

多层膜软 X 光反射镜的研制

郑天水 沈元华
(复旦大学物理系)

提 要

本文介绍了镍-碳多层膜软 X 光反射镜的设计与制造方法,特别是膜厚监控法。用俄歇谱仪分析了一个样品的剖面情况;对一些样品在 1.54 \AA 的衍射特性和在软 X 光区的反射率进行了测量并与理论计算结果作了比较。

关键词: 软 X 光反射镜, 镍-碳多层膜。

一、引 言

近年来,软 X 光波段($3 \text{ \AA} \sim 120 \text{ \AA}$)的光学技术有了惊人的发展^[1~3],不仅这一波段的望远镜和显微镜相继问世,而且软 X 光光刻技术和软 X 光激光技术也有极快的发展。形成这种发展的重要原因之一是多层膜软 X 光反射镜的研制成功^[4~6]。

由透明的高折射率材料与低折射率材料交替组成的多层膜高反射镜在可见红外、紫外区都早已是常规生产的产品而软 X 光区的反射镜却直到最近才研制成功,其主要原因是在软 X 光区不存在无吸收的透明材料,并且一切材料在这一波段的折射率都接近于 1。

1972 年,美国 IBM 公司的 Spiller^[7] 提出,如果用高吸收材料与低吸收材料来代替高折射材料与低折射材料,也可以得到较高的反射率。1976 年, Haelbich 和 Kunz^[8] 在 Spiller 的帮助下首次制成了波长在 90 \AA 到 190 \AA 之间的金-碳多层膜反射镜,最高反射率达到 2.7%。此后,多层膜软 X 光反射镜有了飞速的发展。现在,世界上已有十多个国家能制备这种反射镜了。

我们近年来也开展了这方面的研究工作,成功地制备了一批镍-碳多层膜软 X 光反射镜,层数为几层至几十层,周期为几十至上百埃。对于这些样品,我们用小角 X 光(CuK_α 线)衍射仪、俄歇电子能谱仪、探针扫描轮廓仪等仪器测试了它们的周期、结构、成分及表面形态等,其中一块(十二层、周期 63 \AA)于 1986 年 7 月送去日本东北大学直接测量了它的软 X 光反射率,结果为:在 133 eV (93 \AA) 处,反射率为 1.1%;在 203 eV (61 \AA) 处,反射率为 1.8%。

二、软 X 光反射镜的设计

设计一个多层膜软 X 光反射镜,首先要选择材料。各种材料在软 X 光区的折射率可写为:

$$n = 1 - \delta - i\beta, \quad (1)$$

收稿日期: 1987 年 4 月 20 日; 收到修改稿日期: 1987 年 6 月 11 日

其中, δ 叫做缩减量、 β 叫做吸收率, 都是一个很小的量 ($10^{-2} \sim 10^{-4}$)。各种材料的 δ 和 β 值可由文献 [9] 查得。折射率为 $n_1 = 1 - \delta_1 - i\beta_1$ 和 $n_2 = 1 - \delta_2 - i\beta_2$ 的两种材料界面上的反射系数为

$$\gamma = \frac{(\delta_2 - \delta_1) + i(\beta_2 - \beta_1)}{2 - (\delta_2 + \delta_1) - i(\beta_2 + \beta_1)} \approx (\Delta\delta + i\Delta\beta)/2. \quad (2)$$

由此可知, 为使反射率大, 应选择两材料折射率之差 $\Delta\delta$ 和 $\Delta\beta$ 都尽量大。我们把 δ 、 β 大的材料叫 H 材料(高吸收), 反之则为 L 材料(低吸收)。考虑到实际高纯材料的易于获得及易于形成均匀的极薄膜层, 在常温下不相互扩散或产生化学反应及蒸镀方便、无毒性等因素, 我们首先选择镍作为 H 材料 ($n_{Ni} = 0.9595 - i0.038$, $\lambda = 90 \text{ \AA}$), 碳作为 L 材料 ($n_C = 0.9837 - i0.00182$, $\lambda = 90 \text{ \AA}$)。

