

1000 线/毫米软 X 射线自支撑闪耀透射光栅的设计与制作*

陈勇 邱克强 徐向东[†] 刘正坤 刘颖 付绍军

(中国科学技术大学国家同步辐射实验室, 合肥 230029)

(2011 年 7 月 29 日收到; 2011 年 9 月 14 日收到修改稿)

基于标量衍射理论讨论了软 X 射线自支撑闪耀透射光栅的特性并设计了光栅的结构参数. 采用全息光刻和湿法腐蚀技术, 成功制作了周期 $1\ \mu\text{m}$ 、占空比 0.1—0.2、高宽比约 100、栅线厚度 $10\ \mu\text{m}$ 、有效面积比为 65% 的自支撑闪耀透射光栅. 单元尺寸为 $15\text{mm}\times 15\text{mm}$ 的硅绝缘体上含有四个 $5\text{mm}\times 5\text{mm}$ 的自支撑闪耀透射光栅窗口. 在国家同步辐射实验室检测了该光栅在 5—50 nm 波长范围内的衍射效率. 波长扫描测量结果表明, 闪耀效应明显地发生在类似镜面的光栅侧壁镜面反射方向上, 闪耀级次位置及其特征与标量理论预测的一致. 衍射效率的实测结果基本与理论模拟符合, 只是因光栅结构上的缺陷致使衍射效率偏低, 峰值只有理论值的 38%—49%. 实验结果证明了闪耀透射光栅的概念和湿法制作工艺的可行性.

关键词: 自支撑透射光栅, 闪耀效应, 全息光刻, 各向异性腐蚀

PACS: 07.85.Fv, 42.79.Dj, 42.82.Cr, 52.77.Bn

1 引言

软 X 射线透射光栅作为一种重要色散元件, 已被广泛应用于天文物理、激光惯性约束聚变等领域. 为了提高透射光栅的色散能力及衍射效率, 高线密度自支撑金透射光栅以及自支撑位相型金透射光栅近年来发展迅速, 并且已得到广泛的应用. 然而, 与掠入射闪耀反射光栅相比, 透射光栅衍射效率低很多, 振幅型透射光栅的 1 级衍射效率约 10%, 位相型透射光栅针对设定波长, 其 1 级衍射效率最高约 20%. 根据国际 X 射线天文台 (International X-ray Observatory, IXO) 设计中的 X 射线光栅谱仪的科学目标要求: 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 ($\lambda/\Delta\lambda$) 3000 (FWHM); 大的有效面积 $> 1000\text{ cm}^2$, 其性能远远超越以前的高能天文卫星^[1]. 用于 IXO 中的 X 射线光栅谱仪, 目前正

在研究中的技术路线有两种^[2], 即较早开展研究的面偏离安装的反射光栅 (off-plane reflection grating, OPG) 谱仪^[3-5] 和近几年才开始研究的临界角透射光栅 (critical-angle transmission (CAT) grating) 谱仪^[6-8]. 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 Heilmann 和 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, 同时避免它们缺点, 如重量极轻、基本与入射光垂直而面积小、平整度和准直度宽容度大、对偏振不敏感 (TE 和 TM 间衍射效率差异 $\ll 1\%$)、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

* 国家高技术研究发展计划 (批准号: 2009AA1292) 和国家自然科学基金 (批准号: 10875128, 11005111) 资助的课题.

[†] E-mail: xxd@ustc.edu.cn

线在高级次的闪耀, 提高透射光栅光谱仪的分辨本领.

闪耀透射光栅有可能应用于很多领域, 如天文学中的 X 射线谱学望远镜, X 射线相衬成像应用和光栅干涉仪中的高效率透射光栅. 闪耀透射光栅的设计理念可以很容易地用于线性波带片等软 X 射线聚焦元件的制作, 容许应用更高级次焦点从而具有更高的分辨和效率. 宽带高效率使得单块闪耀透射光栅能够适用于较宽的波长范围, 这样的光栅也许能够替代若干窄带多层膜元件. 总之, 宽带高效的闪耀透射光栅的出现为软 X 射线和极紫外光学元件和仪器打开了全新的设计空间. 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, 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. 在 863-804 资助下, 我们于 2009 年 6 月开始了软 X 射线自支撑闪耀透射光栅研究工作. 本文给出自支撑闪耀透射光栅的设计、制作和同步辐射衍射效率检测的初步结果, 相关工作需要进一步探索完善. 首先, 从理论上分析了自支撑闪耀透射光栅的特性; 然后, 利用全息光刻和湿法腐蚀, 制作出周期 $1\ \mu\text{m}$ 、栅线厚度 $10\ \mu\text{m}$ 、占宽比 $0.1\text{--}0.2$, 高宽比 ~ 100 , 面积 $5\ \text{mm} \times 5\ \text{mm}$ 、有效面积比 65% 的自支撑闪耀透射光栅; 最后, 在国家同步辐射实验室辐射标准与计量线站测量了光栅在 $5\text{--}50\ \text{nm}$ 波

