

# 软 X 光滤光片的研制

李懋康 申明阳 邵桂英 郭宝金

(中国科学院长春光学精密机械研究所)

## 提 要

本文叙述了软 X 光滤光片的原理和制备工艺。对制备工艺中的一些主要问题进行了较为详细的阐述。最后给出了实验结果。特别是将铝-镁合金膜和铝膜滤光片的性能进行了比较。铝-镁合金膜滤光片在抗火箭发射所产生的损伤能力方面比铝膜滤光片有很大的提高。

## 一、引 言

近年来 X 射线学得到广泛的发展。很多软 X 光光源(如太阳辐射、同步辐射、高温等离子体等)在产生软 X 射线的同时也产生很强的紫外线等长波辐射。当利用这些光源时,为提高信号噪音比,就需要透过软 X 光而滤掉其他波段辐射的软 X 光滤光片。

在空间天文学研究中,软 X 光望远镜是一种重要设备。为获取太阳圆盘和日冕等在软 X 波段的光谱特性,软 X 光滤光片就成为其中的关键部件。美国 Apollo 天空实验室中的软 X 光望远镜中就使用了前置滤光片和主滤光片<sup>[1]</sup>。前者是用网支承的无基底铝膜滤光片,用以消除比 800 Å 更长的长波辐射;后者是以塑料膜为基底的铝膜滤光片,进一步消除 60 Å 以上的长波辐射。由于针孔可将所有波长的辐射都通过,而太阳光谱中 60 Å 以上的长波波段不需要部分的强度比需要的软 X 波段的有用部分约大六个数量级。因此,为了拍摄出太阳圆盘和日冕等在软 X 波段的清晰照片,滤光片的针孔透射率必须小于  $10^{-7}/\text{cm}^2$ 。另外,由于它们应用于空间,必须经受得住火箭发射时所产生的强烈振动和噪声等恶劣环境的破坏而性能无损。在如此恶劣环境下特别是对无基底的极薄(0.1~0.2 μm)的铝膜滤光片,不仅要无任何损伤,而且要求针孔透过率不能大于  $10^{-7}/\text{cm}^2$ ,这是一个极为困难的问题。

特别需要指出的是,我们的滤光片其抗恶劣环境破坏能力的要求比美国 Apollo 望远镜中的滤光片要高(例如抗噪音破坏的能力, Apollo 是 126→128 dB, 我们则为 137 dB。在抗振动破坏的能力上,对 50~150 Hz 的正弦波,峰值加速度 Apollo 是 3g, 我们则为 7g)。因此用 Apollo 原来的铝膜方案很难达到上述要求。为此,我们开展了软 X 光铝合金膜滤光片的研制工作。本文着重叙述整个滤光片的制备工作。铝合金膜制备工艺、性质、结构的研究另有文述。

## 二、原 理

很多薄金属膜具有透过真空紫外和软 X 光而又能滤掉红外、可见甚至紫外辐射的特

收稿日期: 1985年8月30日; 收到修改稿日期: 1985年12月30日

性。Zener<sup>[2]</sup>首先对这个现象提出了一个理论解释。他的理论是基于经典的电磁理论。他指出,透射带的边限是被价电子的密度所控制的,密度越高透射带边限所在的波长越短。根据 Zener 理论能得到一个临界波长  $\lambda_c$ , 它由媒质特性所决定:

$$\lambda_c = \frac{2\pi c}{e} \left( \frac{m}{N} \right)^{1/2}, \quad (1)$$

这里  $N$  是价电子密度,  $e$  和  $m$  分别是电子的电荷和质量,  $c$  是光速。如果入射辐射的波长比临界波长更长, 按照 Zener 理论它对媒质是不透射的, 而对比临界波长更短的波长在媒质中是透射的。

图 1 汇总了一系列金属薄膜的透射性质<sup>[3]</sup>。断开线是 Sandstrom<sup>[4]</sup> 和 Siegbahn<sup>[5]</sup> 等人计算出来的。

