

国家同步辐射实验室反射率计误差分析

干蜀毅^{1,2} 刘正坤¹ 徐向东¹ 洪义麟¹ 刘 颖¹ 周洪军¹ 霍同林¹ 付绍军¹

(¹中国科技大学国家同步辐射实验室,安徽 合肥 230029)
(²合肥工业大学机械与汽车工程学院,安徽 合肥 230009)

摘要 中国科技大学国家同步辐射实验室“光谱辐射标准与计量实验站”上的反射率计主要用于测量各种光学元器件在 X 射线、真空紫外波段的反射率。为保证测试结果的精确性和可靠性,在大量实验数据的基础上,结合必要的理论推导,对反射率计测试误差来源及影响程度进行了分析,确定影响反射率计测试精度的主要因素包括光源、探测器、样品安装等。总结了光源波动、探测器损坏的几种典型形式,定性、定量地分析了这些因素和样品安装、光斑尺寸对测试精度的影响,针对性地提出了应对办法,把测试误差控制在 2% 以内,从而有效地保证了测试精度。

关键词 反射率计;同步辐射;反射率测量;误差分析

中图分类号 TB96 文献标识码 A doi: 10.3788/AOS20082811.2136

Error Analysis for Reflectometer in National Synchrotron Radiation Laboratory

Gan Shuyi^{1,2} Liu Zhengkun¹ Xu Xiangdong¹ Hong Yilin¹ Liu Ying¹
Zhou Hongjun¹ Huo Tonglin¹ Fu Shaojun¹

(¹ National Synchrotron Radiation Laboratory, University of Science and Technology of China, Hefei, Anhui 230029, China)
(² School of Mechanical and Automobile Engineering, Hefei University of Technology, Hefei, Anhui 230009, China)

Abstract The reflectometer in spectral radiation standard and metrology beamline of Hefei National Synchrotron Radiation Laboratory mainly measures reflectance and transmittance of various reflecting coatings in X-ray and vacuum ultraviolet wavelength region. To ensure the accuracy and reliability of the measurement, the error sources of the reflectometer and their influence on measurement were investigated. Based on experimental data and theoretic calculation, it has been found that the accuracy of the measurement is significantly dependent on the stability of the synchrotron radiation, the detector and the fixing of the sample. Several typical forms of the radiation fluctuating, detector damage and sample fixing are summarized, and their influences as well as influence of light spot size on measurement are analysed quantitatively and qualitatively. Some effective measures are taken to control the measurement error within 2%.

Key words reflectometer; synchrotron radiation; reflectance measurement; error analysis

1 引 言

合肥国家同步辐射实验室建有我国第一台以真空紫外和软 X 射线为主的专用同步辐射光源,主体

设备是一台能量 800 MeV、平均流强 100~300 mA 的电子储存环,用一台能量 200 MeV 的电子直线加速器作注入器。反射率计是国家同步辐射实验室光

收稿日期:2008-01-28;收到修改稿日期:2008-05-10

作者简介:干蜀毅(1963—),男,副教授,博士研究生,主要从事光学薄膜技术及设备等方面的研究。

E-mail: gansy@mail.ustc.edu.cn

导师简介:付绍军(1952—),男,教授,博士生导师,主要从事短波光、二元光学衍射光学、微细加工技术等方面的研究。

E-mail: sjfu@ustc.edu.cn

谱辐射标准与计量实验站的一个分支,提供波长在 5~140 nm 范围的入射光,专门用于测试光学元件在软 X 射线、真空紫外波段的反射率、透射率及衍射效率^[1],其主体结构采用一种同轴转动、平移轴系馈入系统,与美国的 Brookhaven 国家实验室同步辐射光源(BNL-NSLS)、德国的国家标准局(PTB)的 BESSY 类似^[2~7]。对角度的反射率测试可分波长扫描和角度扫描两种方式,波长扫描,即待测样品与入射光呈一固定夹角,利用单色器分光,测试同一入射角下不同入射波长的反射率;角度扫描,即固定入射波长,反射率计做 $\theta \sim 2\theta$ 角扫描,测量样品在一定入射波长下反射率随入射角变化情况。反射率计的建立为国内 X 射线~真空紫外波段光栅、反射镜测试作出了重要贡献。然而实际使用过程中也发现,由于各种因素的影响,反射率测量重复性差,可靠性令人怀疑。为保证测试结果的精度和可靠性,针对反射率计目前的工作状态,本文在大量实验数据基础上,结合必要的理论推导,分析反射率计测量误差来源及各种误差源对测量结果的影响方式、影响程度,并在此基础上提出相应对策,以保证测试精度和

