

# 软 X 射线自支撑闪耀透射光栅\*

徐向东<sup>†</sup> 陈勇 邱克强 刘正坤 付绍军

(中国科学技术大学国家同步辐射实验室 合肥 230029)

**摘要** 软 X 射线自支撑闪耀透射光栅或临界角透射光栅是美国麻省理工学院为满足国际 X 射线天文台 X 射线光栅谱仪的科学要求而提出的一种新型衍射光栅,它集中了透射和反射光栅的优点,同时避免它们的缺点.文章对软 X 射线自支撑闪耀透射光栅的概念、基本原理、制作工艺进行了综述,介绍了美国麻省理工学院的光栅研制工作进展和文章作者的初步研究结果.

**关键词** 软 X 射线,衍射光栅,综述,临界角,各向异性腐蚀

## Soft X-ray freestanding blazed transmission gratings

XU Xiang-Dong<sup>†</sup> CHEN Yong QIU Ke-Qiang LIU Zheng-Kun FU Shao-Jun

(National Synchrotron Radiation Laboratory, University of Science and Technology of China, Hefei 230029, China)

**Abstract** To meet the requirements of the International X-ray Observatory (IXO), a new kind of diffraction grating called the soft X-ray freestanding blazed transmission grating, or critical-angle transmission (CAT) grating, has been developed by the Massachusetts Institute of Technology team. The CAT grating has the advantages of both transmission and reflection gratings, while avoiding their disadvantages. Its basic concept, principle, and fabrication process are reviewed. Recent advances in this field are also presented.

**Keywords** soft X-ray, diffraction grating, review, critical-angle, anisotropic wet etching

## 1 引言

国际 X 射线天文台 (International X-ray Observatory, IXO) 是美国宇航局 (NASA)、欧洲宇航局 (ESA) 和日本宇航研究开发机构 (JAXA) 联合研制的大型空间高能卫星<sup>[1]</sup>. 它将取代目前正在运行的美国“钱德拉”X 射线空间望远镜和欧洲的“牛顿”X 射线多镜面卫星, 预计将于 2021 年发射 (原计划 2017 年). IXO 设计中的 X 射线光栅谱仪科学目标是: 在 0.3—1.0 keV 的软 X 射线和极紫外能量范围内, 谱的分辨率 ( $\lambda/\Delta\lambda$ ) 为 3000 FWHM (英文全称为 full width at half maximum, 中文译名为半峰全宽), 有效面积  $> 1000\text{cm}^2$ , 其性能远远超越以前的高能天文卫星. 用于 IXO 中的 X 射线光栅谱仪, 目前已有两种技术方案<sup>[2]</sup>, 即较早开始研究的面偏离安装的反射光栅 (off-plane reflection grating,

OPG) 谱仪<sup>[3-5]</sup> 和近几年才开始研究的临界角透射光栅 (critical-angle transmission (CAT) grating) 谱仪<sup>[6-8]</sup>. 临界角透射光栅谱仪是美国麻省理工学院空间纳米技术实验室的 R. K. Heilmann 和 M. L. Schattenburg 提出的一种新型的透射光栅谱仪, 它是以钱德拉高能透射光栅谱仪为基础, 其核心光学元件是高衍射效率闪耀的 X 射线透射光栅. 临界角透射光栅又称闪耀透射光栅 (blazed transmission grating), 它集中了透射和反射光栅的优点, 同时避免它们的缺点, 如重量极轻, 基本与入射光垂直而所需面积小, 光栅面形和对准要求低, 对偏振不敏感 (入射光的两个偏振 TE 和 TM 之间的衍射效率差异  $\ll 1\%$ , TE 为入射光的电场与入射面垂直, TM 为

\* 国家自然科学基金 (批准号: 10875128, 11005111)、国家高技术研究发展计划 (批准号: 2009AA8041029) 资助项目

2012-07-21 收到

<sup>†</sup> 通讯联系人. Email: xxd@ustc.edu.cn

入射光的的磁场与入射面垂直), 衍射效率可高达 50%. 使用过程中通过旋转光栅改变入射角, 可以改变能量在各衍射级次上的分布, 对特定光栅结构实现仅有闪耀级次的单级衍射. 改变光栅结构及入射角度, 还可以实现高能 X 射线在高级次的闪耀, 提高透射光栅光谱仪的分辨本领.

