

软X射线多层膜技术

曹健林 缪同群 马月英*

摘要: 本文总结了长春光机所近年来开展的X射线波段多层膜光学元件研制工作。列举了其主要进展和成果。并对今后一段时期的进一步发展作了简要讨论。

一、引 言

X射线波段多层膜光学元件的研制是国际上八十年代以来光学研究的一大热点,各主要发达国家都开展了工作。从已发表的资料和我们掌握的信息上看,代表国际先进水平的多层膜正入射光学元件其实测反射率在 40 \AA 到 100 \AA 之间已能达到百分之十几, 100 \AA 以上波段已高达百分之几十(最高的达到百分之六十左右);研究工作的重点已经开始从元件的研制向系统的应用转化。一些公司已经推出了商品。作为这些集中研究的反映,近年来出版汇编了专门学术论文集多集,有关的研究工作成了光学界大型学术会议的一个重要议题^[1]。目前人们普遍认为,X射线波段多层膜光学元件的研制及其在同步辐射、X射线激光、光刻、生物学、材料科学等领域中的应用是二十一世纪高科技中最重要的关键技术之一。

我们长春光机所近年来在这方面开展了一系列基础性工作^[2-5]。随着国内需求的增加,一些单位也相继开展了工作。然而,X射线多层膜元件的研制和应用涉及的问题很多,需要一定的投资以添置必备的仪器设备和相当的技术基础。从我国的具体情况出发,我们认为还需要对现有的条件和已取得的成果做认真、客观的分析、评价和总结,找出与世界先进水平的差距和造成这些差距的原因,选准几个重点突破口作为今后几年研究的主攻方向,使我们能尽快赶上世界先进水平。

本文概述我们近几年的工作。其中有些成果已发表,有些正准备发表,还有些工作则正在进行之中。

二、X射线多层膜元件的设计

1. 光学常数

准确的光学常数数据是多层膜元件设计的基础。几年来,我们在这方面做了许多工作,得到了一大批X射线波段光学常数的数据。

通过国际合作,我们使用日本国立高能物理研究所光子工厂(KEK PF)的同步辐射装置实际测量了Au、C、Mo、Rh、Ru、Pt、W、Si等X射线波段镀膜常用材料在超薄膜状态下的光学常数^[2]。这批数据已成功地用于多层膜的设计和制备,取得了一系列令人满

*注:参加此项工作的还有朱秀芳、陈星且

意的结果^[3]。我们还得到了Henke的光学常数, 范围从100到10 000eV, 包括了几乎所有元素($Z = 1-94$)。以上两批数据已做为光学材料数据库存入计算机中, 使用时可以方便地进行查取。

利用长春光机所现有条件开展的真空紫外-软X射线光学常数测定工作也取得了一些成果^[4]。一项有关的自然科学基金项目明年将按期完成。

2. 膜系设计

X射线波段的高反膜系的设计可以借用可见光波段发展起来的设计方法。例如, 在选定镀膜材料之后, 将膜厚做为可变参量对反射率择优以定出最佳膜厚值。

我们在设计工作中发展了一种可以称为“振幅反射率光滑连接作图法”的设计方法^[5]。该方法是一种解析法, 计算简便, 图像直观, 结果可靠, 圆满地解决了膜系设计中挑选镀膜材料和决定最佳膜厚值这两大问题。

在研究工作中我们还设计并制备过非周期膜系。根据我们的结果, 当层数不多时非周期膜系的反射率要比周期膜系大得多。在实际制备中, 如果光学常数准确, 膜厚控制有把握, 层数不多时应采用非周期膜系。

除了多层膜反射镜之外, 多层膜色散元件、多层膜偏振元件、多层膜宽带反射镜等光学元件的设计也在研究之中。

三、X射线多层膜元件的制备

1. 基(底)板加工

为了减少表面粗糙引起的散射, 加工出具有超光滑表面(表面粗糙度的均方根值要求 \AA 量级)的基板是制备X射线波段反射型光学元件的基本条件。经过几十年的研究和工艺经验积累, 长春光机所的光学加工能力在传统光学加工方面已经达到相当高的水平。利用所谓BFP技术(Bowl Feed Polishing), 光学玻璃(K_9)、熔石英、单晶硅片等都能加工出表面粗糙度为 \AA 量级的基板。从我们利用触针式台阶仪(Talystep)和WYKO表面轮廓仪的测量结果看(对多批样品做了这类检测), 单晶硅的结果最好(可达 1\AA 左右), 熔石英次之(可达 $2-3\text{\AA}$)。一般认为, 光滑表面粗糙度均方根值应小于工作波长的十分之一。根据这个标准, 可以认为对于 100\AA 以上波段, 我们的基板已达到了制备正入射多层膜实用光学元件的要求。