段的衍射效率, 并将测量结果与理论值进行了比较与分析.

2 光栅的结构参数设计

闪耀透射光栅是由自支撑的几十至百纳米宽度、超高宽比和光滑侧壁的光栅线条及较大周期的支撑结构组成, 当 X 射线以倾斜角度 α 入射到光栅线条侧壁, 只要 α 小于全外反射的临界角 $\theta_c(\lambda)$, 那么 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 λ 中, 高效率的亚临界角反射和光栅衍射条件都能满足. 这种新型光栅设计中, 光栅线条侧壁充当闪耀小面, 栅线宽度尽可能小以减小吸收或妨碍 X 射线, 光栅侧壁必须足够光滑以免散射损失. 对于软 X 射线, 典型的 θ_c 在 $1^\circ\text{--}5^\circ$. 在闪耀透射光栅中, X 射线通过栅条之间的空隙传输, 导致衍射的光程差由超高宽比、超光滑光栅线条侧壁的掠入射反射产生的. 乍看起来闪耀透射光栅好像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, 在镜面反射方向上无 0 级. 利用光栅线条光滑的侧壁反射只是作为闪耀的手段, 当衍射级次与光栅小面的镜面反射重合时即出现衍射效率增强的闪耀, 0 级另一侧的衍射被强烈地抑制, 如图 1 所示.

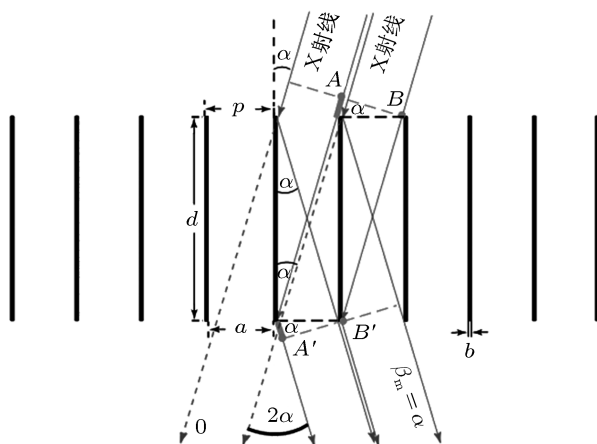


图 1 自支撑闪耀透射光栅截面示意图

针对图 1, 光栅方程为

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

式中 $m = 0, -1, -2, \dots$ 为了使得 β_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, 即单缝衍射因子和缝间干涉因子. 缝间干涉因子又叫多光束干涉因子, 给出衍射峰的位置. 它仅取决于光栅周期 p , 入射光波长 λ , 入射光和光栅法线夹角 α (相应的衍射角为 β) 和光栅缝数 N

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

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

单缝衍射因子反映了单个狭缝与入射光波的作用

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

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

式中 ε 是光栅线侧壁镜面与光栅法线间夹角, 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

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

由图 1 可知, 闪耀预期发生在 $\beta = \alpha$ 处, 闪耀级次 m 则由下式确定:

$$|m| = \frac{2p}{\lambda} \sin \alpha. \quad (7)$$

对于给定的入射角, 长波长闪耀在低衍射级次, 反之亦然.

总的理论衍射强度为

$$I(\lambda, p, \alpha, \beta, N, a, \varepsilon, R) = I_g I_s R (a/p)^2, \quad (8)$$

式中 R 为侧壁反射率. 这一简单模型正确地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. 我们看到光栅的标量理论是相当的简洁、直观、物理意义明确的一种方法, 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 [9].

