

# 软 X 射线多层膜分束镜的研制

易 葵 邵建达 范正修 袁利祥

(中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800)

**摘 要** 介绍了软 X 射线多层膜分束镜的制备, 采用腐蚀基底法和氯化钠脱膜分离法制备且获得了大面积的 Mo/Si 多层膜分束镜.

**关键词** 软 X 射线多层膜, 分束镜, 腐蚀, 脱膜.

软 X 射线激光器由增益介质与正入射多层膜反射镜和分束镜组成<sup>[1, 2]</sup>. 软 X 射线激光器的输出镜通常有两种形式, 如图 1 所示. 图 1(a) 中, 它由光栅和多层膜组成, 在这方面本文作者已研制了位相型光栅和多层膜构成的软 X 激光输出镜, 取得了良好的结果<sup>[3]</sup>; 图 1(b) 中, 它是由一块无衬底的多层膜构成, 考虑到输出镜既要求有高的反射率又要求有一定的透过率, 以及光学系统中的光路安排, 这种输出镜有着重要的地位和作用.

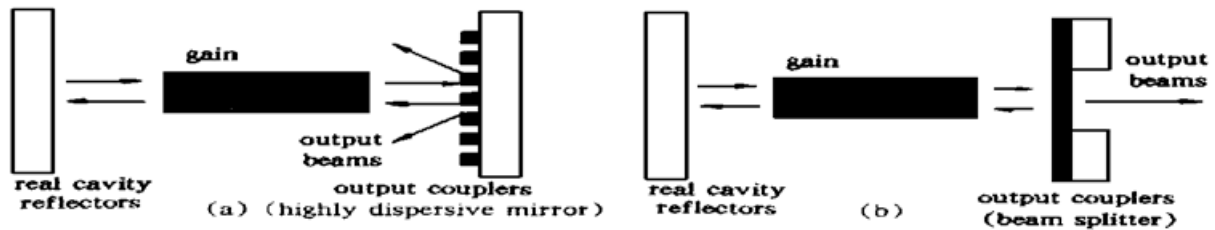


Fig. 1 Two X-ray optical components, the highly dispersive multilayer mirror (a) and the X-ray beamsplitter (b)

## 1 分束镜的制备

### 1.1 制备方法

对一分束镜来说, 除了有较高的反射率外还应有一定的透过率. 由于在 X 波段所有材料的折射率接近于 1, 且存在吸收, 使得 X 射线在较小入射角时, 其反射率几乎为 0, 只有在掠入射时才能获得高的反射率. 在正入射的情况下, 每种材料的单界面反射率仅在  $10^{-4} \sim 10^{-6}$  之间, 要提高反射率, 就必须寻找特殊的膜系设计, 周期性多层膜是软 X 光在正入射下获得高反射率的一种典型膜系<sup>[4]</sup>. 由于材料对 X 射线的严重吸收, 要使分束镜有一定的透过率, 可采用无衬底膜这一结构. 通常, 分束镜的制备有如图 2 所示的几种方法<sup>[5]</sup>, 这些方法归纳

\* 国家自然科学基金资助项目.

收稿日期: 1997-11-06; 收到修改稿日期: 1998-03-02

分为腐蚀基底[图 2(a)~图 2(d)]和分离脱膜[图 2(e)]二种. 图中方法(a)是先基底两面各镀一层隔离层 2、3, 此层不会被腐蚀液腐蚀, 而基底被腐蚀液腐蚀, 接着将隔离层 3 刻去一块 A, 然后用腐蚀液将 A 处的基底腐蚀掉, 由于 2 不被腐蚀液腐蚀, 在 A 处就会留下一层隔离层 2, 最后在隔离层 2(此时也作为支撑层)上镀上多层膜; 方法(b)与方法(a)不同的是在镀好隔离层 2、3 之后, 先镀上多层膜, 再刻去 3 上一块 A, 将基底腐蚀掉, 这样有利于多层膜在沉积时不会因为 2 的破裂而无法沉积; 方法(c)是在(a)的基础上进一步用一种可腐蚀隔离层而不腐蚀多层膜的腐蚀液将隔离层 2 腐蚀掉, 这样可减少隔离层 2 对器件的透射性的影响; 方法(b)与方法(a)不同的是多层膜沉积在 2 的另一面(在被腐蚀面沉积); 方法(e)是在基底上先镀一层 NaCl 膜, 接着在 NaCl 膜上镀上多层膜, 然后将多层膜那面固定在带有孔的支撑架上, 将整体放入水中使基底与多层膜分离, 得到所需的无衬底膜. 方法(e)与方法(a~d)比较, 好处是不会因基底腐蚀不完全而影响透射性, 不利的地方是更易皱和破裂. 由于制备的多层膜既薄又脆, 要保证无衬底膜不皱和不破裂, 在制备工艺上难度较大.

