

# 软 X 射线位相型金透射光栅的设计与制作\*

邱克强 徐向东<sup>†</sup> 刘 颖 洪义麟 付绍军<sup>‡</sup>

(中国科学技术大学国家同步辐射实验室,合肥 230029)

(2008 年 3 月 1 日收到,2008 年 4 月 18 日收到修改稿)

根据衍射光栅的标量理论,计算并讨论了金透射光栅在软 X 波段衍射效率对光栅厚度和占宽比的依赖关系.结果表明,选择合适的光栅槽深和占宽比,高达 21.9% 的衍射效率可能被获得,远高于振幅型光栅的 +1 级衍射效率 10.14%.通过全息光刻与电镀转移技术制作的位相型金透射光栅由 300 nm 的聚酰亚胺薄膜支撑,光栅槽深 200 nm,占宽比为 0.55,周期为 1  $\mu\text{m}$ ,面积为 20 mm  $\times$  5 mm.在国家同步辐射装置上,测得其 +1 级透射衍射效率在波长  $\lambda = 7.425$  nm 时获得最大值,约为 16%.

关键词:透射位相光栅,全息光刻,电镀

PACC:4240E,4280F,0765

## 1. 引 言

作为软 X 射线波段重要的色散元件,金透射光栅,尤其亚微米周期的金透射光栅近年来发展迅速,其制作工艺及相关技术也日趋成熟<sup>[1-6]</sup>.因为能获得比振幅型黑白光栅高得多的衍射效率,位相型金透射光栅完全可以代替振幅型光栅应用于微小位移测量系统中的成像<sup>[7]</sup>,非线性光学处理<sup>[8]</sup>,以及激光惯性约束核聚变<sup>[9-11]</sup>与 X 射线天体物理学<sup>[1,12,13]</sup>等领域的 X 射线能谱分辨.

在大多数应用中,高衍射效率是光学元件设计和制作的目标之一.光栅的标量理论表明,传统的振幅型透射光栅的 +1 级衍射效率最高仅为 10.14%.然而,随着入射光子能量的增加,一定厚度的光栅线条将不再能完全阻挡入射光的通过,而变得部分透明,透过光栅线条的入射光由于相位的变化将与从光栅缝隙透过的入射光干涉叠加.因此,可以通过改变光栅厚度来改变干涉叠加后的衍射光效率.对于某一固定的使用波长,只要选择合适的光栅厚度,就完全可能使从光栅缝隙透过的入射光干涉削弱 0 级透射光,从而提高其他级次的衍射效率.

对金透射光栅的衍射效率的实验标定和数值模

拟结果<sup>[14]</sup>表明,根据衍射光栅的标量理论,计算周期远大于使用波长的透射光栅效率是完全可靠的.本文计算了位相型金透射光栅的 1 级衍射效率随光栅厚度和占宽比的变化.设计制作出了厚度 200 nm,占宽比约为 0.55,周期 1  $\mu\text{m}$  的透射光栅,光栅线条由 300 nm 的聚酰亚胺支撑,光栅面积 20 mm  $\times$  5 mm.在同步辐射的软 X 波段,光栅的衍射效率被测量,结果表明 +1 级衍射效率大约为 16%.

## 2. 位相型透射光栅效率计算

本文设计和制作的透射光栅使用于软 X 射线波段(由于测量条件限制,选择 5—12 nm 波段),因为使用波长远小于光栅周期(1  $\mu\text{m}$ ),所以可以用标量衍射理论来模拟计算光栅的衍射效率.位相型透射光栅的衍射效率除了受光栅槽形、槽深和占宽比(线宽/周期)的制约之外,还将受到光栅材料的影响.光栅材料对入射光的吸收特性将直接影响到透过线条部分的光线的位相改变,进而影响衍射效率.本文选择金来制作光栅.根据夫琅禾费衍射理论<sup>[15]</sup>,用平行光源照明时,由不透明屏上的  $N$  条等距矩形狭缝组成的振幅型透射光栅,缝宽  $s$ ,线宽  $a$ ,周期  $d = s + a$ ,平行于光栅平面的屏上  $P$  处光强为

\* 国家自然科学基金(批准号 50375149,10776030)资助的课题.

