

# 日本东北大学科学计测研究所的真空紫外光学研究

李 福 田

**摘要:** 日本东北大学科学计测研究所波岡武教授(Prof. T. Namioka)领导的光学与光谱学研究室近年来在真空紫外—软X射线波段光谱仪器光学设计与评价, 光栅刻划, 非周期性多层膜制备, 等离子体光谱学和激光光谱学方面取得了许多丰硕的研究成果, 在日本国内外有很大影响。本文对此作一简要介绍和评述。

日本仙台东北大学所属的科学计测研究所成立于1943年, 主要任务是发展科学研究中的精密测量方法和技术。目前有九个研究室和三个附属的开放实验室。研究领域包括远红外至软X射线光谱技术、精密机械、高温物理、电磁学、电子光学及无机材料科学等几个方面。研究所设有装备精良的机械和光学加工车间, 直接为研究工作服务。该所现有113名高、中级研究人员, 40名研究生。1984财政年度经费为323万美元, 其中60万美元直接用于研究工作。

波岡武教授(Prof. T. Namioka)领导的真空紫外光学和光谱学研究室有一名教授(Prof. T. Namioka), 一名副教授(Prof. Takashima), 三名助理研究员(Dr. Kaminishi, Dr. Yamamoto和Dr. Ueda), 两名技术员, 不设初级研究职务。这种紧凑的组织形式在日本研究机构中有代表性。

波岡研究室现从事五个方面的研究工作:

1. 原子、分子和等离子体真空紫外光谱技术;
2. 原子与辐射场相干作用的研究;
3. 软X射线波段多层膜技术和高精度自动光谱椭圆仪研制;
4. 真空紫外和软X射线波段同步辐射光谱仪器的光学设计与评价;
5. 衍射光栅刻制。

上述工作分布在五个实验室中。

## 一、光谱实验室

在光谱实验室有一台2.2m正入射真空紫外单色仪和一台3m掠入射真空紫外单色仪, 进行原子、分子和等离子体真空紫外光谱学研究。近年来为适应真空紫外波段吸收光谱、辐射计量和软X射线光刻工作的需要, 这个实验室开展了激光等离子体工作。利用时间分辨光谱学方法观测激光束在钨、钷、钷靶面上产生的30—200nm间的辐射, 表明激光等离子体是紫外—真空紫外波段强而稳定的窄脉宽连续光谱源, 有潜在的应用前景<sup>[1]</sup>。实验装置如图1所示。所使用的调Q红宝石激光器单个脉冲能量为1.5J, 脉冲半宽度为18ns。激光束由焦距150mm玻璃透镜经过一个派勒克斯玻璃窗口聚焦到真空室内的靶子上, 靶面功率密度达 $10^{10}$

$W/cm^2$ 。激光产生的等离子体辐射由0.5m Seya-Namioka 单色仪测试。单色仪装有一块1200线/mm表面镀金的凹面光栅，闪耀波长在70nm。真空紫外辐射经水杨酸钠荧光屏转化为可见光后，由光电倍增管探测 (Hamamatsu Photonix 6199)。光电倍增管的输出分别馈送到350Hz示波器、脉冲信号平均器和脉冲信号分析器，进行最终的信号分析和处理。一支PIN二极管观测聚焦透镜前表面的散射光，给出这些装置所需的触发信号。实验结果表明：激光等离子体单脉冲的积分辐射强度的重复性好于 $\pm 15\%$ ；真空紫外波段脉冲的积分辐射强度及半宽度与所应用的靶材无关，只受激光束的入射角影响。这个实验室准备换用调Q YAG激光器，并改进靶室设计，以期进一步提高辐射强度、稳定性和重复性。