测量可靠性,提高测试效率。

2 反射率计测试误差源分析

根据反射率计现有的结构、操作流程和加速器的运行状态,反射率计测试误差主要来源有以下几种。

2.1 光源

稳定而可靠的光源是保证反射率测量精度和可信度的关键。理想的同步辐射光源应该具有稳定性好、光谱纯度高、偏振性好等特点。合肥光源是二代机器,设计上的先天不足导致其不可避免的不稳定性。尽管为减小这种不稳定性,采用储存环束流对测得信号进行实时归一化修正,但这种修正效果非常有限。对已经完成注入的同步辐射光,归一化修正后的强度变化有几种形式:

1) 光源较稳定:实测的强度变化曲线如图 1 所示,(a) 中入射光强度在很小范围内有序波动(由大变,幅度变化小于 5%),实际中不多见,(b) 中则是在较大的范围内有序漂移(由小变大,幅度大于 10%),比较常见。

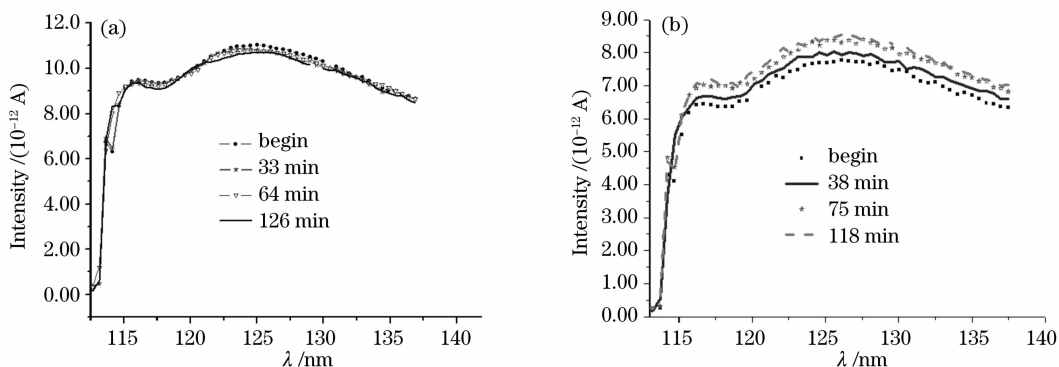


图 1 光源较稳定时测得的强度曲线 (a) 在很小的范围内有序波动, (b) 较大的范围内有序漂移

Fig. 1 Measured intensity of incident radiation when the synchrotron radiation source (SRS) is relatively stable.

(a) fluctuating slightly and regularly in a small range (b) drifting regularly in a large range

2) 光源不稳定:实测的强度变化曲线如图 2 所示,(a) 中入射光强度在很大的范围内跳动,幅度在 20% 左右。这种情况在注入刚完成、束流较强、尤其加摆荡器(Wiggler)时常见;(b) 则是在较大的范围内上下无规律漂移,幅度严重时高达 100% 以上,是一种常见的状态;(c) 则展示了光源在较大的范围内既漂移又大幅跳动的情况,不常遇到。

3) 光源在稳定和不稳定间:实测的强度变化曲线如图 3 所示,(a) 展现了入射光强度一开始稳定、慢慢有规律漂移(由小到大)、再剧烈振荡、最后“掉光”的过程。这种情况不多见,一般出现在光源束流

意外丢失(掉光)时;(b) 图则展示了入射光开始剧烈振荡、慢慢稳定的情况,一般在注入刚结束或束流由大变小时出现。

设反射镜真实反射率为 R , 则

$$R = I_r / I_i, \quad (1)$$

式中 I_r 、 I_i 分别为反射光和入射光强度。由于反射率计只有一个探测器,因此测试过程是先测入射光 I_i ,再将样品送入光路测反射光,即反射光、入射光不能同时测得。由于光源不稳定,在样品送入光路内,入射光的强度可能已发生变化,假设其变为 I'_i ,则由 I'_i 产生、并被测出的反射光已经变为 I'_r ,计算