<sup>†</sup> 通讯联系人, E-mail: xxd@ustc.edu.cn

<sup>‡</sup> 通讯联系人, E-mail: sjfu@ustc.edu.cn

$$I_{(p)}^{amp} = I_0 \left( \frac{\sin \frac{Nkdp}{2}}{\sin \frac{kdp}{2}} \right)^2 \left( \frac{\sin \frac{ksp}{2}}{\frac{ksp}{2}} \right)^2, \quad (1)$$

其中波矢量  $k = \omega/c = 2\pi/\lambda$ ,  $p = \sin\theta$ .

对于位相型金透射光栅,光栅线条对入射光不再完全不透明,受到金的吸收和位相调制之后,透过光栅线条的入射光将与直接从狭缝穿过的0级光干涉叠加(如图1).金的折射率  $n = (1 - \delta) - i\beta$ ,考虑金光栅线条的位相与吸收作用,位相光栅在  $P$  处的衍射强度<sup>[16]</sup>变为

$$I_{(p)}^{pha} = I_0 \left( \frac{\sin \frac{Nkdp}{2}}{\sin \frac{kdp}{2}} \right)^2 \left( \frac{\sin \frac{ksp}{2}}{\frac{ksp}{2}} \right)^2 \times [1 + e^{-2k\beta t} - 2e^{-k\beta t} \cos(kt\delta)]. \quad (2)$$

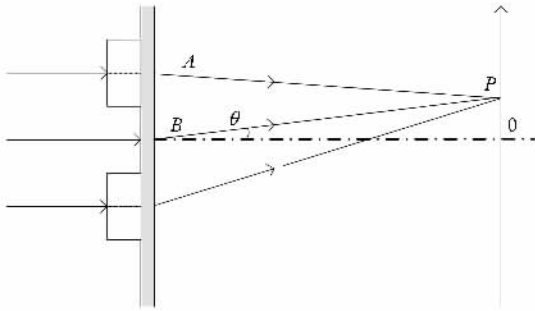


图1 通过光栅线条(A)与光栅狭缝(B)的入射光在  $p$  点干涉叠加

因此,第  $m$  ( $m \neq 0$ ) 级的衍射效率为

$$\eta_m = \left[ \frac{\sin(Nm\pi)}{N\sin(m\pi)} \right]^2 \left[ \frac{\sin(sm\pi/d)}{m\pi} \right]^2 \times [1 + e^{-2k\beta t} - 2e^{-k\beta t} \cos(kt\delta)]. \quad (3)$$

式中第一个中括号里是多缝干涉因子,对整数  $m$  取极大值1.第三个括号里是分别从光栅狭缝和光栅线条透过的入射光相互干涉叠加项.假设  $\beta = 0$ ,第三个括号里等于  $2[1 - \cos(kt\delta)]$ ,反映了光栅线条对入射光的位相调制作用;假设  $\delta = 0$ ,第三个括号里的表达式变为  $(1 - e^{-k\beta t})^2$ ,反映了光栅线条的对入射光的吸收作用;第二个括号里是单缝衍射因子,如果  $s/d = 0.5$ ,当  $m$  取偶数时为零,因此偶数级次将完全消失;当  $m$  为奇数时取最大值,此时第  $m$  级效率<sup>[16]</sup>为

$$\eta_m = \left[ \frac{1}{m\pi} \right]^2 [1 + e^{-2k\beta t} - 2e^{-k\beta t} \cos(kt\delta)], \quad (4)$$

$$\eta_0 = \frac{1}{4} [1 + e^{-2k\beta t} + 2e^{-k\beta t} \cos(kt\delta)]. \quad (5)$$

