文章编号: 0253-2239(2009)09-2615-04

30.4 nm 波长处 Mg 基多层膜反射镜

白 亮 朱京涛* 徐 敬 黄秋实 吴文娟 王晓强 王占山 陈玲燕 (同济大学精密光学工程技术研究所物理系,上海 200092)

摘要 太阳光谱中重要的 He II 谱线(波长 30.4 nm)的观测对于研究太阳活动和日地空间环境具有重要意义,实 现空间极紫外太阳观测需要采用多层膜作为反射元件。研究了工作在 30.4 nm 的 Mg 基多层膜。以反射率最高 为评价函数设计了多层膜,采用直流磁控溅射技术制备了 SiC/Mg,B₄C/Mg 和 C/Mg 多层膜,用 X 射线衍射仪测 量了多层膜的结构。研究表明虽然 B₄C/Mg 多层膜理论反射率最高,但实际制备结果显示,SiC/Mg 多层膜的成膜 质量最好,反射率最高。同步辐射反射率测量表明:在入射角 10°时实测的 SiC/Mg 多层膜反射率为 44.6%。 关键词 薄膜光学;多层膜;磁控溅射;极紫外;He-II 谱线;反射率

中图分类号 O434; TB43 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/AOS20092909.2615

Multilayer Film Reflective Mirror at 30.4 nm

Bai Liang Zhu Jingtao Xu Jing Huang Qiushi Wu Wenjuan Wang Xiaoqiang Wang Zhanshan Chen Lingyan

 $({\it Institute\ of\ Precision\ Optical\ Engineering\ ,\ Physics\ Department\ ,\ Tongji\ University\ ,}$

Shanghai 200092, China)

Abstract Observation of the He-II spectrum at the wavelength of 30.4 nm, a key spectrum in solar spectrum, is of great significance in investigating solar activity and space environment. Multilayer film reflective mirrors are usually adapted in solar observation at extreme ultraviolet (EUV) wave range. Reflection at the wavelength of 30.4 nm of the multilayer films composed of Mg is studied. The multilayer film is designed using evaluation function expressing as highest reflectivity. SiC/Mg, B₄C/Mg, C/Mg multilayer films are fabricated by using direct current (DC) magnetron sputtering, and the multilayer structures are measured using X-ray diffractometer. The multilayer mirror of B₄C/Mg has highest reflectivity in theory but SiC/Mg multilayer film has the best quality and the highest reflectivity in practice. The reflectivity of SiC/Mg multilayer mirror was measured by the reflectometer in synchrotron radiation laboratory. At incidence angle of 10° , the reflectivity is 44.6%.

Key words thin-film optics; multilayer film; magnetron sputtering; extreme ultraviolet; He-II line; reflectivity

1 引 言

空间科学研究的深入发展推动着极紫外天文观测技术的不断提高。太阳活动对地球的影响最显著,一直备受关注。通过对太阳光谱的探测可以了解太阳大气的化学成分、温度、压力、运动规律、结构模型以及各种活动现象的产生机制与演变规律^[1~3]。在太阳发生爆发时,太阳发出的极紫外和软X射线会产生很大的变化,利用这一波段光谱的

变化可以研究太阳的多种现象,通过极紫外成像观测可以获得其它波段成像观测无法得到的有用信息。如通过对太阳 He-II 谱线(30.4 nm)的极紫外 光辐射分布及变化的观测,可实时监测太阳活动和 完成空间天气预报^[4,5,13]。此外,在太阳辐射作用 下,地球等离子层中的 He⁺散射来自太阳的 He-II 线(30.4 nm),地球极紫外线成像器可利用该谱线 对地球等离子层进行成像观测,所得结果对研究地

收稿日期: 2008-09-22; 收到修改稿日期: 2008-12-31

基金项目:国家自然科学基金(10435050, 10675091,10675092)、国家 863 计划(2006AA12Z139)和上海市科委项目 (07DZ22302)资助课题。

作者简介: 白 亮(1983—), 男, 硕士研究生, 主要从事 X 射线多层膜光学与技术等方面的研究。

E-mail: bailiang66666@163.com

导师简介:王占山(1963—),男,教授,博士生导师,主要从事 X 射线光学方面的研究。E-mail: wangzs@tongji.edu.cn * 通信联系人。E-mail: jtzhu@tongji.edu.cn