自支撑闪耀透射光栅参数主要是周期、占宽比、材料、入射角和栅线高度 (后两项最为重要). 根据合肥同步辐射光源测量条件, 针对 5—10 nm 软 X 射线波段, 设计确定光栅结构参数: 光栅线密度 1000 line/mm 及 2000 line/mm; 自支撑透射光栅, 无衬底, 高宽比 > 100 ; 光栅工作能区: 线密度 1000 line/mm: 10—300 eV; 线密度 2000 line/mm: 30—600 eV. 当线密度达到 3333 line/mm 时, 高能部分可以扩展到 ~ 1 keV. 鉴于高线密度、高深宽比光栅制作难度大, 首先进行相对大周期 (1 μm) 的原型自支撑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和通过 X 射线测试验证其闪耀特性, 为制作更小周期和实用的软 X 射线自支撑闪耀透射光栅打下坚实的基础.

3 闪耀透射光栅的制作

软 X 射线自支撑闪耀透射光栅的制作工艺采用 MIT 空间纳米技术实验室 Heilmann 和 Schattenburg 研究组的技术路线 [10,11]. 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, 其整过工艺流程可分为四个主要步骤, 即正面图形光刻、背面图形光刻和腐蚀、正面图形腐蚀和超临界干燥, 如图 2 所示.

制作完成的自支撑闪耀透射光栅 SEM 照片如图 3 所示. 图 3(a) 是光栅实物照片, 光栅由 4 个 5 mm $\times$ 5 mm 子光栅单元组成; (b) 是光栅制作过程中的一个截面照片, 能有效地显示光栅截面特征参数. 图中光栅线条高度约 10 μm , 插入的放大照片显示栅线顶端宽约 100 nm、栅线底端约 164 nm; (c) 和 (d) 是自支撑闪耀透射光栅制作完成后的正面和背面光栅和支撑结构照片, 栅线顶端平均宽约 108 nm, 底端平均宽约 153 nm; 光栅支撑结构周期为 60 μm , 顶端宽约 4.5 μm , 底端宽约 21 μm , 光栅开口 (透光) 面积约 65%.

