

软 X 光多层膜位相型矩形光栅的实验研究 及其光学特性

袁利祥 范正修 殷功杰 易 葵 邵建达

(中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800)

崔明启 刘丽冰 缪建伟 陈光辉

沈孝良

(中国科学院高能物理研究所

(复旦大学分析测试中心, 上海 200433)

北京国家同步辐射实验室, 北京 100039)

摘 要 详细给出了软 X 光多层膜位相型矩形光栅的实验、分析测试结果以及在北京国家同步辐射实验室测得的光学衍射特性, 并进行了分析.

关键词 软 X 射线位相光栅, 多层膜, 衍射特性.

1 引 言

大角度乃至正入射软 X 射线薄膜的研制在近十年中已取得长足进展, 因而软 X 光薄膜元件在足够反射率的基础之上已朝具有色散或会聚功能等方向发展^[1~3]. 由于它的巨大的潜在应用价值, 具有色散作用的软 X 光多层膜光栅尤其是位相型光栅已成为一个研究热点, 作者在前期工作中已报道了对软 X 光多层膜位相型光栅的理论研究^[4,5], 本文报道软 X 光多层膜矩形位相光栅的实验制备、分析以及在北京同步辐射实验室 3B1 束线上测量的结果.

2 实验制备

软 X 光多层膜位相光栅是先光洁平基板上刻蚀深度为波长量级的光栅, 然后上面镀制多层膜得到的. 光洁基板采用 Si(111 面切割), 表面粗糙度在 1.0 nm 左右. 用 Ar⁺ 激光器曝光制作全息直条纹光栅掩模, 激光波长 457.9 nm, 全息光栅周期宽度 880.0 nm. 离子束刻蚀全息光栅掩模采用 Kaufman 平行离子源, 工作气体为氩气, 离子源与基板严格平行, 工作气流 2.1×10^{-2} Pa, 刻蚀离子能量 250 eV, 束流 30 mA, 刻蚀深度由时间控制, 刻蚀深度与时间的关系由台阶仪严格定标. 软 X 光多层膜的镀制采用离子束溅射方法, 用石英晶振控厚仪控制厚度, 交替镀制的膜系材料选为 Mo/Si, 鉴于 Mo、Si 两种靶材溅射速率的不同, 为便于石英晶振控厚仪控制, 溅射 Mo、Si 两种材料时采用不同能量的 Ar⁺ 束, Mo 靶工作时 Ar⁺

* 本课题得到国家 863 高技术计划的资助

收稿日期: 1994 年 2 月 1 日; 收到修改稿日期: 1994 年 3 月 14 日

能量为 600 eV, 束流 40 mA, Si 靶工作时 Ar^+ 能量为 900 eV, 束流为 50 mA.

3 测试结果与分析

3.1 扫描电子显微镜测试

用日本岛津公司的 EPAM-8705 QHZ 电子探针对几种样品作扫描电镜的二次电子成像分析, 高能入射电子束垂直光栅表面入射, 结果如图 1(a), (b), (c) 所示, 三张照片放大倍数均为 3600 倍. 分别对应于: 图 1(a) 基板上的全息光栅掩模; 图 1(b) 离子束刻蚀后的矩形光栅, 刻蚀深度 19.5 nm; 图 1(c) 在刻蚀光栅基础上镀 Mo/Si 周期性多层膜, 周期厚度 D 为 12.76 nm, 共 25 层, Mo 厚度与周期厚度之比 $\Gamma = d_{\text{Mo}}/D = 0.26$. 由图 1 可见, 离子束刻蚀后及镀膜后直条光栅台阶都清晰, 也很均匀, 光栅周期均为 $0.88 \mu\text{m}$. 刻蚀前光栅线空比约为 1:1, 由图 1(a)、(b) 比较可以发现, 离子束刻蚀后, 光栅台阶部分比起刻蚀前光刻胶掩膜挡住部分变得稍窄一些, 光栅槽底部分变得略宽一些, 即线空比略有点变化, 而光栅周期不变, 刻蚀后图 1(b)、(c) 线空比为 1:1.1 至 1:1.2, 这是由于全息光栅掩模横截面为正弦形(非严格矩形)导致刻蚀后光栅截面为梯形的缘故. 虽然光栅线空比发生变化是导致衍射效率变化的一个因素, 但由参考文献[5]理论计算可得线空比 1:1.2(理论设计 1:1)对衍射效率影响是很小的. 图 1(b)、(c) 相比较, 图 1(c) 中光栅台阶边缘没有图 1(b) 清晰, 即镀膜后光栅台阶边缘有点填平作用, 这也是由于刻蚀后截面为梯形所导致的.