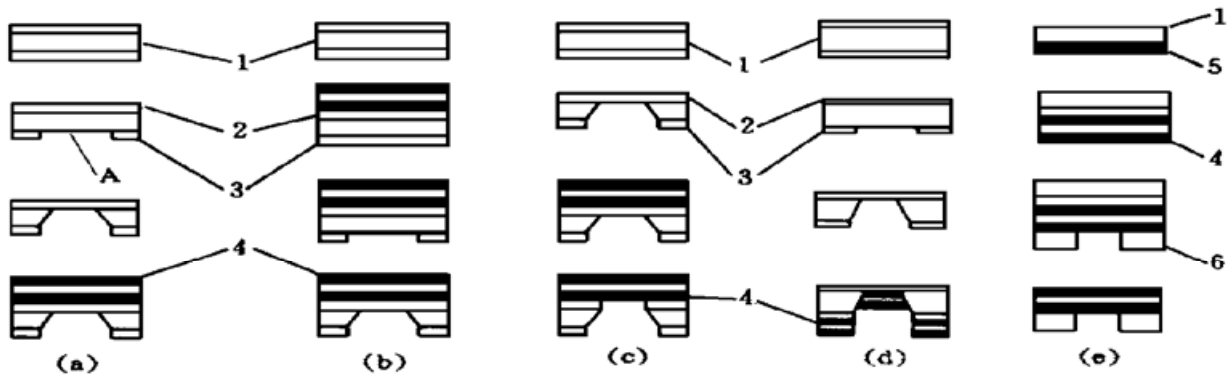


Fig. 2 X-ray beamsplitter and fabrication sequences. 1. substrate, 2. 3. etch stop, 4. multilayer, 5. NaCl coating, 6. supported frame

## 1.2 设计与制备

通常, 软 X 射线多层膜的结构是在基片上交叠沉积二种高低  $Z$  (原子序数) 材料的膜层. 多层膜的理论计算与常规光学薄膜的计算一样可以采用矩阵方法<sup>[6]</sup>. 本文作者对 13.5 nm 和 7.9 nm 两种波长 Mo/Si 无衬底多层膜进行了设计, 设计结果如表 1 所示.

Table 1. Design data

$\lambda$	incident angle	layers	$D$ /nm	$D_{\text{Mo}}$ /nm	$D_{\text{Si}}$ /nm	$R$ /%	$T$ /%
13.5 nm	0	15	7.016	3.517	3.499	26.32	54.95
7.9 nm	0	81	4.009	2.327	1.682	8.085	11.814

多层膜的制备是在四靶双离子溅射镀膜机和平面磁控溅射装置上完成的. 具体制备方法与精度控制参见文献[7~9].

从表 1 看出, 多层膜总厚度都很薄. 因此, 在镀多层膜之前先镀了一层材料 Mo 的膜作为支撑层. 对波长 13.5 nm, 支撑层 Mo 膜的厚度为 50 nm~100 nm, Mo/Si 多层膜的层数用 15 层, 理论计算结果如下: 支撑层  $D_{\text{Mo}} = 50$  nm 时, 反射率  $R = 24.58\%$ , 透射率  $T = 39.7\%$ ;  $D_{\text{Mo}} = 100$  nm 时,  $R = 23.2\%$ ,  $T = 28.3\%$ ; 对波长 7.9 nm, 支撑层 Mo 膜的厚度为 50 nm, Mo/Si 多层膜的层数用 81 层, 此时理论计算结果为:  $R = 8.01\%$ ,  $T = 8.86\%$ .

本文用腐蚀基底的方法(K9 玻璃基底和 HF 腐蚀液)制备了面积为 5 mm × 10 mm 的无

衬底多层膜; 另外用 NaCl 脱膜分离法获得了 3 mm × 18 mm 的无衬底多层膜.

## 2 测试与讨论

由于软X射线光源的限制, 不能及时对所做的分束镜在设计波长处进行测试. 作者利用小角 X 射线衍射的方法对所做的无衬底多层膜进行了一定的测试. 小角 X 射线衍射仪不但可以精确地测量多层膜的周期厚度<sup>[9]</sup>, 还可以作为测量软 X 射线分束镜特性的一种手段. 本工作的测量是在日本理学 D/Max-3C 全自动 X 射线衍射仪上进行的. 测量波长为 0.154 nm. 测量装置如图 3 所示.

