

# 真空紫外镜面反射率、光栅效率 及薄膜光学常数的研究

李福田 韩 斌 陆 颖

**摘要:** 本文介绍我们研制的真空紫外反射计和偏振器以及所建立的真空紫外镜面反射率及光栅效率测试装置。利用此装置测定了不同工艺条件下 Au、Pt、Al、Al+MgF<sub>2</sub> 四类样品的真空紫外镜面反射率及光栅的效率,用计算机曲线拟合技术由所测得的反射率和偏振度求得真空紫外薄膜光学常数,并与国外发表的数据进行了比较。

## 一、引 言

软 X 线——真空紫外镜面反射率,光栅效率及薄膜光学常数(折射率  $n$  和消光系数  $k$ ) 的研究,在软 X 线——真空紫外光学研究和光学工程中占有重要的地位。国外这方面的研究工作始于本世纪三十年代末<sup>[1]</sup>,但由于技术上的原因直至六十年代才得到发展。1967年和 1974年美国海军研究实验室Hulburt空间研究中心的 W.R.Hunter 相继报导了用于真空紫外镜面反射率和光栅效率测量的高性能实验装置<sup>[2],[3]</sup>,给出了详尽的误差分析,为真空紫外镜面反射率、光栅效率及薄膜光学常数研究奠定了基础。近年来,随着空间光学、等离子体物理、同步辐射及 X 线激光研究的发展,为适应制备软 X 线——真空紫外高性能光栅和反射镜特别是多层膜反射镜的需要,软 X 线——真空紫外镜面反射率、光栅效率及薄膜光学常数的研究日趋活跃,利用同步辐射和激光等离子体作光源所建立的性能优异的测试装置已有十余种<sup>[4-6]</sup>,并有专著讨论固体光学常数。

为适应国际上的发展及国内空间光学、同步辐射、等离子体物理和 X 线激光研究的需要,我们研制了真空紫外反射计和偏振器,建立了真空紫外镜面反射率及光栅效率的测试装置,利用这一装置测定了不同工艺条件下 Au、Pt、Al、Al+MgF<sub>2</sub> 等四类样品的真空紫外镜面反射率。用计算机曲线拟合技术给出这四类样品的真空紫外光学常数,并和国外发表的数据作了比较。用偏振器测定了 Seya-Namioka 单色仪偏振特性,给出偏振度  $P = R_p/R_s$ , 并应用于光学常数的求解中。作为另一应用实例,我们还用这一装置测定了光栅效率曲线,给出了测定结果。

## 二、实验装置

真空紫外反射率测量装置由光源、单色仪、偏振器、反射计及微机系统五部分组成,如图 1 所示。

本装置采用两种光源:真空紫外毛细管惰性气体辉光放电光源(简称毛细管光源)和真空紫外空阴极气体放电光源(简称空阴极光源)。毛细管光源工作电流 300 mA,相应电压

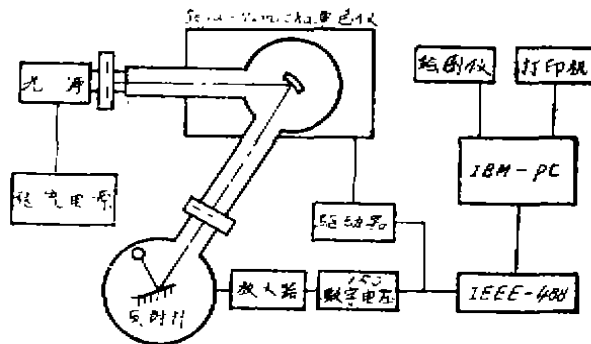


图1 真空紫外反射率测量装置

1500V, 由高压直流稳流电源供电, 可在30nm至200nm产生工作气体的原子谱线, 光谱辐射稳定性达 $\pm 2\%/h$ 。空阴极光源所用工作气体为He, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, Ar, Ne等, 工作压力10torr至 $10^{-2}$ torr。工作电流400mA, 相应工作电压300—350V, 触发电压4000V。能在20—200nm波段产生丰富的原子和离子谱线, 光谱辐射稳定性优于 $\pm 1\%/h$ 。