从(4)和(5)式可以看出,如果  $\cos(kt\delta)$  为负,零级透射衍射效率将干涉减弱,同时加强奇整数级效率.因此,通过选择合适的槽深  $t$  和入射光波长  $\lambda$ ,光栅的1级透射衍射光可以获得最优化的衍射效率.图2是槽深200 nm,占宽比0.5的金透射光栅衍射效率随波长的变化.可以看出,随着入射光能量的增加,波长小于9 nm以后,光栅线条变得部分透明,位相作用越来越明显,在7.4 nm处1级衍射效率将获得极大值17%.图3是相同的槽深,不同的占宽比时,光栅的1级衍射效率随波长的变化,结果再现了当占宽比  $a/d = 0.5$  时,1级衍射效率将取得最大值的预言.

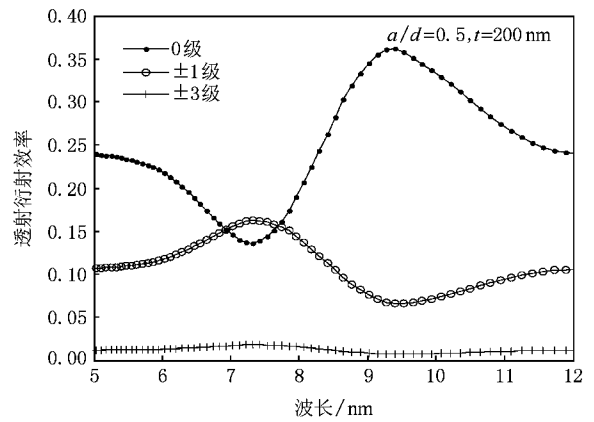


图2 槽深为200 nm,占宽比为0.5的金透射位相光栅

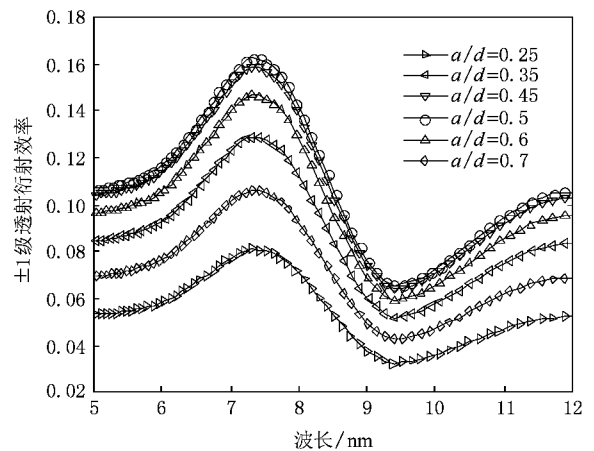


图3 槽深为200 nm,不同占宽比的金透射位相光栅的1级衍射效率分布

从图4可以发现,在光栅槽深从60 nm增至300 nm过程中,需要增加入射光光子能量才能穿透光栅线条,所以获得最高效率处的波长将向短波方向移动.槽深100 nm的透射光栅在波长  $\lambda = 9.1$  nm

的入射光照明时衍射效率取得最大值 21.9%。在实际过程中,可以根据使用波长,在制作条件允许的情况下选择并精确控制槽深和占宽比以获得尽可能高的 1 级衍射效率。需要说明的是,计算模拟中没有考虑支撑膜层和用于电镀的导电层对入射光波的吸收。