2. 镀膜

(1) 镀膜设备

先进的镀膜设备无疑是制备X射线多层膜光学元件的必备手段。在几十年光学薄膜研究工作的基础上, 长春光机所已拥有三种常用的镀膜装置中的两种, 即电子束镀膜装置(EB)和射频磁控溅射镀膜装置(MS), 一台新型的离子束溅射镀膜装置(IBS)已完成调试, 正在做镀膜实验。

(2) 膜厚控制

不论采用何种装置, 能否对镀膜过程进行准确、严格的实时控制都是X射线多层膜元件制备的关键。由于设计膜厚约在 10\AA 到 100\AA 的范围, 这种实时控制要做到原子尺度。

我们已经对X射线干涉法、椭偏仪方法, 以及石英晶体振荡器方法作过研究。以石英晶体振荡器为例, 通过合理选择晶片切型, 改造冷却系统, 选用高精度频率计, 适当布置头

位置等反复试验以及用Talystep对Tooling Factor的仔细定标,对应的膜厚控制精度重元素已可小于 1 \AA ,轻元素也能做到 1.5 \AA 左右。以此为基础,以单板(片)机进行控制的自动膜厚监控装置正在试制中。

(3) 制备实验

在上述工作的基础上,我们已连续进行了几年X射线多层膜的制备实验(主要用EB装置),制备了大量样品。按设计工作波长分类,已制备过工作波长为 18.3 \AA , 44.7 \AA , 105.7 \AA , 171 \AA , 231 \AA , 232.2 \AA , 256 \AA 及 304 \AA 的样品;按镀膜材料分类,先后试制过:W/C, Mo/C, Ru/C, Mo/Si, Mo/B, Mo/BNi, Mo/Al, Au/Al, Ru/Al等多种材料的膜系;按用途分类,这些样品包括平面反射镜、球面反射镜、宽带反射镜以及色散元件、偏振元件等。此外,结合X射线天文望远镜研制工作的需要,长春光机所还研制过X射线薄膜滤光片。

四、X射线多层膜元件的检测与评价

1. 反射率测量

在给定波长和入射角下获得尽可能高的反射率是几乎所有X射线多层膜元件的主要目标。因此,实测反射率也自然成为检测、评价X射线多层膜元件最主要的手段。以长春光机所在短波段辐射计量方面的工作为基础,X射线多层膜元件反射率实际测量一直是我们的的一项重要工作内容。设计波长为 44.7 \AA 的W/C多层膜反射镜反射率测量,使用了自制的Henke源(C靶)、反射率计和正比计数管。测量结果表明,用EB制备的两块样品的实测反射率分别达到8—9%(入射角 75°)和3%(入射角 60°),并且经过一年以上的保存后反射率没有降低。

一台反射率测量装置正在调试中。它是用软X射线-真空紫外气体放电光谱光源,反射率计中的样品和探测器的运动由微机控制,有5个自由度,其中直线运动精度为 $5\mu\text{m}$,转动精度为 $30''$,根据光源能给出的谱线,目前这套系统可以用光电接收的方法测量 161 \AA 、 171 \AA 、 231 \AA 、 256 \AA 、 304 \AA 等波长处的反射率。

我们还将一部分样品送往国外,请日本东北大学波冈教授研究小组用以激光等离子体为光源的反射率计做了反射率测量。一块样品在波长 130 \AA 处的实测反射率达13%(入射角 55°)。

鉴于反射率测量在X射线光学元件研制中的极端重要性,我们也在积极筹建一套使用激光等离子体做光源的反射率测量系统。各部分的设计工作已经全面展开,已开始一些元件的加工。

2. 膜层结构测试

除了反射率测试之外,利用X射线衍射仪、透射电镜、隧道扫描电镜、以及俄歇谱仪、穆斯堡尔谱仪、电子能谱等方法对膜层结构和表面、界面状态进行分析测试也是检测工作中不可缺少的一部分。从光学元件研制的角度出发,这类结构测试的主要目的在于观察微观特性,(如稳定性、均匀性、抗辐射、抗高温能力等),为研制工作提供评价的依据和改进的方向。

我们的每块周期性样品都用X射线衍射仪($\text{Cu } k_\alpha$ 线, $\lambda=1.54\text{ \AA}$)做过结构测试。以最近试制的设计波长为 232.2 \AA 的正入射反射镜为例,测量结果表明样品具有明显的周期结

