

低温退火的X射线W/Si多层膜应力和结构性能

张金帅 黄秋实 蒋励 齐润泽 杨洋 王凤丽 张众 王占山

Stress and structure properties of X-ray W/Si multilayer under low temperature annealing

Zhang Jin-Shuai Huang Qiu-Shi Jiang Li Qi Run-Ze Yang Yang Wang Feng-Li Zhang Zhong Wang Zhan-Shan

引用信息 Citation: [Acta Physica Sinica](#), 65, 086101 (2016) DOI: 10.7498/aps.65.086101

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.086101>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2016/V65/I8>

---

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

掺Fe高阻Ga<sub>N</sub>缓冲层特性及其对AlGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>高电子迁移率晶体管器件的影响研究

Growths of Fe-doped Ga<sub>N</sub> high-resistivity buffer layers for AlGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub> high electron mobility transistor devices

物理学报.2016, 65(1): 016802 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.016802>

高剂量As离子注入对高阻Si电学特性的影响

Influence of high dose As ion implantation on electrical properties of high resistivity silicon

物理学报.2014, 63(13): 136803 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.136803>

掺He钛膜中He泡的演化研究

Study of the evolution of helium bubbles in helium-containing titanium films

物理学报.2012, 61(22): 226802 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.226802>

溅射制备GeNb共掺杂窄光学带隙和低电阻率的TiO<sub>2</sub>薄膜

Ge and Nb co-doped TiO<sub>2</sub> films with narrow band gap and low resistivity prepared by sputtering

物理学报.2012, 61(20): 206803 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.206803>

## 低温退火的X射线W/Si多层膜应力和结构性能\*

张金帅 黄秋实 蒋励 齐润泽 杨洋 王凤丽 张众 王占山†

(同济大学精密光学工程技术研究所, 同济大学物理科学与工程学院, 先进微结构材料教育部重点实验室, 上海 200092)

(2015年9月30日收到; 2016年1月25日收到修改稿)

W/Si多层膜反射镜在硬X射线天文望远镜中有重要应用. 为减小其应力对反射镜面形和望远镜分辨率的影响, 同时保证较高的反射率, 采用150, 175和200 °C的低温退火工艺对采用磁控溅射镀制的W/Si周期多层膜进行后处理. 利用掠入射X射线反射测试和样品表面面形测试对退火前后W/Si多层膜的应力和结构进行表征. 结果表明, 在150 °C退火3 h后, 多层膜1级峰反射率和膜层结构几乎没有发生变化, 应力减少约27%; 在175 °C退火3 h后, 多层膜膜层结构开始发生变化, 应力减少约50%; 在200 °C退火3 h后, 多层膜应力减小超过60%, 但1级布拉格峰反射率相对下降17%, 且膜层结构发生了较大变化. W, Si界面层的增大和相互扩散加剧是应力和反射率下降的主要原因.

关键词: X射线, W/Si多层膜, 退火, 应力

PACS: 61.05.-a, 61.05.cm, 68.55.Ln

DOI: 10.7498/aps.65.086101

## 1 引言

多层膜是极紫外、软X射线和X射线波段关键的反射光学元件, 已在空间天文观测、等离子体诊断和同步辐射等领域发挥着重要的作用<sup>[1-4]</sup>. X射线时变与偏振天文卫星(X-ray timing and polarization, XTP)是我国计划发展的高能硬X射线天文望远镜, 其利用多层膜超反射镜实现1—30 keV硬X射线能段天文观测. W/Si多层膜具有反射率高、界面清晰、粗糙度小、化学性质相对稳定等优点, 是制作在69 keV (W的K壳层吸收边在69 keV)以下能段硬X射线反射镜的理想材料组合之一. 由于硬X射线能量高、穿透能力强, 相应的多层膜饱和膜对数达几百甚至上千. 因此, 膜层生长中不可避免的应力及薄膜应力引起的膜层褶皱、破裂和基底变形等问题是XTP多层膜元件研制过程中必需解决的问题. 为增大集光面积, XTP望远镜采用嵌套式类Wolter-I型结构, 其需