这个实验室正在研制的真空紫外—软X射线多层膜反射率测定装置颇具特色。它由三部分组成：激光等离子体光源、常偏式凹面光栅单色仪和反射率计。常偏式单色仪的入射和出射狭缝固定，在20至200nm间入射狭缝和出射狭缝至凹面光栅中心距分别为299.4mm和250mm，入射和出射方向之间夹角为 $67^\circ$ 。在4至30nm间入射狭缝和出射狭缝至光栅中心距离分别为505.9mm和250mm，夹角为 $166^\circ$ 。短于4nm的波长采用掠入射方式工作，掠入射角 $1^\circ$ 左右。由计算机控制的步进电机通过谐波齿轮直接驱动光栅旋转，实现单色仪波长扫描，这是谐波齿轮传动机构首次使用在光谱仪器中。单色仪分辨率约为0.1—0.2nm。反射率计的真空室直径为600mm，与单色仪出射狭缝端相接。真空室中包括样品架、围绕样品旋转的探测器、起偏器和检偏器。样品架位于真空室中间，样品可以绕轴转动，也可以沿转轴移入、移出光束。旋转探测器，追踪并测定样品反射的辐射和无样品时的“空白”辐射，即可给出不同波长、不同入射角下的样品反射率。长波段采用水杨酸钠和光电倍增管组合，短波段采用通道探测器作测量。起偏器和检偏器用来产生和检测偏振辐射。整个反射率装置在计算机控制下运行，自动测定出真空紫外—软X射线多层膜反射特性及材料的真空紫外—软X射线波段光学常数。

## 二、薄膜实验室

随软X射线波段光刻术、X射线激光器、X射线望远镜和显微镜等研究工作的深入，人们普遍感到传统的掠入射光学系统有一系列的弱点和不便。所以，目前世界上许多著名的真空紫外—软X射线实验室致力于制备超薄非周期性多层膜，以便在正入射条件下，软X射线能得到高达 $10\% \sim 20\%$ 的反射率。从而使正入射光学系统在这个波段得到应用。波冈武教授的薄膜实验室建立了超薄非周期膜镀膜装置。其主真空室用冷凝泵抽空，最高真空度可达 $10^{-9}$ Torr。镀膜材料用三支E型电子枪蒸发。样品从主真空室顶部移入、移出，可作位置调整。样品副室由一分子泵单独抽空，保证样品移入、移出过程中不破坏主真空室的真空度。通过主真空室液态氮热沉将样品温度降至低温，也可通过加热器将样品升温至数百度。膜的厚度监测，目前较为普遍采用的 Spiller 实时监控方法，即用软X射线照射样品，用正比计数器监测样品反射率的变化方法，固然有实时性，波长也位于实用的波段，但由于淀积过程中灵敏度下降太快，很难达到所要求的监测精度。波冈研究室准备用高精度自动光谱椭圆仪进行实时膜厚监控<sup>[2],[3],[4]</sup>。

在薄膜实验室中还从事溅射法制备超薄非周期性多层膜的研究工作<sup>[5]</sup>。他们用Elionix公司生产的EIS—150A型微波激励离子束装置产生直径100mm的均匀离子束。加速电压1000V时，离子流密度达 $0.8mA/cm^2$ ，均匀性为 $\pm 5\%$ 。典型工作条件下溅射室内氩气压为

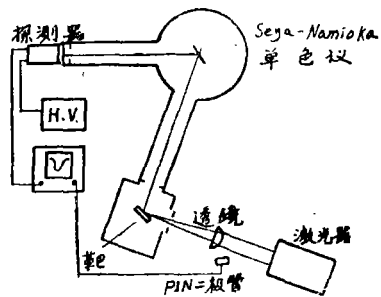


图1 激光产生等离子体实验装置

$5 \times 10^{-3} \text{Pa}$ ，氩离子流使位于正下方与水平面成 $45^\circ$ 角的靶子产生溅射，并在样品上形成均匀的薄膜，如图2所示。水冷的靶架呈三棱镜形，上面同时安装三种不同材料的靶，可在溅