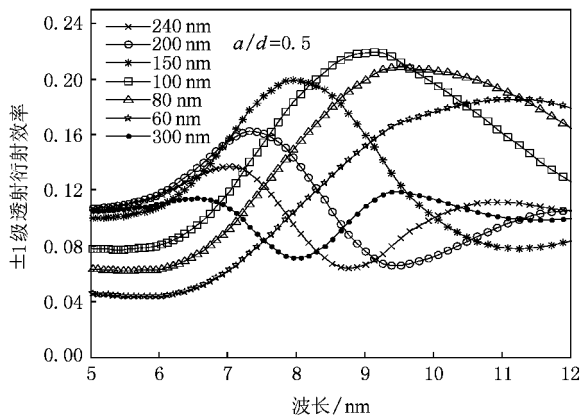


图 4 占宽比 0.5 不同槽深的金透射位相光栅 1 级衍射效率分布

### 3. 位相型金透射光栅的制作

透射光栅的制作主要包括光刻胶掩模制备和图形转移技术。目前,在亚微米周期光栅制作过程中,全息光刻<sup>[17]</sup>和电子束光刻<sup>[18]</sup>是制备光刻胶掩模的主要技术。掩模图形的转移则可以通过离子束刻蚀<sup>[3-6]</sup>、蒸发-剥离(lift-off)、微电镀沉积等技术来实现。本文采用全息-微电镀方法来制作位相型金透射光栅。其制作工艺如图 5 所示。在清洁后的玻璃基片上依次制备 300 nm 厚的聚酰亚胺,10 nm 左右的金电镀层,和 400 nm 厚的光刻胶层。用氩镭激光(442 nm)的双光束干涉光路对光刻胶曝光,经显影

后形成光刻胶浮雕光栅图形。采用中性的亚硫酸盐电镀液电镀沉积金,选择适当的电流密度与温度,并保证电解液的温度均匀性以获得光滑致密的金光栅线条。当金沉积到预期厚度后结束电镀,去掉光刻胶,粘好支撑结构并去掉玻璃基底即形成有聚酰亚胺支撑的金透射光栅。

### 4. 实验结果与讨论

衍射效率是评价光栅性能的重要指标。第 2 节的分析表明位相光栅的占宽比和槽深将显著影响衍射效率的分布。在一定的电镀条件下,电镀沉积的速率一定,可以比较容易地控制槽深。为了对衍射效率进行比较,我们分别制作了槽深 200 和 300 nm 的金透射光栅,面积 20 mm × 5 mm。下面讨论占宽比的控制和效率的检测。

#### 4.1. 占宽比的控制

为了提高光栅的 1 级衍射效率,需要尽可能将占宽比控制在 0.5 左右,即让槽和线的宽度尽可能相等。然而,在全息光刻过程中,影响占宽比的因素非常多,如光刻胶对曝光波长的敏感程度、前烘时间及温度、曝光剂量、显影时间、显影液浓度等。除了这些通常的因素之外,光刻胶光栅掩模的占宽比还受到垂直驻波的影响。在全息曝光过程中,因为金导电层的高反射率,反射光波与入射光波在光刻胶中形成驻波,从而使光刻胶光栅线条侧壁呈波浪形状而不再陡直,如图 6(a)。为了使处于驻波最小处的光刻胶获得足够的曝光量,需要加长曝光时间,但这样做必然会使驻波最大处的光栅线条收缩,结果获得的光刻胶光栅占宽比通常小于 0.5。为了减小驻波的影响,降低金导电层的反射率是一个有效的办法,本文在保证良好导电性的同时尽可能降低金导电层的厚度(5—12 nm)结果获得了侧壁陡直,占宽比约为 0.45 的光刻胶光栅掩模(见图 6(b))。图 7 是电镀后去掉光刻胶的金光栅线条,占宽比大约为 0.55,光栅厚度约为 200 nm。

#### 4.2. 位相光栅效率测量

位相光栅透射衍射效率的测量在国家同步辐射的光谱辐射标准与计量实验站上完成,测量光路如图 8 所示。实验使用的光谱范围是软 X 射线 5—12 nm 波段,小孔限制光斑尺寸,经过抑制高次谐波的