所得的反射率为

$$R' = I'_r / I_i \quad (2)$$

显然 $R \neq R'$ 。根据 $R = I_r / I_i = I'_r / I'_i$ ，令 $R' = R + \Delta R$ ， ΔR 为测得反射率误差，则可推得

$$\Delta R / R = \Delta I_i / I_i \quad (3)$$

式中 $\Delta I_i = I'_i - I_i$ ，表示由于不能同时测试入射光、反射光而导致的光强变化，可正可负。可见，光源波动直接导致反射率测试出现误差。

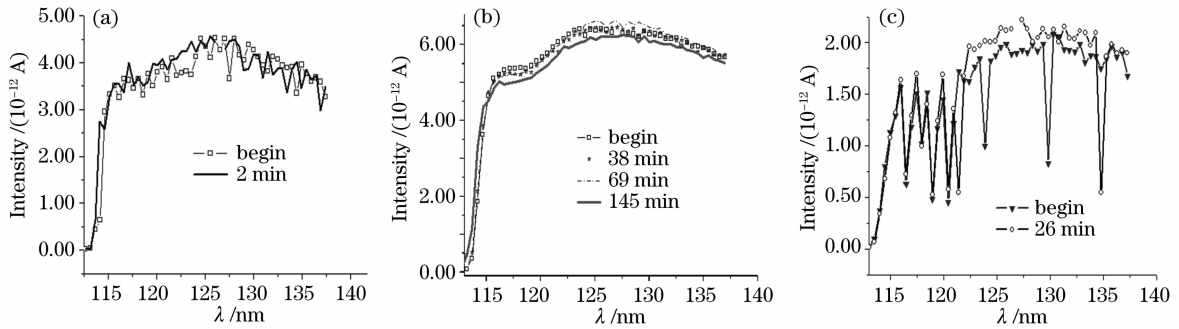


图 2 光源不稳定时测得的强度曲线 (a) 在很大的范围内跳动; (b) 较大的范围内无序漂移; (c) 既漂移又大幅跳动
Fig. 2 Measured intensity of incident radiation when the synchrotron radiation source (SRS) is not stable.

(a) jumping; (b) drifting randomly; (c) jumping and drifting, in a large range

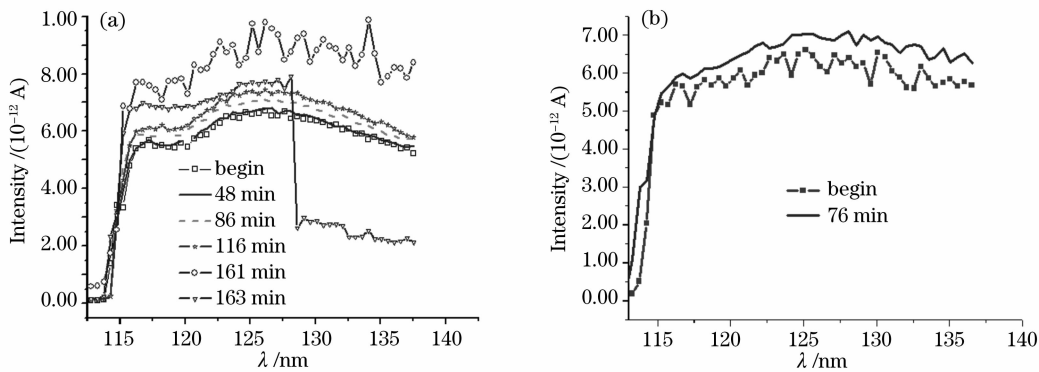


图 3 光源在稳定和 unstable 间 (a) 由稳定变不 stable; (b) 由不 stable 变 stable

Fig. 3 SRS is in the state of transition, (a) from stable to instable; (b) from instable to stable

光源影响反射率测试结果的另一个途径是光源的偏振状态,包括其中 p 光、s 光所含比例及其与入射面的夹角等。显然,不同偏振状态下测出的反射率没有可比性,除非采用正入射或掠入射。同步辐射的偏振态无法测量,给反射率的准确测量带来了问题。