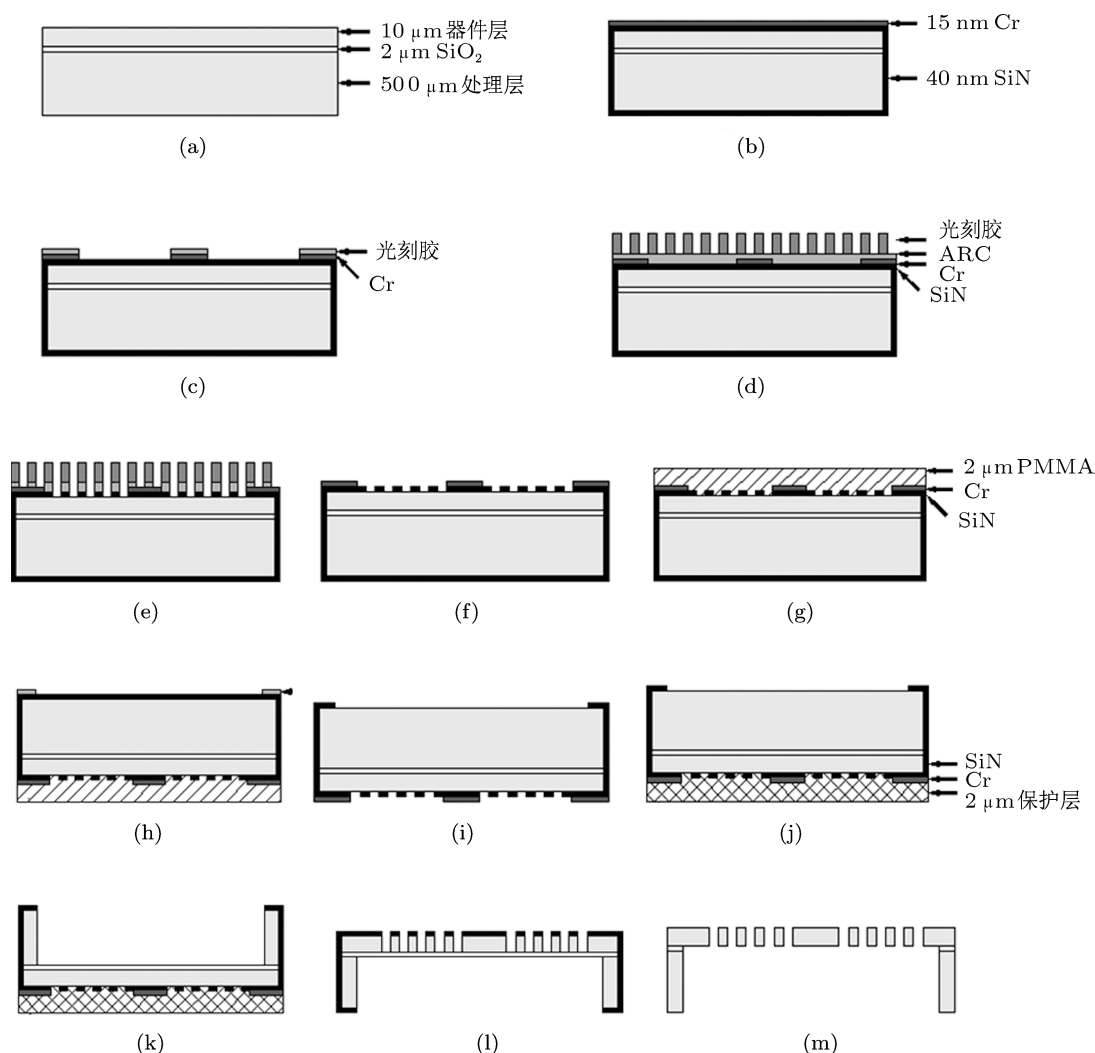


图2 自支撑透射闪耀光栅湿法制作工艺流程图 (a) $\langle 110 \rangle$ 硅绝缘体硅片衬底准备; (b) 沉积 SiN 和 Cr; (c) 支撑结构光刻制作和腐蚀 Cr; (d) 全息光刻制作光栅掩模; (e) 减反膜和 SiN 刻蚀; (f) 光刻胶和减反膜的去除; (g) 涂布 PMMA 保护光栅掩模; (h) 背面涂胶及光刻; (i) 刻蚀氮化硅及去除光刻胶、PMMA; (j) 正面涂上保护层 Pro TEK; (k) KOH 腐蚀至 SiO₂ 截止层; (l) 去除 Pro TEK 保护层、Cr 和光栅的 KOH 腐蚀至 SiO₂ 截止层; (m) HF 腐蚀 KOH 腐蚀 SiO₂ 截止层、SiN, CO₂ 临界点干燥

4 检测结果与讨论

为了验证研制的光栅性能,我们在国家同步辐射实验室光谱辐射标准与计量实验站上进行了光栅衍射效率的检测,检测方法与文献 [12] 相同,检测装置示意图如图 4 所示. 光栅安装在测角仪中心,入射角 α 是同步辐射光束与光栅法线的夹角,探测器位置或角度从零级开始读数 (7.9°). 对周期 $1\ \mu\text{m}$ 的原型自支撑闪耀透射光栅样品的探测器扫描范围为 $5\text{--}50\ \text{nm}$. 图 5 显示其中 2 个波长上的扫描结果,图 5(a) 是 $30\ \text{nm}$ 波长的光以 $\alpha = 4.7^\circ$ 入射光栅,探测器所检测到的衍射强度图;图中

可以明显的看到 0 级到闪耀级 -7 级的光强分布. 图 5(b) 是 $5\ \text{nm}$ 波长的光以 $\alpha = 4.7^\circ$ 入射光栅,探测器所检测到的衍射强度图;图中可以看出低级次 ($-1\text{--}5$ 级) 的衍射光能被探测器分辨出来,但是高级次的衍射光已不能分辨,例如 -32 级, -34 级等级次的衍射光都被 -33 级掩盖了. 这一方面是探测器、狭缝本身的原因,另一方面是受其他波长的谐波影响. 从图 5(a) 和 (b) 中可以观察到以常数 ($\phi + 7.9^\circ = 2(\alpha + \varepsilon) + 7.9^\circ = 18.2^\circ$) 角度为中心的预期显著的闪耀特征,闪耀包络在短波长区较狭窄,衍射级次高;向长波区则展宽,衍射级次低.