Seya—Namioka型真空紫外单色仪的工作波段为50—500nm, 凹面光栅曲率半径1m, 刻线密度为1200线/mm, 刻划面积 $30 \times 50\text{mm}^2$ , 闪耀波长150nm, 单色仪最高光谱分辨率为0.04nm, 波长精度 $\pm 0.05\text{nm}$ , 波长重复性 $\pm 0.05\text{nm}$ 。单色仪配有真空机组, 可手动或自动操作, 单色仪内真空度好于 $5 \times 10^{-6}$ torr。由步进电机通过正弦机构转动光栅以完成波长扫描。步进电机由驱动器经IEEE—488接口与IBM—PC微机相连, 在微机控制下运行。

反射型真空紫外偏振器原理如图2所示, 反射镜 $M_1$ 和 $M_2$ 镀金, 分别充当起偏器和检偏器。从单色仪出射的光线经 $M_1$ 和 $M_2$ 反射后进入探测器。机械机构保证在真空密封条件下使 $M_1$ 能绕AB轴,  $M_2$ 能绕BC轴旋转。设 $M_1, M_2$ 与光栅有共同入射面时探测器处光强为 $I_1$ , 将 $M_1$ 和 $M_2$ 一起绕AB轴转动 $90^\circ$ ,  $M_1, M_2$ 有共同的入射面但与光栅入射面垂直时探测器处光强为 $I_2$ , 由图示位置将 $M_2$ 绕BC轴旋转 $90^\circ$ ,  $M_1$ 和光栅共同入射面与 $M_2$ 入射面垂直时探测器处光强为 $I_3$ , 再将 $M_1$ 和 $M_2$ 绕AB轴旋转 $90^\circ$ , 光栅、 $M_1, M_2$ 三者的入射面相互垂直时探测器处光强为 $I_4$ , 则有:

$$\begin{aligned} I_1 &= I_0 [R_p r_p \overline{r_p} + R_s r_s \overline{r_s}] / 2 \\ I_2 &= I_0 [R_p r_p \overline{r_p} + R_s r_s \overline{r_s}] / 2 \\ I_3 &= I_0 [R_p r_p \overline{r_p} + R_s r_s \overline{r_s}] / 2 \\ I_4 &= I_0 [R_p r_p \overline{r_p} + R_s r_s \overline{r_s}] / 2 \end{aligned} \quad (1)$$

式中 $R_p, r_p, \overline{r_p}$ 为光栅、起偏器 $M_1$ 和检偏器 $M_2$ 对垂直偏振光的反射率,  $R_s, r_s, \overline{r_s}$ 为光栅、起偏器 $M_1$ 、检偏器 $M_2$ 对平行偏振光的反射率。

设 $P, \rho, \overline{\rho}$ 分别为光栅、平面镜 $M_1$ 、平面镜 $M_2$ 的偏振本领, 则

$$\overline{P} = R_s / R_p = a \pm (a^2 - 1)^{1/2} \quad (2)$$

$$\rho = r_s / r_p = a \pm (a^2 - 1)^{1/2} \quad (3)$$

$$\overline{\rho} = \overline{r_s} / \overline{r_p} = \overline{a} \pm (\overline{a}^2 - 1)^{1/2} \quad (4)$$

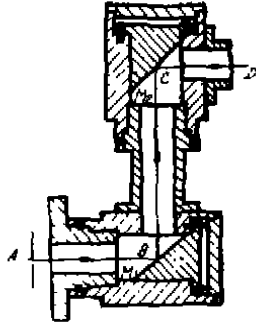


图2 真空紫外偏振器

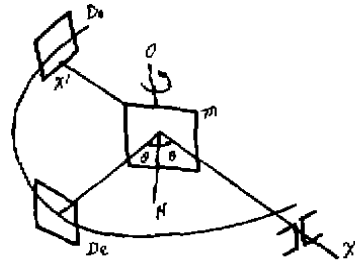


图3 反射计

其中：

$$A = (I_1^2 + I_2^2 - I_3^2 - I_4^2) / (I_1 I_2 - I_3 I_4) / 2$$

$$a = (I_1^2 - I_2^2 - I_3^2 + I_4^2) / (I_1 I_4 - I_2 I_3) / 2$$

$$\bar{a} = (I_1^2 - I_2^2 + I_3^2 - I_4^2) / (I_1 I_3 - I_2 I_4) / 2$$

通常  $\rho < 1$ ,  $\bar{\rho} < 1$ , 此时 (3) 式, (4) 式取“-”号; (2) 式, 当  $I_1 < I_2$  时, 取“+”号,  $I_1 > I_2$  时取“-”号。

