

# 超光滑表面软X射线光学元件 的加工工艺与检测

周 长 新

**摘要：**本文叙述了工作在软X射线波段的光学元件的加工工艺与检测。谈到研究目的、背景和我国的研究概况。着重介绍了长春光机所近期工作的新进展。作者结合实例介绍了超光滑加工工艺方法、特点和超光滑表面粗糙度及面形的检测。测量结果表明，表面粗糙度优于0.5nm RMS，达到了世界先进水平。文章最后提出了今后三年的研究课题与目标。

## 一、前 言

X射线光学是应用光学前沿学科领域之一，它有着广泛的应用前景，目前已成为国际上十分活跃的学术领域。X射线光学技术，包括等离子X射线光源、X射线的二维和三维成像、X射线显微术、X射线全息术、X射线的相干特性测试、X射线掠入射望远镜与反射镜、X射线多层膜技术，X射线激光技术、X射线光谱技术、X射线分光及接收探测技术、X射线光刻技术以及同步辐射光束线研制及应用等，涉及以上各个领域的共同的重要基础技术之一，是超光滑光学元件加工工艺及检测。由于工作波长为nm数量级，因此光学元件表面粗糙度均在nm甚至更小的数量级。通常把这种光学表面称之为超光滑表面(Supersmooth Optical Surfaces)，制造这种光学元件的光学加工技术，谓之超光滑抛光。它相当于原子分子水平上的加工。提供这种超光滑表面的目的是减少X射线因散射造成的能量损失。近代，世界各国十分重视光学超精加工技术的研究，以制造出上述超光滑、超精密的光学元件或者提供超光滑基体或衬底。

## 二、研究现状及国内外水平对比

1980年我所开始进行掠入射软X射线成像望远镜的研制，工作波段0.3—0.6nm。物镜由二个非球面筒形金属镜组成，要求镜面表面粗糙度1nm RMS，面形精度 $\lambda/5$ 。为此，我们开展了超光滑表面光学加工工艺研究。进行工艺原理及方法的试验；超细磨料的分选；加工设备研制；表面粗糙度测量方法与仪器的研究等，取得了较好的结果。镜筒材料为铝合金LD2，表面非电镀镍(Electronless nickel plating)，抛光后粗糙度达到1.5nmRMS，面形精度为 $\lambda/3^{(1)}$ 。在此技术基础上，于1987年又承担了北京与合肥的同步辐射光束线中大部分精密光学元件的研制与加工。这些元件工作在真空紫外及软X射线波段，表面粗糙度要求3~0.5nm RMS，面形要求 $\lambda/4\sim\lambda/100$ 。零件材料：熔石英、铝合金、无氧铜、单晶硅、K<sub>9</sub>光学玻璃和微晶玻璃等。零件面型有：球面、平面、柱面、超环面(toroid)、离轴抛物面与椭球面等。1990年我们圆满地完成了上述全部光学元件的试制，已建成的十条光束线

中的绝大部分光学元件均为我所研制，达到了国外同类产品的技术水平。

1986年，我所引进了美国Rank Pneumo公司生产的MSG—325双轴计算机数控金刚石超精切削车床，使我国的单点金刚石切削加工技术（SPDT）提高到一个新的水平。该机床进给灵敏度为 $0.025\mu\text{m}$ ，最大加工直径 $325\text{mm}$ ，加工面形精度 $0.5\mu\text{m}$ ，加工表面粗糙度可达 $10\text{nm}$ 。主要用于非球面金属镜加工。目前的SPDT的加工水平，还不能满足同步辐射和X射线光学元件表面粗糙度的要求。需对金刚石切削后的镜面，用散粒磨料进行超光滑抛光。

软X射线光学元件检测，主要是表面粗糙度测量，此外还有面形测量和大曲率半径测量。我所从日本引进的诺曼斯基微分干涉显微镜，可以进行粗糙度半定量测量，可分辨的粗糙度值约 $3\sim 5\text{nm}$ 。以后又引进了英国Rank Taylor Hobson公司生产的阶梯度测试仪，是触针式仪器，垂直分辨率可达 $0.5\text{nm}$ 。由于是接触式测量，有可能划伤表面。该仪器可给出粗糙度的峰-谷（P-V）值，尚不能给出均方根（RMS）值。八十年代中期，我们自行研制了等色序干涉（FECO）仪，测量粗糙度精度可达 $0.25\text{nm}$ <sup>[2]</sup>。之后又研制成功散射法测量粗糙度的仪器。在面形检测方面，我所引进了美国ZYGO公司生产的数字波面干涉仪可用于超光滑表面面形的非接触测量。

