiko B.T., Pugachev A.T., Bratsychn V.M. // *Thin Solid Films.* 1973. V. 17. Iss. 2. P. 157.  
[https://www.doi.org/10.1016/0040-6090\(73\)90124-7](https://www.doi.org/10.1016/0040-6090(73)90124-7)
23. Kralik T., Musilova V., Hanzelka P., Frolec J. // *Metrologia.* 2016. V. 53. № 2. P. 743.  
<https://www.doi.org/10.1088/0026-1394/53/2/743>

## Measurements of Thermophysical Characteristics of Thin Film Metal Filters for Extreme Ultraviolet Radiation

A. Ya. Lopatin<sup>1,\*</sup>, V. I. Luchin<sup>1</sup>, N. N. Salashchenko<sup>1</sup>, N. N. Tsybin<sup>1</sup>, N. I. Chkhalo<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Institute for Physics of Microstructures RAS, Nizhny Novgorod, 603087 Russia*

\**e-mail: lopatin@ipm.sci-nnov.ru*

Knowledge of the emissivity and thermal conductivity of thin metal films used in conjunction with multilayer mirrors for spectral selection of radiation in the extreme ultraviolet and soft X-ray wavelength ranges is necessary in order to correctly calculate the heating of film elements at high heat loads. Heating is associated with the absorption in the film of a significant fraction of the incident intensity, and the concept of a high heat load is somewhat arbitrary, since even at an absorbed intensity level of the order of  $1 \text{ W/cm}^2$  a freestanding film can be heated in vacuum by several hundred degrees. In the first approximation, to estimate the thermal conductivity coefficient, one could use tabular values for massive samples of the corresponding metals or use the well-known Wiedemann–Franz law which links the thermal conductivity and the electrical resistivity of the sample – the latter is easier to be measured. However, an analysis of the literature data indicates significant errors that are possible when using any of these approaches. Therefore, in this work, we have measured the thermal conductivity directly by processing the temperature distribution obtained by IR pyrometry over a film sample mounted on a heated frame or heated by a flowing electric current. Thermophysical characteristics (thermal conductivity and emissivity) were determined for samples of film absorption filters based on Mo, Al, and Be of submicron thickness (from 100 nm), as well as for films of copper – a metal whose bulk samples have high thermal and electrical conductivity. As expected, significant differences were found between the thermal and electrical properties of the film materials and the properties of the same metals in monolithic samples.

**Keywords:** coefficient of thermal conductivity, emissivity, magnetron sputtering, thin film metal filter, extreme ultraviolet radiation, Wiedemann–Franz law, porometry, current heating, heat loads, temperature coefficient of resistance.