要使用大量厚度为0.3 mm的薄玻璃基板, 其在薄膜应力下易发生弯曲变形, 从而影响望远镜角分辨率. 退火工艺是减小薄膜应力的常规方法<sup>[5-8]</sup>, Windt<sup>[9]</sup>研究了不同周期(2—13.5 nm), 周期数为40的W/Si多层膜在300 °C温度下退火5 min的应力变化, 实验结果表明退火后多层膜应力明显下降, 周期为5.5 nm,  $\gamma$  (W层厚度与周期的比值)约为0.45的多层膜应力从-200 MPa降至接近无应力状态, 同时伴随着W, Si膜层的结晶. Kortright等<sup>[10]</sup>报道了周期为3.9 nm,  $\gamma$ 为0.4, 周期数是100的W/Si多层膜在400 °C温度下退火2 h后的反射率和结构变化: 在8.04 keV光子能量处1级衍射峰的绝对反射率从68%下降到53%, 周期从3.9 nm减小到3.8 nm, 这些变化是W层和Si层界面间扩散引起的. Dupuis等<sup>[11]</sup>在250—1000 °C温度范围内研究了周期为1.44 nm,  $\gamma$ 为0.63, 周期数为61的W/Si多层膜的热稳定性, 从低温到高温退火1 h后, W/Si周期减小量从5%增加到10%. 由于退火温度的增加, 膜层界面粗糙度不断增加, 在

\* 中国科学院战略性先导科技专项(批准号: XDA04060605)和国家重大科学仪器设备开发专项(批准号: 2012YQ24026402)资助的课题.

† 通信作者. E-mail: wangzs@tongji.edu.cn

8.04 keV 光子能量处 1 级衍射峰的反射率下降至接近于零. 上述这些研究都是在较高温度退火下进行的, 高温退火虽然可以显著降低 W/Si 多层膜的应力, 但界面粗糙度和界面扩散增加会引起膜层结构变化和明显的反射率下降, 这些变化在 XTP 应用中是不能接受的. 相对而言, 其他材料的低温退火过程值得借鉴. Claude 等<sup>[12]</sup>研究了 Mo/Si 多层膜在约 275 °C 的温度下退火 6 h 后的应力和反射率变化: Mo/Si 应力从 -410 MPa 的压应力状态减小至近无应力状态, 在 13.2 nm 处反射率降低了 3.5%; 另一个样品在约 220 °C 的温度下退火 6 h 后, 应力从 -407 MPa 减小至 -63 MPa, 反射率仅减小了 1.5%. 文献<sup>[13]</sup>研究了 Mo/B<sub>4</sub>C 的热稳定性, 发现在 < 200 °C 的温度下退火 1 h 足以将应力减小 40% 以上, 周期和在 8.04 keV 光子能量处 1 级衍射峰的反射率分别减小 0.02 nm 和 0.5%. 鉴于上述原因, 本文采用 150, 175 和 200 °C 低温退火条件, 在保证 W/Si 多层膜较高反射率的同时, 探索多层膜应力和膜层结构的变化规律. 测试结果显示, 低温退火能有效降低多层膜的应力, 并实现多层膜反射率相对变化较小的目的.

