

文章编号 1004-924X(2009)12-2946-06

不同本底真空度下 SiC/Mg 极紫外 多层膜的制备和测试

朱京涛¹, 黄秋实¹, 白亮¹, 蒋晖¹, 徐敬¹,

王晓强¹, 周洪军², 霍同林², 王占山¹, 陈玲燕¹

(1. 同济大学物理系精密光学工程技术研究所, 上海 200092;

2. 中国科技大学国家同步辐射实验室, 安徽合肥 230029)

摘要:为研究不同本底真空度对 SiC/Mg 极紫外多层膜光学性能的影响, 利用直流磁控溅射方法在不同本底真空度条件下制备了峰值反射波长在 30.4 nm 的 SiC/Mg 周期膜。X 射线掠入射反射测试结果表明, 不同本底真空度条件下制备的 SiC/Mg 周期多层膜膜层质量有明显差异。用同步辐射测试了 SiC/Mg 多层膜在工作波长处的反射率, 结果表明, 本底真空度为 6.0×10^{-5} Pa 时, SiC/Mg 周期膜反射率为 43%, 而本底真空度在 5.0×10^{-4} Pa 时, SiC/Mg 多层膜反射率仅为 30%。同步辐射反射曲线拟合结果表明, 反射率随着本底真空度降低是由多层膜 Mg 膜层中的 Mg 氧化物含量增多造成的。

关键词:极紫外光学; 本底真空度; 多层膜; 反射率; 磁控溅射

中图分类号: O484.1 **文献标识码:** A

Manufacture and measurement of SiC/Mg EUV multilayer mirrors in different base pressures

ZHU Jing-tao¹, HUANG Qiu-shi¹, BAI Liang¹, JIANG Hui¹, XU Jing¹, WANG Xiao-qiang¹,
ZHOU Hong-jun², HUO Tong-lin², WANG Zhan-shan¹, CHEN Ling-yan¹

(1. *Institute of Precision Optical Engineering, Physics Department,*

Tongji University, Shanghai 200092, China; 2. *National Synchrotron Radiation Laboratory, University of Science and Technology of China, Hefei 230029, China*)

Abstract: To improve the optical performance of an EUV multilayer mirror working at a 30.4 nm wavelength, a series of SiC/Mg multilayer mirrors with peak wavelength of 30.4 nm were fabricated with DC magnetron sputtering at different base pressures. The measured results of X-ray diffraction (XRD) show that the multilayers have obviously different optical properties at different base pressures. Furthermore, the reflectivities of these multilayer mirrors were measured by a synchrotron radiation light, the results indicate that the reflectivity of the multilayer prepared at the base pressure of 6.0×10^{-5} Pa is as high as 43%, but the reflectivity prepared at the base pressure of 5.0×10^{-4} Pa is on-

收稿日期: 2009-01-06; **修订日期:** 2009-02-18.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (No. 10435050; No. 10675092); 国家 863 高技术研究发展计划资助项目 (No. 2006AA12Z139); 上海市科学技术委员会资助项目 (No. 07DZ22302); 上海市教育发展基金会晨光计划资助项目 (No. 2008CG25); 同济大学青年优秀人才计划资助项目

ly 30%. By analyzing the reflectance curve and scattering curve measured in the synchrotron radiation, it is proved that the decrease of reflectivity of SiC/Mg multilayer is relative to the content of magnesium oxide in the layers.

Key words: extreme ultraviolet optics; base pressure; multilayer; reflectance; magnetron sputtering

1 引言

从上个世纪 90 年代起,极紫外波段光学成像技术逐步成为地球空间科学研究和太阳观测的重要工具。在地球等离子体层中,除了 H^+ 外, He^+ 是含量最多的离子。 He^+ 离子共振散射来自太阳辐射的 30.4 nm 光,因此,30.4 nm 波长的观测成为研究地球等离子体层结构和动力学特征的有效手段^[1-2]。2000 年,通过对 30.4 nm 光成像,美国 NASA 发射的 IMAGE 卫星实现了对地球等离子体层连续完整的观测^[3]。另外,工作于 EUV 波段的高分辨率成像系统,通过对太阳辐射中 Fe-IX(17.1 nm),Fe-XII(19.5 nm),Fe-XV(28.4 nm)和 He-II(30.4 nm)4 条谱线的成像,也实现了对日冕区和过渡区等离子体的观测^[4]。目前,极紫外波段成像技术的应用已在天文观测领域取得了一系列重要进展^[5-6]。