球气候和环境等变化具有重要意义,空间极紫外望 远镜是进行空间极紫外光观测的重要仪器。

在极紫外波段,所有材料都有强烈的吸收,只能 采用多层膜作为反射元件[4~9]组成正入射成像光学 系统。针对 He-II 谱线 30.4 nm 波长处的多层膜高 反射镜,人们已经进行了大量的研究[4~12],最早采 用的反射镜是 Mo/Si 多层膜,在下一代大规模集成 电路制作技术极紫外光刻需求的牵引下,其制备和 检测方法已比较成熟,除在极紫外光刻应用外,还在 12.5~25 nm 波段的等离子体诊断、同步辐射、太空 天文观察等方面取得了广泛的应用[14~17]。但在 30.4 nm波长处, Mo/Si 多层膜的 10°入射角的理论反 射率仅为25.61%,带宽大(2.3 nm),难以满足高精度 天文观测的需要。为此,人们研究了许多在 30.4 nm 波长处工作的多层膜材料组合[9~12],甚至采用三种材 料组合^[9]。本文从理论和实验研究了 Mg 作为间隔 层材料的多层膜,采用磁控溅射技术制备了在正入射 条件下使用的 SiC/Mg, B₄C/Mg 和 C/Mg 多层膜,用 掠入射 X 射线反射方法测量了多层膜的结构,用同 步辐射测量了多层膜的反射率,结果表明 SiC/Mg 是 最有可能实用的多层膜材料组合。

2 30.4 nm 波长处 Mg 基多层膜反射 镜的设计

Spiller^[18]指出,用弱吸收的间隔材料构成的多

非掠入射条件下的反射率。Mg 的 L 吸收边是 25.2 nm,因此,30.4 nm 波长处以 Mg 为间隔层的 材料组合能够获得较高的反射率。膜层材料的选择 可以借助材料的复折射率在 n-k 复平面的位置进 行,图1(a)给出了不同材料在30.4 nm 波长处的折 射率 n 和消光系数k 在 n-k 复平面中的位置,图中横 轴为材料的折射率 n,纵轴为材料的消光系数 k。由 图可知,材料的数据点离横轴越近,表明材料的吸收 越小,两个点相距越远,代表两种材料的折射率差越 大。由多层膜设计的光学选材原则,要想得到尽可 能高的反射率,组成多层膜两种材料的吸收系数要 尽可能小,折射率差尽可能大。由图 1(a)可知, SiC/Mg, B₄C/Mg 和 C/Mg 等 Mg 基多层膜在 30.4 nm处可以有较高的反射率。此外,从图中还 可以看出, Mo 的吸收较大, 在这个波长处不是好的 膜层材料。因此,采用 Mg 基多层膜材料组合,以反 射率为优化目标,设计了入射角为10°时的3种多层 膜反射镜,图1(b)给出了在30.4 nm 波长处理论设 计的 Mg 基多层膜反射率曲线。图中曲线为入射角 10°和膜对数为 30 时, SiC/Mg, B₄C/Mg 和 C/Mg3 种材料组合多层膜反射率随波长的变化。由图可 知,这些多层膜的反射率都比较高,其中,B₄C/Mg 多层膜的理论反射率最高,为 58.7%,SiC/Mg 与 C/Mg的理论反射率分别为 57.3%和 52.9%。

层膜结构可以极大地提高极紫外和软 X 射线波段



图 1 (a)复平面内 30.4 nm 波长处几种材料的折射率和消光系数的关系;(b)入射角 10°,SiC/Mg,B₄C/Mg 和 C/Mg 3 种材料组合多层膜反射率随波长的变化

Fig. 1 (a) Refractive index and extinction coefficient of materials at wavelength of 30.4 nm in complex plane;
(b) reflectivities of SiC/Mg, B₁C/Mg and C/Mg material combination multilayer films at incident angle of 10°

3 多层膜制备与反射率测量

采用国产超高真空磁控溅射设备(JGP560C6) 制备了 B_4C/Mg , C/Mg 和 SiC/Mg 多层膜^[19]。制 备时,镀膜设备的本底真空度是 7.5×10⁻⁵ Pa,工作 气体为 Ar 气(纯度 99.999%),工作气压为0.1 Pa, Mg,SiC,B₄C和C材料的溅射功率分别为20,60, 100和100W。在这样的实验条件下,Mg,SiC,B₄C 和C的沉积速率分别为0.14,0.10,0.06和 0.04 nm/s。多层膜是沉积在20 mm×30 mm的超 光滑硅基片上,基片粗糙度0.3 nm。根据沉积速率 和多层膜中不同材料的厚度计算镀膜所需的沉积时间。根据沉积时间,通过计算机控制基片在不同材料靶上的停留时间,完成了多层膜的制备^[19-20]。