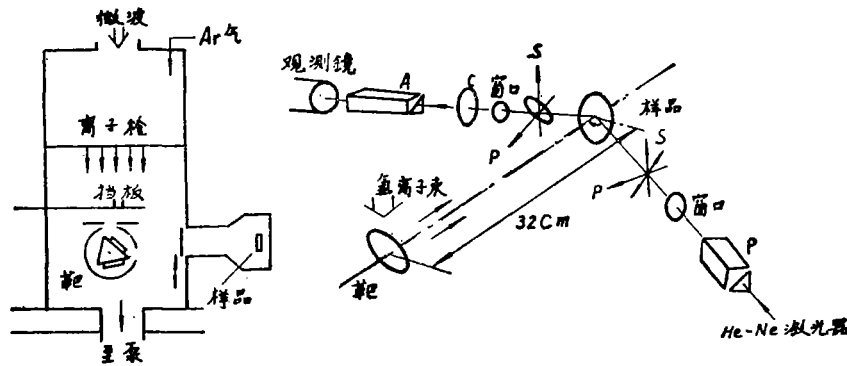


图2 溅射室和椭偏仪

射室外切换。为了对每层溅射膜的厚度加以严格控制，使用高精度椭偏仪进行实时膜厚监测。椭偏仪由1mW的He—Ne激光器，Glan—Thompson起偏器(P)，补偿器(C)，Glan—Thompson检偏器(A)及观测镜组成。起偏器，检偏器及补偿器的方位角由数字化方位电磁编码器确定。该编码器与微型计算机相接，方位角准确度达 $0.005^\circ$ 。在淀积过程中随膜厚的增加，镜面反射光p和s分量的复数振幅相对衰减率  $\rho = \frac{R_p}{R_s}$  产生一个稳定变化。高精度度椭偏仪探测这一变化，实时运算处理后给出淀积过程中薄膜厚度值。图3表明淀积率 $0.037 \text{ nm/min}$ 时碳膜 $\rho$ 的变化曲线及相应的膜层厚度值，膜厚监测精度达 $0.1 \text{ nm}$ 左右。这样制备的钨—碳、铌—碳多层膜经光子工厂测量在 $10 \text{ nm}$ 附近的反射率高达14%。

### 三、光栅刻划实验室

1971年用纯机械方法刻制成一块面积为 $80 \times 80 \text{ mm}^2$ ，刻线密度为 $456 \text{ 线/mm}$ 的平面光栅，第一级光谱的罗兰鬼线强度只有 $0.017\%$  [6]。近年来这个实验室首创压电驱动系统以代替常规的精密丝杠传动系统，建立了三台干涉条纹光电控制的光栅刻划机，取得了满意的实验结果。已刻制出 $4000 \text{ 线/mm}$ 的高密度光栅、双闪耀角光栅和消彗差、消象散凹面光栅，同时开展了复制光栅和全息光栅工作 [7]、[8]。

### 四、激光光谱学实验室

在激光光谱学实验室，目前从事辐射场与原子相互作用的研究。他们用氩离子激光器泵浦染料产生强激光辐射场，使辐射与真空中的原子束相互作用，以观察辐射场中双能级钠原子所发射的共振荧光光子数统计起伏有关的现象。他们已在理论方面取得重大突破，实验工作正在积极筹备中 [9]、[10]。

### 五、光谱仪器光学设计与评价

波岡武教授长期从事光栅理论和真空紫外光谱仪器的光学系统设计工作。早年与瀨谷教

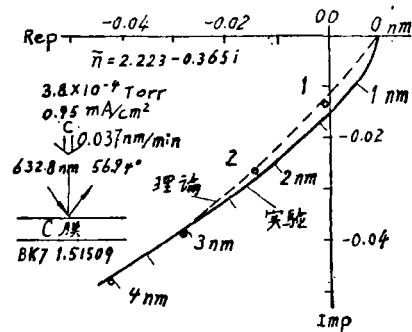


图3 淀积过程中 $\rho$ 的变化曲线

授 (Prof. Seya) 合作创立瀚谷—波冈 (Seya—Namioka) 型凹面光栅光谱仪设计原理。这种真空紫外光谱仪现广泛地用于真空紫外光谱工作及同步辐射光束线上。近年来波冈武教授与光子工厂合作研制成用于高分辨率软X射线光谱学研究的10m掠入射单色仪<sup>[11]</sup>。这台光谱仪复盖了从0.25keV(5nm)至2.2keV(0.6nm)间的软X射线波段。对这台单色仪的要求是：光强损失少，出射光束方向恒定，分辨率为千分之几埃。采用修正的Vodar光路布置和计算机控制，满足了设计要求。图4给出了这台单色仪的光路布置。同步辐射经 $M_0$ 偏折后