作为极紫外成像技术中的关键元件,多层膜反射镜决定着成像的效率和光谱分辨率。由于 Mo/Si 多层膜在真空和大气中有很好的稳定性,故一直被用于 12~30 nm 波段反射镜的制备^[7]。但随着极紫外太空观测的发展,需要观测的波段逐步扩展,当波长 > 25 nm 时,Mo/Si 多层膜的性能即难以满足日益增加的高光谱分辨和反射效率的要求,逐渐被其它材料组合所代替。Si 在波长 > 12.4 nm 的极紫外波段吸收小,常作为多层膜中的间隔层材料,各种基于 Si 的材料组合的多层膜得到了广泛的研究。在 30.4 nm 波长处,相对传统的 Mo/Si 多层膜,C/Si^[8]和 B_4C/Si 多层膜能得到更高的反射率,但 B_4C/Si 多层膜的应力大,粘附性差,给应用带来一定的困难,SiC/Si 多层膜能实现较高的光谱纯度^[9-10]。在正入射情况下,这些材料组合在 30.4 nm 处的反射率还未超过 30%。

根据 Spiller 提出的选材原则^[11],作者计算了不同材料组合在 30.4 nm 的设计反射率,得出了 SiC/Mg 多层膜的设计反射率高于其它膜系,达到

57%^[12],实际测得的反射率都在 30% 以上^[12-13]。由于 Mg 活泼易氧化,两种材料间的扩散也较严重,因此,SiC/Mg 多层膜的环境稳定性较差,其寿命和温度稳定性一直是研究的热点^[14-16]。为提高 SiC/Mg 多层膜的环境稳定性,找出较好的制备工艺条件,本文在不同本底真空度条件下,用直流磁控溅射技术制备了多层膜样品,研究了不同本底真空度对 SiC/Mg 多层膜光学性能的影响。通过 X 射线掠入射反射和同步辐射工作波长处反射率测试,发现 SiC/Mg 多层膜反射率随着本底真空度的升高明显提高。

2 多层膜的设计和计算

在 SiC/Mg 材料组合多层膜中,Mg 是间隔层,SiC 是吸收层。本设计通过优化周期多层膜中 Mg 和 SiC 膜层的厚度值,尽可能提高入射角为 10° 时膜层在 30.4 nm 处的反射率。由于 Mg 活泼易氧化,为防止它和基底表面杂质发生作用而影响靠近基底处膜层的成膜质量,所以,在镀膜时,首先在基底表面上镀制一定厚度的 SiC 膜。

按照设计膜系,计算了入射光波长为 30.4 nm,入射角为 10° ,SiC/Mg 周期膜反射率随膜对数的变化曲线,如图 1 所示。为了比较,图 1 也给

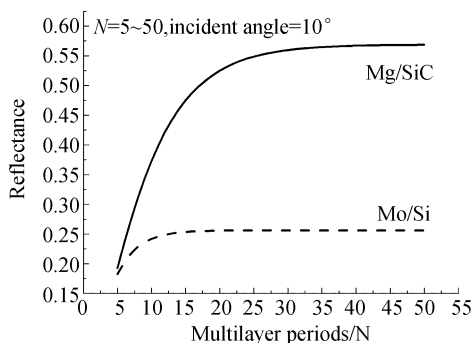


图 1 入射光波长为 30.4 nm,入射角为 10° 时,SiC/Mg 多层膜反射率随膜对数的变化

Fig. 1 Reflectivity as a function of bi-layer numbers of SiC/Mg multilayer designed in wavelength of 30.4 nm and incident angle of 10°

出了 Mo/Si 多层膜反射率随膜对数的变化趋势。由图 1 可以看出, SiC/Mg 周期膜反射率远高于传统 Mo/Si 周期膜的反射率。膜对数增加到 50 对时, SiC/Mg 周期多层膜在 30.4 nm 处的反射率达到饱和, 为 $R=57\%$ 。膜对数 $N=30$ 时, 反射率仅下降 1%。考虑到 30 对的周期多层膜更易于制备, 因此在实验上制作了膜对数为 30 的 SiC/Mg 周期多层膜。