反射计原理如图3所示,  $xx'$  为光轴,  $O$  为镜面  $m$  和探测器的共同旋转轴,  $N$  为镜面法线,  $\theta$  和  $\theta'$  分别为入射角和反射角,  $D_0$  和  $D_c$  分别为测试  $I_0$  和  $I_c$  时探测器的位置。由单色仪出射的真空紫外光经镜面  $m$  反射后到达  $D_0$  处的探测器上, 得到反射信号  $S_0$ ,  $S_0$  与反射光强  $I_0$  成正比, 然后将样品移出光束, 并将探测器转到  $D_c$  处, 测得入射信号  $S_c$ ,  $S_c$  与入射光强成正比, 这样, 入射角为  $\theta$  时的反射率为:

$$R_\theta = I_0 / I_c = S_0 / S_c \quad (5)$$

反射计的镜架调节机构可以使镜面处于所要求的任意入射角, 镜面可以向两个相反的方向旋转, 转动范围为  $-90^\circ$ — $+90^\circ$ 。入射角读数可以从鼓轮上直接读出, 精度为  $\pm 0.2^\circ$ 。探测器调节机构可以使探测器绕共同的旋转轴转到任意位置, 以测得各入射角的反射信号。在实际测量中由于探测器和样品尺寸所限, 探测器只能在  $10^\circ$  至  $170^\circ$  间读取反射光强。探测器回转半径为  $125\text{mm}$ 。

反射计中的探测器为日本 MS-9S 型侧窗的光电倍增管, 这种光电倍增管在轴线方向区域灵敏度均匀性较好, 在垂直于轴线方向均匀性较差。在光电倍增管前装有水杨酸钠荧光屏, 以便将真空紫外辐射转化为可见辐射加以接收。水杨酸钠荧光屏改善了光电倍增管的区域灵敏度。

反射计中的真空度为  $5 \times 10^{-5} \text{ torr}$ , 在真空室外通过真空密封转轴完成样品——探测器的转动及样品的移入移出光束。光电倍增管的输出通过真空电极引线输送到反射计外的放大器进行放大, 而后馈送到 7150 数字电压表。

IBM 微机经 IEEE—488 接口与 7150 数字电压表及步进电机驱动器相连, 在计算机控制下自动完成波长扫描, 数据采集处理, 给出反射率, 并显示、打印和存盘。

### 三、实验结果

#### 1. 真空紫外镜面反射率

我们利用上述装置测试了 Au, Pt, Al, Al+MgF<sub>2</sub> 等四类镀膜反射镜样品在  $100\text{nm}$

至200nm间光谱反射率及其随角度的变化。

图4和图5分别给出120nm铝膜反射率随角度的变化曲线及入射角为10°时铝膜反射率随波长的变化曲线。由于样品从镀膜机真空室中取出后迅速氧化,表面形成Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>膜,影响了测试结果的准确性。图5表明,由于样品老化时间较长,我们测得的反射率比Sabine<sup>[6]</sup>的低。

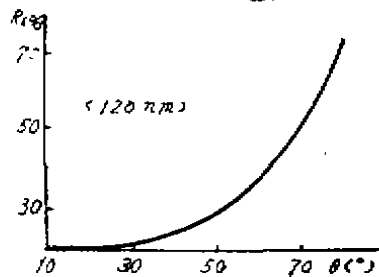


图4 铝膜的反射率随入射角度变化曲线

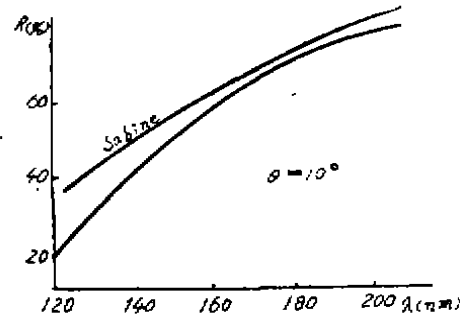


图5 铝膜的反射率随波长的变化曲线

制备铝膜的工艺条件:蒸发速度13nm/s,真空度 $3 \times 10^{-6}$ torr,基底为K.玻璃,基底温度25°C,膜厚130nm,老化时间11天。