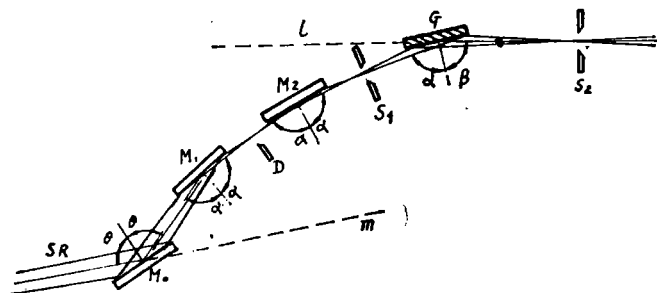


图4 10m掠入射单色仪光路

由串接的两个凹面镜 $M_1$ 和 $M_2$ 聚焦到入射狭缝 $S_1$ ，经凹面光栅 $G$ 色散，而后聚焦到固定的出射狭缝 $S_2$ 。串接的两个凹面镜的作用是消除同步辐射光源在入射狭缝上成像的彗差。 $M_0$ 、 $S_1$ 和 $G$ 分别沿 $m$ 、 $S_1S_2$ 和 $l$ 作直线运动，运动中 $M_0$ 、 $M_1$ 、 $M_2$ 、 $S_1$ 和 $G$ 保持其相对方位。当 $M_0$ 沿 $m$ 运动时， $M_0$ 适当旋转，保证反射的同步辐射，以恒定的入射角落到反射镜 $M_1$ 上。 $M_1$ 、 $M_2$ 和 $G$ 上的入射角约为 $89^\circ$ 。考虑到机械运动机构实现的可能性，对上述情况作了近似。最终，在 $l$ 方向 $S_2$ 和真实罗兰圆的偏离量小于 $0.74\text{mm}$ 。表1和表2分别列出了光栅和前镜 $M_0$ ， $M_1$ 和 $M_2$ 的性能指标。图5给出这台单色仪入射和出射狭缝为 $5\mu\text{m}$ 时Ne的 $K$ 壳层吸收曲线。从Ne  $1s-3p$ 谱线半宽度可以看出仪器的分辨率好于 $0.0007\text{nm}$ 。

最近波冈武教授又与光子工厂合作，研制成一台真空紫外波段高分辨率光谱仪<sup>[12]</sup>。它由一台 $6.65\text{m}$ 垂直色散离平面摄谱/单色仪和一套独特的前置色散系统组成。图6给出光路布置。从点源 $p$ 发出的同步辐射由水冷的X射线截止平面镜 $M$ 向下偏折 $20^\circ$ 角，到达第一块预色