3 多层膜制备和多层膜结构测试

采用国产超高真空直流磁控溅射设备制备了 SiC/Mg 周期多层膜。工作气体为 Ar 气, 纯度为 99.999%, 镀膜采用恒功率模式镀制, 基底均为 $30\text{ mm}\times 40\text{ mm}$ 超光滑 Si 基片。3 组样品的本底真空度分别是 $5.0\times 10^{-4}\text{ Pa}$, $1.0\times 10^{-4}\text{ Pa}$ 和 $6.0\times 10^{-5}\text{ Pa}$ 。在镀膜过程中, 通过控制基片在溅射靶上停留的时间来控制薄膜的沉积厚度, 完成目标膜系的镀制^[17-18]。

多层膜样品的结构测试是采用 X 射线衍射仪 (英国 Bede 公司 D1 系统) 完成的。通过测量周期多层膜不同级次的 Bragg 峰, 根据修正的 Bragg 公式计算得到多层膜的周期 d ^[19]。图 2 是不同本底真空度条件下制备的多层膜样品的掠入射 X 射线反射曲线 (为了方便比较, 将不同样品衍射曲线的强度依次错开了 1 个量级)。由图可知, 随着本底真空度的提高, 多层膜出现的反射峰级次越来越多, 相对强度依次升高。这是因为随着本底真空度的提高, 真空环境中残余的水汽, 氧等杂质含量减少, 膜层生长时带来的杂质缺陷减少。

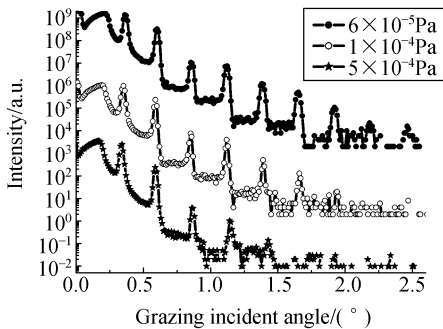


图 2 不同本底真空度下制备的 SiC/Mg 多层膜的 XRD 测试曲线

Fig. 2 XRD curves of SiC/Mg multilayers prepared at different base pressures

4 SiC/Mg 多层膜工作波段的同步辐射反射和散射测量

利用国家同步辐射实验室光谱辐射标准与计量光束线和实验站的反射率计, 测试了制备的 SiC/Mg 多层膜在工作波段的反射率。为了抑制同步辐射光束线光栅高次谐波的影响, 在测试光路中插入了 Mg 滤光片。在入射角为 10° 时, 测量 SiC/Mg 多层膜反射率随波长的变化关系。不同本底真空度制作样品的反射曲线如图 3 所示。为了便于比较多层膜反射性能的差异, 对反射率曲线的波长值做了细微改动, 以补偿多层膜样品周期不同引起的反射率峰值位置的偏移。

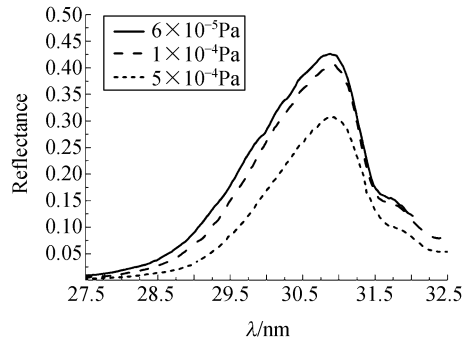


图 3 不同本底真空度下制备的 SiC/Mg 同步辐射测量反射率曲线

Fig. 3 Synchrotron radiation measured reflectivity curves of SiC/Mg multilayers prepared at different base pressures

由图可知, 制备过程中本底真空度的高低对 SiC/Mg 多层膜样品的反射率有明显的影响, 本底真空度越低, 样品的反射率 R 越低。表 1 是样品制备的本底真空度和反射率 R 的对应关系。

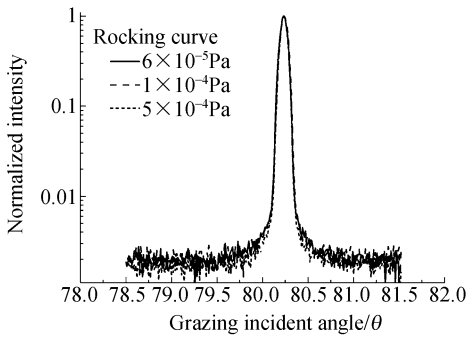
表 1 图 3 中不同本底真空度制备的多层膜的峰值反射率
Tab. 1 Peak-reflectivity of samples prepared at different base pressures shown in Fig. 3