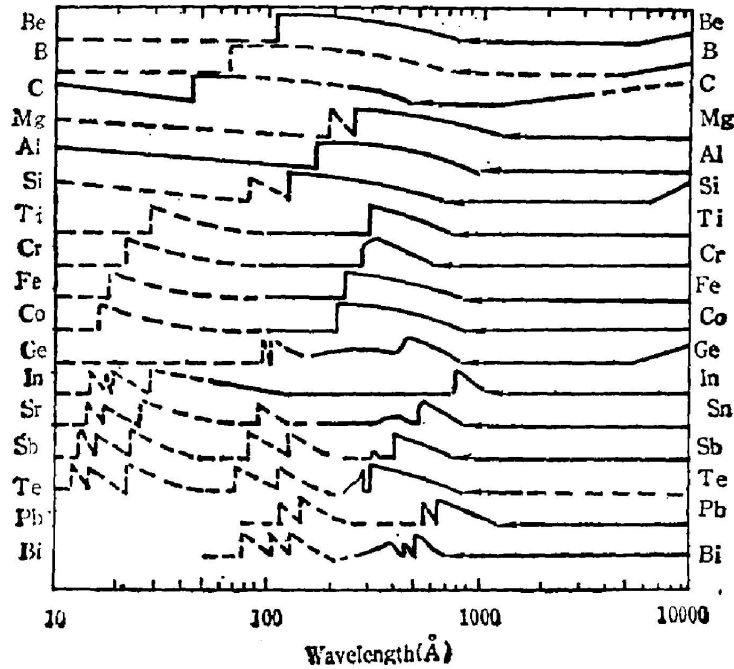


Fig. 1 Summary of the transmitting windows of various metals in the XUV and soft X-ray. The arrowheads indicate the critical wavelengths and the vertical lines represent absorption edges. Solid line indicate observations and dashed line represent probable trends

在透明区内 X 光的透射率可根据著名的吸收定律计算出:

$$T = e^{-\mu x} = e^{-\mu_m \rho x}, \quad (2)$$

其中  $\mu_i$  和  $\mu_m$  分别是吸收体的线和质量吸收系数,  $x$  和  $\rho$  是其几何厚度和密度。

铝膜在软 X 光和极紫外区有两个透射带, 从制备工艺来看又是比较容易制备的薄膜, 因此采用铝膜作为极紫外或软 X 光片滤光片比较合适。

### 三、制备工艺

#### 1. 前置滤光片的制备工艺

为了制备出无基底的铝合金膜前置滤光片。首先在玻璃基底上先蒸镀上一层分离剂膜，然后再镀上一层铝合金膜。镀完后将镍网胶于其上，用有机溶剂将分离剂膜溶解掉，将带有铝合金膜的镍网胶在金属框架上，就得到我们所需要的滤光片。工艺过程示意图如图 2 所示。