与可见区的四分之一波长堆相似, 多层膜软 X 光反射镜的设计一般也采用周期性膜系, 即 $G(HL)^N A$ 膜系, 其中 G 为基板, H 、 L 为相应材料的膜层, N 是周期数, A 是周围媒质(空气或真空)。显然, 为使各周期的反射光同位相, 应使

$$D = D_H + D_L = \lambda/2 \cos \phi, \quad (3)$$

其中 λ 是要求反射的软 X 光波长, ϕ 是入射角(由于 $n \approx 1$, 折射角与入射角几乎相等), D_H 和 D_L 是 H 层与 L 层的厚度(由于 $n \approx 1$, 光学厚度与实际厚度相差无几)。 D 称为多层膜的周期。

在一个周期内, D_H 与 D_L 的比值是一个有待设计的量。为了使从 H 层到 L 层的反射光与从 L 层到 H 层的反射光同位相, 应使 $D_H/D_L \rightarrow 1$ ($D_H = D_L = \lambda/4 \cos \phi$, 与四分之一波长堆一致); 但由于在 H 层中的吸收远大于在 L 层中的吸收, 为尽量减少吸收, 应使 $D_H/D_L \rightarrow 0$ (类似于晶体中的布喇格反射)。究竟 D_H/D_L 取何值为佳, 是与两材料的折射率及总层数等情况有关的, 必须进行反复的计算和比较。为此, 我们编制了一套程序由计算机来确定 D_H/D_L 的最佳值。计算结果表明, 当 N 较小时, 这个比例接近于 1, 而当 N 较大时, 它趋近于一个小于 1 的确定的值。例如, 对于中心波长 $\lambda = 95 \text{ \AA}$, 入射角 $\phi = 40^\circ$ 的情况, 镍-碳膜的最佳 D_{Ni}/D_C 值与周期数 N 的关系如图 1 所示。当然, 由于 n 并非真正等于 1, 故由 $D = \lambda/2 \cos \phi$ 确定的周期也是近似的, 须由计算机作修正, 但它可以作为计算机搜索最佳周期时的初始值。

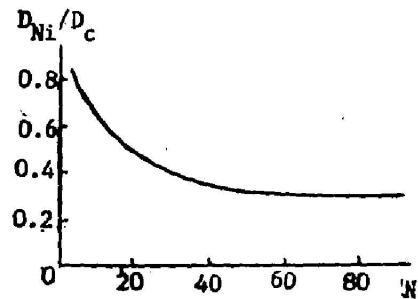


Fig. 1 Calculated relation between the Ni:C layer thickness ratio D_{Ni}/D_C for the optimum reflectivity and the number of layer pairs (wavelength: 90 \AA ; incident angle: 40°)

三、软 X 光反射镜的制备

制备多层膜软 X 光反射镜有多种方法。我们采用的是与镀制一般可见区多层高反射膜类似的电子束真空蒸镀法。此方法除了基板要求更为光洁和膜层要求更为致密以减少 X 光的散射以外, 最主要的是膜厚监控要求更为严格。这种极薄膜系的监控方法, 在国际上有溅射时间监控法^[10]、激光脉冲监控法^[11]及软 X 光反射率实时测量监控法^[12]等, 但这些方法

在国内目前尚有一定困难。我们采用了一种与上述方法在原理上完全不同的方法, 这种方法: 首先用自制的 ATR 薄膜光学常数测定仪^[13]精确测出两种镀膜材料的单层超薄膜在 6328 Å 的光学常数(在我们的实际条件下, 测得 $n_{Ni}=2.56-i2.19$, $n_C=2.30-i0.721$; 多次镀膜和多次测量的结果, 使得以掌握工艺, 保证每次镀膜所得的镍膜和碳膜的光学常数都稳定在 5% 以内); 然后根据这些光学常数和基板的光学常数按设计出来的 D_H 和 D_L 值逐层算出样品对 6328 Å 的透射率(或反射率); 最后用一套精度较高的光学透射率(或反射率)实时测量设备对膜厚进行监控。分析表明, 若透射率监控精度为 0.2%, 则制备一个典型的二十层镍-碳膜时各层膜厚偏离的最大量为 11.5%, 而软 X 光反射率峰值波长的位移为 3%, 峰值反射率相对值降低 1.5%。实际监控的结果表明, 只要在工作中十分谨慎, 这种监控方法可以达到较高的重复性。用它来监控二十层以内的镍-碳软 X 光反射镜是可行的、可靠的。