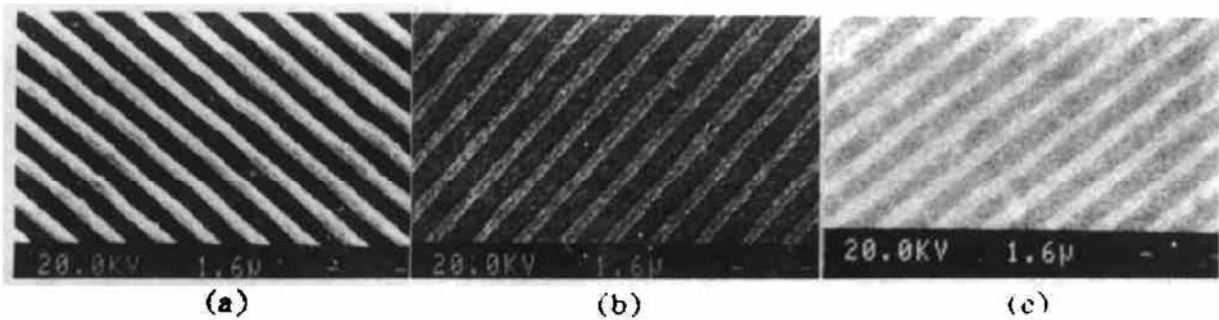


Fig. 1 SEM photograph of gratings ($\times 3600$), (a) holograph grating, (b) after ion etching, (c) after coating multilayer

3.2 台阶仪测试

用英国 Taylor-Hobson 的 Talystep 测试光栅的刻蚀深度. 由于台阶仪的刀头横向尺寸的限制, 对于周期为 $0.88 \mu\text{m}$ 、深 12.0 nm 至 20.0 nm 的光栅难以测到槽底完整轮廓, 故刻蚀深度的测量需取完全一样的基片用半导体光刻法制作周期 $D = 6 \mu\text{m}$ 的掩膜片, 再加完全一样的刻蚀条件用台阶仪测量得到. 分别制作深度 h 为 9.0 nm、12.0 nm、15.5 nm、19.5 nm 四种深度光栅, 衍射效率及透射电镜的测量证明本文用台阶仪的测量深度是很精确的. 抽样测试一片在中科院上海冶金所测得深 $h = 15.2 \text{ nm}$ 的刻蚀光栅, 在中科院北京高能所测得结果深为 15.0 nm, 这也说明的刻蚀深度控制已达到相当的精度.

3.3 透射电子显微镜测试

透射电子显微镜是分析多层膜光栅横截面形貌的最理想工具, 只是 nm 量级的多层膜光栅的电镜样品制作极其困难, 样品切割方向要求与光栅刻线严格垂直, Si 基板切割又极易碎



Fig. 2 TEM photograph of phase multilayer grating ($\times 49000$)

落,透射电镜制样分析的周期也太长.图2是透射电镜照片,放大倍数是49000倍,电镜型号是Philips EM430,加速电压为300 kV.图2可以用来直观观察多层膜光栅的截面横向周期、线空比、离子束刻蚀后光栅截面形状以及软X光多层膜镀制在光栅上随着膜层增加薄膜的光栅截面形状的变化趋势.可以清晰看到,光栅槽面比较平滑,槽内多层膜界面尖锐,薄膜表面平整均匀,这说明,离子束刻蚀及多层膜沉积是成功的,光栅台阶上部膜层波动是由于当时送样的片子在离子束刻蚀后镀膜前残余光刻胶未擦洗干净造成的.另外又可看到,离子束刻蚀后的光栅截面确实略呈梯形,但变形程度很小.随着镀制膜层的增加,光栅台面与槽部相邻处有填平及展宽的趋势,这与扫描电镜得到的结果很吻合.

3.4 Cu K α 硬 X 射线低角测衍射特性

3.4 Cu K α 硬 X 射线低角测衍射特性

低角 X 光 Cu K α 衍射不但可以精确测量多层膜周期,而且可以直接用来研究软 X 光多层膜光栅的衍射特性.前者已有详细报道^[6],后者由多层膜光栅的衍射图可以得到很多信息,限于篇幅,将另文发表.

3.5 衍射效率测试

光学衍射特性在北京国家同步辐射实验室 3B1 束线的软 X 光多层膜反射率计上测量.由 300.0 nm 厚的 Al 膜作入射同步光的滤光片,波长透过范围为 17.0 nm 至 19.9 nm,通过调节 Mo/Si 多层膜单色器的角度可选择单色器的反射波长,其范围是 12.7 nm 至 19.9 nm.测试时单色器角度定为 65°,软 X 光测试波长为 18.53 nm.样品 MLG13 的光栅参数:深 15.5 nm,周期 0.88 μm ,线空比 1:1.1,覆盖的周期性 Mo/Si 多层膜周期厚度 $D = 12.76$ nm, $d_{\text{Mo}}/D = 0.26$,共 21 层.从零开始首先对样品探测器进行 $\theta - 2\theta$ 扫描测试,发现 $\theta = 50^\circ$ (为掠入射角)左右为多层膜高反射区域,将样品定于 $\theta = 48^\circ$,探测器在 2θ 即 96° 左右单独进行精细扫描,角分辨率为 0.02° .在 94.44° 及 97.54° 处分别测到很强的 ± 1 级衍射峰,角度分布及强弱关系如图 3 所示. $+1$ 级衍射光与零级衍射光的角分离是 1.54° , -1 级衍射光与零级光角分离 1.56° ,根据扫描电镜测得光栅周期 $d \approx 0.88 \mu\text{m}$,理论计算 ± 1 级衍射光应位于零级光左右的 1.52° 的位置,与实验测量结果基本一致.