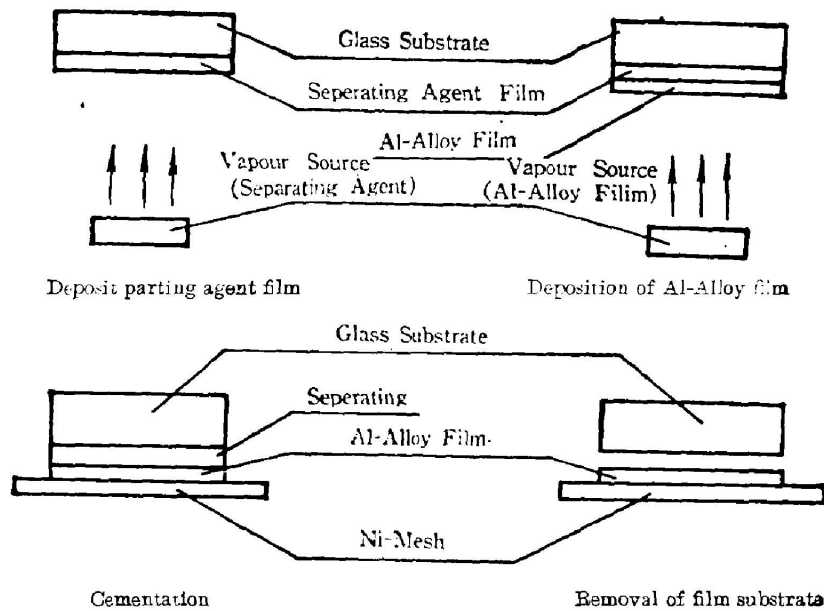


Fig. 2 Schematic diagram of the preparation of a pre-filter

整个工艺的详细过程和各工序中的主要问题叙述如下：

#### (1) 基底的光洁度

要想将滤光片的针孔减小到最低的程度，基底表面的质量极为重要。它的表面粗糙度会通过分离剂膜表面而传到金属膜上，因为粗糙表面被蒸发物敷盖时，在单独突起部分斜坡上的金属膜比平坦部分更薄。结果当从基底上剥离金属膜时会因过薄而不可能将长波辐射滤干净，甚至会在脱膜和安装过程中产生针孔。Angel 曾发现对于给定的分离剂、清洁和蒸发方法，针孔的产生是随基底表面光洁度的提高而减少。玻璃基底表面粗糙度最大不应超过  $80 \text{ \AA}$ 。

#### (2) 基底的清洁

基底清洁程度是产生针孔的另一重要因素。因为基底表面被灰尘等遮蔽时，则该处就镀不上膜而引起针孔。为此应采取下列措施：

(a) 建立超净实验室。为从根本上减少实验室中的灰尘，必须建立超净实验室。我们的超净实验室是 100 级。

(b) 基底表面严格清洗。先用清洁剂和碳酸钙擦洗。再用无水乙醇在超声波清洁器中

超声清洗 20 分钟。

(e) 火棉胶剥离技术。将用乙醚稀释后的火棉胶溶液倒在清洗好的基底表面。它一方面可将落于基底表面的灰尘捕获,同时可屏蔽表面以免灰尘进一步积聚。直到盖钟罩前才揭掉。

用上述方法制备的铝合金膜,在暗室中用 100 W 碘钨灯(点状灯丝)会聚后形成的强光束从背后照射,用肉眼看不出有针孔。

### (3) 分离剂的蒸镀

为使金属从基底上分离下来,必须使用分离剂。选择分离剂的主要原则是它们能容易被溶剂所溶解,而它本身又与金属膜有最低的化学活度,亦即能迅速地分离又不损伤金属薄膜。分离剂的选择和蒸镀技术对脱膜的快慢和脱膜时产生的针孔的程度有决定性的影响。我们曾试验过氯化钠和萤光素等几种材料,发现以萤光素薄膜最好。萤光素( $C_{20}H_{14}O_5$ )是一种有机化合物,溶于丙酮和乙醇。在真空中约  $300^{\circ}C$  时升华。可用铝舟蒸发。为便于蒸发,将其压制成块。预熔和蒸发时温度都必需很低而且要慢慢升温,否则萤光素就会分解而不溶于乙醇或丙酮,这时金属膜就不易分离而形成斑点使其产生针孔。萤光素膜厚以  $500\sim 500\text{ \AA}$  为宜。

### (4) 金属膜的选择

为提高滤光片抗恶劣环境破坏能力。我们用合金膜来代替铝膜。因为合金一般具有比组成该合金组元更高的强度和硬度。同时考虑到合金膜的软 X 光的透过率和稳定性,我们选用铝-镁合金。因为它具有较高的抗拉强度和足够高的塑性及振动强度,以及良好的化学稳定性和较高的软 X 光透过率。