图6和图7分别给出不同波长下Al+MgF<sub>2</sub>样品反射率随角度的变化曲线及不同入射角反射率随波长的变化曲线。图6表明,随波长增加反射率曲线的极小值向角度值较大的方向移动,这与理论相一致。由图7可以看出120nm,入射角20°,反射率可达70%,这与Hass,Bering,Madden报导的结果相接近<sup>[4]</sup>。

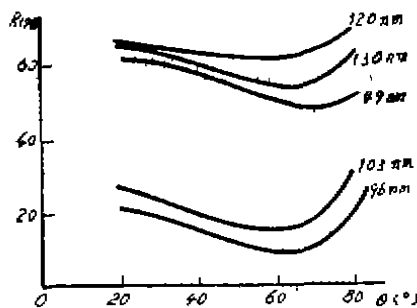


图6 Al+MgF<sub>2</sub>样品反射率随角度变化曲线

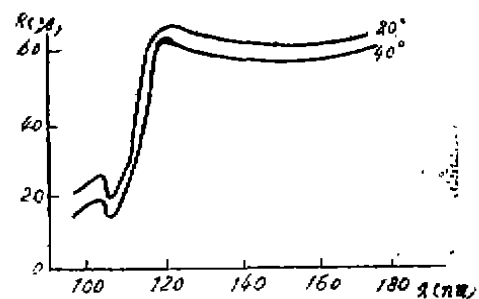


图7 Al+MgF<sub>2</sub>样品反射率随波长变化曲线

Al+MgF<sub>2</sub>膜制备工艺条件:先镀Al,蒸发速度12nm/s,膜厚120nm,真空度 $2 \times 10^{-6}$ torr,约一分钟后,再镀MgF<sub>2</sub>,蒸发速度14nm/s,膜厚28nm,真空度 $3 \times 10^{-6}$ torr。基底为K.玻璃,基底温度25°C。