## 2 实 验

利用直流磁控溅射技术制备了 W/Si 周期多层膜样品, 采用标准商用溅射靶材, W 的纯度为 99.95%, Si 的纯度为 99.999%. 多层膜的周期  $D = 3.8$  nm,  $\gamma$  (W 膜层厚度与周期的比值)  $\approx 0.45$ , 周期数  $N = 120$ . 多层膜同时镀制在石英玻璃基片和超光滑 Si(100) 基片上. 玻璃基片直径为 30 mm, 厚度为 1 mm, 用于应力测试, Si 片样品用于 X 射线掠入射反射测试. 在制备多层膜时磁控溅射镀膜设备的本底真空为  $8.0 \times 10^{-5}$  Pa, 镀膜时的工作气体为高纯度 Ar 气 (99.999%), 工作时气体压强为 0.4 Pa. 采用英国 Bede 公司生产的 D1 高分辨 X 射线衍射仪实现 W/Si 多层膜样品的 X 射线掠入射反射测量, X 射线光源为 Cu-K $\alpha$  线, 波长  $\lambda = 0.154$  nm, 最高角分辨率为 5'' (约 0.001°). 采用 REFS 软件对获得的反射率进行拟合, 以确定多层膜的厚度、密度、界面宽度等结构参数<sup>[14]</sup>. 玻璃基片镀膜前后及退火后的面形是利用 FSV-100v Fizeau 型移相干涉仪 (波长 632.8 nm) 测量的, 基于表面曲率半径变化, 根据 Stoney 公式计算出相

应的应力值.

退火实验是在高真空环境中进行的, 退火前本底真空度为  $2 \times 10^{-4}$  Pa, 保温时的真空度优于  $5 \times 10^{-4}$  Pa. 所有退火工艺均按以下方式进行: 由室温 (约 25 °C) 升至 50 °C, 停留 2 min, 接着每升高 50 °C 保温 5 min, 升温速率为 5 °C /min, 升至所需的三个温度 150, 175 和 200 °C 时, 保温时间均为 3 h; 随后关闭加热程序, 自然冷却至室温.

## 3 实验结果与分析

### 3.1 退火前后 W/Si 多层膜的掠入射 X 射线反射测试

图 1 给出了在不同温度下退火 3 h 前后的 W/Si 多层膜 X 射线峰值反射率变化曲线. 图 1(a) 为 150 °C 退火结果, 退火后和退火前的不同级次布拉格反射峰的峰宽和峰值反射率几乎完全一致. 随着退火温度升高到 175 °C, 如图 1(b) 中所示, 退火后多层膜 1 级峰反射率有轻微下降, 而 2, 3 级峰降低较为明显, W/Si 多层膜的膜层结构开始发生变化. 图 1(c) 是 200 °C 退火前后的反射率曲线, 退火后包括 1 级次在内的各级峰反射率下降明显, 并且峰位向大角偏移, 说明随着退火温度升高, W, Si 膜层界面宽度增大且周期减小, 这里界面宽度是指界面处两种材料的扩散与原子空间堆积不整齐造成的粗糙度的总和<sup>[15]</sup>.

图 2(a) 给出了不同温度退火后 1 级峰值反射率的相对变化量  $((R_{\text{after}} - R_{\text{before}})/R_{\text{before}})$ . 150 °C 退火前后的样品 1 级峰值反射率没有发生变化, 8.04 keV 处的反射率为 67%; 在 175 °C 退火后, 样品 1 级峰反射率略有下降; 200 °C 退火样品 1 级峰反射率相对减小了 17%. 这说明, 尽管在低温退火的过程中, W, Si 膜层结构尤其是界面层 (扩散与粗糙度总和) 已经在逐渐增大, 界面间的扩散可以导致反射率的下降<sup>[16]</sup>, 通过 X 射线散射实验, 样品退火前后并没有明显的散射信号的差异, 这说明 W/Si 界面层的增大主要来源于原子的扩散而非原子空间堆积不整齐程度的增加. 图 2(b) 显示了相应条件下退火后 W/Si 周期厚度  $D$  的变化, 多层膜的周期是根据反射曲线的布拉格反射峰的位置, 用修正的布拉格公式获得, 测量时衍射仪所用角度步长是 0.005°, 可分辨出退火前后样品布拉格峰位细