与国外相比，我们的工艺方法与设备手段还比较落后。国外早在七十年代已发展了计算机控制的离子束抛光技术以及其它一些先进的超精抛光技术，如：弹性发射材料加工法（EEM），水中抛光法（BFP），浮动抛光和流体抛光<sup>[3]</sup>等。在工艺技术水平上，美国可达到的超光滑衬底的粗糙度优于 $0.1\text{nm RMS}$ <sup>[4]</sup>。在粗糙度测试方面，美国海军武器研究中心在七十年代已研制出具有电视扫描、计算机数据处理的FECO扫描干涉仪<sup>[5]</sup>，灵敏度可达 $0.075\text{nm}$ 。八十年代，美国WYKO公司生产的WYKO光学面型仪，已在世界各国被广泛用来检测超光滑表面粗糙度。它是应用相移干涉技术（PSI）原理来测量表面粗糙度的数理统计特性。利用压电陶瓷传感器进行扫描，用CCD面阵作接收器，通过接口电路由HP320计算机进行数据处理，最后打印机给出所需的各种数据。这种仪器软件先进，功能齐全，测量精度可达 $0.1\text{nm}$ 。我国目前还没有该仪器。美国CHAPMAN仪器公司生产的MP2000型测量仪采用微分干涉法，测量范围较大（扫描长度 $100\text{mm}$ ），分辨率达 $0.1\text{nm}$ ，可测量表面粗糙度，也可以测量表面形状。总之，在检测技术与设备方面，我国还较为落后。

### 三、加工工艺方法及典型实例简介

#### 1. 超光滑光学表面加工方法概述

通常软X射线光学系统均采用反射式光学系统，所以绝大部分光学零件均为反射镜。表面形状有平面、球面、超环面，柱面及各种非球面等，外形常常是窄长条。材料也是多种多样的。这些零件的共同技术特点是要求超光滑表面与较高的面形精度，以及在超高真空系统中工作。常用到的几种加工方法如下：

（1）传统的研磨及沥青抛光法。这是众所周知的，抛光是通过抛光介质和工件表面之间的物理与化学相互作用而完成的。通过控制抛光粉的粒度及均一性和润滑剂的纯度或加入其它溶液或肥皂等会提高抛光表面的光洁度。最高可达 $2\sim 2.5\text{nm RMS}$ 。

（2）碗形水中抛光法（Bowl feed polishing）。这种方法是把沥青抛光盘浸入一个装有水的塑料碗中，使抛光剂混合物处于悬浮状态。最后放出所有液体抛光剂，加入蒸馏水，

继续抛光一段时间。表面粗糙度可达  $0.3\sim 0.5\text{nm RMS}$ 。

(3) 金属表面液体化学抛光方法。按材料不同配制化学抛光液体，零件在溶液中相对运动，也可结合电化学抛光来达到超光滑表面。

(4) 离子束抛光法。在真空室里用离子束（氩、氙、等惰性气体）轰击零件表面，由计算机控制离子束在零件表面上的扫描轨迹，停留时间和轰击强度等参数来获得超精表面。

(5) SPDT 与金刚石微粉研磨抛光法。SPDT 是在高精度机床上，用金刚石刀具微量进给，车削出光学表面，只能加工金属镜。金刚石微粉研磨是用  $0.1\mu\text{m}$  的钻石粉压入制好的沥青盘，加入硅油润滑，使沥青盘与工件之间保持一定的油膜厚度，这种方法可获得  $0.5\text{nm RMS}$  超光滑表面。

(6) 弹性发射材料加工法 (EEM)。使微小磨料在液体中浮游，使之以高速冲击工件表面以实现微量加工。加工单位为  $10^{-6}\text{cm}$  以下。

## 2. 熔石英球面相位光栅基体的加工与检测<sup>(6)</sup>

该零件是为北京正负电子对撞机 (BEPIC) 同步辐射光束线 4B9B 研制的，用于光束线中的 X 光球面光栅单色仪。零件光学表面尺寸： $105\text{mm}\times 35\text{mm}$ ，球面半径及误差： $R 57.3074\text{mm}\pm 1\%$ 。面形精度为  $\lambda/100\text{RMS}$ ，表面粗糙度为  $0.5\text{nmRMS}$ ，基体材料为熔石英。最后是用离子束刻蚀全息掩模的工艺方法在熔石英超光滑球面衬底上制成深度  $7.5\text{nm}$  的等间隔矩形光栅槽。

球面光栅基体加工工艺过程简述如下：

用熔石英材料为垫块与工件拼接装成一个圆形组合件，在经过改进的传统的机器上，用水中抛光法进行超光滑抛光。采用经过分选的超细粒度的氧化铈—氧化铁为抛光剂，适当掌握抛光液浓度，通过长时间的抛光使磨料不断自粉碎来获得更细的粒度。抛光模的软硬程度也是关键问题之一，仍然采用沥青抛光模。为获得高精度面形，希望硬度高一些为好。在超光滑抛光阶段，为获得较低粗糙度，希望抛光模软一些好。可通过调整沥青与松香的比例来实现。

加工过程中的粗糙度检测，可观察激光散射来初步判断，然后取下小垫块，在 Talystep 仪器上测量，达到要求后，就可以下盘。最终的粗糙度精确测量在美国布鲁海文国家物理实验室 (BNL) 的 WYKO 光学面型仪上进行的。加工过程中的面形测量用专门制作的样板检测，最终用 ZYGO 干涉仪进行非接触法精密测量。球面大半径测量也是一个难题，我们是在干涉仪上使用平面参考镜取代球面参考镜来解决的。共测量了二块光栅基体，每块测量 6 个点，粗糙度在  $0.2\sim 0.6\text{nmRMS}$  范围。