M. L. Schattenburg 领导的空纳米技术实验室早先承担了钱德拉高能透射光栅谱仪中 336 片 5000 线/mm 金透射光栅(带有聚酰亚胺衬底)的研制任务<sup>[9]</sup>. 同时, 还为美国劳伦斯利弗莫尔国家实验室(LLNL)等世界上 30 多个实验室提供了~5000 线/mm 的自支撑金透射光栅, 用于 ICF 诊断、X 射线激光诊断、原子束干涉测量和电子束光刻计量标准等. 与掠入射闪耀反射光栅相比, 这种传统的透射光栅衍射效率要低很多. 振幅型透射光栅 1 级衍射效率的理论值约为 10%, 位相型透射光栅针对设定的波长, 其 1 级衍射效率最高约为 20%. 自支撑闪耀透射光栅作为一种新型的透射光栅, 除了明确针对下一代 IXO 外, 还有可能应用于很多领域, 如 X 射线相衬成像应用和光栅干涉仪中的高效率透射光栅. 透射闪耀光栅的设计理念可以用于线性波带片等软 X 射线聚焦元件的制作, 应用高级次焦点而提高分辨率和效率. 宽带高效率的单块闪耀透射光栅能够适用于较宽的波长范围, 有可能替代若干窄带多层膜元件. 此外, 仅有闪耀级次的单级衍射及实现高能 X 射线在高级次的闪耀, 提高透射光栅光谱仪的分辨本领等特性, 可以满足 X 射线能谱分辨对高衍射效率 X 射线透射光栅的需求, 对 ICF 等领域中等离子体诊断具有重要意义. 本文拟对软 X 射线自支撑闪耀透射光栅的基本概念、原理和制作工艺进行综述, 介绍美国 MIT 的主要研制工作进展及我们的初步结果.

## 2 闪耀透射光栅的基本原理<sup>[10,11]</sup>

闪耀透射光栅是由镂空(镂空是指光栅线条之间的缝无任何物质, 是空的)的光栅线条及较大周期结构的支撑组成. 当 X 射线以倾斜角度  $\alpha$  入射到光栅线条侧壁时, 只要  $\alpha$  小于全外反射的临界角  $\theta_c(\lambda)$ , X 射线就会在光栅侧壁发生全反射. 在满足  $\alpha < \theta_c(\lambda)$  条件的宽范围  $\lambda$  中, 高效率的亚零界角反射和光栅衍射条件都能满足. 在这种新型光栅设计中, 光栅线条侧壁充当闪耀刻面, 栅线宽度尽可能小, 以减小吸收或阻挡 X 射线, 光栅侧壁必须非常

光滑, 以免散射损失. 对于软 X 射线, 典型的  $\theta_c$  在  $1^\circ-5^\circ$ . 图 1 是传统的透射光栅、闪耀光栅与闪耀透射光栅截面及其衍射原理比较的示意图. 图 1(a) 是传统的自支撑透射光栅结构示意图, 一般情况下是在正入射时使用, 即入射角  $\alpha=0$ . 其衍射特点是 0 级穿过光栅表面,  $\pm 1, \pm 2, \dots$  对称分布于 0 级两侧(图中只标示常用的  $\pm 1$ ). 图 1(c) 是传统的反射式闪耀光栅结构示意图, 其衍射特点是 0 级及衍射级次分布于入射光同一侧, 满足闪耀条件的特别级次有显著增强的衍射效率. 图 1(b) 是闪耀透射光栅的结构示意图,乍看起来闪耀透射光栅好象是一个透射和反射式的混杂光栅, 但从其衍射特点可知其仍为一种透射式光栅, 因为 0 级穿过光栅表面, 利用光栅线条光滑的侧壁反射只是作为闪耀的手段. 闪耀透射光栅集中了透射光栅和反射闪耀光栅的优点, 既是用透射光栅的工作方式, 又利用光栅线条光滑侧壁, 在入射光的镜面反射方向形成闪耀, 将能量集中在闪耀级次, 从而显著提高衍射效率.

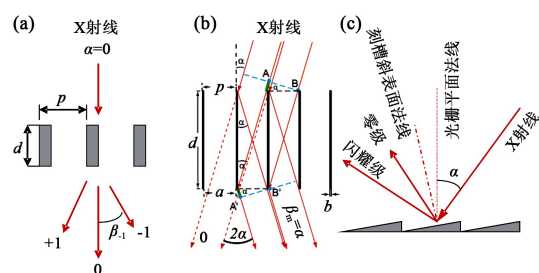


图 1 传统光栅与闪耀透射光栅比较示意图 (a)传统自支撑透射光栅;(b)闪耀透射光栅;(c)传统反射闪耀光栅

为了给初次接触这种新型光栅的读者提供一种清晰的物理图像, 下面简单介绍一下能够反映其关键物理问题的闪耀透射光栅理论模型. 光栅方程为

$$\frac{m\lambda}{p} = \sin\alpha - \sin\beta_m, \quad (1)$$

式中  $m$  为衍射级次,  $m=0, \pm 1, \pm 2, \dots$ ,  $\alpha$  为入射角,  $p$  为光栅周期,  $\lambda$  是入射光波长,  $\beta_m$  为  $m$  级次的衍射角. 为了使得  $\beta_m$  对小的  $m$  和软 X 射线相当小, 光栅周期需要在几百 nm 或更小量级. 由光栅方程可以容易地求出各衍射级次的方向, 但不能得到各衍射级次的衍射强度分布. 众所周知, 在标量基尔霍夫衍射理论的夫琅禾费近似中, 描述任意一维光栅衍射强度分布的函数是由两个因子组成, 即单缝衍射因子  $I_s$  和缝间干涉因子  $I_g$ . 缝间干涉因子  $I_g$  又叫多光束干涉因子, 它仅取决于光栅周期  $p$ , 入射光波长  $\lambda$ , 入射光和光栅法线夹角  $\alpha$ (相应的衍射角为  $\beta$ ) 和光栅缝数  $N$ , 即

$$I_g(\lambda, p, \alpha, \beta, N) = \left[ \frac{\sin Ng}{N \sin g} \right]^2, \quad (2)$$