我们所用的基板有高精度抛光的光学玻璃和<111>晶向的单晶硅片两种, 其表面光洁度经 Alpha Step 200 型表面轮廓仪测定, 均优于 15 Å。采用的膜料是高纯石墨和高纯镍粉, 蒸镀速率一般为 0.5 Å~1 Å/sec。

四、测试结果与讨论

图 2 是用 XD-3A 型 X 光衍射仪(日本 SHIMADZU 公司)测得的一个玻璃基板上的 14 层镍-碳膜样品($D_{Ni}=16$ Å, $D_C=54$ Å)的衍射曲线与理论计算曲线的比较。由图可见, 测得的一级衍射峰位置与计算结果符合得很好, 而二、三级衍射峰的峰值位置及相对高度有些偏离。估计这主要是膜厚监控中的误差所引起的。

图 3 是用 Φ -590 型俄歇电子能谱仪(美国 PERKIN-ELMER 公司)测得的一个在硅基板上的层 8 镍-碳膜样品($D_{Ni}=23$ Å, $D_C=38$ Å)的剖面分析图。由图可见, 镍-碳峰相互交替, 呈现明显的层状结构。镍、碳边界不尖锐, 这是因为在氢离子刻蚀过程中的撞击效应及俄歇电子有大约 10 Å 的穿透深度所造成的。

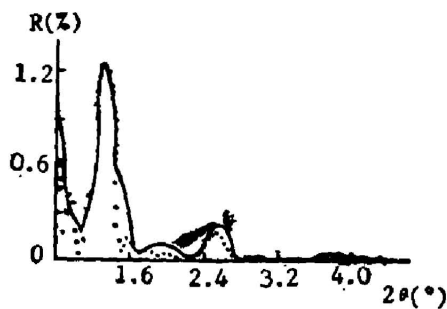


Fig. 2 Comparison of observed X-ray(1.54 Å) diffraction performance for a 14-layer Ni/C film deposited on glass substrate with the theoretical computation ($D=70$ Å).
(solid line: measured curve; dot line: theoretical curve)

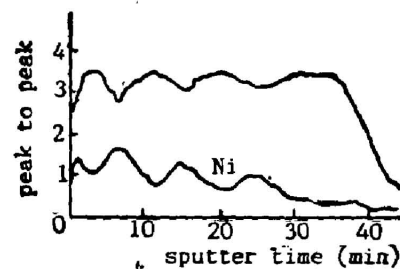


Fig. 3 AES depth profile of an 8-layer Ni/C film deposited on silicon substrate

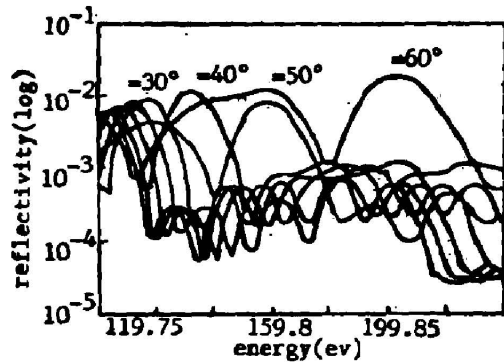


Fig. 4 Measured soft X-ray reflectivity of a 12-layer Ni/C film deposited on glass substrate (ϕ is the incident angle)

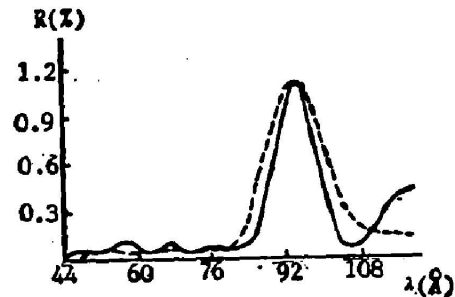


Fig. 5 The same reflectivity curve of $\phi=40^\circ$ as shown in Fig. 4 is compared with the theoretical calculation (solid line: theoretical curve; dot line: measured curve)

