

铝衰减膜表面氧化对软 X 光透过率的影响与修正*

赖珍荃^{1,2} 沈 军¹ 杜保旗¹ 王 珏¹ 陈玲燕¹

(¹ 同济大学波耳固体物理研究所 上海 200092; ² 南昌大学物理系 南昌 330047)

提要 对用不同方法制备的软 X 光激光实验用的 Al 衰减膜样品,用 Auger 电子能谱(AES)结合氩离子束刻蚀进行了组分的表面和深度分布分析,结果表明表面氧化层主要由 Al₂O₃ 组成,氧化达到饱和时的氧化层厚度 ≈ 7.5 nm。由于在软 X 光波段内,氧的吸收系数比铝大一个多数量级,这一氧化层对软 X 光透过率的影响甚大。将 AES 测试结果作为参数,使用公式 $I = I_0 \cdot \exp[-\mu(E) \cdot (\rho t)]$ 对 X 光透过强度进行修正。同步辐射软 X 光对样品透过率的直接测量表明,对于透过率大于 20% 的 Al 膜,直接测量结果与按修正公式计算的结果在最大偏差 11% 范围内符合。

关键词 铝衰减膜,表面氧化,透过率

X 光激光具有高亮度和短脉冲等独特优点,在物理、化学、材料科学、生物医学工程、微电子工业及国防军工等领域具有重要的应用前景,因此近年来实验室 X 光激光研究一直是国际前沿课题^[1]。在软 X 光激光实验中,常用掠入射光栅谱仪观察软 X 光激光谱线。为了保证记录底片工作在线性区,在高增益的情况下,必须在谱仪入射狭缝和光栅之间插入适当质量厚度的衰减膜。由于铝膜具有较好的韧性和展延性,且对软 X 光吸收适中^[2],用铝膜作为衰减膜是比较理想的。在文献[3~5]报道的一系列高增益的 X 光激光实验中,要求我们提供多种厚度的高质量铝衰减膜。由于铝膜很容易氧化,且在软 X 光波段内,氧的吸收系数比铝大一个多数量级^[6],因此,要从记录底片上得到实验中产生软 X 光激光的强度和增益,必须考虑表面氧化层的修正。根据文献[7],金属铝保存三个月后,在它的表面生成厚度为 7 nm 的氧化膜,之后这层膜仅以每月 0.2~0.3 nm 的速率增厚,而对铝薄膜表面氧化的系统研究则未见报道。本文作者通过 Auger 电子能谱(AES)结合氩离子束连续溅射刻蚀的方法,对热蒸发和滚压机压制的一系列铝膜样品进行了组分的表面和深度分布测量,试图给出铝薄膜表面氧化方面的一些结果,进而给出考虑表面氧化后的 X 光透过率的理论修正值,并与实际测量结果进行了比较。

1 样品制备

较薄的 Al 膜样品用热蒸发方法制备,选用抛光良好的光学玻璃作为衬底,蒸镀一层 NaCl

* 国家 863 强激光技术领域专题资助项目。

收稿日期: 1997-12-22; 收到修改稿日期: 1998-03-05

作为脱膜剂, 获得了平整性好且基本无针孔的厚度为数百 nm~ 2.5 μm 的 Al 膜。较厚的 Al 膜样品由北京原子能科学研究院制靶组提供, 是用滚压机压制而成的, 厚度为几微米。

2 表面氧化层组分与厚度测量

用 AES 结合氩离子束连续溅射刻蚀测试薄膜样品中各元素的表面和深度分布信息, 在相同的条件下对不同工艺制备的样品进行测试, 实验在 PHI55Auger 能谱仪上进行。入射电子能量为 3 keV, 束流为 5 μA , 束斑直径为 100 μm , 分析室真空度为 10^{-7} Pa, 参考信号振幅为 6 eV, 能量扫描速率为 6 eV/s, 样品中铝、氧元素的 Auger 强度及化学状态分别由铝 KLL 和氧 KLL 的 Auger 微分谱确定, 半定量分析采用 Auger 相对灵敏度因子法。

图 1 (a), (b) 分别为压制铝膜和蒸镀铝膜的 AES 微分谱, 在 500 eV 处都有明显的氧 KLL 特征峰, 在 50 eV 附近对应铝的 LMM 峰, 而在 1370 eV 附近对应铝的 KLL 峰。