图8和图9分别给出不同波长下Pt的反射率随入射角的变化曲线及不同入射角下反射率随波长的变化曲线。由于工艺条件所限,Pt的反射率仅为国外报导值的四分之一左右。

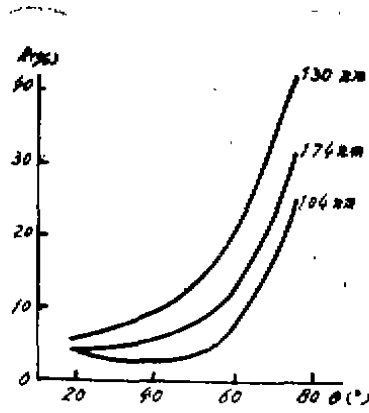


图8 Pt的反射率随入射角变化曲线

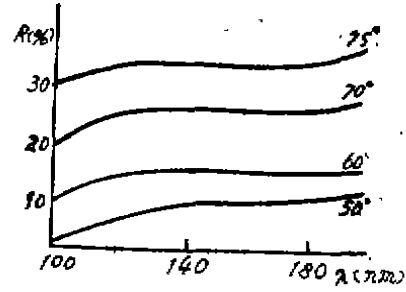


图9 Pt的反射率随波长变化曲线

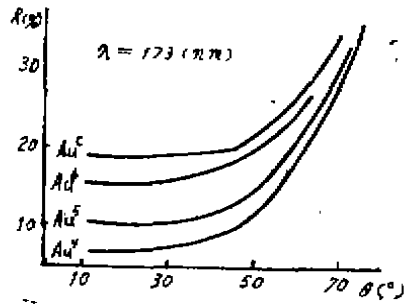


图10 不同工艺的金膜反射率随入射角变化曲线

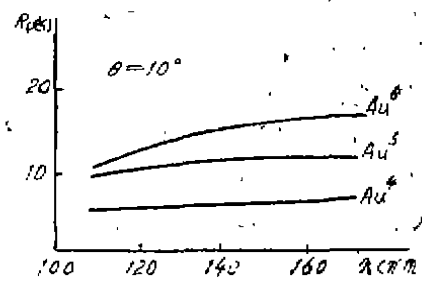


图11 不同工艺的金膜反射率随波长变化曲线

图10和图11给出不同工艺条件及老化条件下Au的反射率随入射角的变化曲线及Au的反射率随波长的变化曲线。其中Au<sup>4</sup>为高真空热蒸发镀金，Au<sup>6</sup>、Au<sup>5</sup>是超高真空热蒸发镀金，老化时间分别为60天、100天的样品。为了便于比较，图10给出了根据国外发表的光学常数所计算的理论曲线Au<sup>1</sup>。可以看出，由于工艺水平所限，我们的反射率普遍偏低。引用国外发表数据时考虑了Seya—Namioka单色仪的偏振度。

## 2. 光栅效率

图12给出光栅绝对光谱效率曲线，光栅绝对光谱效率  $I(\lambda)/I_0(\lambda)$  中的  $I_0(\lambda)$  指入射到

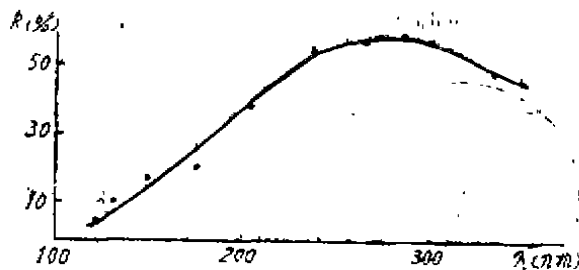


图12 光栅绝对光谱效率曲线

光栅上的光强,  $I(\lambda)$  指与入射光强  $I_0(\lambda)$  相应的光栅在某一级的衍射光强。所测平面光栅的闪耀波长 250nm, 刻线密度 1200线/mm, 未镀  $MgF_2$  膜。可以看出这种在铝表面刻划的光栅, 当未镀  $MgF_2$  时, 120nm 处效率依然高于 10%。

### 3. 偏振度

图13给出Seya—Namioka单色仪偏振度随波长变化曲线。

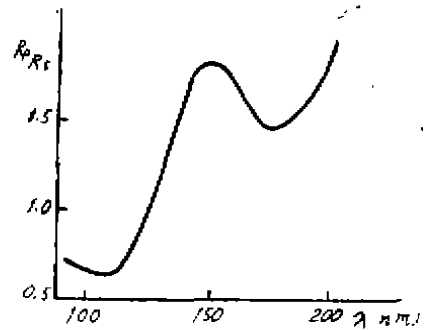


图13 Seya—Mamioka单色仪偏振特性曲线

## 四、误差分析

反射率测试误差因素很多, Hunter 曾作过较为详尽的分析, 在我们的真空紫外反射率测试中主要误差有以下几种:

空阴极光源光强的随机起伏及光电倍增管探测器和放大器光电信号的随机漂移约为  $\pm 0.5\%$ , 这一误差可通过多次采样并取统计平均而消除。至于光源、探测器和放大器的系统性漂移, 实验表明, 它们随时间几乎是呈线性变化, 因此可通过顺序测量反射光强  $I_1(\lambda)$ 、入射光强  $I_0(\lambda)$ , 并再次测量反射光强  $I_1'(\lambda)$ , 以平均值  $[I_1(\lambda) + I_1'(\lambda)]/[2I_0(\lambda)]$  作为最终反射率值来消除。

单色仪光栅效率不均匀, 且不均匀性随波长有所改变。表现为光束“重心”即光束的有效光轴随波长有所改变。因此从单色仪出射的光束经样品反射后进入探测器, 由于镜面反射率不均匀且探测器区域灵敏度不一致, 会使光谱反射率测量结果受到影响。  $30 \times 30 \text{mm}^2$  样品反射率均匀性一般为  $\pm 1\%$  左右, 正入射情况在样品处光束“重心”移动约为 2mm 左右, 因此这一误差估计为  $\pm 0.1\%$  左右。

同一波长不同入射角下样品处光束尺寸有所变化, 由正入射时  $\phi 3$  的圆斑变化为  $80^\circ$  入射时长轴为 25mm 短轴为 3mm 的椭圆斑, 由于样品反射率不均匀 (一般为  $\pm 1\%$  左右), 使测得的反射率有较大的误差, 入射角  $80^\circ$  时引起的误差约为  $\pm 0.5\%$ 。