本底真空度/Pa	峰值反射率 R
5.0×10^{-4}	30%
1.0×10^{-4}	40%
6.0×10^{-5}	43%

XRD 和同步辐射测试结果表明, SiC/Mg 多

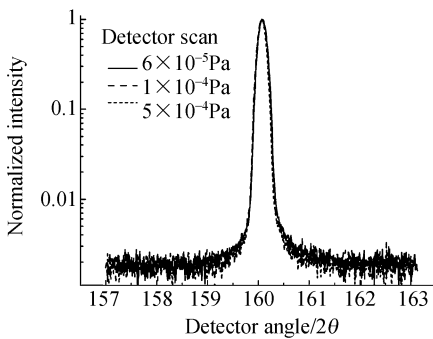
层膜的成膜质量对本底真空度非常敏感。引起多层膜反射率下降的主要因素是多层膜内界面粗糙度与杂质成分。由于测量反射率时,样品台和探测器是联动扫描来保证入射角和出射角一致的,这样的测量只能获得垂直于样品表面方向的多层膜结构信息,无法得到多层膜中平行于表面的结构信息。为进一步分析多层膜内界面粗糙度对 SiC/Mg 多层膜样品,其反射率的影响,在国家同步辐射实验室光谱辐射标准与计量光束线和实验站上对样品进行了工作波长处的散射测量。

散射测量分为 3 种:(1)摇摆曲线,即探测器固定,进行样品台扫描;(2)在样品固定条件下,进行探测器扫描;(3)偏移量扫描。选择不同本底真空度条件下制备的多层膜样品其反射率峰值波长为入射光波长,利用同步辐射光,在反射峰附近做了前两种散射测量。不同本底真空度制备样品的散射曲线如图 4 所示,其中图(a)是摇摆曲线,图(b)是探测器扫描曲线。



(a) 摇摆曲线

(a) Rocking curves



(b) 探测器扫描曲线

(b) Detector-scan curves

图 4 不同本底真空度下制备的样品散射测量曲线
 Fig. 4 Scattering measurement of samples prepared at different base pressures

图 4 的散射曲线表明入射光到达多层膜界面时,会由于多层膜界面粗糙度的影响使得部分入射光散射到非镜面反射方向。多层膜界面粗糙度越大,散射信号越强,散射曲线的主峰越低,旁瓣越高。不同本底真空度制备样品的摇摆曲线和探测器扫描曲线在用主峰值归一后,主峰宽度和旁瓣高度相同,这说明不同本底真空度制备周期多层膜样品的界面粗糙度相近。因此,本底真空度较低时,多层膜样品反射率的降低不是由多层膜内界面粗糙度变化引起的。

制备多层膜本底真空度较高时,镀膜真空腔内杂质原子(包括氧的含量)较真空度较低时少。由于 Mg 极易氧化,而 MgO 在 30.4 nm 附近的吸收系数 k 比 Mg 大两个量级,可以初步认为 Mg/SiC 多层膜中 Mg 层内有 Mg 的氧化物存在。由于本底真空度越高的样品中 Mg 氧化物的含量越少,使得多层膜的吸收减小,从而提高了多层膜的反射率。

根据散射测试结论,利用 IMD 软件^[20]对不同本底真空度制备样品的反射曲线进行了拟合。为模拟实际镀制的多层膜结构,将 Mg/SiC 多层膜的每个周期分为 4 层,认为 MgO 只出现在 Mg 层中。拟合的多层膜周期结构是 MgMgO 混合层/MgSiC 扩散层/SiC 层/SiCMg 扩散层 4 层结构。将每层膜的厚度、界面粗糙度、MgSiC 扩散层的成分、MgO 的含量均定为变量进行拟合。将不同本底真空度制备的 3 种多层膜结构界面粗糙度设为相同值,得到的拟合结果如图 5 所示。