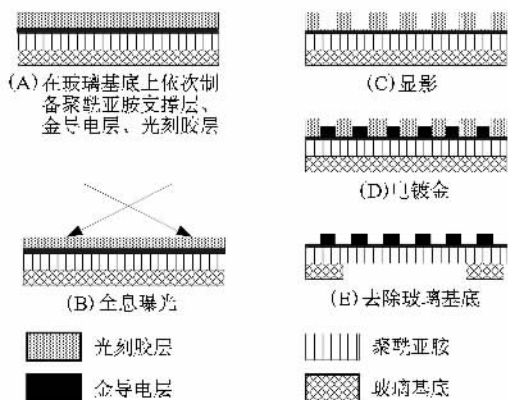


图 5 金透射光栅的制作工艺流程

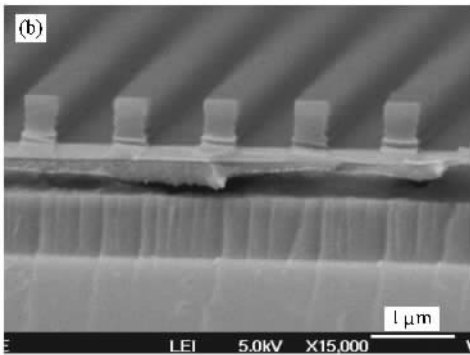
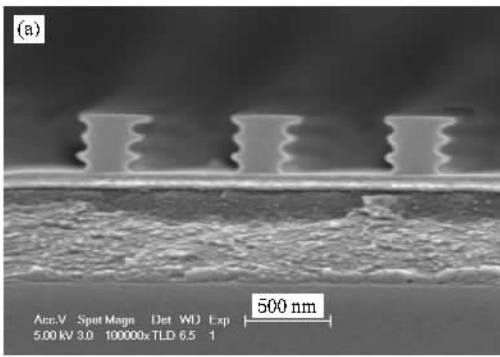


图 6 周期为 1 μm 的光刻胶光栅掩模

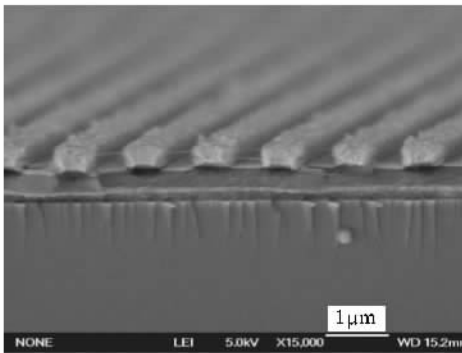


图 7 电镀去胶后的金光栅(槽深为 200 nm)

铅滤片之后进入真空室,正入射到位相光栅上.均匀取 20 个不同的波长,对每一个波长分别测量入射光和各级衍射光的强度(功率).装有位相光栅的样品台可以横向移动,当把光栅移出光路时,在光栅位置放入一 300 nm 厚的聚酰亚胺薄膜,测量入射光强度.只要放入的薄膜厚度与支撑位相光栅的薄膜厚度相等,就可以使光栅效率的测量值接近真实值.当把光栅移入光路后,入射光被光栅衍射成多个级次(图 8 只画出 ±1 和 0 级衍射光斑),用安装在光栅后面的硅光二极管探测器旋转扫描测量各级光斑的强度(功率).为了提高测量的准确度,探测器前加一

狭缝(宽 10 μm).在测量过程中,为了减小测量入射光和衍射光的时间间隔,只测量衍射光的 -2 到 +2 级的 5 个光斑,图 9 是入射波长 λ = 7.425 nm 的测量曲线.可以看出在该波长,穿过光栅线条的入射光受到光栅的位相调制和吸收作用之后,与直接从光栅狭缝透过的入射光干涉叠加,结果 0 级减弱,±1 级被加强.各级次衍射效率等于对应各峰对横轴的积分除以相应波长入射光强度曲线对横轴的积分.