图 4 是 1986 年 7 月在日本东北大学计测研究所测得的一个玻璃基板上的 12 层样品 ($D_{Ni}=16 \text{ \AA}$, $D_C=47 \text{ \AA}$) 的软 X 光反射率曲线。由图可见, 这个样品在近正入射时的反射率约 0.7% (100 eV, 124 \AA), 而在 60° 入射时的反射率达 1.8% (203 eV, 61 \AA)。图 5 是它在入射角为 40° 时的测量曲线与理论计算曲线的比较。为便于比较, 计算曲线的反射率数值降低了 57%, 以与实测曲线的主峰高度一致。由图可见, 主峰的位置、形状符合较好而次峰有较多偏离, 估计也是膜厚控制上的误差所致, 而主峰高度的差别则主要是基板和膜层界面的粗糙度所造成的^[14]。

本文工作是在复旦大学章志鸣教授和中科院上海光机所王之江研究员的指导下进行的, 在测量工作中还得到日本东北大学波冈武教授的支持和帮助, 在此谨表示衷心的感谢。工作中还得到复旦大学物理系、电子工程系的林荣富、俞鸣人、黄金林、孙琳、杨心亮、吴苏华等同志的大力协助, 在此一并致谢。

参 考 文 献

- [1] J. H. Underwood, D. T. Attwood; *Physics Today*, 1984, **37**, No. 4 (Apr), 44~52.
- [2] J. Kirz, H. Rarback; *Rev. Sci. Instrum.*, 1985, **56**, No. 1 (Jan), 1~13.
- [3] Y. Lepetre et al.; *Opt. Comm.*, 1984, **51**, No. 3 (Sep), 127~130.
- [4] P. Dhez; *SPIE Proc.*, 1985, 563, 158~163.
- [5] E. Spiller; *Nuclear Instrum. and Methods*, 1980, **177**, No. 1 (Nov), 187~192.
- [6] J. H. Underwood; *American Scientist*, 1978, **66**, No. 4 (July~Aug), 476~486.
- [7] E. Spiller; *Appl. Phys. Lett.*, 1972, **20**, No. 9 (May), 365~368.
- [8] R. P. Haelbich, C. Kunz; *Opt. Comm.*, 1976, **17**, No. 3 (Jun), 287~292.
- [9] B. L. Henke et al.; *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, 1982, **27**, No. 1 (Jan), 1~144.
- [10] T. W. Barbee, Jr.; *AIP Conf. Proc.*, 1981, **75**, 131~145.
- [11] S. V. Gaponov et al.; *Opt. Comm.*, 1981, **38**, No. 1 (Jul), 7~9.
- [12] E. Spiller; *AIP Conf. Proc.*, 1981, **75**, 124~130.
- [13] 杨心亮等; *光学学报*, 1985, **5**, No. 6 (Jun), 557~561.
- [14] E. Spiller et al.; *Opt. Engin.*, 1986, **25**, No. 8 (Aug), 954~963.

Preparation of multilayer soft X-ray mirrors

ZHENG TIANSHUI AND SHEN YUANHUA

(*Department of Physics, Fudan University, Shanghai*)

(Received 20 April 1987; revised 11 June 1987)

Abstract

In this paper we described the design and preparation method of Ni-O multilayer soft X-ray mirrors with emphasis on the thickness monitoring method. The optical coefficients of Ni and O superficial layers at 6328 Å are determined by ATR method and so their thicknesses could be monitored by measuring the transmittance of the sample at that wavelength during deposition. The depth profile of a sample was analyzed with AES; the diffraction performance at 1.54 Å and the reflectivities at soft X-ray region of some samples were measured and compared with the theoretical calculations.

Key words: soft X-ray; mirror; Ni-O multilayers.