式中  $g$  为光栅相邻狭缝间位相差的半值,

$$g = \frac{p\pi}{\lambda}(\sin\alpha + \sin\beta). \quad (3)$$

单缝衍射因子  $I_s$  反映了单个狭缝与入射光波的作用,即

$$I_s(\lambda, \alpha, \beta, a, \epsilon) = \left[ \frac{\sin f}{f} \right]^2, \quad (4)$$

$$f = \frac{a\pi}{\lambda}(\sin(\alpha + \epsilon) - \sin(\beta + \epsilon)), \quad (5)$$

式中  $\epsilon$  是光栅线条侧壁镜面与光栅法线间夹角,  $f$  是光栅相邻狭缝间位相差的半值,  $a$  是栅线间距离. 我们假定进入光栅线条之间狭缝的所有光束都被光滑侧壁反射一次,即

$$d |\tan\alpha| = a, \quad (6)$$

(其中  $d$  为光栅线条高度),则总的理论衍射强度为

$$I(\lambda, p, \alpha, \beta, N, a, \epsilon, R) = I_g I_s R (a/p)^2, \quad (7)$$

式中  $R$  为栅线侧壁的反射率. 这一简单模型描述了衍射峰的位置、调制狭缝强度函数的峰位置和宽度,给出了衍射效率的一个合理模拟. 当然对于光束直接透过(与光栅法线夹角为零)或多于一次反射的衍射效率估计会变得没有意义,因此时不属于特定的闪耀透射光栅范畴了. 更为精确的衍射效率模拟可以用严格的耦合波分析(RCWA)获得.

### 3 制作工艺简介

自支撑闪耀透射光栅的基本要求是非常高、薄的纳米级光滑的栅线和较大的没有被支撑结构阻挡的面积,如图 2 所示. 有两种工艺可以产生极高宽比的硅光栅,即富氧的玻什(Bosch)等离子体刻蚀工艺和 $\langle 110 \rangle$ 硅片的各向异性湿法腐蚀工艺. 玻什工艺的高宽比限制在 15—20,使用金属掩模的溅射和再沉积易产生微掩模现象,使用非金属掩模因底切产生凹坑状侧壁,如图 3(a)所示;湿法腐蚀工艺可以产生极高宽比 $\sim 150$ ,光滑的侧壁如图 3(b)所示,其缺点是支撑结构底部倾斜占据大部分面积,使得光栅开口(使用)的面积很小. 下面简要介绍两种自支撑闪耀透射光栅制作工艺.

#### 3.1 湿法腐蚀制作工艺<sup>[12,13]</sup>

湿法腐蚀制作工艺的基础就是利用 $\langle 110 \rangle$ 硅片的 $\{110\}$ 和 $\{111\}$ 各向异性腐蚀. 其整个工艺流程可分为 4 个主要步骤,即正面图形光刻、背面图形光刻和腐蚀、前面图形腐蚀和超临界干燥,如图 4 所示.