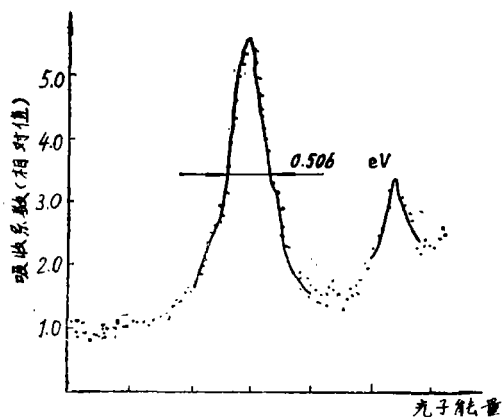


图5 Ne的 $1s\sim 3p$ 吸收光谱曲线 $2400$ 线/mm  
 $5\mu\text{m}-5\mu\text{m}$ 缝宽

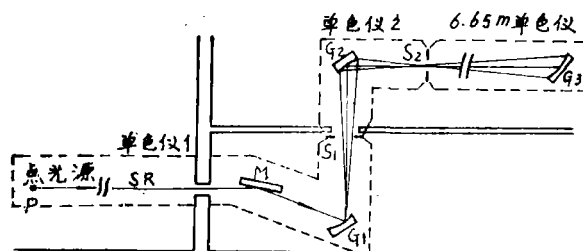


图6  $6.65\text{m}$ 真空紫外光谱仪系统

表 1 10m 掠入射单色仪光栅指标

曲率半径	10310 ± 20mm	膜层材料	Au	
毛坯尺寸	90 × 50 × 15(mm)	刻线密度	1200线/mm	2400线/mm
刻线面积	80 × 40mm <sup>2</sup>	闪跃角	1°3'	1°3'
材 料	Pyrex	扫描区间	5~0.6nm	2.5~0.6nm

表 2 10m 掠入射单色仪前镜指标

	$M_0$	$M_1$	$M_2$
面 形	平 面	凹 面	凹 面
曲率半径	$\infty$	8903	7527
材 料	融 石 英	Pyrex	Pyrex
膜层材料	Pt	Pt	Pt
尺 寸	120 × 60 × 15	φ90 × 15	φ90 × 15

散光栅 $G_1$ ，并产生色散（这块光栅离 $p$ 点13500mm，位于电子轨道平面下方801mm处）。所需波段的同步辐射通过位于 $G_1$ 上方2042mm处的中间狭缝 $S_1$ 后，由位于 $G_1$ 上方3751mm处的第二块预色散光栅 $G_2$ 还原，并聚焦于入射狭缝 $S_2$ 。如此分离出的特定波段的同步辐射由闪跃波长在550nm的主光栅 $G_3$ 色散，并在焦平面沿2" × 10"的照相干板上形成高级次光谱。表3列出光谱仪中各光学元件的主要指标。前镜 $M$ 是一块碳化硅平面反射镜，预色散光栅 $G_1$ 和 $G_2$ 是刻线间隔渐变型的光栅。主光栅 $G_3$ 和 $G_3'$ 刻线密度分别为1200线/mm和4800线/mm。这台光谱仪可在摄谱仪模式、焦平面光电扫描模式和单色仪模式下工作。由摄谱仪模式到焦平面光电扫描模式不需要改动光学系统。由摄谱仪模式到单色仪模式则需要将使用在高级次的光栅 $G_3$ 换成用在一级的光栅 $G_3'$ ，将光栅 $G_1$ 和 $G_2$ 换成反射镜 $M_1$ 和 $M_2$ 。光谱仪系统和存贮环对接时，要求反射镜 $M$ 的镜室真空度达 $5 \times 10^{-9}$ Torr。为此，从镜室 $M$ 至光栅室 $G_2$ 的光束线保持超高真空状态。镜室 $M$ 由一台400l/s离子泵和一台钛升华泵抽真空，光栅室 $G_1$ 由一台800l/s离子泵和一台1500l/s涡轮分子泵抽真空，光栅室 $G_2$ 由一台800l/s离子泵和一台450l/s涡轮分子泵抽真空。光栅室 $G_3$ 由一台1500l/s涡轮分子泵和三台400l/s离子泵抽真空。在真空

表 3 6.65m光谱仪光学元件性能

光学元件	类 型	材 料	刻线密度	曲率半径	闪跃波长
$M$	平面镜	Sic			
$G_1$	凹面光栅	Pyrex镀Pt	200 (变密度)	4321	74nm
$G_2$	凹面光栅	Pyrex镀Pt	204 (变密度)	21885	70nm
$G_3$	凹面光栅	BK7镀Os	1200	6650	530nm
$G_3'$	凹面光栅	BK7镀Pt	1200	6650	150nm
$G_3''$	凹面光栅	石英镀Os	4800	6650	90nm