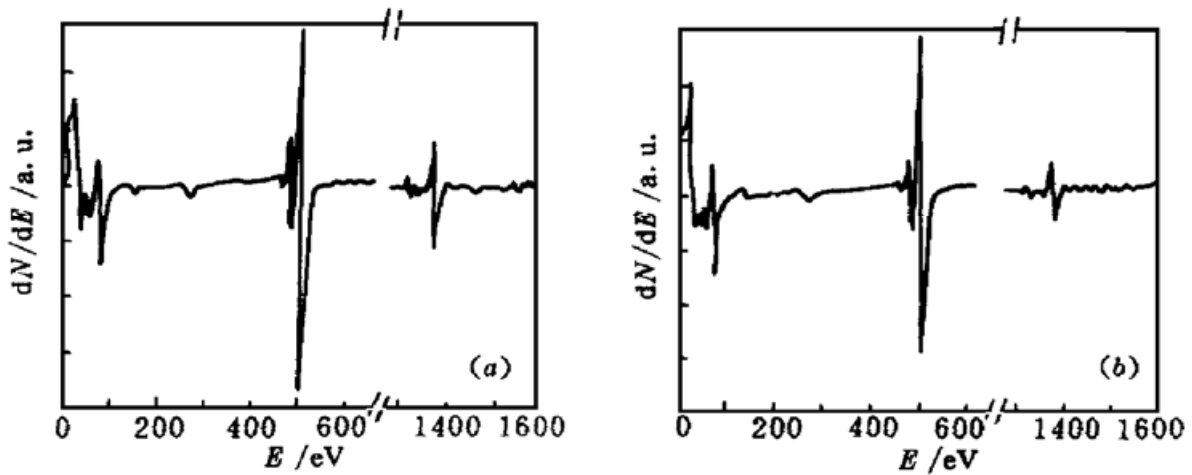


图 1 压制铝膜 (a) 和蒸发铝膜 (b) 的 AES 微分谱

Fig. 1 The AES differential spectrum of a pressed Al foil (a) and an evaporated Al foil (b)

根据 AES 特征峰可进一步分析膜中氧与铝的结合状态。与标准谱图对照可知, 图 1 (a), (b) 中位于 1300~ 1400 eV 处是 Al_2O_3 中 Al 的 KLL 特征峰, 这说明表面氧化层的主要成分是 Al_2O_3 。

利用离子束连续刻蚀技术, 测量氧 KLL 和铝 KLL 特征峰强度的变化, 考虑到不同元素 Auger 特征峰的灵敏度因子, 可以获得薄膜中氧、铝元素百分比的深度分布, 图 2 为实测的氧、铝元素百分比随刻蚀时间变化的曲线, 其中横坐标的刻蚀时间与刻蚀深度相对应。实验中氩离子束刻蚀范围为 $3 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$, 刻蚀速率用台阶仪定标, 对铝约为 1 nm/min, 对 Al_2O_3 约为 0.9 nm/min。从图 2 可看出, 在铝膜外表面氧浓度较高, 随后是一层组分比较稳定的氧、铝元素的相对百分比为 60%, 40% 的氧化层, 相当于一层纯 Al_2O_3 , 而再往膜内部, 氧含量则呈指数衰减。氧化层厚度定义为氧铝百分比为 50% 时对应的刻蚀深度, 由图可知氧化层厚度约为 7.2 nm。

图 3 为蒸镀法制备的 Al 膜氧化层厚度随其放置时间的变化, 在氧化的初始阶段, 曲线的斜率较大, 对应于快速氧化的过程, 随着氧化膜厚度的增加, 氧化速率逐步降低, 氧化膜厚度趋于饱和。由图 3 可知, 稳定后氧化层厚度约为 7.5 nm。

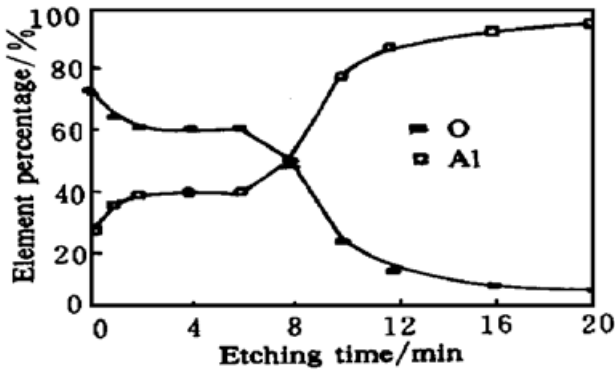


图 2 元素的深度分布

Fig. 2 Depth distribution of elements

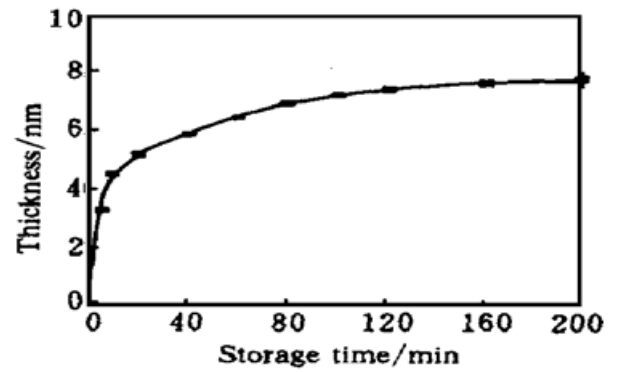


图 3 氧化层厚度随 Al 膜存放时间的变化

Fig. 3 The thickness of an oxide layer vs the exposure time in air

3 透过率的理论修正

在软 X 光波段内, 氧的吸收系数比铝大一个多数量级, 为了得到实验中产生软 X 光激光的强度和增益, 必须考虑表面氧化层的修正。

AES 测试结果表明, 表面氧化层主要由 Al_2O_3 组成, 氧化达到饱和时对应的氧化层厚度约为 7.5 nm。假设实际产生的 X 光激光的强度不足以在铝膜内引起显著的非线性光学效应(即可以忽略非线性光学效应), 就可以根据一般的吸收定律, 使用公式

$$I = I_0 \cdot \exp[-\mu(E) \cdot (\rho l)]$$

对强度进行修正。这里 I 为修正后的强度, I_0 为未修正的强度, μ 和 ρl 分别为 Al_2O_3 的质量吸收系数和质量厚度。要注意的是, 对于衰减膜来说, 正反两面都有氧化层, 即厚度 $d = 7.5 \text{ nm} + 7.5 \text{ nm}$ 。