为了表征多层膜的结构,采用高分辨率 X 射线 衍射仪(英国 Bede 公司生产的 D1 型设备)测量多 层膜掠入射 X 射线反射,图 2 给出了一组 SiC/Mg, B₄C/Mg和C/Mg多层膜的掠入射X射线测试曲 线。根据修正的布拉格公式确定出多层膜的周期厚 度大小,图中 B₄C/Mg,C/Mg 和 SiC/Mg 多层膜的 周期厚度分别为15.9 nm,15.9 nm 和15.1 nm。由 测试曲线可以比较多层膜样品成膜质量的优劣:反 射峰越多和反射信号强度越高说明多层膜的结构越 规整,膜层间粗糙度和相互扩散越小。由图2曲线 可知,虽然 C/Mg 和 B₄C/Mg 多层膜的理论反射率很 高,但实际镀制出的多层膜样品的掠入射X射线反射 测试结构却远比 SiC/Mg 多层膜的测试结果差。如 图 2 所示(纵坐标表示 X 射线强度,单位 CPS 表示计 数率),在相同的测试条件下,SiC/Mg 多层膜出现了 5个级次的反射峰,最大出峰角度可以达到 1.4°。并 且5个级次的反射峰信号都很强,反射峰峰形好。而 C/Mg 和 B₄C/Mg 多层膜的测试曲线只有两个级次 的反射峰,最大出峰角度只有0.7°,而且反射峰的强 度非常弱。这说明 B₄C/Mg 和 C/Mg 多层膜的周期 结构不规整,界面扩散与粗糙度大,膜层成膜质量差。 SiC/Mg多层膜不仅理论反射率高,而且实际成膜致 密、界面清晰、成膜质量好,可以达到很高的实际反射 率。因此,在 30.4 nm 波长处,重点研究了 SiC/Mg 材料组合的多层膜反射镜。

利用国家同步辐射实验室 U26 光束线光谱辐



图 2 SiC/Mg, B₁C/Mg 和 C/Mg3 种材料组合多层 膜掠入射 X 射线反射测量曲线

Fig. 2 Grazing X-ray reflective measurement curves of SiC/Mg, $B_{\rm I}\,C/Mg$ and C/Mg multilayer films

射标准与计量站的反射率计测试了制备的 SiC/Mg 多层膜在 30.4 nm 波长处的反射率。为了抑制光 束线高次谐波对多层膜反射率测量结果的影响,测 试时在光路中插入 Mg(Al/Mg/Al)滤片来滤除波 长低于 25.2 nm 的极紫外光。固定入射角为 10°, 测量 SiC/Mg 多层膜反射率随波长的变化,结果如 图 3 所示。在入射角 10°条件下,多层膜反射的峰值 波长为 30.3 nm,反射率为 44.6%。这一测量结果 验证了 Mg/SiC 多层膜的成膜质量好,能够得到较 高的反射率。



图 3 入射角 10°同步辐射测量得到的 SiC/Mg 反射率 随波长的变化

Fig. 3 Reflectivity of SiC/Mg multilayer film measured by synchrotron radiation at incident angle of 10°

4 结 论

优化设计了工作波长为 30.4 nm 的 Mg 基材料 组合的多层膜反射镜,采用磁控溅射技术制备了入 射角 10°的 SiC/Mg, B₄C/Mg 和 C/Mg 三种多层 膜,掠入射 X 射线反射测试结果表明 SiC/Mg 多层 膜成膜质量好, B₄C/Mg 和 C/Mg 多层膜的成膜质 量很差。同步辐射反射率测量表明 SiC/Mg 多层膜 的反射率达到 44.6%,与极紫外波段常用的 Mo/Si 多层膜相比反射率有显著提高,证明了 Mg/SiC 多 层膜是工作在 30.4 nm 处非常有前途的材料组合。