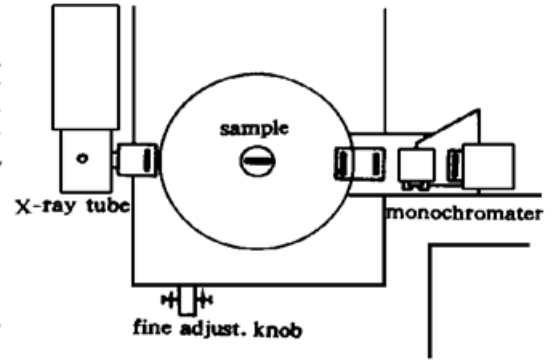


Fig. 3 Illustrated instructions of X-ray diffractometer

样品<sup>-</sup>的测量: 固定样品, 使样品膜面与入射 X 射线垂直, 让探测器在 0°附近(- 0.2°~ + 0.2°) 进行扫描得到如表 2 所示的测量数据. 样品<sup>-</sup>为:  $D_{Mo} = 2.1$  nm,  $D_{Si} = 4.88$  nm 的 Mo/Si 多层膜(7 个周期) 和一层 50.0 nm 左右的 Mo 衬底, 无衬底膜直径为  $\Phi 5$  mm. 理论上, 由公式  $I = I_0 \exp(-\mu\rho t)$ , 得出样品在 0°的透过率  $T = \frac{I}{I_0} = 98.88\%$ , 其中  $\mu$  为无衬底膜 Mo/Si 的质量吸收系数,  $\rho$  为无衬底膜 Mo/Si 的密度,  $t$  为无衬底膜的厚度. 从实际测量得到其透过率  $T = B_{NET}/A_{NET} = 98.85\%$ , 另外还测出了其小角 X 射线反射衍射曲线(图 4). 由此可看出获得的无衬底膜是成功的.

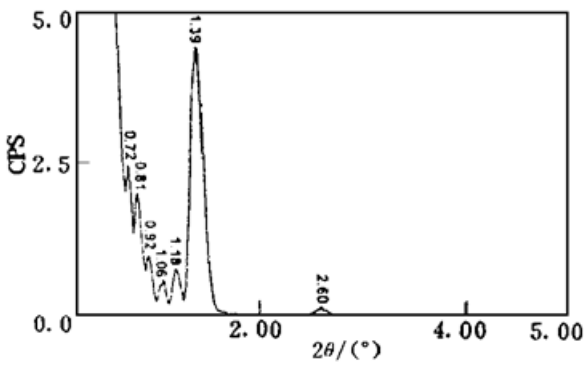


Fig. 4 Measured low angle X-ray diffraction of sample<sup>-</sup>(2θ-CPS)

Table 2. Measured data for sample<sup>-</sup>

	2θ/(°)	total/cps	back/cps	net/cps
A	- 0.014	272105	1098	271007
B	- 0.014	268906	1006	267900

A: measured data without sample<sup>-</sup>

B: measured data with sample<sup>-</sup>

样品<sup>-</sup>的测量: 将探测器固定在 0°位置上, 即与入射 X 射线在同一直线上, 使样品在掠入射角扫描, 得到小角 X 射线透射衍射曲线. 样品<sup>-</sup>的设计周期厚度为  $D = 4.0$  nm 左右 ( $D_{Mo} = 1.23$  nm,  $D_{Si} = 2.771$  nm, 40 个周期), 支撑层厚度为 50.0 nm 左右. 图(5)、图(6)为样品<sup>-</sup>的小角反射、透射衍射理论曲线. 图(7)、图(8)为样品<sup>-</sup>的实测曲线. 从图(7)看出无衬底膜具有良好的多

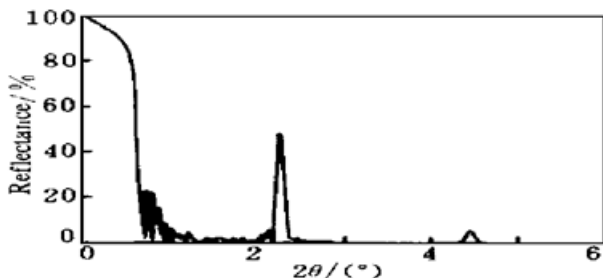


Fig. 5 Calculated pattern of the low angle X-ray diffraction of sample<sup>-</sup>(2θ-R)