4 透过率的直接测量

为了检验上述计算结果对强度修正的可靠性, 在北京同步辐射装置上, 用同步辐射软 X 光反射率计(波段范围为 12.4~19.2 nm), 对质量厚度为 $157.9 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 的铝膜样品的透过率进行了直接测量, 实验波段为 17.42~19.14 nm, 接近软 X 光实验中实际使用的波段 19.6~28.6 nm, 因此作为检验方法是可行的。测量结果列于表 1。

表 1 不同波长 X 光对质量厚度为 $157.9 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 的 Al 膜的透过率Table 1 The relationship between the X-ray wavelength and the transmissivity of an aluminum foil sample with a mass thickness of $157.9 \mu\text{g}/\text{cm}^2$

Wavelength/nm	Experimental transmissivity	Computed transmissivity	Relative deviation/%
17.42	0.235	0.258	9
17.72	0.225	0.242	10
18.04	0.225	0.241	10
18.36	0.236	0.239	1
18.74	0.238	0.229	3
19.14	0.241	0.218	11

由表中数据可见,对于透过率大于 20% 的铝膜,经过修正后计算得到的透过率与直接测量的透过率的最大偏差为 11%,考虑到测量时本底电流的影响以及 AES 谱定量分析时存在的误差,这一误差还是比较小的。

我们还对质量厚度为 $395.1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 和 $144.4+146.6 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 的铝膜样品的透过率进行了测量,所得结果与分参数计算结果相差较大,主要原因是厚膜的透过率太低,进行测量时本底电流占透过电流的 40% 以上,而本底电流不大稳定,所以误差较大。

文中提到的铝衰减膜,已成功地运用于文献[3~6]中的一系列 X 光激光实验中。

参 考 文 献

- 1 Naiyan Wang. New and Developing High power Lasers. 1st edition. Beijing: Atomic Energy Press, 1992. 371 (in Chinese)
- 2 Zhenhuan Li. Data Handbook of Elementary Property. 1st edition. Shijiazhuang: People's Press of Hebei, 1985. 115 (in Chinese)
- 3 Shiji Wang, Yuan Gu, Guanglin Zhou *et al.*. Experimental investigation of high gain Ne-like Ge soft X-ray laser by double-massive-target coupling. *J. Opt. Soc. Am. B*, 1992, **9**(3): 360~ 368
- 4 Shiji Wang, Yuan Gu, Guanglin Zhou *et al.*. Experimental study of gain saturated soft X-ray laser by multi-target series coupling with reflective mirror. *High Power Laser and Particle Beams* (强激光与粒子束), 1993, **5**(4): 557~ 563 (in Chinese)
- 5 Shiji Wang, Yuan Gu, Chusheng Mao *et al.*. Near diffraction limit output and gain saturation of soft X-ray laser. *Chinese J. Lasers* (中国激光), 1993, **B2**(6): 481~ 484
- 6 Henke B. L. Low-energy X-ray interaction coefficients. *Atomic Data and Nuclear Data Table*, 1982, **27**(1): 3~ 18
- 7 M. P. Slavensky. Physical and chemical property of elements (Part I). 1st edition, Beijing: Metallurgy Press, 1957. 342 (in Chinese, translated by Qinhe Wang, Liren Wang, Changzhen Wang *et al.*)

Surface Oxidation of Aluminum Attenuation Foil: Influence and Modification to the Transmittance of Soft X-ray

Lai Zhenquan^{1,2} Shen Jun¹ Du Baoqi¹ Wang Jue¹ Chen Lingyan¹

¹*Pohl Institute of Solid State Physics, Tongji University, Shanghai 200092*
²*Department of Physics, Nanchang University, Nanchang 330047*

Abstract Aluminum foils were fabricated by two different methods —evaporation and extrusion moulding. Depth distribution of surface elements and chemical components were analyzed by Auger Electron Spectroscopy (AES). Also the thickness of the oxidation layer exposed in ambient with different times was measured. According to the experimental results, the oxidation layer with saturated oxidation is mainly composed of Al_2O_3 and its thickness is about 7.5 nm. The theoretical transmittance of the foil is then modified by the formula $I = I_0 \cdot \exp[-\mu(E) \cdot (\rho t)]$. For comparison, experimental measurements of the transmittance are done on the Beijing synchrotron radiation facility, which are consistent with the theoretical value within a maximum difference of 11%.

Key words aluminum attenuation foil, surface oxidation, transmittance