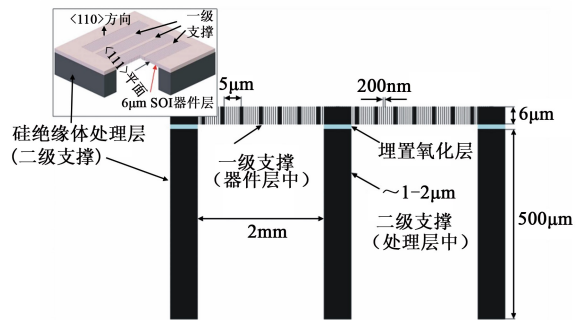


图 2 自支撑闪耀透射光栅单元结构示意图

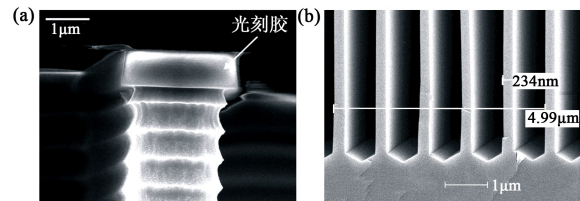


图 3 深反应离子刻蚀(a)和湿法腐蚀(b)的栅线侧壁 SEM 照片

图 4(a) 是使用硅绝缘材料(体)(silicon-on-insulator)作为光栅制作的基底,顶层为 $\langle 110 \rangle$ 晶向单晶硅,用于制作光栅图形,中间层氧化硅用于阻止底层硅开窗过程中对顶层硅的损坏;图 4(b) 是在清洁处理后的基片上沉积 40nm SiN 和 15nm Cr;图 4(c)是紫外光刻制作支撑结构和腐蚀转移 Cr 掩模,线条与 $\langle 111 \rangle$ 精确对准;图 4(d)是在支撑结构上涂布 110nm 的减反膜(anti-reflective coating, ARC)和 700nm 的光刻胶,用全息干涉光刻制作光栅掩模,线条与 $\langle 111 \rangle$ 精确对准;图 4(e)是依次用  $O_2$ ,  $CF_4 + O_2$  反应离子刻蚀将光刻胶光栅掩模转移到 ARC 和 SiN 中;图 4(f)是用 RCA(双氧水;氢氧化铵;水的比例为 1 : 1 : 5)清洗基片,去除残余的 ARC 和光刻胶;图 4(g)是在清洗后的光栅图形表面涂布 PMMA 或耐酸碱腐蚀的光刻胶(如 SX AR-PC 5000-40),用于后续背面图形制作中的光栅保护;图 4(h)是在基片背面涂布光刻胶,用紫外光刻制作光栅单元外框及中心十字支撑结构;图 4(i)是用  $CF_4 + O_2$  反应离子刻蚀将光刻胶光栅掩模转移到 SiN 中,去除光刻胶和 PMMA;图 4(j)是在光栅图形面涂布一层  $2\mu m$  厚的聚合物 ProTEK™ 保护膜;图 4(k)是使用 KOH 溶液腐蚀 Si,腐蚀终止在中间层  $SiO_2$ ;图 4(l)是用一溶剂浸泡和短暂的氧等离子体轰击去除 ProTEK™ 保护膜,并用湿法去除 Cr,然后使用 KOH 溶液在室温下刻蚀 Si;图 4(m)是用浓的(48%)HF 溶液腐蚀中间层  $SiO_2$  和 SiN,并在临界点干燥仪中干燥. 工艺的关键点是:(1)光栅线条与晶向要精确对准,硅片直边(111)的定向精

度为 $\pm 0.2^\circ$ ,利用扇形图或六边形预刻蚀方法可使精度进一步提高到 $\pm 0.05^\circ$ ,高精度的定向可使侧壁陡直、光滑;(2) KOH 溶液腐蚀是一挑战性的工艺步骤,各向异性腐蚀速率与温度、浓度、添加剂等密切相关。

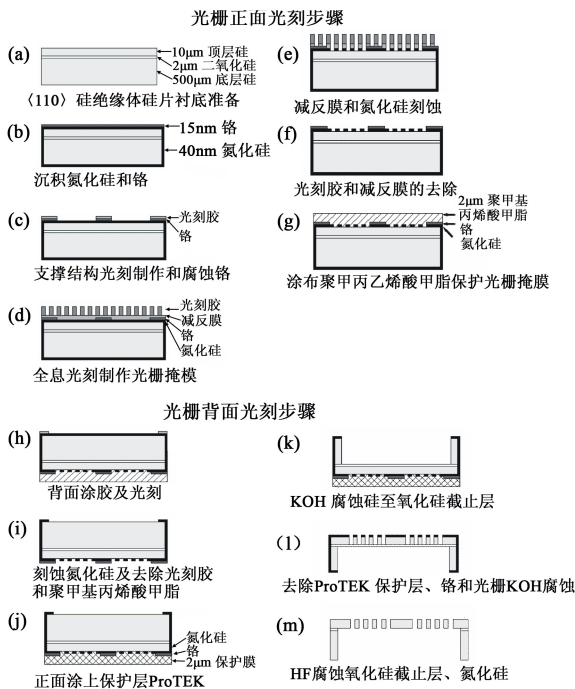


图 4 自支撑透射闪耀光栅湿法制作工艺流程

### 3.2 等离子体刻蚀和湿法腐蚀相结合工艺<sup>[14]</sup>

湿法腐蚀制作工艺中的一个主要缺点就是支撑结构的斜角造成光栅开口面积大大减少,从而导致光栅有效面积很小.为此,MIT 研究人员又提出一种新的工艺,即在湿法腐蚀中引入深反应离子刻蚀.通过对各种工艺设备刻蚀参数的平衡,他们已能有效地控制光栅的占空比和高宽比,刻蚀速率和选择比,以及光栅槽型,研制出周期 200nm、占空比 0.5、线条高度 6 $\mu\text{m}$ 、光栅面积大于 2 $\text{cm}^2$  的自支撑透射闪耀光栅,栅线没有明显的标准玻什工艺中常见的凹坑毛边.完整的工艺流程如图 5 所示.图 5(a)是在初步清洁处理后,在 SOI 基片上生长 400nm 的热氧化层作为光栅硬掩模转移材料;图 5(b)是在器件层上面沉积一层材料,这层材料可以是多晶硅、氮化硅、钛或溅射产额低的其他金属,主要选择准则是光刻图容易形成和在高温氧化物刻蚀中溅射产额低.紫外光刻制作一级支撑结构,支撑线条与光栅线条垂直;图 5(c)是首先在支撑结构图形模板上面涂布 400nm 的 ARC,之后,厚度约 50nm 的  $\text{SiO}_2$  和  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  中间隔层被蒸发沉积在其表面,最后涂布光刻胶.这种三层结构堆垛主要是为了消除全息光刻