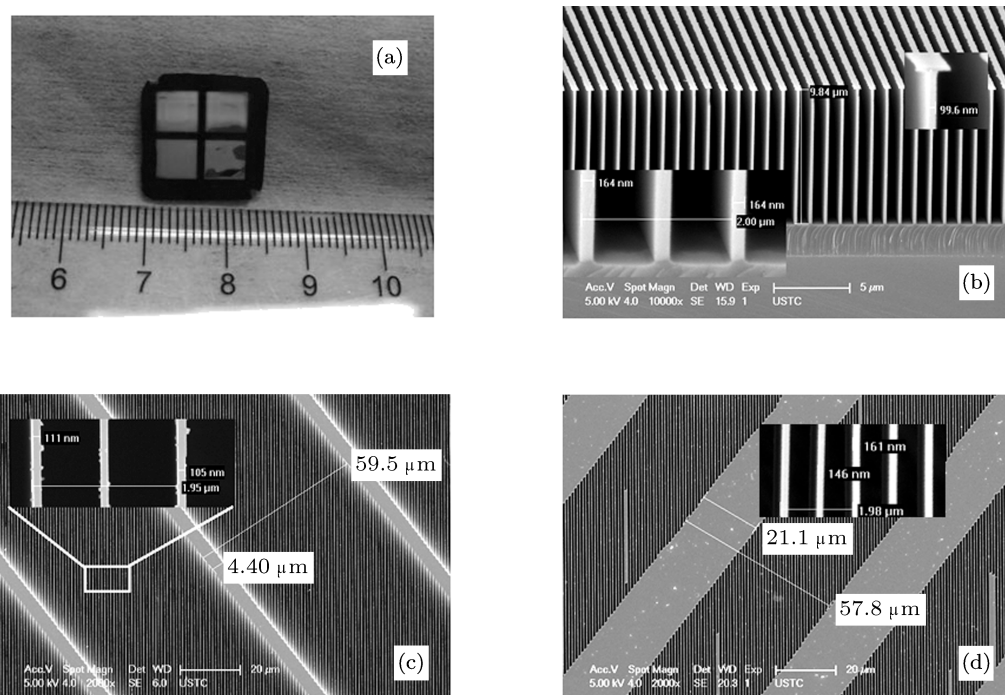


图3 自支撑闪耀透射光栅的实物照片和微结构的 SEM 照片 (a) 实物照片; (b) 截面图; (c) 正面图; (d) 背面图

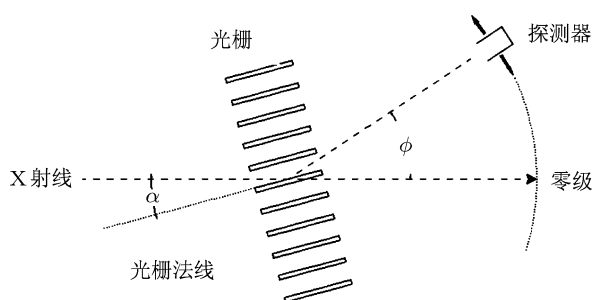


图4 4 衍射效率检测装置示意图

图6是周期 $1\text{ }\mu\text{m}$ 、占宽比约0.18、栅线厚度 $10\text{ }\mu\text{m}$ 的自支撑闪耀透射光栅衍射效率的理论计算和实际测得的光栅效率分布. 图6(a)是将SEM实测光栅参数输入商业性软件Gsolver^[13]后计算得到的理论衍射效率图. 需要说明的是, 计算中没有考虑支撑结构. 图6(b)为制作出的光栅在计量站测得的衍射效率图. 从图中可以看出, 测量值的峰值相对计算值有一定的偏移, 这可能是由于入射角与 4.7° 有一定偏差, 具体可能是样品装载时有一定误差. 从峰值来看, 测量值只达到计算值的25%—32%. 简单的考虑进加强筋影响, 光栅有效区域约占65%, 则测量值约为计算值的38%—49%, 实验