光源中高次谐波对反射率测试也有严重影响。图 4 给出了以 Al 箔作滤片时入射光强度随波长变化情况,在 Al 吸收边(约 17 nm)的整数倍波长处可见明显高次谐波。由于反射镜对不同波长的入射光反射率有别,因此在有高次谐波情况下测得的反射率显然不准。

2.2 探测器

反射率计所用的的软 X 射线和真空紫外探测器是一种光电二极管^[8],型号 AXUV100G,探测面积约 10 mm×10 mm。新的、正常的探测器其探测面上各处对光强的反应应该是相同的,但若受到强

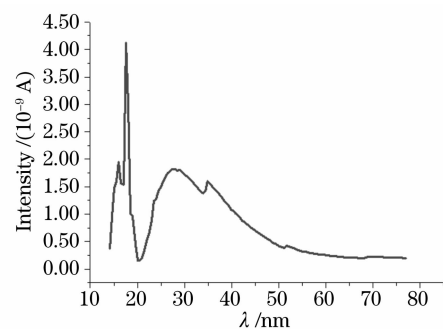


图 4 Al 箔作滤片时入射光中高次谐波随波长变化情况
Fig. 4 High-order harmonics in the incident light changing with wavelength when Al foil filter is used

光(如零级光)直接照射,则会严重损伤。图 5 给出了一组探测器对波长 120 nm 入射光的扫描测试曲线, (a) 为正常探测器扫描测试曲线,在有效扫描范围内探测器给出的信号高度一致,且重复性很好,信号变化范围在 1% 以内; (b) 为局部严重损伤的探测器扫描测试曲线,严重损伤处(P_3 点)探测器信

号比最高信号 (P_1 点) 小一个数量级, 但重复性不差, 较平坦部分测试结果不确定度约 2%; (c) 则给出了严重受损的探测器扫描测试曲线, 探测面上各处对光照的反应相差极大。若测量过程中某种原因

导致光斑位置发生变化, 而这种变化又发生在探测器受损区附近 (P_2 、 P_3), 则同样的光照, 探测器会输出差异很大的结果, 导致测量结果出现误差。

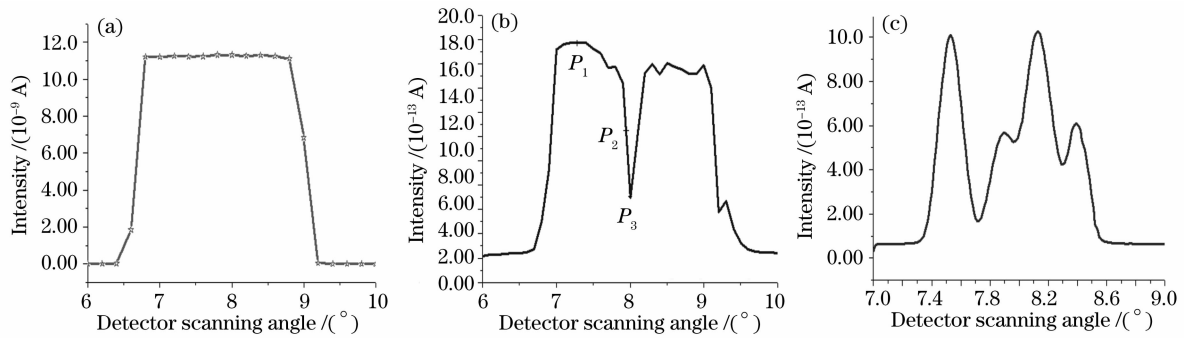


图 5 探测器对波长 120 nm 入射光的扫描测试曲线。(a) 正常探测器; (b) 局部严重损伤的探测器; (c) 严重受损的探测器
Fig. 5 Scanning curves of detectors for the incident wavelength of 120 nm. (a) normal detector; (b) partly damaged detector; (c) severely damaged detector

2.3 样品安装

样品安装不当, 引起测量误差, 严重时甚至无法获得反射信号。安装引起的问题主要有以下几种:

1) 安装后待测样品表面与样品台转动中心不在一个平面上, 而是高出或低于转动中心, 如图 6 所示。O 点为样品台旋转中心, 与入射光在同一平面上。待测样品表面高出 Δh , 测试时随着样品台转动, 入射光斑在样品上的位置发生变化, 反射光斑在探测器上的位置也会改变。其对旋转中心 O 点张角由图可以推出:

$$\Delta\theta = \arctan(2\Delta h \cos\theta/d) \quad (4)$$

式中 θ 为掠入射角, d 为样品台旋转中心到探测器平面的垂直距离 (即线段 OA)^[10]。由于 d 较大, 反射光偏离预定位置的距离 $\Delta L = d\Delta\theta$ 会在测量过程中变化。若 $\Delta h = 0.1$ mm, 根据具体结构尺寸, 可算出 $\Delta\theta = 0.038^\circ$, $\Delta L = 0.164$ mm; $\Delta h = 1$ mm 时,

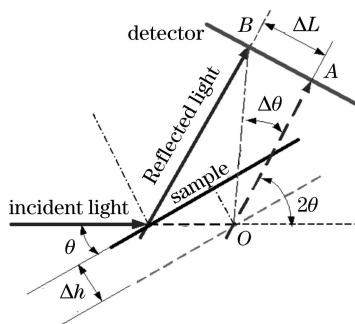


图 6 光轴和转轴不重合造成反射光斑位置发生变化
Fig. 6 Change of the position of reflected beam on the detector caused by the departure of a sample surface away from the rotating center of the holder

$\Delta L = 1.6383$ mm, $\Delta\theta = 0.38^\circ$ 。对图 5(a) 所示特性的探测器, 这种变化对测量精度没有影响, 但对图 5 (b), 图 5(c) 所示特性的探测器, 这种变化对测量精度显而易见。

出现 Δh 时, 还存在一个掠入射角临界值 θ_0 问题。若基片半径为 r , 则很容易推出 $\tan \theta_0 = (\Delta h/r)$, 若取 $\Delta h = 1$ mm, $r = 15$ mm, 则 $\theta_0 \approx 4^\circ$ 。掠入射角大于此值, 入射光才能射到样品上; 当 $\theta < \theta_0$ 时, 入射光不能射到样品上, 只能打在样品侧面;

2) 基片左右不平: 如图 7, 由于各种原因 (基片本身上下表面不平、安装不平等), 引起一个附加角 α , 则实际掠入射角为 $\theta + \alpha$, 入射线与反射线之间的夹角 $2\theta + 2\alpha$ 。若 $\alpha = 1^\circ$, 则 $2\alpha = 2^\circ$ 。由于实际探测器对旋转中心所张的接收角只有约 2° , 对信号接收影响非常大, 可能导致探测器只能接收部分反射信号, 甚至无法接收信号。

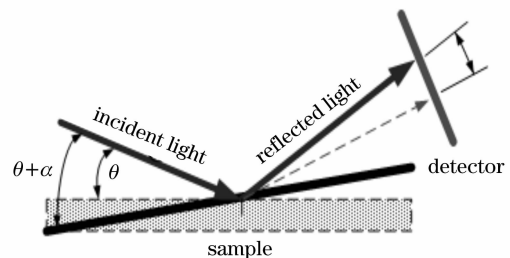


图 7 基片左右不平造成反射光斑在探测器上的位置发生变化
Fig. 7 Change of the position of reflected beam on the detector caused by the oblique sample surface to be measured

3) 前后不平:入射光斑具有一定的宽度,若样品前后不平,则安装后待测样品表面与样品台转动中心也不在一个平面上。根据分析,不同入射点的反射光斑在探测器上的位置不同,引起误差;

4) 混合不平:即样品表面前后、左右均不平整。这可能是最一般的情况。造成这种不平有样品表面本身加工的原因,更有可能是样品安装的原因。其引起的误差应为上述几种情况的综合。