中的驻波效应;图 5(d)是通过反应离子刻蚀将光栅及支撑结构掩模图形转移到热氧化层中;图 5(e)是用 Piranha 溶液(等量的  $\text{H}_2\text{SO}_4$  和  $\text{H}_2\text{O}_2$  混合溶液)清洗基片,去除任何残余的光刻胶和减反膜等;图 5(f)是在光栅表面涂布一厚层的 ProTEK<sup>TM</sup> 保护膜;图 5(g)是用标准的光刻工艺在背面处理层上制作更大周期的二级支撑结构;图 5(h)是使用标准的  $\text{SF}_6/\text{C}_4\text{F}_8$  玻什深反应离子刻蚀工艺刻蚀处理层,刻蚀终止于绝缘层;图 5(i)是在背面刻蚀完后,用一溶剂浸泡和短暂的氧等离子体轰击,去除 ProTEK<sup>TM</sup> 保护膜,然后用深反应离子刻蚀工艺将光栅及一级支撑结构转移到硅中,最后用 KOH 对光栅侧壁“抛光”;图 5(j)是将基片放入 HF 中,去除埋层及掩模中的  $\text{SiO}_2$ ,之后,还需要在临界点干燥仪中干燥,以免空气中干燥导致栅线粘连。

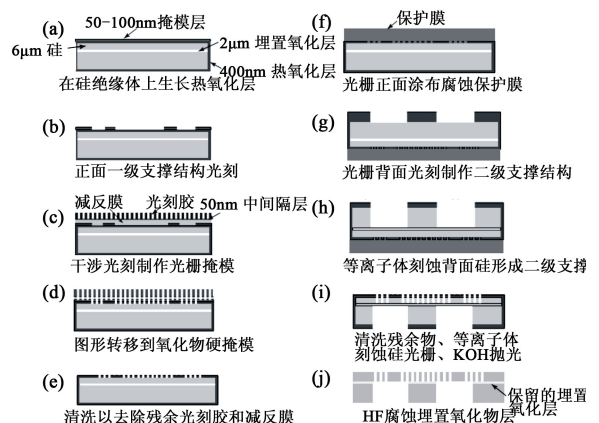


图 5 自支撑透射闪耀光栅干法和湿法制作工艺流程

从目前公开报道的文献<sup>[14]</sup>中可以看出,此工艺正在进一步完善中.周期为 200nm 的硅闪耀透射光栅高宽比已达 60,进一步使栅线侧壁光滑,使占宽比降低,并使高宽比得到修琢.工艺的关键点是:(1)光栅线条仍然需要精确地对准;(2)去除深反应离子刻蚀后的残余物,使得硅完全暴露于腐蚀液中;(3)深反应离子刻蚀没有穿过中间埋层,是因为后续的湿法腐蚀需要一相邻的介质腐蚀截止。

## 4 闪耀透射光栅的研制结果

### 4.1 MIT 研制结果

用于 IXO 的 X 射线光栅谱仪自支撑闪耀透射光栅的目标设计参数是:周期 100nm,厚度 3.0 $\mu\text{m}$ ,掠入射角  $1.5^\circ$ ,占空比 0.2,光栅单元尺寸 15—10mm.鉴于高线密度、高深宽比光栅制作难度大,MIT 研究人员首先进行相对大周期(574nm)的原型闪耀透射

光栅样品研制. 原型光栅制作的目的是: 探索湿法制作工艺的可行性, 通过 X 射线测试, 验证其闪耀透射光栅的概念. 在此基础上制作周期为 200nm 的闪耀透射光栅, 并于近期在同步辐射装置上进行了衍射效率测试.

图 6 是原型闪耀透射光栅的结构示意图及其光栅微结构 SEM 照片<sup>[10]</sup>. 由图 6(a)可知, 光栅单元尺寸为  $(10 \times 12) \text{mm}^2$ , 光栅单元又被十字形支撑结构分成 4 个约  $(3 \times 3.25) \text{mm}^2$  的光栅窗口, 光栅周期 574nm, 光栅线条高度  $10 \mu\text{m}$ , 支撑结构周期  $70 \mu\text{m}$ , 正面支撑结构间光栅线条的开口狭缝宽度  $40 \mu\text{m}$ , 背面支撑结构间光栅线条的开口狭缝宽度  $\sim 5 \mu\text{m}$ , 这与晶体角度一致(支撑体底角  $30^\circ$ ). 图 6(b) 显示正面支撑结构开口狭缝间光栅线条长度及单个栅线宽度的 SEM 照片, 由图可知, 栅线长度  $40 \mu\text{m}$ , 单个栅线宽  $\sim 39 \text{nm}$ . 图 6(c) 显示背面支撑结构开口狭缝间光栅线条长度及单个栅线宽度的 SEM 照片, 由图可知, 栅线长度  $5 \mu\text{m}$ , 单个栅线宽  $\sim 102 \text{nm}$ (最好的结果是  $\sim 92 \text{nm}$ )<sup>[6]</sup>. 由此可知, 闪耀透射光栅的平均高宽比为 140—150, 平均占空比仅 0.124—0.113, 栅线截面为  $0.15^\circ$ — $0.17^\circ$  小倾斜角(相对于光栅法线)的梯形, 一个样品断面的光栅侧壁原子力测试给出其粗糙度为  $0.2 \text{nm (rms)}$  [ $(65 \times 65) \text{nm}^2$ ], 研制结果显示其满足或超过了所有的原型设计指标.