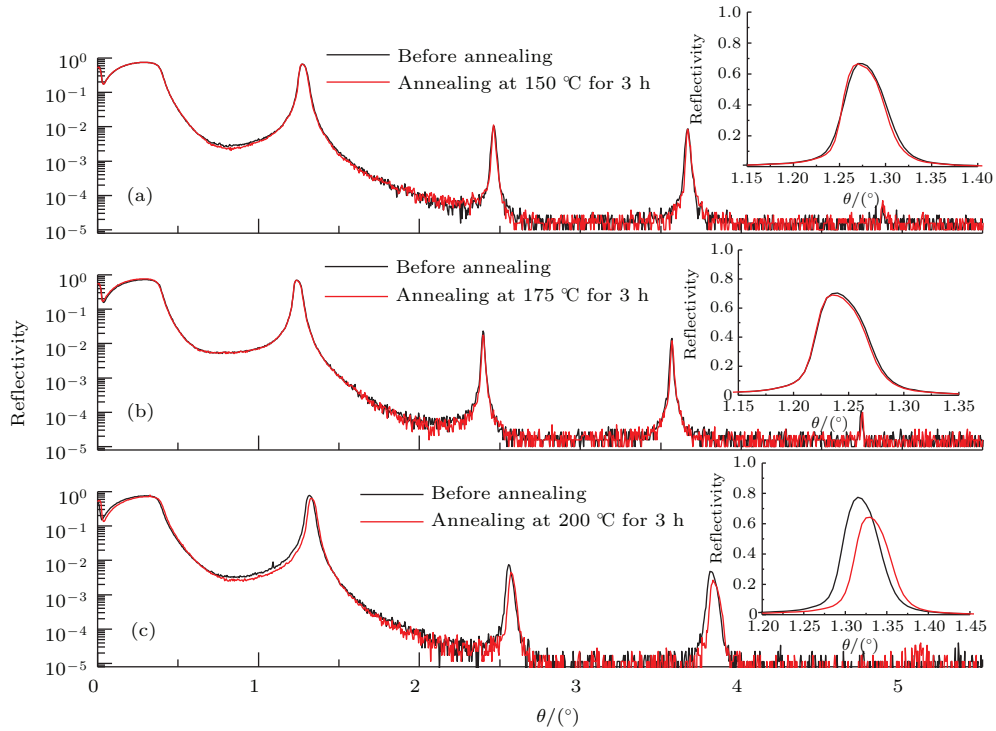


图1 (网刊彩色) 退火前后 GIXR 反射率曲线

Fig. 1. (color online) Grazing incidence X-ray reflectivity curves before and after annealing.

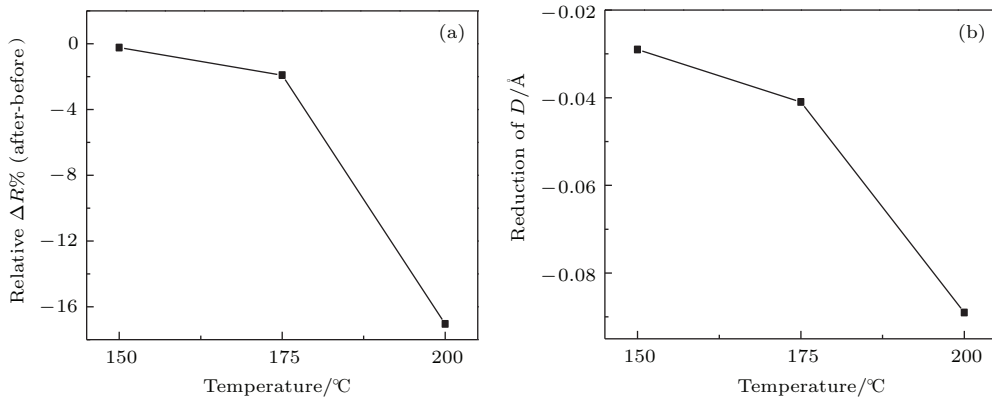


图2 (a) 不同温度退火后 1 级布拉格峰的减小量; (b) 不同温度退火后周期厚度的减小量

Fig. 2. (a) Reduction of reflectivity of the first Bragg order after annealing at different temperatures; (b) reduction of period after annealing at different temperatures.