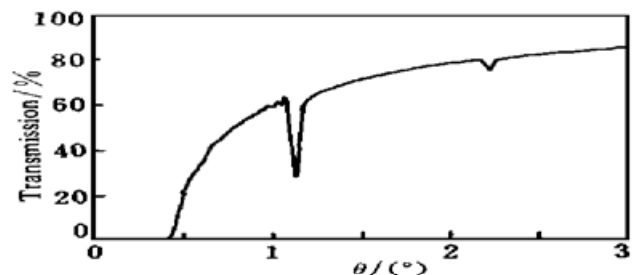


Fig. 6 Calculated pattern of the low angle X-ray transmission of sample<sup>-</sup>(θ-T)

层膜反射特性. 在图(8)中将 A-B 段放大后可看出在 C 处存在一透射峰, 表明所得到的无衬底膜具有多层膜的透射特性. 由此可看出获得的无衬底多层膜是成功的. 在透射衍射测量中由于透射光极强, 以及仪器噪声的影响, 透射峰不是很明显.

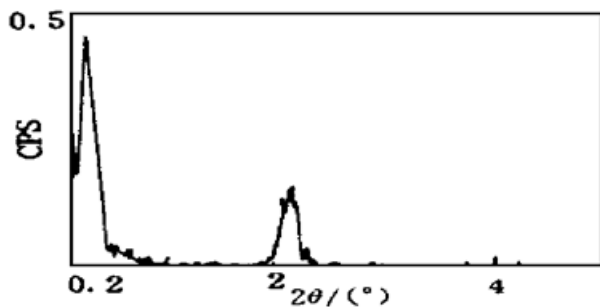


Fig. 7 Measured pattern of the low angle X-ray diffraction of sample  $\bar{}$  ( $2\theta$ -cps)

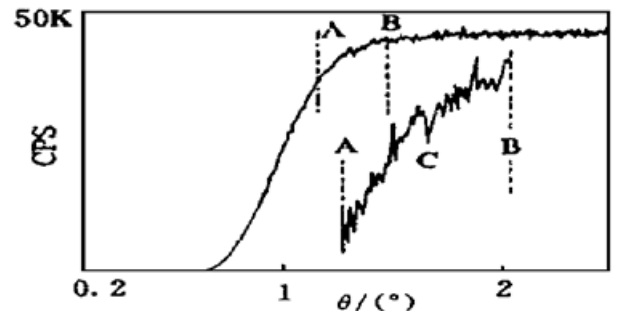


Fig. 8 Measured pattern of the low angle X-ray transmission of sample  $\bar{}$  ( $\theta$ -cps)

**结 论** 要获得大面积的无衬底多层膜作为软 X 激光的输出分束镜是可行的, 但作为器件来说要做得很好是很困难的, 既要做到大面积, 又要保证无衬底多层膜表面的平整度, 并且不破裂. 如果选择材料恰当使得多层膜膜层以及支撑层的应力分布等方面得到改善, 获得好的器件也是可能的.

### 参 考 文 献

- [1] Hawryluk A M, Ceglio N M, Stearns D G *et al.*. Soft X-ray beamsplitters and highly dispersive multilayer mirrors for use as soft X-ray laser cavity components. *Proc. SPIE*, 1986, **688**: 81~ 90
- [2] 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
- [3] 袁利祥, 范正修, 崔明启. 软 X 射线多层膜位相光栅. *光子学报*, 1994, **23**(Z2): 143~ 146
- [4] Michette A G. *Optical systems for soft X-rays*. New York: Plenum Press, 1986. 95~ 110
- [5] Hawryluk A M, Ceglio N M, Stearns D G *et al.*. Applications of microfabrication technology to X-ray laser cavities. *J. Vac. Sci. Technol.*, 1988, **B6**(6): 2153~ 2157
- [6] 唐晋发, 郑 权编. 应用薄膜光学, 上海: 上海科学技术出版社, 1984. 39~ 81
- [7] 邵建达, 范正修, 金 磊等. 制备软 X 光多层膜的转速控厚法. *中国激光*, 1991, **18**(3): 171~ 175
- [8] Yuan Lixiang, Fan Zhengxiu, Cui Mingqi *et al.*. Soft X-ray phase modulation multilayer dispersive element. *Opt. Engng.*, 1995, **34**(5): 1508~ 1511
- [9] 殷功杰, 范正修, 邵建达. 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

## Study of Soft X-Ray Multilayer Beamsplitters

Yi Kui      Shao Jianda      Fan Zhengxiu      Yuan Lixiang  
*(Optical Coating Center, Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics,  
 The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800)*  
 (Received 6 November 1997; revised 2 March 1998)

**Abstract** The design and testing of the soft X-ray multilayer beam-splitters are presented. The beam-splitters of Mo/Si multilayer with a large area by etching substrate and separating multilayer from substrate with NaCl coating are fabricated.

**Key words** soft X-ray multilayer, beam-splitter, etch, separate.