镜面未经过样品和探测器的公共旋转轴引起的误差。如图14所示, 其中  $N$  为镜面  $m$  的法线,  $A$  为镜面处于公共旋转轴上时反射光线与探测器圆的交点,  $A'$  为镜面偏离公共旋转轴距离为  $d$  时反射光线与探测器圆的交点, 这样由于镜面偏离公共旋转轴入射角为  $\psi$  时的反射率需要在  $\psi + \delta$  处测得。如果样品—探测器由耦合方式驱动 (即  $\theta - 2\theta$  方式联动), 就会引入较大测量误差 (由 Fresnel 公式, 镜面偏离中心 1 mm,  $10^\circ$  和  $70^\circ$  时反射率测量误差估计分别为

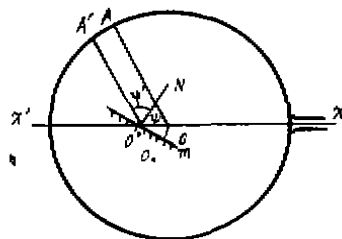


图14

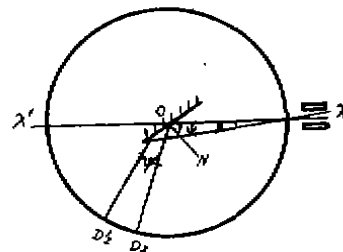


图15

$\pm 0.2\%$ 和 $0.56\%$ )。我们的反射率中样品和探测器各自转动,将样品放在特定角位置后再转动探测器,寻找最大反射信号。原则上讲这样不会由于样品偏移公共旋转轴而引入误差,但若样品反射率不均匀,由于样品偏移公共转轴,不同入射角光束在样品不同点反射,也会引入一定误差。样品偏移转轴量小于 $1\text{ mm}$ ,对 $30 \times 30\text{ mm}^2$ 均匀性为 $\pm 1\%$ 的样品,由于偏移公共转轴反射率测量误差估计小于 $\pm 0.03\%$ 。

反射计与单色仪的光轴不重合引起误差。如图15所示,设反射计与单色仪光轴夹角为 $\theta$ 此时入射角变为 $\psi + \theta$ ,反射角变为 $\psi - \theta$ 。若单色仪出射狭缝至探测器距离为 $250\text{ mm}$ 光轴间夹角为 $1^\circ$ ,由Fresnel公式不难求得 $20^\circ$ 角时反射率测量误差将为 $\pm 0.5\%$ 。当镜面向相反方向转动时,入射角和反射角分别为 $\psi - \theta$ 和 $\psi + \theta$ ,因此这项误差可通过在 $\pm 90^\circ$ 两个方向测量样品反射率并取平均值予以消除。即使如此,由于光轴不重合,镜面反射率不均匀也同时引入误差,在典型情况下估计为 $\pm 0.03\%$ 左右。

探测器区域灵敏度不均匀引入误差。探测器在测量直接光强 $I_0$ 和反射光强 $I_r$ 时,探测器上的光斑发生“反转”,由于光电倍增管区域灵敏度不均匀,将会引入误差。由单色仪出射光束的强度分布曲线及光电倍增管区域灵敏度曲线可以估算这一误差为 $\pm 0.1\%$ 。

探测器系统的非线性将引入误差。我们利用双光栏法测试了探测器系统的线性度,表明非线性误差在 $\pm 0.1\%$ 以下。

光电倍增管光谱灵敏度对入射光的偏振态敏感,但由于水杨酸钠荧光屏使入射光受到散射,因而大大减小了偏振态的影响,这一误差可忽略不计。

杂散光引入误差。单色仪和反射计中由于真空室壁及结构框架的杂乱反射以及光栅和待测样品的散射造成了杂光。设 $I_0(\lambda)$ 为入射光强, $I_r(\lambda)$ 为入射角为 $\theta$ 时反射光, $I_0'(\lambda)$ 为入射光中含有的杂光, $I_r'(\lambda)$ 为反射光中的杂光,则样品反射率表达式应修正为:

$$R = [I_r(\lambda) - I_r'(\lambda)] / [I_0(\lambda) - I_0'(\lambda)] \quad (6)$$