微偏移. 结果显示, 在不同温度下进行相同时间退火时, 随退火温度的增加,  $D$  减小量从 0.003 nm 增加到 0.009 nm. 周期厚度减小的原因可能是界面层因生成密度相对较大的化合物而变得更加致密, 使得每个周期内膜层结构略微收缩. 文献 [17] 研究了 Sc/W/Si/W 在 210—250 °C 退火后的结构变化, 在 W, Si 界面处观察到了  $WSi_2$  的生成. Kurmae 等 [18] 在大于等于 250 °C 的条件下对 W/Si 多层膜退火, 温度为 250 °C 时也探测到了  $WSi_2$  的存在. 另外, 通过 W-Si 相图 [19] 可知, W, Si 原子可在略高于 300 K 的温度下可形成  $WSi_2$ . 根据  $WSi_2$

和 W, Si 单质的密度 [20]、摩尔质量等物理量可推算出  $WSi_2$  的生成可以导致 W/Si 膜层厚度略微减小 [21,22].

### 3.2 掠入射 X 射线反射测试拟合结果

利用 REFS 软件, 采用两层膜模型对 GIXR 曲线进行拟合. 模型中只包含 W 和 Si 膜层, 没有考虑界面可能生成的新化合物, 但界面宽度参数同样代表膜层界面处的扩散层和粗糙度对光学衬度以及反射率造成的影响. 拟合结果如图 3 所示, 得到的多层膜结构参数列于表 1. 从拟合得到的参数可以

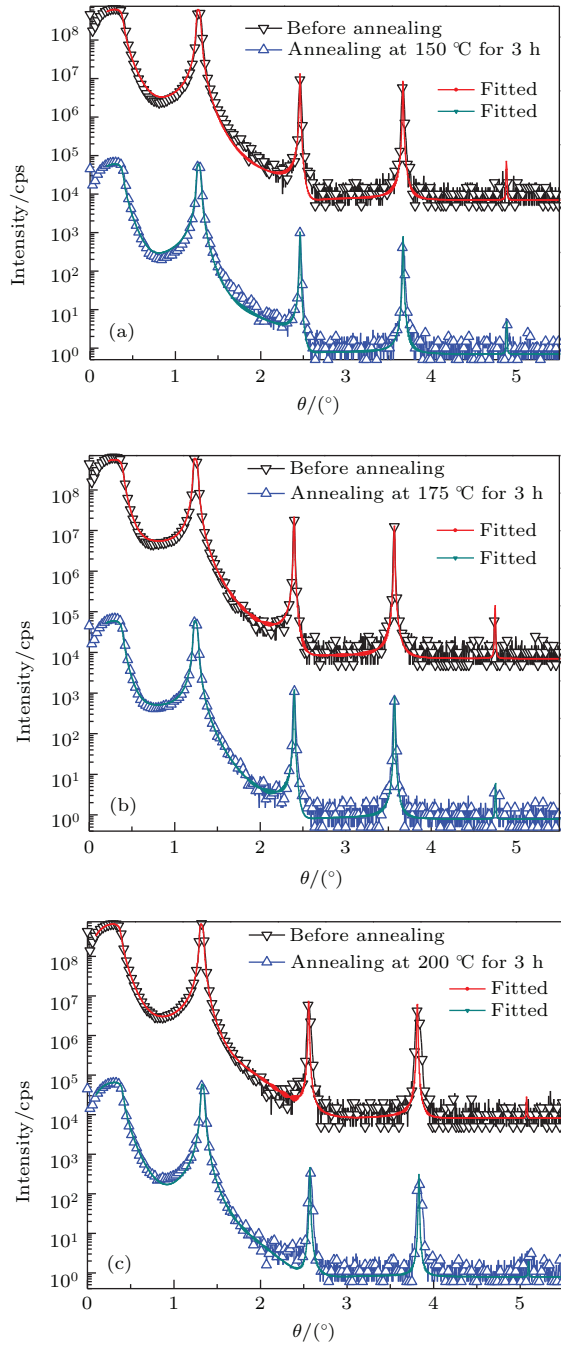


图3 (网刊彩色) 不同温度退火前后 GIXR 及拟合曲线 (a) 150 °C; (b) 175 °C; (c) 200 °C

Fig. 3. (color online) Grazing incidence X-ray reflectivity curves and their fitted curves before and after annealing at different temperatures for 3 h: (a) 150 °C; (b) 175 °C; (c) 200 °C.