由图 5 可知,不同本底真空度制备的多层膜

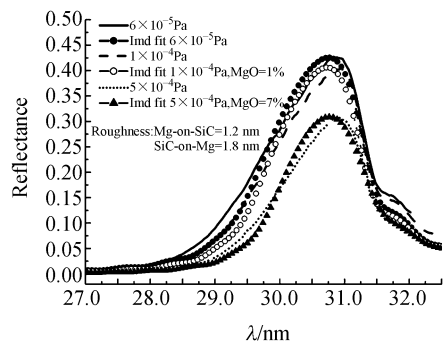


图 5 不同本底真空下 SiC/Mg 多层膜测试反射率曲线的 IMD 拟合结果

Fig. 5 Fitting results of reflectivity curves of SiC/Mg multilayers prepared at different base pressures by using IMD software

中 Mg 层内 MgO 含量随着本底真空度的不同而变化,这一变化确实是反射率变化的主要原因,而膜层中的成分有待利用 X 射线光电子谱等方法做进一步研究分析。

5 结 论

在不同本底真空度条件下制备了不同的 SiC/Mg 周期多层膜样品。用 X 射线衍射仪进行的掠入射 X 射线测试结果表明,制备多层膜时本底真空度越高,多层膜的成膜质量越好;国家同步

辐射实验室进行的 30.4 nm 处反射率测量结果表明,制备多层膜时本底真空度由 5.0×10^{-4} Pa 提高到 6.0×10^{-5} Pa,多层膜的反射率从 30% 提高到 43%,证明制作多层膜时本底真空度的提高对 SiC/Mg 周期多层膜反射率起到了重要作用。不同本底真空度制备样品的散射测试曲线基本一致,表明高的本底真空度对多层膜反射率的提高主要不是由于多层膜界面粗糙度的改善,而是由于不同真空环境中氧含量的降低减少了膜层中高吸收 Mg 氧化物的含量,反射率测试曲线的拟合结果也证明了这个结论。

参考文献:

- [1] WILLIAMS D J, ROELOFF E C, MITCHELL D G. Global magnetospheric imaging [J]. *Rev. Geophys.*, 1992, 30(3): 183-208.
- [2] NAKAMURA M, YOSHIKAWA I, YAMAZAKI A, *et al.*. Terrestrial plasmaspheric imaging by an extreme ultraviolet scanner on Planet-B [J]. *Geophys. Res. Lett.*, 2000, 27(2): 141-144.
- [3] SANDEL B R, KING R A, FORRESTER W T, *et al.*. Initial results from the IMAGE Extreme Ultraviolet Imager [J]. *Geophys. Res. Lett.*, 2001, 28(8): 1439-1442.
- [4] DELABOUDINIÈRE J P, ARTZNER G E, BRUNAUD J, *et al.*. EIT: extreme-ultraviolet imaging telescope for the SOHO mission [J]. *Sol. Phys.*, 1995, 162: 291-312.
- [5] WÜLSER J P, LEMEN J R, NITTA N. The STEREO SECCHI/EUVI EUV coronal imager [J]. *SPIE*, 2007, 6689(668905): 1-9.
- [6] CHAINAIS P, DELOUILLE V, HOCHEDÉZ J F. Modeling images of the Quiet Sun in the extreme ultra-violet [J]. *SPIE*, 2007, 6701(670111): 1-15.
- [7] YAMASHITA K, TAKAHASHI S, KITAMOTO S, *et al.*. Characterization of multilayer reflectors and position sensitive detectors in the 45-300 Å region [J]. *Rev. Sci. Instrum.*, 1992, 63(1): 1513-1515.
- [8] GRIGONIS M, KNYSTAUTAS E J. C/Si multilayer mirrors for the 25-30 nm wavelength region [J]. *Appl. Opt.*, 1997, 36(13): 2839-2842.
- [9] WINDT D L, DONGUY S, SEELY J, *et al.*. EUV multilayers for solar physics [J]. *SPIE*, 2004, 5168: 1-11.
- [10] WINDT D L, DONGUY S, SEELY J, *et al.*. Experimental comparison of extreme-ultraviolet multilayers for solar physics [J]. *Appl. Opt.*, 2004, 43(9): 1835-1848.
- [11] SPILLER E. Reflective multilayer coatings for the far UV region [J]. *Appl. Opt.*, 1976, 15(20): 2333-2338.
- [12] 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.
ZHU J T, ZHANG SH M, WANG B, *et al.*. SiC/Mg multilayer film reflective mirror at 30.4 nm [J]. *Acta Optica Sinica*, 2007, 27(4): 735-738. (in Chinese)
- [13] MURAKAMI G, YOSHIOKA K, YOSHIKAWA I. Development of Mg/SiC multilayer mirrors [J]. *SPIE*, 2006, 6317(631714): 1-8.
- [14] EJIMA T, YAMAZAKI A, BANSE T, *et al.*. Aging and thermal stability of Mg/SiC and Mg/Y₂O₃ reflection multilayers in the 25-35 nm region [J]. *Appl. Opt.*, 2005, 44(26): 5446-5453.
- [15] MURACHI T, YOSHIKAWA I, TAKENAKA H, *et al.*. Characteristics of SiC/Mg multilayer mirrors [J]. *SPIE*, 2005, 5900(59001A): 1-8.
- [16] TAKENAKA H, ICHIMARU S, OHCHI T, *et al.*. Soft-X-ray reflectivity and heat resistance of SiC/Mg multilayer [J]. *J. Electron. Spectrosc. Relat. Phenom.*, 2005, 144-147: 1047-1049.
- [17] 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.
WANG ZH SH. Effect of film thickness errors on performance of soft X-ray multilayer [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2003, 11(2): 136-138. (in Chi-