致谢 感谢中国科学技术大学国家同步辐射实验室 计量站周洪军老师、霍同林老师在反射率测试中的 帮助。

参考文献

- 1 Delaboudiniere J. P, Artzner G. E, Brunaud J et al.. EIT: Extreme-ultraviolet imaging telescope for the SOHO mission [J]. Solar Physics, 1995, 162(1/2): 291~312
- 2 Dupree A. K. Analysis of the extreme-ultraviolet quiet solar spectrum [J]. Astrophysical Journal, 1972, 178: 527~541
- 3 Yoshida T, Tsuneta S. Temperature structure of solar active

regions[J]. Astrophysical Journal, 1996, 459: 342~346

- 4 Garder L, Kohl J, Cranmer S et al.. The advanced solar coronal explorer mission[C]. SPIE, 1999, 3764: 134~146
- 5 Vial J. C, Song X. Y, Lemaire P et al.. The solar high resolution imager-coronagraph LYOT mission[C]. SPIE, 2003, 4853: 479~489
- 6 Grigonis M, Knystautas E. J. C/Si multilayer mirrors for the 25~30 nm wavelength region [J]. *Appl. Opt.*, 1997, **36**(13): 2839~2842
- 7 Ravet M. F, Bridou F, Zhang SX *et al.*. Ion beam deposited Mo/ Si multilayers for EUV imaging application in astrophysics[C]. SPIE, 2004, 5250: 99~108
- 8 Windt D. L, Donguy S, Seely J et al. EUV multilayers for solar physics[C]. SPIE, 2004, 5168: 1~11
- 9 Wang Zhanshan, Zhang Shumin, Wu Wenjuan et al.. B4C/Mo/ Si high reflectivity multilayer mirror at 30.4 nm[J]. Chin. Opt. Lett., 2006, 10(4): 608~610
- 10 Yoshikawa Ichiro, Murachi T. New multilayer coating for 30.4 nm radiation[C]. SPIE, 2004, 5533, 163~170
- 11 Murakami G, Yoshioka K, Yoshikawa I. Development of Mg/ SiC multilayer mirrors[C]. SPIE, 2006, 6317: 141~148
- 12 Zhu Jingtao, Zhang Shumin, Wang Bei *et al.*. SiC/ Mg multiayer film ref lective mirror at 30.4 nm[J]. Acta Optica Sinica, 2007, 27(4): 735~738 生言法 张淑敏 工英等。20.4 mm 谢长 SiC/Mg 名目閲覧負接

朱京涛,张淑敏,王蓓等. 30.4 nm 波长 SiC/Mg 多层膜反射镜 [J].光学学报,2007,27(4):735~738

13 Chen Bo, Ni Qiliang, Cao Jihong *et al.*. Development of a space soft X-ray and EUV normal incidence telescope [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2003, 11(4): 315~319
陈 波,尼启良,曹继红等. 空间软 X 射线/极紫外波段正入射 望远镜研究[J].光学精密工程, 2003, 11(4): 315~319

- 14 Feigl Torsten, Yulin Sergiy, Benoi Nicolas et al.. Multilayer optics for the EUV and soft X-rays [J]. Optics and Precision Engineering, 2005, 13(4): 421~429
- 15 Wang Zhanshan, Wang Fengli, Zhang Zhong et al.. Research of multilayers in EUV, soft X-ray and X-ray [J]. Optics and Precision Engineering, 2005, 13(4): 512~518
- 16 Wang Zhanshan, Zhang Zhong, Wang Fengli *et al.*. Fabrication of the multilayer beam splitters with large area for soft X-ray laser interferometer [J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2004, 16(9): 1089~1091
 王占山,张 众,王风丽等.13.9 nm软X射线激光用大面积多层膜分束镜研制[J]. 强激光与粒子束, 2006, 16(9): 1089~1091
- 17 Zhu Jingtao, Wang Zhanshan, Wang Hongchang et al.. Broadband aperiodic Mo/Si multilayer polarization elements for EUV region [J]. Optics and Precision Engineering, 2007, 15(12): 1886~1893 朱京涛,王占山,王洪昌等. 极紫外宽带 Mo/Si 非周期多层膜
- 偏振光学元件[J]. 光学精密工程, 2007, **15**(12): 1886~1893 18 Spiller Eberhard. Reflective multilayer coatings for the far UV region [J]. *Appl. Opt.*, 1976, **20**(15): 2333~2338
- 19 Wang Zhanshan, Wang Fengli, Zhang Zhong *et al.*. Design fabrication and characterization of X-ray supermirrors[J]. *Science in China Ser. G*, 2005, **35**(5): 499~512 王占山,王风丽,张 众等. X射线超反射镜设计、制作与表征[J]. 中国科学 G 年, 2005, **35**(5): 499~512
- 20 Wang Zhanshan. Effect of film thickness errors on performance of soft X-ray multilayer[J]. Optics and Precision Engineering, 2003, 11(2): 136~138
 王占山. 膜厚控制误差对软 X 射线多层膜性能影响的分析[J]. 光学精密工程, 2003, 11(2): 136~138