2.4 入射光斑尺寸

入射光斑本身具有一定的尺寸。样品尺寸不能小于入射光斑的宽度 $B = b/\sin \theta$ (图 8),否则部分入射光会打在被测样品表面之外,造成反射率测量出现误差。当 θ 很小时, B 值会很大。例如取 $b = 1 \text{ mm}$,则 $\theta = 10^\circ$ 时, $B = 5.76 \text{ mm}$; $\theta = 5^\circ$ 时, $B = 11.5 \text{ mm}$; $\theta = 1^\circ$ 时, $B = 57.3 \text{ mm}$;显然,若样品在此方向尺寸小于 B 值,则部分入射光必然打在被测样品表面之外,从而给反射率测量带来误差。

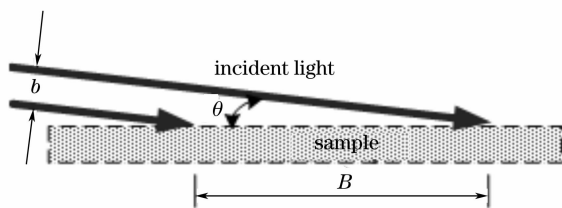


图 8 掠入射时入射光斑在样品表面占很大面积

Fig. 8 The incident light spot takes bigger area on the sample surface when the grazing angle is small

3 减少和消除误差办法

根据分析,为保证测试精度和测试数据的可靠性,在现有条件下,可以有针对性地采取以下一些措施^[10~15]:

3.1 对光源

实际测量时可采取一些措施,以有效保证反射率测试精度和测试数据的可靠性。这些措施包括:

1) 尽量避免在注入刚完成或束流较高 ($>120 \text{ mA}$) 时测量。

2) 光源较稳定时,数据可直接采用或根据测试时间进行线性修正。具体做法是先测入射光强度 I_i ,把样品送入光路后,测反射光强度 I_r ;退出样品后,再次测入射光强度,得 I'_i 。用下式对入射光强度进行修正:

$$I_{0m} = I_i - \frac{I_i - I'_i}{t} t_i, \quad (5)$$

式中 I_{0m} 为修正后的入射光强, t 为完成 I_i 、 I'_i 一个

循环所用测试总时间, t_i 为 I_0 、 I_r 测试时间间隔。

图 9 给出了两块样品经这种方法修正后的角度扫描测试曲线图,入射波长固定为 120 nm ,掠入射角在 $5 \sim 87^\circ$ 间变化。图 9(a) 中,入射光测试完成 13 min 后角度扫描,过 16 min 后再次角度扫描,然后退出样品,再测入射光,一个循环所用总时间 65 min 。图 9(b) 中,入射光测试完成 17 min 后角度扫描,过 20 min 后再次角度扫描,然后退出样品,再测入射光,一个循环所用总时间 68 min 。可见,间隔一段时间后、同样条件下二次测得的反射率曲线不重合,发生了明显的变化,但按上述方法修正后,修正后的两条曲线几乎完全重合,可见这种修正方法能够较好地消除入射光强随时间波动所带来的反射率测量误差。

3) 尽量缩短测试时间:现有反射率计入射光、反射光不能同步测量,同时样品进、出光路的速度太慢,一片样品的测试时间一般在半小时以上,3 片样品在测试顺利的情况下费时不少于 2 h ,使得测试精度极大地依赖于光源稳定性。为减小这种依赖,实际测试时对每一片样品均采取测试完毕后样品立即退出光路、重测入射光,对样品测试前、后的入射光强度变化情况进行比较,并据此对测量结果废弃或修正。这种“逐一测试”法不仅可监测光源在较短时间间隔内变化情况,改善测试可靠性,还可在光源出现如图 3 所示的变化时,“挽救”部分测量结果。当然总体看,这种方法使测试速度大受影响。

4) 对图 2(a), (c) 所示光源状态,停止测量,对图 2(b) 所示光源,最好不用;

5) 鉴于目前无法监测光源的偏振状态,测试应以正入射为主,并以此作为比较反射率高低的依据。掠入射结果理论上也不受光源偏振态影响,但掠入射时易发生部分入射光落在样品或探测器探测面积之外等问题,因此慎用。