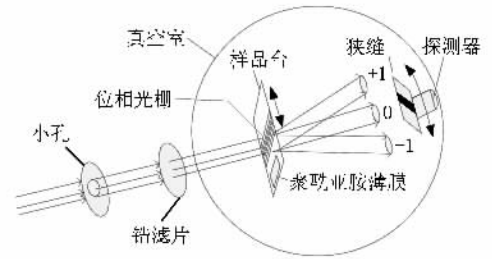


图 8 测量光栅效率的光路

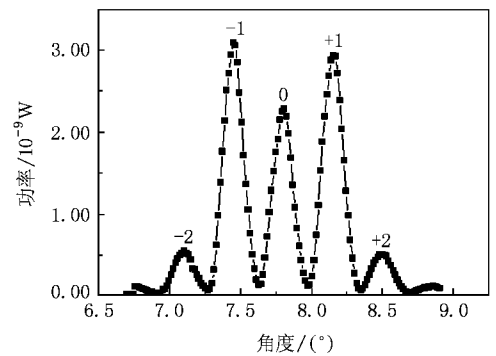


图 9 周期为 1 μm,占宽比为 0.55,槽深为 200 nm 的位相型金透射光栅在 7.425 nm 处的衍射强度分布

图 10,11 是占宽比 0.55,槽深分别为 300 与 200 nm 的金透射光栅的理论计算和实际测得的光栅效率.从图 10 中可以看出,在测量波段,300 nm 厚的金光栅线条完全不透明,即振幅型透射光栅,其 1 级衍射效率理论值约为 10%.但由于支撑膜聚酰亚胺层和金导电层对入射光波的吸收,虽然实际测量效率的变化趋势和计算值吻合,但整体偏小,约为 9%.槽深为 200 nm 时,在 λ = 6.5—8 nm 波段,位相作用使 1 级衍射效率高于 0 级,在 7.425 nm 处取得最大值约 16%.2 级衍射效率约为 2%,正好说明光栅线宽和槽宽不等.当然,效率的测量值中还包括了入射光的漂移,槽深的测量误差,积分计算误差,以及用于测量入射光的聚酰亚胺薄膜厚度与支撑位相光栅的薄膜不相等等不可避免的因素带来的影响.