### (5) 铝合金膜的蒸镀

铝合金膜的蒸镀是滤光片制备中最关键的工艺。与铝膜蒸镀技术类似,淀积速率和真空压力是影响铝合金膜的关键因素。因铝在空气中极易氧化而形成氧化铝薄膜。而这种薄膜在软 X 波段比铝膜具有更大的吸收和低的机械性能。为了在软 X 光区具有高的透过和好的机械性能,必须使薄膜中氧的成分尽可能地少。为此应该采用超高真空和快速蒸发的制备技术。这种方法制备出的膜层其结构特别紧密,它不仅具有较高的机械强度而且在脱膜的过程中用有机溶剂浸泡时不易产生针孔。

我们用的是 CWD-500 型无油超高真空镀膜机。极限真空可达  $4\times 10^{-9}$  Torr,蒸发铝合金膜时真空度约为  $10^{-7}$  Torr。蒸发速率为  $150\sim 200\text{ \AA}/\text{sec}$ 。

铝合金膜的蒸发比铝膜困难的主要问题是需要防止分馏现象发生。防止分馏较好的方法是闪烁(或称“刹那”)蒸发。另一种简单的方法是用钨螺旋管电阻加热蒸发,但需要操作人员有较高的技巧。两种方法我们都进行过试验。前者制备出的铝-镁合金膜的含镁量为  $2\sim 3.5\%$ ,后者的含镁量约为  $1\sim 5\%$ ,都可满足实验要求。

### (6) 镍网的选择

镍网的质量是决定滤光片的机械性能及寿命的关键因素。最初按文献 [6] 使用线宽  $33\text{ }\mu\text{m}$ 、线厚  $18\text{ }\mu\text{m}$ 、28 条/cm 的镍网,其透过率约 80%,但是机械性能差(抗拉强度只有  $80\text{ kg}/\text{cm}^2$ ),其抗噪音破坏能力只能达 131 dB,不能满足要求。后来我们改用线宽  $50\sim 65\text{ }\mu\text{m}$ 、线厚  $40\sim 50\text{ }\mu\text{m}$ 、20 条线/cm 的镍网,其抗拉强度达  $250\sim 300\text{ kg}/\text{cm}^2$ ,透射率为

76~80%，其抗噪音破坏能力可达 137 dB，完全满足使用要求，但其制备技术较薄网困难得多。

### (7) 胶合和脱膜

为了从基底上分离出大面积的金属薄膜，在蒸完分离剂和铝合金膜后，将镍网用胶胶在合金膜上。胶完后在室温下固化 48 小时，然后将胶好的基底-分离剂膜-铝合金膜-镍网的组合体平坦地放在带有脱膜溶液的皿中，并将皿放在消振的平台上。为了分离薄膜，脱膜溶液必须使用在薄膜和基底之间，系统有任何短暂的振动都会扰动溶液引起薄膜从基底上撕裂或形成针孔。经 4~6 小时后，分离剂膜完全被脱膜溶液所溶解。这时铝合金膜和网的组合体(称为箔)就从基底上分离下来。

在暗室中，用检查铝合金膜针孔的方法检查箔。选出其无针孔部分胶合到金属框架上，即成为我们所需要的前置滤光片。

### 2. 主滤光片的制备工艺

它是将铝合金膜蒸镀在用镍网支承的约  $1\ \mu\text{m}$  厚的聚丙烯塑料膜上而成。这种塑料膜是用  $30\ \mu\text{m}$  厚的吹塑膜通过拉伸的方法所制成。将它胶在金属框架后，再蒸镀上铝合金膜。其蒸镀工艺与前置滤光片基本相同。不同处有二：一是蒸发速率不能太快，因为太快时合金蒸气分子的热量会把塑料膜烫坏，二是塑料膜可用高压力的酒精喷射束来进行清洗，并且用在其两面分别蒸镀铝合金膜的方法来减少灰尘等所产生的针孔，因为由灰尘等产生的针孔一般情况下都是互相错开的，完全对准重合在一起的可能很小。这样，就可使主滤光片的针孔透过率做到小于  $10^{-7}/\text{cm}^2$  的水平。