## 3. 其它一些典型光学元件实例简介

(1) 掠入射 X 射线光刻金属柱面扫描镜。用于北京正负电子对撞机同步辐射 X 射线光刻光束线即 3B3 光束线。镜面尺寸  $100\text{mm}\times 240\text{mm}$ ，柱面半径  $R527.5\text{mm}$ ，工作波长  $0.4\sim 2\text{nm}$ ，掠入射角  $1.5^\circ$ ，表面粗糙度要求  $1\text{nmRMS}$ ，面形误差  $\lambda/5$ ，材料为变形铝合金 LD2。在精加工后的圆柱表面非电镀镍，然后进行精磨、抛光，并采用精度为  $0.05\mu\text{m}$  的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  为抛光剂进行超光滑抛光。最后超真空 ( $10^{-9}\text{Torr}$ ) 表面镀金。加工后达到的表面粗糙度为  $0.56\text{nmRMS}^{(7)}$ 。

(2) 大半径微晶玻璃球面反射镜。用于合肥国家同步辐射实验室 (HESYRL) 光电子能谱实验光束线中作为水平与垂直聚焦用 (共 5 块)。镜面尺寸  $60\text{mm}\times 310\text{mm}$ ，半径分别为  $R 89.05\text{m}$  与  $51.18\text{m}$ 。材料选用国产牌号  $\text{V}_{02}$  的优质零膨胀系数微晶玻璃 (Zerodur)，这

种材料加工性能不太好。我们采用 BFP 抛光方法, 获得的结果为: 表面粗糙度 0.554nm RMS, 面形精度 $\lambda/10$ , 最后表面超真空镀金<sup>(6)</sup>。

(3) 单晶硅软 X 射线多层膜色散元件基体。代替 TAP 晶体用于 X 光荧光光谱分析轻元素 F, Na, Mg 等, 衬底尺寸为 32mm × 74mm, 用钻石研磨膏 W0.5 沿 Si (111) 面进行超光滑抛光, 达到的表面粗糙度优于 0.4nm RMS。

#### 四、近期研究方向与目标

1. 超光滑加工机理的研究。分析各种加工方法的基本原理, 根据影响粗糙度的各种参数如: 磨料粒度、压力、转速、温度、时间、胶盘硬度、材料特性等, 建立数学模型, 用方差分析、最小二乘法找出最佳工艺参数, 逐步实现计算机控制的自动超光滑抛光。为此需要进行大量的工艺实验, 并且需在超净的环境条件下进行。

2. 超细磨料分选和制备的研究。不同材料需采用不同品种的磨料。目前, 我们常采用日本 TOMAS 生产的超微研磨剂, 今后二、三年内, 希望能达到自给。自行研制生产的各种抛光剂, 粒度达 0.01—0.05 $\mu$ m, 并且均匀性好。

3. 新的超精抛光方法的研究。如 EEM 和流体抛光等工艺方法与设备的研究, 争取加工技术水平达到 0.1nm RMS 表面粗糙度。

4. 超光滑表面非接触法干涉测量方法的研究。包括面形测量与粗糙度测量方法与仪器的研究。还有表面倾斜度误差 (Slop error) 测量 (目前在国内还是空白), 大曲率半径的测量, FECO 和 PSI 干涉原理的表面粗糙度测量仪器的研究, 后者主要困难是软件的研究, 如何把原来 H. P. 公司计算机的软件功能应用到 IBM 系统, 否则很难在国内得到推广应用。

#### 参 考 文 献

- [1] Zhou Changxin, Miao Xiangsong; SPIE, 1236, 1990
- [2] 周长新; 计量学报, 7, No. 3, 1986, 187
- [3] David L. Shealy; SPIE, 1160, 1989, 109
- [4] Phillip C. Baker; SPIE, 1160, 1989, 263—270
- [5] J. M. Bennett; Appl. Opt., 15, No. 11, 1976, 2705
- [6] Zhou Changxin, Shu Deming, Liu Wuming; SPIE, 1160, 1989, 177—185
- [7] Zhou Changxin, Sao Jinghong; SPIE, 1333, 1990, 136—144
- [8] Zhou Changxin, Sun Deming; SPIE, 1345, 1990

### Fabrication Technology and Testing of Soft X-ray Optical Elements with Supersmooth Surfaces

Zhou Changxin

#### Abstract

The fabrication technology and testing of optical elements at soft X-ray wave band are described in this

paper. It deals with the research purpose, background and research summary in China, and new developments on the research works in CIOFM recently. Author presents some examples to explain supersmooth fabrication methods, features and testing of supersmooth surface roughness and figure. The test results show that the surface roughness is better than 0.5 nm RMS and has been up to the world level. Finally, the resesarch topic and aim are presented in the three years recently.