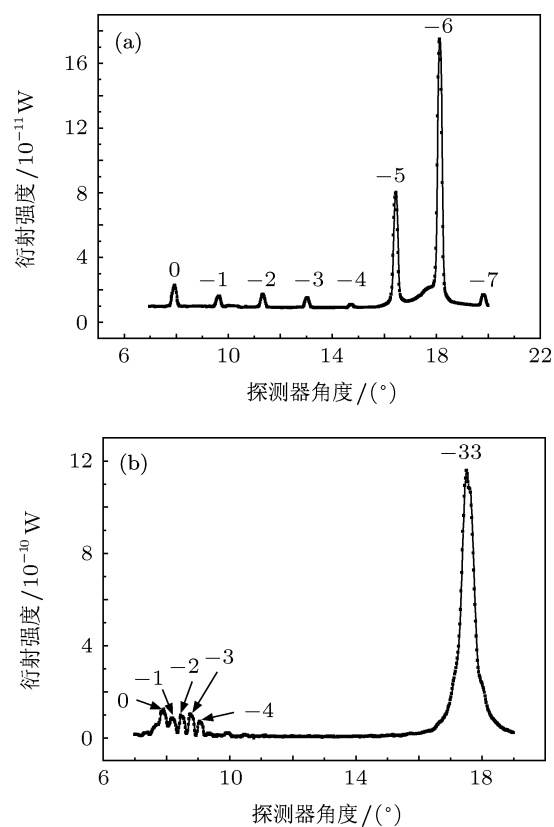


图5 周期 $1\text{ }\mu\text{m}$ 、占宽比约0.18、栅线厚度 $10\text{ }\mu\text{m}$ 的自支撑闪耀透射光栅在入射波长 30 nm 处(a)和 5 nm 处(b)的衍射强度分布

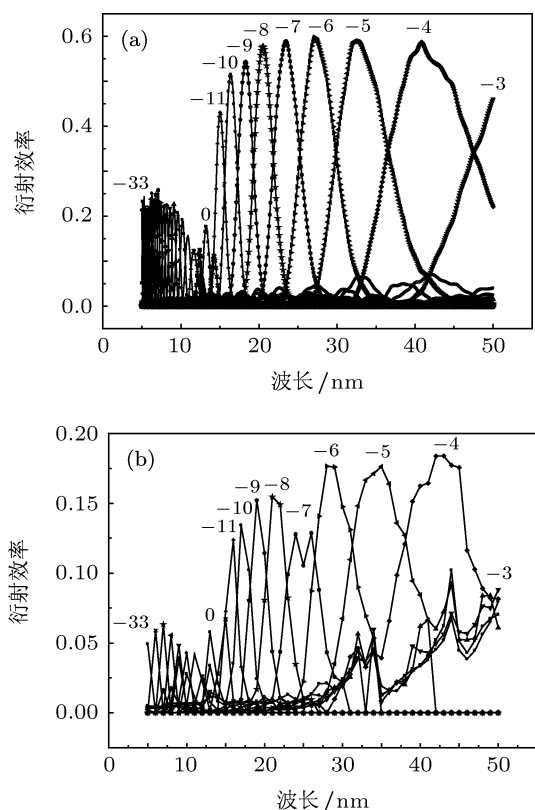


图6 周期 $1\ \mu\text{m}$, 占宽比约 0.18, 栅线厚度 $10\ \mu\text{m}$ 的自支撑闪耀透射光栅衍射效率的理论 (a) 和实测 (b) 分布

结果显示与理论模拟符合. 国外的结果显示实测值是理论衍射效率数值的 70%—85%^[14], 我们的实测值偏低, 除了检测中的误差问题外, 主要与实际光栅结构完美程度有关, 如栅线宽度、线条陡直度、

结构的不均匀性、黏在线条上微小杂质颗粒、侧壁粗糙度、断线及未腐蚀透等一些缺陷.

5 结论

软 X 射线自支撑闪耀透射光栅是一种新型的衍射光栅, 它同时具有透射光栅和反射光栅的优点. 鉴于高线密度、高深宽比光栅制作难度大, 首先进行相对大周期的原型自支撑闪耀透射光栅研制, 原型光栅制作的目的是探索湿法制作工艺的可行性和通过 X 射线测试验证其闪耀特性. 采用基于全息光刻和湿法腐蚀的工艺路线制作出周期 $1\ \mu\text{m}$ 、占空比 0.1—0.2、高宽比约 100、栅线厚度 $10\ \mu\text{m}$ 、子单元面积为 $5\ \text{mm} \times 5\ \text{mm}$ 、有效面积比为 65% 的自支撑闪耀透射光栅. 在国家同步辐射实验室进行的波长扫描测量表明, 闪耀效应显著, 闪耀级次位置及其特征与标量理论预测的一致; 衍射效率的实测结果也基本与理论模拟符合, 只是衍射效率偏低, 从峰值来看, 只有理论值的 38%—49%. 我们正在改善已有工艺, 提高光栅结构的均匀性、降低光栅缺陷, 提高光栅的衍射效率, 在此基础上提高光栅的线密度.