## 四、实验结果

### 1. X 光透射率

X 光透射率测量装置如图 3 所示。它是用软 X 光单色仪加上本所自制的软 X 光光源和正比计数器改装而成。光源采用铝靶( $\lambda=44.7\ \text{\AA}$ )，铜靶( $\lambda=13.3\ \text{\AA}$ )，和碳靶( $\lambda=44.7\ \text{\AA}$ )。测量结果例于表 1。

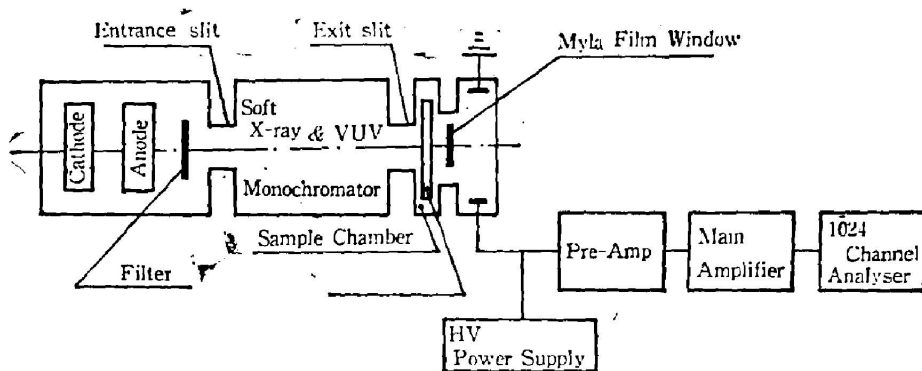


Fig. 3 Block diagram of the measuring system of soft X-ray

Table1 Comparison of performances of aluminium-magnesium alloy film filters and aluminum film filters

Type of filter		Thickness		Transmittance					Resistance to damage	
film	filter	Metal film (Å)	Plastic film (μm)	Ni mesh (%)	Pinhole (10 <sup>-7</sup> /cm <sup>2</sup> )	Soft X-ray (%)			Noise (dB)	Vibration (g)*
						8.34 Å	13.3 Å	44.7 Å		
Al	Pre-	1500~1800		80	10 <sup>-7</sup> /cm <sup>2</sup>	70	68	20	130	5
Al-Mg alloy		1500~1800		80	10 <sup>-7</sup> /cm <sup>2</sup>	72	69	22	137	7
Al <sup>11</sup>	Primary (no mesh)	2000	1.2			90	70	13		
Al-Mg alloy		1800	1.0		10 <sup>-7</sup> /cm <sup>2</sup>	90	73	14	131	5
Al-Mg alloy	Primary (with mesh)	1400~1800	1.0~1.5	80	10 <sup>-7</sup> /cm <sup>2</sup>	63	45	13	137	7

\* 50~150 Hz sine wave form peak-acceleration

## 2. 针孔透射率

测量装置如图 4 所示。前置滤光片的针孔透射率小于  $10^{-7}/\text{cm}^2$ 。部分达  $10^{-8}/\text{cm}^2$ ，有少数甚至可达  $10^{-9}/\text{cm}^2$ 。主滤光片的针孔透射率亦小于  $10^{-7}/\text{cm}^2$ 。