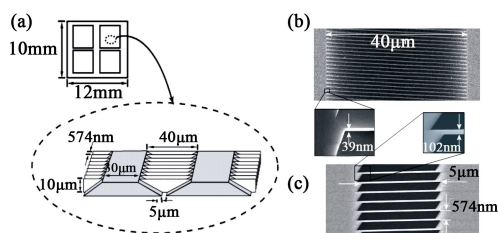


图 6 闪耀透射光栅结构示意图(a)及其光栅正面(b)和光栅背面(c)的 SEM 照片

为了有效地在更短波长闪耀, 入射角  $\alpha$  需要减小. 这将导致闪耀在更小的角度和更低的衍射级次, 更加低的闪耀衍射级次可由更小的光栅周期获得. 在成功制作周期 574 nm 闪耀透射光栅的基础上, 他们又选择器件层厚度  $4\text{--}6 \mu\text{m}$  的 SOI 作为周期 200nm 的闪耀透射光栅制作工艺研究. 通过对先前工艺的改进, 如预刻蚀的  $\langle 111 \rangle$  晶向对准精度已提高到  $\pm 0.05^\circ$ ; 图形反转工艺使得氮化硅光栅掩模线条宽度由 90nm 增加到 140nm, 有效地防止腐蚀底切导致线条快速减薄及消失; 使用添加表面活性剂的高浓度 KOH 溶液在室温下腐蚀获得了陡直的光栅

线条. 图 7 是周期 200nm 闪耀透射光栅的结构示意图及其光栅微结构的 SEM 照片<sup>[10]</sup>. 由图 7(a)可知, 光栅周期为 200nm, 光栅线条高度为  $4 \mu\text{m}$  (S4 样品), 支撑结构周期为  $25 \mu\text{m}$ , 正面支撑结构间光栅线条的开口狭缝宽度  $20 \mu\text{m}$ , 背面支撑结构间光栅线条的开口狭缝宽度  $\sim 5\text{--}7 \mu\text{m}$ , 这与倾斜晶面  $\{111\}$  晶体角度一致(支撑体底角  $30^\circ$ ); 图 7(b) 显示正面支撑结构开口狭缝间光栅线条长度及单个栅线宽度的 SEM 照片, 由图可知, 栅线长度  $20 \mu\text{m}$ , 单个栅线宽  $\sim 35 \text{nm}$ ; 图 7(c) 显示背面支撑结构开口狭缝间光栅线条长度及单个栅线宽度的 SEM 照片, 由图可知, 栅线长度  $7 \mu\text{m}$ , 单个栅线宽  $\sim 45 \text{nm}$ ; 图 7(d) 显示光栅截面, 栅线非常陡直, 图中的线条粘在一起是由制样造成的. 由此可知, 闪耀透射光栅的平均高宽比为 100, 平均占空比仅 0.2, 栅线截面为  $\sim 0.07^\circ$  小倾斜角(相对于光栅法线)的梯形. 光栅周期 200 nm、光栅线条高度  $6 \mu\text{m}$  (S6 样品) 的闪耀透射光栅结构与 S4 样品类似, 在此不再赘述.

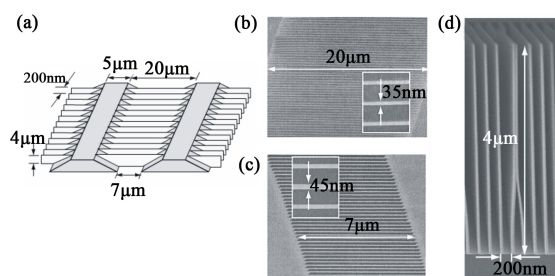


图 7 闪耀透射光栅结构示意图(a)及其光栅正面(b)、光栅背面(c)和光栅截面(d)的 SEM 照片

图 8 是利用深反应离子刻蚀工艺制作的闪耀透射光栅工艺过程中截面的 SEM 照片<sup>[8]</sup>, 相当于图 5(i) 阶段. 图 8(a) 是光栅截面的 SEM 照片, 显示的栅线高度为  $6 \mu\text{m}$ , 正面能看到很多排支撑结构; 图 8(b) 是图 8(a) 局部放大, 显示光栅周期为 200nm, 栅线侧壁的弓形将通过短暂的 KOH “抛光” 消除; 图 8(c) 是支撑结构截面的 SEM 照片, 显示出几乎陡直的支撑线条.