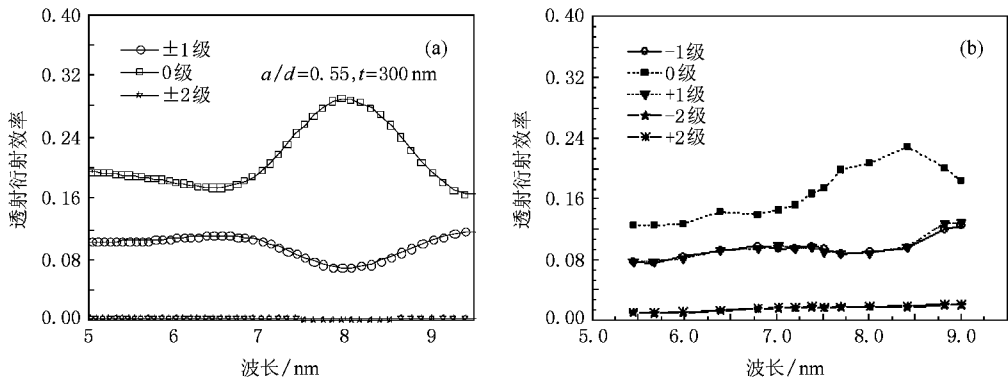


图 10 占宽比为 0.55 槽深为 300 nm 的振幅型金透射光栅衍射效率的理论 (a) 和实测 (b) 分布

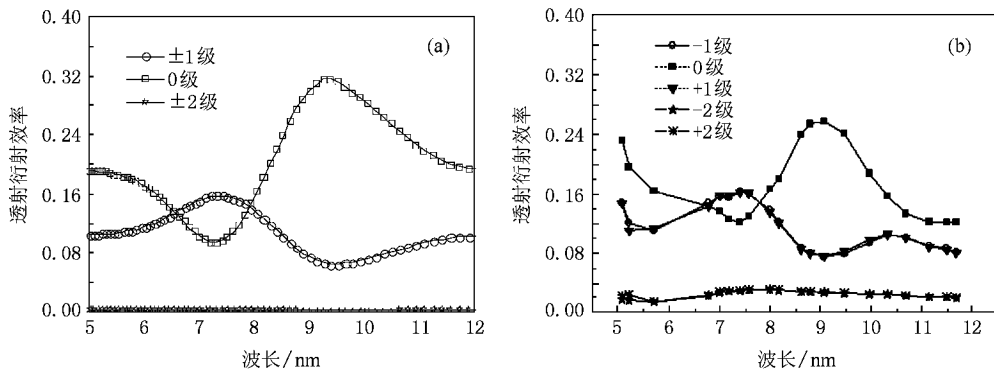


图 11 占宽比为 0.55 槽深为 200 nm 的位相型金透射光栅衍射效率的理论 (a) 和实测 (b) 分布

## 5. 结 论

在软 X 射线波段,为了获得比传统振幅型金透射光栅高的透射衍射效率,本文介绍了位相型金透

射光栅的设计和制作方法.制作出了厚度大约为 200 nm,占宽比约为 0.55,周期为  $1\ \mu\text{m}$  的透射光栅,光栅线条由 300 nm 的聚酰亚胺支撑.在国家同步辐射装置的软 X 射线波段,光栅的衍射效率被测量,结果表明 +1 级衍射效率大约为 16%.

[1] Schattenburg M L, Canizares C R, Dewey D, Flanagan K A, Hamnett M A, Levine A M, Lum K S K, Manikkalingam R, Market T H, Smith H I 1991 *Opt. Eng.* **30** 1590

[2] Savas T A, Schattenburg M L, Carter J M, Smith H I 1996 *J. Vac. Sci. Technol. B* **14** 4167

[3] Xu X D, Hong Y L, Huo T L, Zhu X B, Zhou H J, Tao X M, Fu S J 2001 *Opt. Technol.* **27** 294 (in Chinese) [徐向东,洪义麟,霍同林,朱向冰,周红军,陶晓明,傅绍军 2001 光学技术 **27** 294]

[4] Xu X D, Hong Y L, Fu S J 2003 *Vac. Sci. Technol.* **23** 362 (in Chinese) [徐向东,洪义麟,傅绍军 2003 真空科学与技术 **23** 362]

[5] Fu S J, Hong Y L, Tao X M, Su Y G, Tang Y J, Zheng Z J, Tang D Y 1992 *Acta Opt. Sin.* **12** 825 (in Chinese) [傅绍军,洪义麟,陶晓明,苏永刚,唐永建,郑志坚,唐道源 1992 光学学报 **12** 825]

[6] Xu X D, Hong Y L, Fu S J 2004 *Physics* **33** 340 (in Chinese) [徐向东,洪义麟,傅绍军 2004 物理 **33** 340]

[7] Ohmura Y, Oka T, Nakashima T 2006 *App. Opt.* **45** 1713

[8] Sadovnik L, Demichovskaya O, Chen R T 1991 *Proc. SPIE.* **1545** 200

[9] Yang J M, Ding Y N, Zheng Z J, Wang Y M, Zhang W H, Zhang J Y, Hong Y L, Xu X D, Fu S J 2003 *High Power Laser & Particle Beams* **15** 69 (in Chinese) [杨家敏,丁耀南,郑志坚,王耀梅,张文海,张继彦,洪义麟,徐向东,付绍军 2003 强激光与粒子束 **15** 69]

[10] Yang J M, Ding Y N, Sun K X, Cheng J X, Jiang S E, Zheng Z J, Zhang W H 2000 *Acta Phys. Sin.* **49** 747 (in Chinese) [杨家敏,丁耀南,孙可照,成金秀,江少恩,郑志坚,张文海 2000 物理学报 **49** 747]