看出, 退火后的周期厚度都在减小, 并且减小量随着退火温度的增加逐渐增大, 周期变化量和由布拉格修正公式获得的测量值基本符合. 拟合得出的W和Si的界面宽度相对大小与文献 [23] 一致, 且随退火温度的升高不断变大, 例如, W, Si界面由 150 °C 退火前的 0.342 nm/0.372 nm 增加到退火后的 0.348 nm/0.376 nm, 由 200 °C

退火前的 0.352 nm/0.364 nm 增加到退火后的 0.364 nm/0.405 nm. 界面宽度的增大导致了 1 级峰反射率的降低. GIXR 的测试和拟合结果说明, 退火温度是影响膜层结构和界面层的重要因素, 温度的升高会加剧界面层间的扩散和可能的化合物生成, 进而破坏膜层界面的光学衬度, 降低多层膜反射率.

表 1 退火前后拟合得到的结构参数

Table 1. The fitted parameters before and after annealing.

	150 °C for 3 h		175 °C for 3 h		200 °C for 3 h	
	before	after	before	after	before	after
$d_W/\text{nm}$	1.700	1.705	1.716	1.751	1.654	1.848
$d_{Si}/\text{nm}$	1.933	1.926	2.019	1.980	1.839	1.631
$D/\text{nm}$	3.633	3.631	3.735	3.731	3.493	3.479
$r_W/\text{nm}$	0.342	0.348	0.346	0.356	0.352	0.364
$r_{Si}/\text{nm}$	0.372	0.376	0.351	0.389	0.364	0.405

注:  $d_W$  为 W 层厚度,  $d_{Si}$  为硅层厚度,  $D$  为周期,  $r_W$  为 Si-on-W 的界面宽度,  $r_{Si}$  为 W-on-Si 的界面宽度.

### 3.3 应力分析

用干涉仪对镀膜前后及退火后基片面形进行测量, 干涉仪测得的是近似球状形变的基片面形, 根据球冠矢高获得曲率半径. 认为基片是具有弹性模量  $E_s$  和泊松比  $V_s$  的各向同性的弹性固体, 利用 Stoney 公式可计算出薄膜整体的应力 [24].

$$\sigma_f = \frac{1}{6} \left( \frac{1}{R_{\text{post}}} - \frac{1}{R_{\text{pre}}} \right) \left( \frac{E_s}{1 - V_s} \right) \frac{t_s^2}{t_f}, \quad (1)$$

式中:  $t_s$  是基片厚度;  $t_f$  是薄膜厚度;  $R_{\text{pre}}$  和  $R_{\text{post}}$  分别表示镀膜前后或者退火前后样品的曲率半径. 取玻璃基片的弹性模量  $E_s = 72 \text{ GPa}$ , 泊松比  $V_s = 0.2$  [25], 计算得出样品退火前的应力值, 退火前样品表现为压应力状态, 大小约为  $-260 \text{ MPa}$ . 图 4 显示了退火后样品应力的减小量, 误差棒表示因面型测试精度、样品基板厚度等因素不同造成的综合误差. 退火后, 样品应力都有所减小, 在 150 °C 退火的样品, 多层膜应力减小约 27%; 在 175 °C 退火后, 应力减小约 50%, 变为  $-134 \text{ MPa}$ ; 随着温度增加到 200 °C, 应力继续减小约 67%, 变为  $-86 \text{ MPa}$ .