6) 同步辐射光源中高次谐波的存在及其对测试结果的影响在文献[9]中已作了详细测量和分析。

3.2 对探测器

反射率测量开始前,首先要测试探测器的性能并对其位置进行优化。对扫描测试曲线如图 5(c) 所示严重受损的探测器,应予更换;对扫描测试曲线如图 5(b) 所示的探测器,宜选宽平台中间点如 P_1 点,而不宜选“凹坑”中或附近点如 P_2 、 P_3 点,以保证反射光斑在探测器上稍微偏离预定位置时,不会带来很大的测量误差;对扫描测试曲线如图 5(a) 所示的探测器,只要不选“平台”的两端均可。

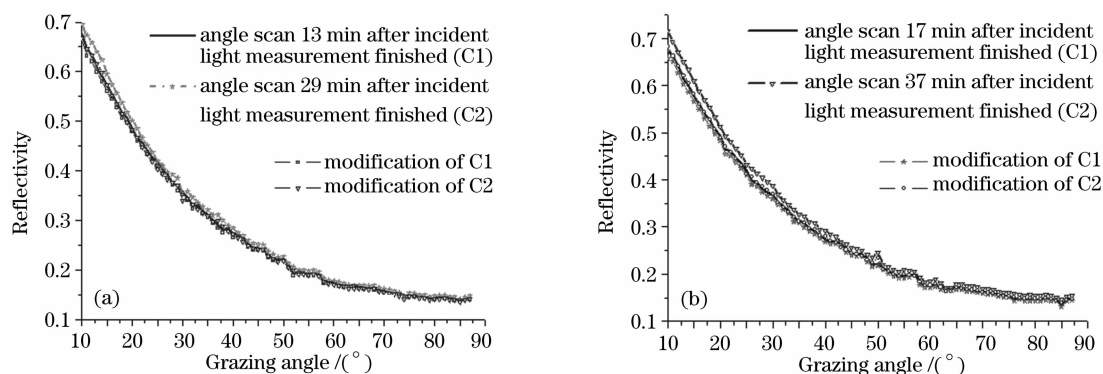


图9 角度扫描测试曲线修正前后比较。(a) 样品1; (b) 样品2

Fig. 9 Comparison of the angle scanning reflectivity before and after measurement is modified. (a) sample 1; (b) sample 2

3.3 样品安装

应尽量保证样品安装平面平整、光滑, 安装稳固、可靠。安装完毕先目视检测待测样品表面没有明显偏斜, 再用白光对待测样品位置进行仔细调校, 保证光斑与待测表面平齐。经过这样一些步骤后, 基本可以保证测试正常。实际测量过程中, 若发现反射信号异常, 或根本测不到反射信号, 则很可能是样品安装出了问题。

3.4 入射光斑尺寸

从测试情况看, 入射光斑尺寸不宜太小。否则探测器输出信号小, 易受噪声干扰。大光斑还有一个好处: 在探测器扫描特性曲线有一些起伏时, 反射光在探测器上覆盖的面积也大, 从而对输出信号起到“平均”化的效果, 有利于减小误差。但要确保入射光斑没有打到样品外。

图 10 给出了两片样品的重复测试结果。第一片样品是在测试后 40 天再次测量, 第二片样品则在测完后的第二天重测由图可见, 测量的重复性相当令人满意, 误差在 2% 以内。

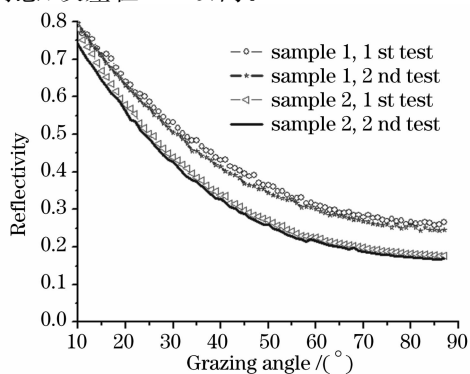


图 10 两片样品反射率重复测试结果

Fig. 10 Repeatability of the reflectivity measurement for two samples

4 结论

通过大量实验数据分析, 结合必要的理论推导, 对反射率计测量误差来源及各种误差源对测量结果的影响方式、影响程度进行了全面而深入的讨论, 指出光源波动、探测器损坏及样片安装不当均会对测试结果造成严重影响。提出了消除或减少这些影响、从而使测试精度和测量可靠性得以保证的对策。采取上述措施后, 反射率测试展示了很好的重复性。