Table 1: Comparison of diffraction efficiency between theory calculation and experiment measurement

diffraction order	-1	0	1
theory value(%)	6.13	6.02	6.13
measured value(%)	6.0	7.67	6.88

在 92.96° 及 99.04° 处也测到了较弱的二级衍射光.该测量条件下的衍射效率的理论计算值与实验测量值,列于表 1,发现两者基本相符,零级衍射峰和 1 级衍射峰的测量值比理论值还略高

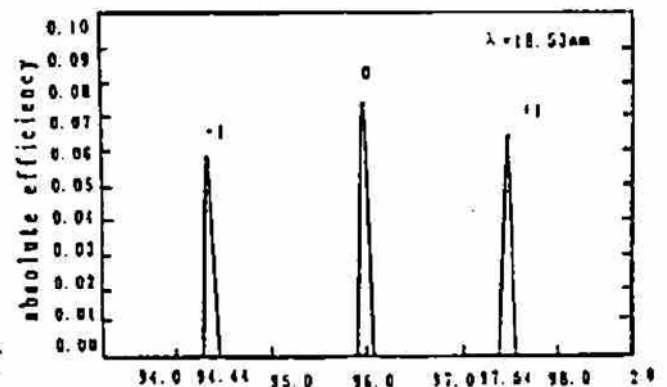


Fig. 3 Diffraction efficiency measured at Beijing National Synchrotron Facility with detector scanning and grating fixed at 48°

些. 原因可能有几个方面:

1) 测量装置上, 透过 Al 滤光片以及单色器入射到样品上的光斑为 $3\text{ mm} \times 20\text{ mm}$, 对于多层膜光栅来说, 横向尺寸 3 mm 是较大的, 可能会影响从样品中出射光束的角分辨率. 同时探测器的接收狭缝如较大, 会造成相邻衍射级次光之间的小部分重叠, 造成测量值与比真实值之间有些误差.

2) 理论计算上, 国际上通常使用的一些光学常数还缺乏真正权威可信的数据, 这就导致理论计算多层膜光栅效率时也有一定偏差.

3) 测量数据是将探测器扫描过程中获得的光信号转变成电信号读出的, 读数误差也是不可避免的.

结 论 从实验及几种测试手段的分析可以看到, 离子束刻蚀与软 X 光多层膜沉积都达到了一定精度. 虽然刻蚀会造成线空比略发生变化, 截面也略呈梯形, 但对衍射效率的影响都很小. 提高基底质量, 进一步提高光栅刻蚀精度以及多层膜制备技术可以提高多层膜光栅的衍射效率, 缩小测试光斑尺寸与探测器接收狭缝, 增大探测器与样品之间的距离, 以及改多层膜单色器为多层膜光栅单色器以提高出射光束单色性等都将大大提高探测精度.

感谢中国科技大学同步辐射实验室傅绍军高级工程师在全息光栅研制中给予的大力帮助, 中科院上海硅酸盐研究所李香庭高级工程师在电子探针分析中给予的帮助.

参 考 文 献

- [1] H. Berrouane, *et al.*, Soft X-ray multilayer gratings with subhalfmicron period. *Opt. Commun.*, 1990, **76**(2): 111~115
- [2] Andrew M. Hawryluk, *et al.*, Soft X-ray beamsplitters and highly dispersive multilayer mirror for use as soft X-ray laser cavity components. *Proc. SPIE*, 1986, **688**: 81~90
- [3] J. —M. Andre *et al.*, Multilayer gratings for the soft X-ray region. *Rev. Sci. Instrum.*, 1992, **63**(1): 1399~1403
- [4] 袁利祥, 范正修, 软 X 激光反射输出镜的近似理论设计. *中国激光*, 1993, **A20**(5): 356~361
- [5] 袁利祥, 范正修等, 应用微分电磁理论研究软 X 光衍射光栅. *中国激光*, 1994, **A21**(2): 136~140
- [6] 殷功杰, 范正修等, 小角衍射法精确测定 Mo/Si 软 X 射线多层膜的结构. *中国激光*, 1993, **A20**(12): 900~905

Development and Optical Performance of Soft X-ray Multilayer Phase Laminar Grating

Yuan Lixiang Fan Zhengxiu Yin Gongjie Yi Kui Shao Jianda

(*Shanghai Institute of Optics & Fine Mechanics, Academia Sinica, Shanghai 201800*)

Cui Mingqi Liu Libing Miao Jianwei Cheng Guanghui

(*Institute of High Energy Physics, Academia Sinica, Beijing 100039*)

Sheng Xiaoliang

(*Centre for Measurement & Analysis, Fudan University, Shanghai 200433*)

(Received 1 February 1994; revised 14 March 1994)

Abstract The development and characterization of soft X-ray multilayer phase laminar grating are given detailly. The optical performance was measured at Beijing Synchrotron Radiation Facility, the results are discussed and analysed.

Key words soft X-ray phase grating, multilayer, optical performance.