真空紫外单色仪及反射计杂光分析较为繁琐,也很难给出定量结果,不过我们可以用谱线附近的背景辐射来近似估计 $I_0'(\lambda)$ 和 $I_r'(\lambda)$ ,如此求出的 $R$ 可以认为消除了杂光的影响。

根据误差理论,综合以上分析可知反射率测量总误差为 $\pm 0.9\%$ 。

## 五、光学常数

对于各向同性的均匀介质,当不考虑镜面散射时,某一波长下光谱反射率与光学常数 $n$ 和 $k$ 之间的关系如下:

$$R = [R_s(1 + P) + R_p(1 - P)] / 2 \quad (7)$$

式中 $P$ 为入射光的偏振度,

$$P = (I_s - I_p) / (I_s + I_p) \quad (8)$$

其中 $I_s$ ,  $I_p$ 分别代表入射光中垂直分量及平行分量。 $R_s$ 和 $R_p$ 为镜面对 $I_s$ 和 $I_p$ 的反射率,

$$R_s = [\alpha^2 + b^2 - 2\alpha \cos\theta + \cos^2\theta] / [\alpha^2 + b^2 + 2\alpha \cos\theta + \cos^2\theta] \quad (9)$$

$$R_p = [\alpha^2 + b^2 - 2\alpha \sin\theta \operatorname{tg}\theta + \sin^2\theta \operatorname{tg}^2\theta] / [\alpha^2 + b^2 + 2\alpha \sin\theta \operatorname{tg}\theta + \sin^2\theta \operatorname{tg}^2\theta] \quad (10)$$

其中 $\alpha$ ,  $b$ 是中间变量,

$$2\alpha^2 = [(\pi^2 - k^2 - \sin^2\theta)^2 + 4\pi^2 k^2] + [(\pi^2 - k^2) - \sin^2\theta] \quad (11)$$

$$2b^2 = [(\pi^2 - k^2 - \sin^2\theta)^2 + 4\pi^2 k^2] - [(\pi^2 - k^2) - \sin^2\theta] \quad (12)$$

由以上 (7) — (12) 式, 可以看出反射率

$$R = R(n, k, P, \theta)$$

只要给定入射光的偏振度, 由两个或两个以上入射角下的反射率, 即可求解  $n$  和  $k$ , 我们编写了微机程序利用牛顿—拉夫逊方法解非线性方程组进行反射率曲线拟合, 给出光学常数  $n$  和  $k$ 。

表 1 Au膜计算结果 (表中  $n_s, k_s$  取自 M.L. Theye 的结果)

$\lambda$ (nm)	$n_s$	$n$	$k_s$	$k$
120.0	1.265	1.370	0.967	0.405
149.3	1.419	1.265	1.102	0.403

表 1 给出根据 Au 的反射率曲线及所测的 Seya-Namioka 单色仪偏振度计算得到的光学常数, 与国外发表的数据符合较差。分析表明, 存在较大差别的主要原因是样品制备工艺问题。

#### 参 考 文 献

- [1] R. Tousey, J. Opt. Soc. Am., 29, 235 (1939)
- [3] W. R. Hunter, Appl. Opt., 6, 12, 2140 (1967)
- [3] D. J. Michels, T. L. Mikes and W. R. Hunter, Appl. Opt., 13, 5, 1223 (1974)
- [4] Yanagihara et. al., Applied Optics, 1986, 25, 4586.
- [5] Windt and Cash, Proceedings of SPIE, 1986, 689, 167.
- [6] A. N. Zaidel and E. Ya. Shreider, «Vacuum Ultraviolet Spectroscopy», Ann Arbor—Humphrey Science Publishers.

### Investigation on Mirror Reflectance, Grating Efficiency and Film Optical Constant at VUV Spectral Range

Li Futian Han Fu Lu Ying

#### Abstract

VUV reflectometer and polarizer have been developed and VUV measurement equipment for mirror reflectance and grating efficiency has been established. VUV mirror reflectance for four kinds of samples such as Al, Al+MgF<sub>2</sub>, Au, Pt made under different technology condition and grating efficiency were measured at this equipment. By means of computer best fitting technique film optical constant was evaluated from the reflectance and the polarization degree and compared with the data published abroad.