nese)

- [18] 王凤丽,王占山,张众,等. W/B₁C、W/C、W/Si 多层膜的研究[J]. 光学精密工程, 2005,13(1):28-33.
WANG F L, WANG ZH SH, ZHANG ZH, *et al.*. W/B₁C、W/C、W/Si multilayers [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2005,13(1):28-33. (in Chinese)
- [19] 徐焱,王占山,张众,等. 用 X 射线反射测量法表征双层结构中低原子序数材料的特性[J]. 光学精

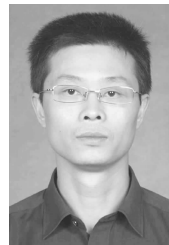
密工程, 2007,15(12):1838-1843.

- XU Y, WANG ZH SH, XU J, *et al.*. Characterization of low-Z material layer profiles in bilayer structures by X-ray reflectivity measurement [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2007,15(12):1838-1843. (in Chinese)
- [20] WINDT D L. IMD software for modeling the optical properties of multilayer films [J]. *Comput. Phys.*, 1998,12:360-370.

作者简介:



朱京涛(1978—),男,河南民权人,博士,副教授,硕士生导师,主要从事极紫外与 X 射线光学薄膜的研究。E-mail: jtzhu@tongji.edu.cn



王晓强(1970—),男,上海人,工程师,主要从事极紫外与 X 射线多层膜制备的研究。E-mail: wang_xq@163.com



黄秋实(1985—),男,安徽安庆人,硕士,主要从事多层膜设计和 X 射线微聚焦光学的研究。E-mail: hqs001@msn.com



周洪军(1963—),女,辽宁黑山人,博士,高级工程师,主要从事同步辐射光谱计量、微细加工、超高真空技术的研究。E-mail: hjzhou@ustc.edu.cn



白亮(1983—),男,新疆昌吉人,硕士,主要从事真空紫外波段多层膜的设计和制备研究。E-mail: supercheetah2003@hotmail.com



霍同林(1970—),男,安徽肥西人,硕士,助理研究员,主要从事真空紫外及软 X 射线光谱辐射计量的研究。E-mail: huotl@ustc.edu.cn



蒋晖(1984—),男,上海人,硕士,主要从事极紫外与 X 射线多层膜测试和表征的研究。E-mail: timberwolfsh@163.com

通讯作者:



王占山(1963—),男,吉林东辽人,博士,教授,博士生导师,主要从事极紫外与 X 射线光学与光学薄膜的研究。E-mail: wangzs@mail.tongji.edu.cn



徐敬(1974—),男,浙江湖州人,博士,讲师,主要从事极紫外与 X 射线多层膜性能表征的研究。E-mail: epspm@mail.tongji.edu.cn



陈玲燕(1935—),女,上海人,博士,教授,博士生导师,主要从事核物理研究。E-mail: lychen@tongji.edu.cn