- [ 11 ] Yang J M , Ding Y N , Yi R Q , Wang Y M , Zhang W H , Zheng Z J 2001 *Acta Phys. Sin.* **50** 1723 ( in Chinese ) [ 杨家敏、丁耀南、易荣清、王耀梅、张文海、郑志坚 2001 *物理学报* **50** 1723 ]
- [ 12 ] Canizares C R , Davis J E , Dewey D , Flanagan K A , Galton E B , Huenemoerder D P , Ishibashi K , Markert T H , Marshall H L , McGuirk M , Schattenburg M L , Schulz N S , Smith H I , Wise M 2005 *Publications of the Astronomical Society of the Pacific* **117** 1144
- [ 13 ] Canizares C R , Schattenburg M L , Smith H I 1985 *Proc. SPIE* **597** 253
- [ 14 ] Yang J M , Yi R Q , Ma H L , Chen Z L , Wang H B , Sun K X , Wen S H , Zheng Z J , Tang D Y , Cui M Q , Li G , Cui C W 1996 *Acta Opt. Sin.* **16** 1631 ( in Chinese ) [ 杨家敏、易荣清、马洪良、陈正林、王红斌、孙可照、温树槐、郑志坚、唐道源、崔明启、黎刚、崔聪悟 1996 *光学学报* **16** 1631 ]
- [ 15 ] Born M , Wolf E 1999 *Principles of Optics*-7th Ed. ( UK : Cambridge University Press ) p446
- [ 16 ] Schnopper H W , Van Speybroeck L P , Delvaile J P , Epsein A , Kallne E , Bachrach R Z , Dijkstra J , Lantward L 1977 *Appl. Opt.* **16** 1088
- [ 17 ] Hutley M C 1982 *Diffraction Gratings* ( London : Academic Press ) p95
- [ 18 ] Zhu X L , Ma J , Cao L F , Yang J M , Xie C Q , Liu M , Chen B Q , Niu J B , Zhang Q Z , Jiang J , Zhao M , Ye T C 2007 *Chin. J. Semic.* **28** 2006 ( in Chinese ) [ 朱效立、马杰、曹磊峰、杨家敏、谢常青、刘明、陈宝钦、牛洁斌、张庆钊、姜骥、赵珉、叶甜春 2007 *半导体学报* **28** 2006 ]

## Design and fabrication of gold transmission phase gratings for soft X-rays<sup>\*</sup>

Qiu Ke-Qiang Xu Xiang-Dong<sup>†</sup> Liu Ying Hong Yi-Lin Fu Shao-Jun<sup>‡</sup>

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

( Received 1 March 2008 ; revised manuscript received 18 April 2008 )

### Abstract

The diffraction efficiency of a gold transmission phase grating is simulated as a function of the depth of grooves and the duty cycle on the basis of the scalar diffraction theories. It is shown that the +1 order diffraction efficiency of a transmission phase grating with appropriate groove depth and duty cycle can be up to 21.9% of the incident light , whereas it is no greater than 10% for a conventional amplitude-mode transmission grating. Transmission gratings with area of 20 mm × 5 mm , period of 1 μm , duty cycle of 0.55 and 200 nm thick gold bars supported by a membrane of 300 nm thick polyimide have been fabricated by combining holographic lithography and electroplating. Its diffraction efficiency has been measured in national synchrotron radiation laboratory , and the maximum efficiency in +1 order is about 16% at λ = 7.425 nm.

**Keywords** : transmission phase grating , holographic lithography , electroplating

**PACC** : 4240E , 4280F , 0765

<sup>\*</sup> Project supported by the National Natural Science Foundation of China ( Grant Nos. 50375149 , 10776030 ).

<sup>†</sup> Corresponding author. E-mail : xxd@ustc.edu.cn

<sup>‡</sup> Corresponding author. E-mail : sjfu@ustc.edu.cn