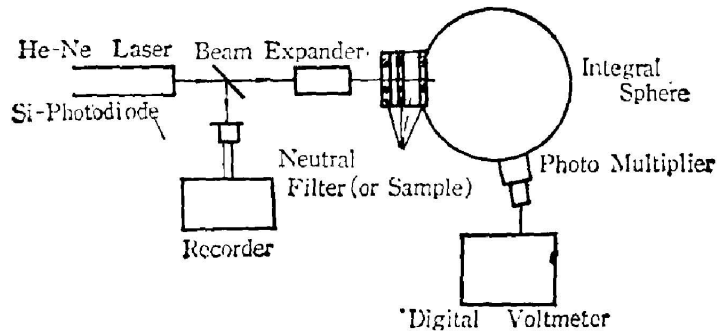


Fig. 4 Measuring apparatus of pinhole transmittance

## 3. 噪音破坏试验

试验在声学所进行装置方框图如图 5 所示。

当声压级为 137 dB，时间 2 分钟时，前置滤光片的多数(70% 以上)和主滤光片针孔透射率  $\leq 10^{-7}/\text{cm}^2$ 。

## 4. 振动破坏试验

试验是在力学所进行的，试验条件是：

频率 (Hz):	15~50	50~150	150~2000
振 级:	1 mm	7 g	10 g
扫描时间:	7 min	5 min	3 min

经检验后，前置滤光片未见破裂。大多数(80%)样品针孔透过率仍保持小于  $10^{-7}/\text{cm}^2$ 。

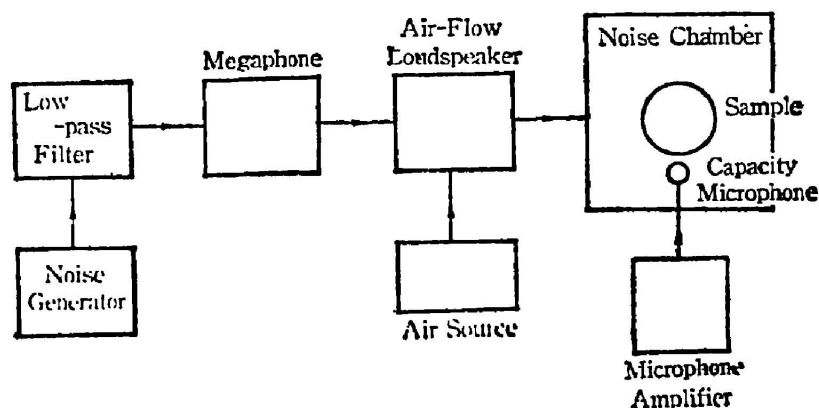


Fig. 5 Block diagram of the apparatus for noise-damage test

主滤光片亦小于  $10^{-7}/\text{cm}^2$ 。

我们研制的滤光片已达到天文卫星中软 X 光望远镜对滤光片所提出的要求。该滤光片与铝膜滤光片主要性能的比较如表 1 所示。可以看出, 铝合金膜滤光片的抗恶劣环境破坏能力大大超过铝膜滤光片。

我们的滤光片也成功地应用于北京物理所受控核聚变装置中。当用软 X 射线测量等离子体温度时, 加上软 X 光滤光片后, 测量信号与噪音的比值提高约 1 个数量级。王洪琴、贾淑芝、卢春光、朱秀芳、连厚明、高宗宜等参加部分工作, 在此表示感谢。

#### 参 考 文 献

- [1] G. S. Vaiana *et al.*; *Space Science Instrumentation*, 1977, **3**, No.1 (Jan) 19.
- [2] R. Kronig, *Nature*, 1934, **133**, No. 3354 (Feb), 211.
- [3] W. R. Hunter, D. M. Angel *et al.*; *Appl. Opt.*, 1965, **4**, No. 8 (Aug) 891.
- [4] A. E. Sandstrom; in «*Handbuch der Physik. S. Flugge, ed.*», (Springer-Verlag, Berlin and New York 1957), **30**, 226.
- [5] K. Siegbahn *et al.*; in «*ESCA: Atomic, Molecular and Solid State Structure Studied by Means of Electron Spectroscopy*», (Almqvist & Wiksell, Stockholm, 1967).
- [6] W. R. Hunter; in «*Physics of Thin Film, G. Hass *et al.* ed.*», (Academic Press, New York and London, 1973), **7**, 73.

## Preparation of soft X-ray filters

LI MAOLIAN, SHEN MINGYANG, SHAO GUIYING AND GUO BAOJIN

*(Changchun Institute of Optics and Fine Mechanics, Academia Sinica)*

(Received 30 August 1985; revised 30 December 1985)

### Abstract

This paper describes the principle and technology of the preparation of soft X-ray filters. Experimental results are presented. In particular, we compare the performance of Al-Mg alloy film filters with that of Al film filters. It has been found that Al-Mg alloy film filters are better than Al film filters in the capability of resisting damages caused by rocket launching.