室 $M_1$ 、 $G_1$ 、 $G_2$ 真空度达 $1 \times 10^{-8}$ Torr, 真空室 $G_3$ 真空度为 $1 \times 10^{-7}$ Torr。整个光谱仪系统调整和操作在计算机控制下进行。790nm附近的两条Ar原子光谱线实测结果说明, 在第七级光谱仪器的分辨率好于 $2.5 \times 10^5$ 。这是迄今在这个波段(40—200nm)同类仪器中所得到的最高分辨率。这台光谱仪已建立在光子工厂光束线12B上, 利用同步辐射源进行真空紫外波段高分辨率光谱学研究。

综上所述, 日本东北大学科学计测研究所光学与光谱学研究室在波岡武教授领导下, 近年来在真空紫外—软X射线波段的光谱仪器光学设计、光栅刻划、非周期性多层反射膜制备、激光等离子体光谱学、激光光谱学等方面取得了许多富有开拓性的研究成果, 在日本国内处于领先的地位。这个研究室准备从文部省和其他产业部门申请研究基金, 进一步加强真空紫外—软X射线应用基础研究和开发工作。相信不久将来, 这个研究室在真空紫外—软X射线领域的开拓方面会作出更卓有成效的贡献。

参 考 文 献

- [ 1 ] K.Ueda, "Time-Resolved Observation of VUV Radiation from Laser Produced Plasma", J.Spectrosc.Soc.Japan, 1985, 34, No.6, 008.
- [ 2 ] M.Yamamoto, "A Precision Ellipsometer without Employing a compensator", Japan. J.Appl.Phys., 1975, 14, Suppl, 14—1.
- [ 3 ] M.Yamamoto, "A New Type of Precision Ellipsometer without Employing a Compensator", Optics Communications, 1974, 10, No.2, 200.
- [ 4 ] M. Yamamoto, "A Vacuum Automatic Ellipsometer for Principal Angle of Incidence Measurement", Surface Science, 1980, 96, 202—216.
- [ 5 ] M. Yamamoto et al, "Thickness Monitoring of Ultra—Thin Films of Multi—Layered Coatings for VUV Mirros by Ellipsometry", ICO—13 Conference Digest, p.626.
- [ 6 ] T.Namioka, "Diffraction Gratings in Japan", Optica Acta, 1979, 26, No.8, 1021—1034.
- [ 7 ] K.Takashima, "Diffraction Grating Ruling Engine with Piezoelectric Control" Japan J.Appl.Phys., 1978, 17, 1445.
- [ 8 ] T.Namioka, "Design and Performance of Holographic Concave Gratings", Japan. J. Appl.phys., 1976, 15, 1181.
- [ 9 ] K.Kaminishi, T.Namioka, "Line Shapes Determined from Photon counting Measurements in Frequency Scanning Laser spectroscopy", ICO—13 Conference Digest p.248.
- [ 10 ] K. Kaminishi, "Photon Number Statistics in Resonance Fluorescence with Excitation of Finite Bandwidth" J.Phys.Soc.Japan, 1984, 53, No.3, 1006.
- [ 11 ] T.Namioka, "A 10 Meter Grazing Incidence Monochromator for High Resolution Soft X-ray Spectroscopy at photon Factory", 将发表于Nucl.Instr.Meth.
- [ 12 ] T.Namioka, "A High—Resolution VUV Spectroscopic facility at the Photon Factory" 将发表于Appl.Opt.

**Research Activity on VUV Optics at Japanese Research  
Institute for Scientific Measurements**

Li Futian

**Abstract**

During last few years some important progresses in optical design and evaluation of VUV spectrometer, multi-layered coatings for VUV and soft X-ray ranges grating ruling, plasma spectroscopy and laser spectroscopy have been got at optics and spectroscopy division which is headed by prof. Namioka and belongs to Research Institute for Scientific Measurements, Tohoku University, Japan. These achievements have produced great impacts on VUV and soft X-ray research field at home and abroad This paper will give a brief introduction and description about these aspects.