本实验中相关的X射线衍射测试显示W, Si多层膜周期在4 nm左右时,膜层基本处于无定形态.对于无定形态薄膜,相邻原子的排列和周围环境对应力有重要影响<sup>[26]</sup>.溅射工艺镀制的薄膜通常表现为压应力.高质量的W原子以较大的动能沉积在基板或Si膜层表面时,形成致密的薄膜,并在薄膜表界面引入一系列结构错位和失配;当镀制下一层Si膜层时,质量和原子半径较小的Si原子部分占据W膜层表面的空位而使膜层进一步密实,致密的膜层和W, Si膜层界面的原子排列错位可能导致多层膜表现为压应力,这一结果与文献<sup>[9]</sup>一致.

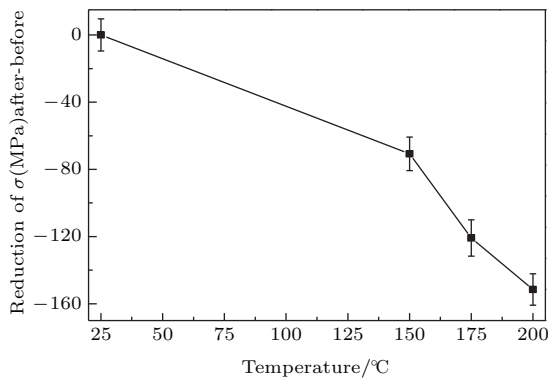


图4 退火后样品应力减小量

Fig. 4. Reduction of stress after annealing at different temperatures for 3 h.

退火过程中应力的变化可以进行如下解释:一方面是W, Si原子在受热条件下获得能量在原位置产生振动或扩散至间隙和空位,减小了薄膜内部或界面处的结构失配,导致应力释放和周期厚度的减小,拟合出的界面层宽度随退火温度的增加而增大也说明了扩散的加剧.另一方面,界面层处生成的W, Si化合物也会导致界面层增加,对薄膜整体的应力也会有影响.在退火条件下,W, Si原子之间的扩散主要以Si原子向W层扩散为主<sup>[27]</sup>,并且随着退火温度的增加Si原子扩散变得剧烈,扩散系数增大<sup>[28,29]</sup>.当Si原子扩散到W层时,部分Si原子占据W原子间隙或空位,理论计算结果表明<sup>[30]</sup>,填隙原子引起的体膨胀约在1—2倍原子体积,另外,因在拟合模型中没有考虑中间层,实际结构在退火后形成的中间层可能与W的光学常数接近,所以在拟合中被认为是W层,这些导致W层厚度在退火后略微增加.对于Si层,因大量Si原子扩散至界面处且部分参与 $WSi_2$ 的形成及进入W层空

隙,所以退火后Si层厚度有所减小,周期厚度的减小是界面层、W层和Si层厚度综合变化的结果.

## 4 结 论

针对W/Si多层膜在硬X射线天文望远镜中的应用,研究了低温退火条件下,W/Si周期多层膜应力和结构性能随退火温度的变化.掠入射反射和应力测试结果表明,150 °C的3 h低温热处理对W/Si多层膜性能影响很小,但应力减小不够明显(约27%);在175 °C退火3 h后,多层膜应力下降约50%,同时各级次布拉格峰反射率变化较小,保证了多层膜的质量;200 °C热处理过程中,应力减小最大,但对膜层结构的破坏也较大.退火温度的升高为原子提供了能量,促进了膜层内部,尤其是界面处原子的扩散,导致了W, Si界面层的增加以及应力的下降,这些结果为研制低应力X射线多层膜反射镜提供了重要指导.