构, 用线性坐标也可以看到满足布拉格条件的前三级主峰 (如果用对数坐标则更多), 且测出的主峰位置与理论计算值 (光学常数取自我们的数据库, 膜厚用设计值) 对应得极好 (差值小于 0.02°)。利用我们的IBS装置在调试阶段制备的62层多层膜反射镜 (正入射, 工作波长 105.7 \AA) 已可以测到第五级主峰。由于主峰位置完全由膜厚和镀膜材料的光学常数决定, 这些结果说明: 1. 我们制备的膜系其周期性和界面都比较清晰, 2. 膜厚控制的精度相当高, 3. 计算中使用的光学常数数据准确可靠。

进一步, 我们还利用X射线衍射测量对表面粗糙度及其对反射率的影响做了研究。由于我们制备的样品不够大 (直径在 $20-30 \text{ mm}$ 之间), 做小角衍射时有漏光而不能直接测量反射率, 我们采用了第二衍射峰与第一衍射峰的比值估计粗糙度的影响。引用标量散射理论, 将散射影响归结为Debye-Waller因子的理论计算表明, 表面粗糙 $\sigma = 0, 5 \text{ \AA}, 8 \text{ \AA}$ 时对应的第二衍射峰强度与第一衍射峰强度的比值为 40.5% 、 18.3% 和 9.1% ; 而实际测出的比值为 13% , 据此我们认为实际样品的表面粗糙度为 6 \AA 左右, 这一估计与用Talystep和WYKO的测量结果相符。

除了利用X射线衍射仪的检测之外, 通过合作, 利用透射电镜的断层观察和利用隧道扫描电镜的断层观察、粗糙度观察也在进行之中。

五、应 用

以上工作为基础, 从今年起我们已在X射线多层膜光学元件的应用方面迈出了第一步。我们分别同上海光机所、核工业部九院二所在X射线激光谐振腔研究中进行了合作。有关的工作进展顺利, 即将进行第一轮实验, 下一步的合作方案也正在准备之中。

我们申请的软X射线波段正入射显微术研究项目也得到了国家自然科学基金委员会的批准。该项目以多层膜正入射反射镜做的关键元件, 利用现有的线谱光源等条件, 主攻方向是生物显微应用。作为国家应用光学开放实验室的项目与九院二所合作, 利用多层膜反射镜并以高温等离子体诊断为主攻方向的X射线显微术研究也已开始。

为北京同步辐射光束线应用的多层膜色散元件已开始研制。此外, 利用多层膜反射成像的X射线望远镜原理性实验已准备了半年, 主反射镜即将开始镀膜。

六、总结、讨论与希望

结合以上工作和成果, 我们认为:

1. 我们已经在X射线多层膜元件研制的各主要研究部分和环节中做了探索 and 实验, 积累了比较丰富的经验, 技术上基本没有空白。

2. 以上工作发挥了长光所传统光学方面的优势, 同时又是典型的高技术跟踪工作, 整体上处于国内领先地位。

3. 我们已建立了一支研究队伍, 并有了一定的设备条件, 特别是光学加工和短波光学基础, 加上有国际交流的基础, 能比较快的掌握国际上的研究动向, 应该说已经具备了赶上世界先进水平的能力。

4. 我们已经开始了合作应用研究, 这不仅标志着研究工作的新阶段, 同时也说明我们的工作得到了有关专家的承认。

然而，我们的研究还处于起步阶段，离世界先进水平还有相当的距离。以上工作到目前为止还主要是发挥原有设备的潜力，没有得到过集中投资，工作难于深入。由于关键性设备需要的投资强度较大，而所里这几年一直经费紧张，至使我们无法大步前进，并且严重影响了合作应用。为了尽快赶上世界先进水平，我们希望：

1. 对于应用前景如此广泛，并且已走进实用阶段的X射线多层膜光学元件，下一步的研究工作应有明确的应用目标，不要做演示性的、原理性的实验研究。
2. 研究工作应相对集中，重点解决几个基础性、关键性的技术难题，不做低水平的重复。
3. 集中投资解决关键设备，特别是镀膜的设备 and 能够精密进行反射率测量的装置。

参 考 文 献

- [1] Proc.SPIE, 984(1988), 1 140(1989), 1 159(1989), 1 160(1989), 1 345(1990)
- [2] 曹健林等, 光学学报, 10, No.8.706(1990)
- [3] J.Cao et al., SPIE, 1 345(1990)
- [4] 李福田等, 光学机械, 1990年第4期
- [5] 李懋康等, 光学学报, 6, No.6, 493(1986)

X-ray Multilayers

Cao Jianlin Miao Tongqun Ma Yueying

Abstract

Researches of X-ray multilayers have been carried out in this institute for years. This paper summarizes the main results which include the polishing of super-smooth substrates, the design, deposition, test, and evaluation of multilayers, and some application schemes of using multilayers as mirrors and dispersing elements in soft X-ray region. Problems are discussed and suggestions are proposed for the further researches.