参 考 文 献

- 1 <http://www.nslr.ustc.edu.cn/en/index1.html>
- 2 Xue Song, Shao Jinghong, Lu Qipeng *et al.* Reflectivity measuring device the in National Synchrotron Radiation Laborator[J]. *Optics and Precision Engineering*, 2004, **12**(5): 480~481 (in Chinese).
薛松, 邵景鸿, 卢启鹏等. 合肥同步辐射反射率测量装置[J]. *光学精密工程*, 2004, **12**(5): 480~481
- 3 Lu Qipeng, Tang Yuguo, Xue Song *et al.* Beamline and station of radiometry in the UV-VUV spectral regions[J]. *Nuclear Techniques*, 2003, **26**(9): 649~653 (in Chinese)
卢启鹏, 唐玉国, 薛松等. 紫外-真空紫外光谱辐射计量线站[J]. *核技术*, 2003, **26**(9): 649~653
- 4 J. S. Leea, K. P. Honga, B. H. Choi *et al.* A new thermal neutron reflectometer at HANARO[J]. *Physica B*, 2006, **385** - **386**: 1158~1160
- 5 D. Fuchs, M. Krummy, P. Müller *et al.* High precision soft X-ray reflectometer[J]. *Rev. Sci. Instrum.*, 1995, **66**(2): 2248~2250
- 6 D. Clemens. Conceptual design of a flexible neutron reflectometer at 'SINQ'[J]. *Physica B*, 1996, **221**: 507~513
- 7 M. Izerrouken, B. Guedioura, B. Saichi *et al.* NUR reflectometer for neutron optics device investigations[J]. *Physica B*, 2005, **364**: 29~32
- 8 <http://www.ird-inc.com/>
- 9 Zhou Hongjun. *Higher Order Harmonics Suppression Research and Key Components Developing of Spectral Radiation Standard and Metrology Beamline* [D]. Hefei: University of Science and Technology, 2006
周洪军. 光谱辐射标准和计量线站高次谐波抑制研究和关键部件研制[D]. 合肥: 中国科学技术大学, 2006
- 10 Gan Shuyi, Xu Xiangdong, Hong Yilin *et al.* Review on highly

- reflecting mirrors for vacuum ultraviolet and X-ray[J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology*, 2006, **26**(6):459~461 (in Chinese)
- 干蜀毅, 徐向东, 洪义麟等. 真空紫外~X射线反射膜研究现状[J]. *真空科学与技术*, 2006, **26**(6):459~461
- 11 Gan Shuyi, Hong yilin, Xu xiangdong *et al.*. The influence of binding layer on the reflective performance of Au film in VUV wavelength region[J]. *Appl. Opt.*, 2007, **46**(36):8641~8644
- 12 Gan shuyi, Xu xiangdong, Hong Yilin *et al.*. Reflectivity of Au film on K9 and quartz substrate in vacuum ultraviolet[J]. *Acta Optica Sinica*, 2007, **27**(8):1529~1534 (in Chinese)
- 干蜀毅, 徐向东, 洪义麟等. K9和石英玻璃基片上Au膜真空紫外反射特性研究[J]. *光学学报*, 2007, **27**(8):1529~1534
- 13 Gan Shuyi, Xu Xiangdong, Hong Yilin *et al.*. Vacuum ultraviolet reflection of gold-coated silicon mirror[J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology*, 2008, **28**(1):51~54. (in Chinese)
- 干蜀毅, 徐向东, 洪义麟等. Si基片上Au膜真空紫外反射特性研究[J]. *真空科学与技术*, 2008, **28**(1):51~54
- 14 Gan Shuyi, Xu Xiangdong, Hong Yilin *et al.*. The reflective performance of Ir film in VUV wavelength region[J]. *Appl. Opt.*, 2008, **47**(18):3364~3368
- 15 Xu Jiangfeng, Chen Qiuling. Anti-reflection coating designed by genetic algorithm[J]. *Chin. J. Lasers*, 2007, **34**(9):1271~1275 (in Chinese)
- 徐江峰, 陈秋灵. 增透膜的遗传算法设计[J]. *中国激光*, 2007, **34**(9):1271~1275