MIT 的研究人员目前正在进行 200nm 周期的自支撑闪耀透射光栅制作工艺的进一步完善工作, 如改进制作工艺, 以降低光栅结构缺陷, 提高光栅效率; 同时改变支撑结构设计和制作, 有望较快地增加光栅通光面积. 在此基础上, 最终为 IXO 制作出周期为 100nm, 光栅通光面积  $\geq 0.9$ ,  $1\text{--}4 \text{nm}$  波段时衍射效率  $> 50\%$  的自支撑闪耀透射光栅.

为了从实验上验证闪耀透射光栅的概念, MIT 研究人员在美国伯克利国家实验室先进光源 6.3.2

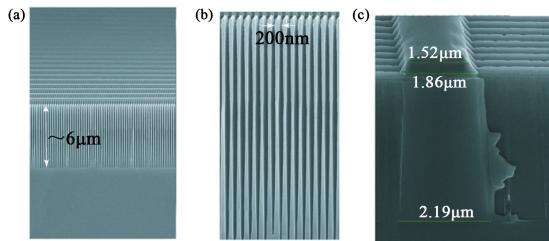


图8 深反应离子刻蚀闪耀透射光栅工艺过程中截面的 SEM 照片

光束线对制作的闪耀透射光栅样品进行了衍射效率测量。

图9是衍射效率测量装置的示意图<sup>[10]</sup>。从图9可以看到,光栅安装在测角仪中心,入射角 $\alpha$ 是同步辐射光束与光栅法线的夹角,探测器位置或角度 $\delta$ 从零级开始读数。假定光栅线条是完美平直的,那么由图1(b)可知,闪耀预期发生在 $\delta=2\alpha$ 处,闪耀级次 $m$ 由下式确定:

$$|m| = \frac{2p}{\lambda} \sin \alpha \quad (8)$$

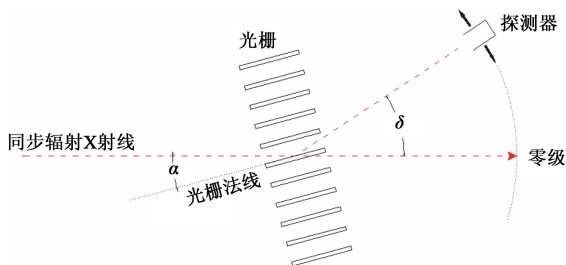


图9 衍射效率测量装置示意图

对周期574nm的原型闪耀透射光栅样品的探测器,其扫描范围为1.62—49nm。图10显示出其中4个波长上的扫描结果<sup>[10]</sup>。图中虚的曲线是光栅狭缝的传递函数乘以 $a/p$ 及Si在 $2.97^\circ$ 处反射率,相当于闪耀包络;图中实的曲线是根据(7)式模拟的结果,模拟参数为: $N=2000, \alpha=2.8^\circ, \epsilon=0.17^\circ, p=574\text{nm}, b/p=0.176, a=473\text{nm}$ ;图中的实心圆点是实测的结果。从图10中还可以观察到以固定角度( $\delta=2(\alpha+\epsilon)=5.94^\circ$ )为中心的显著闪耀特征:闪耀包络在短波长区较狭窄,衍射级次高;在长波区则展宽,衍射级次低。对应于波长的若干衍射级次归一化衍射效率如图11所示<sup>[10]</sup>。图11中实线波峰对应于相应闪耀级次的衍射峰,是根据严格耦合波理论计算的结果,其所有衍射强度和的包络曲线数值范围为29%—70%。带有误差棒的虚线波峰是相应闪耀级次的实验值,其所有闪耀级次衍射强度和的包络(带有粗黑点)曲线数值范围为28%—55%。比较

同一波长的衍射效率可知,实测值是理论衍射效率数值的70%—80%,实验结果显示与理论模拟吻合。引人注意的是高衍射效率,个别显示46%的衍射效率。在最短的1.62nm可以观察到-33级闪耀,由于色散限制单个峰很难分辨开,图11(a)和图11(b)只显示-1到-23衍射级次。最新的周期为200nm的自支撑闪耀透射光栅在0.96—19.4nm波段衍射效率的测量结果,见文献<sup>[15]</sup>。