感谢国家同步辐射实验室的周洪军和霍同林在同步辐射光栅检测中给予的帮助.

- [1] Tananbaum H D, White J A, Bookbinder J A, Marshall F E, Cordova F A 1999 *SPIE* **3765** 62
- [2] <http://ixo.gsfc.nasa.gov/technology/xgs.html>
- [3] McEntaffer R L, Cash W C, Shipley A F 2002 *SPIE* **4851** 549
- [4] McEntaffer R L, Osterman S N, Cash W C, Gilchrist J, Flamand J, Touzet B, Bonnemason F, Brach C 2004 *SPIE* **5168** 492
- [5] McEntaffer R L, Cash W, Shipley A 2008 *SPIE* **7011** 701107
- [6] Flanagan K, Ahn M, Davis J, Heilmann R, Huenemoerder D, Levine A, Marshall H, Prigozhin G, Rasmussen A, Ricker G, Schattenburg M, Schulz N, Zhao Y 2007 *SPIE* **6688** 66880Y
- [7] Heilmann R K, Ahn M, Bautz M W, Foster R, Huenemoerder D P, Marshall H L, Mukherjee P, Schattenburg M L, Schulz N S, Smith M 2009 *SPIE* **7437** 74370G
- [8] Heilmann R K, Davis J E, Dewey D, Bautz M W, Foster R, Brucoleri A, Mukherjee P, Robinson D, Huenemoerder D P, Marshall H L, Schattenburg M L, Schulz N S, Guo L J, Kaplan A F, Schweikart R B 2010 *SPIE* **7732** 77321J
- [9] Moharam M G, Grann E B, Pommet D A, Gaylord T K 1995 *J. Opt. Soc. Am. A* **121** 68
- [10] Ahn M, Heilmann R K, Schattenburg M L 2007 *J. Vac. Technol. B* **25** 2593
- [11] Ahn M, Heilmann R K, Schattenburg M L 2008 *J. Vac. Technol. B* **26** 2179
- [12] Qiu K Q, Xu X D, Liu Y, Hong Y L, Fu S J 2008 *Acta Phys. Sin.* **57** 6329 (in Chinese) [邱克强, 徐向东, 刘颖, 洪义麟, 付绍军 2008 物理学报 **57** 6329]
- [13] <http://www.gsolver.com>
- [14] Heilmann R K, Ahn M, Gullikson E M, Schattenburg M L 2008 *Optics Express* **16** 8658

Design and fabrication of 1000 line/mm soft X-ray freestanding blazed transmission gratings*

Chen Yong Qiu Ke-Qiang Xu Xiang-Dong[†] Liu Zheng-Kun
Liu Ying Fu Shao-Jun

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

(Received 29 July 2011; revised manuscript received 14 September 2011)

Abstract

The performance prediction of freestanding blazed transmission grating is discussed using scalar diffraction theory, and grating design parameters are accordingly given. A freestanding transmission grating with a period of 1 μm , duty cycle of 0.1—0.2, aspect ratio of about 100, thickness of 10 μm and fractional area of 65% is successfully fabricated by holographic lithography and anisotropic wet etching. The size of a single die is 15 mm $\times$ 15 mm divided into four 5 mm $\times$ 5 mm windows. The diffraction efficiency of the fabricated grating is tested at the National Synchrotron Radiation Laboratory in a wavelength region of 5—50 nm. The wavelength scanning results show a strong blazing effect in the direction of specular reflection from mirror-like grating sidewalls, as expected. The measured and normalized diffraction efficiency is consistent with the theoretical prediction within 38%—49% due to grating structural imperfections. These experimental results prove not only the concept of blazed transmission grating but also practicability of the fabrication process.

Keywords: freestanding transmission grating, blazing effect, holographic lithography, anisotropic wet etching

PACS: 07.85.Fv, 42.79.Dj, 42.82.Cr, 52.77.Bn

* Project supported by the National High Technology Research and Development Program of China (Grant No. 2009AA1292), and the National Science Foundation of China (Grant Nos. 10875128, 11005111).

[†] E-mail: xxd@ustc.edu.cn