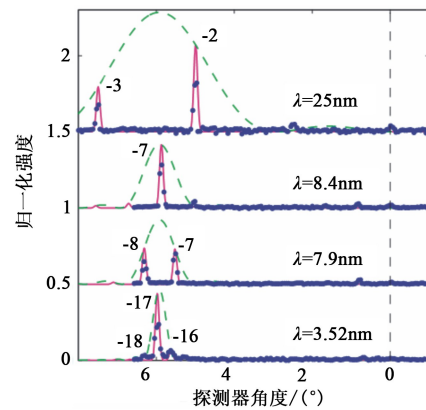


图10 不同波长的归一化探测器角度扫描

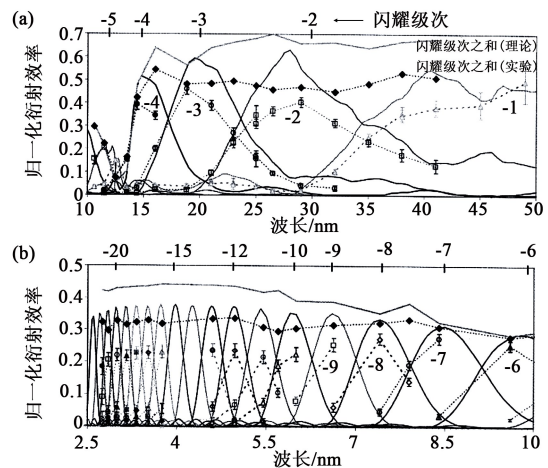


图11 归一化衍射效率 (a)10—50nm 波段;(b)2.5—10nm 波段

#### 4.2 中国科学技术大学的初步研制结果

在国家高技术研究发展计划项目基金的资助下,我们于2009年6月开始了1000—2000线/mm软X射线自支撑闪耀透射光栅的研制工作。通过近两年的工艺探索,我们已经实现了X射线自支撑闪耀透射光栅的完整湿法制作工艺,研制出光栅样品。图12是我们研制的1000线/mm自支撑闪耀透射光栅样品的照片和正、背面光栅微结构的SEM照片。图12(a)是光栅的实物照片,光栅单元由4个约5mm×5mm的更小光栅窗口组成,图中只有左上

角的一个窗口图形较完整,其他 3 个都有不同程度的扭曲不平整,这与 MIT 制作自支撑闪耀透射光栅的过程一样,起初也只有部分或全部损坏<sup>[12]</sup>;图 12(b)显示正面支撑结构和光栅线条;图 12(c)显示背面支撑结构和光栅线条;图 12(d)是光栅制作工艺中间阶段的 SEM 照片,正面栅线顶端残留的 SiN 显示光栅线条宽度比 SiN 掩模要窄,背面栅线全部截止在 SOI 基片的中间埋层 SiO<sub>2</sub> 上,保证栅线高度一致,图中显示高度近 10 $\mu$ m.

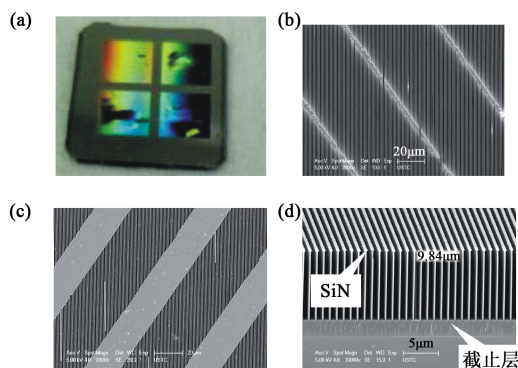


图 12 光栅实物照片(a)及其光栅正面(b)、光栅背面(c)和光栅截面的 SEM 照片

参考文献

[ 1 ] Tananbaum H D, White J A, Bookbinder J A *et al.* SPIE, 1999, 3765:62  
 [ 2 ] <http://ixo.gsfc.nasa.gov/technology/xgs.html>  
 [ 3 ] McEntaffer R L, Cash W, Shipley A. SPIE, 2002, 4851:549  
 [ 4 ] McEntaffer R L, Osterman S, Cash W. SPIE, 2004, 5168:492  
 [ 5 ] McEntaffer R L, Cash W, Shipley A. SPIE, 2008, 7011:701107  
 [ 6 ] Flanagan K, Ahn M, Daivis J *et al.* Proc. SPIE, 2007, 6688: 66880Y  
 [ 7 ] Heilmann R K, Ahn M, Bautz M W *et al.* SPIE, 2009, 7437: 74370G  
 [ 8 ] Heilmann R K, Daivis J, Dewey D *et al.* SPIE, 2010, 7732: 77321J  
 [ 9 ] Schanttenburg M L. J. Vac. Sci. Technol. B, 2001, 19(6):2319  
 [10] Heilmann R K, Ahn M, Gullikson E M *et al.* Optics Express, 2008, 16(12):8658  
 [11] Heilmann R K, Ahn M, Schattenburg M L *et al.* Proc. SPIE, 2008, 7011:701106  
 [12] Ahn M, Heilmann R K, Schattenburg M L. J. Vac. Technol. B, 2007, 25(6):2593  
 [13] Ahn M, Heilmann R K, Schattenburg M L. J. Vac. Technol. B, 2008, 26(6):2179  
 [14] Mukherjee P, Bruccoleri A, Heilmann R K *et al.* J. Vac. Technol. B, 2010, 28(6):C6P70  
 [15] Heilmann R K, Ahn M, Bruccoleri A *et al.* Appl. Opt., 2011, 50(10):1364