## 参考文献

- [1] Kang H C, Maser J, Stephenson G B, Liu C, Conley R, Macrander A T, Vogt S 2006 *Phys. Rev. Lett.* **96** 127401
- [2] Hu X, Zhang J Y, Yang G H, Liu S Y, Ding Y K 2009 *Acta Phys. Sin.* **58** 6397 (in Chinese) [胡昕, 张继彦, 杨国洪, 刘慎业, 丁永坤 2009 物理学报 **58** 6397]
- [3] Kondo Y, Ejima T 2002 *Surf. Rev. Lett.* **9** 521
- [4] Slemzin V A, Kuzin S V, Zhitnik I A, Delaboudiniere J P, Auchere F, Zhukov A N, Linden R V, Bugaenko O I, Lgnat'ev A N, Mitrofanov A V, Pertsov A A, Oparin S N, Stepanov A I, Afanas'ev A N 2005 *Sol. Syst. Res.* **39** 489
- [5] Liu Z, Cheng B W, Li Y M, Li C B, Xue C L, Wang Q M 2013 *Chin. Phys. B* **22** 116804
- [6] Gupta R, Gupta A, Leitenberger W, Ruffer R 2012 *Phys. Rev. B* **85** 075401
- [7] Najjar A, Omi H, Tawara T 2015 *Opt. Express* **23** 7021
- [8] Jiang Z, Chen X K 2015 *Acta Phys. Sin.* **64** 216802 (in Chinese) [蒋钊, 陈学康 2015 物理学报 **64** 216802]
- [9] Windt D L 2000 *J. Vac. Sci. Technol. A* **18** 980
- [10] Kortright J B, Jokscht, Ziegler E 1991 *J. Appl. Phys.* **69** 168
- [11] Dupuis V, Ravet M F, Tête C, Piecuch M, Vidal B 1990 *J. Appl. Phys.* **68** 3348
- [12] Montcalm C 2001 *Opt. Eng.* **40** 469
- [13] Barthelmess M, Bajt S 2011 *Appl. Opt.* **50** 1610
- [14] Wang Z S, Wang F L, Zhang Z, Cheng X B, Qin S J, Chen L Y 2005 *Sci. China: Ser. G* **48** 559
- [15] Windt D L 1998 *Comput. Phys.* **12** 360
- [16] He X C, Shen H S, Wu Z Q 1990 *J. Appl. Phys.* **67** 3481

- [17] Voronov D L, Zubarev E N, Kondratenko V V, Pershin Y P, Sevryukova V A, Bugayev Y A 2006 *Thin Solid Films* **513** 152
- [18] Kurmaev E Z, Shamin S N, Galakhov V R, Wiech G, Majkova E, Luby S 1995 *J. Mater. Res.* **10** 907
- [19] Center for Reseach in Computational Thermochemistry, [http://www.crct.polymtl.ca/FACT/documentation/\[2015-12-08\]](http://www.crct.polymtl.ca/FACT/documentation/[2015-12-08])
- [20] Cecil T, Miceli A, Quaranta O, Liu C, Rosenmann D, McHugh S, Mazin B 2012 *Appl. Phys. Lett.* **101** 032601
- [21] Nyabero S L, van de Kruijs R W E, Yakshin A E, Zoethout E, von Blanckenhagen G, Bosgra J, Loch R A, Bijkerk F 2013 *J. Appl. Phys.* **113** 144310
- [22] Jergel M, Bochníček Z, Majková E, Senderák R, Luby Š 1996 *Appl. Phys. Lett.* **69** 919
- [23] Windt D L, Christensen F E, Craig W W, Hailey C, Harrison F A, Jimenez-Garate M, Kalyanaraman R, Mao P H 2000 *J. Appl. Phys.* **88** 460
- [24] Freund L B, Suresh S 2003 *Thin Film Materials-Stress, Defect Formation and Surface Evolution* (London: Cambridge University Press) pp66–90
- [25] MEMSnet[DB/OL].MNX, [http://www.Memsnet.org/material/\[2015-09-22\]](http://www.Memsnet.org/material/[2015-09-22])
- [26] Liu C, Conley R, Macrander A T 2006 *Proc. SPIE* San Diego, August 13, 2006 p63170J
- [27] Baglin J, Dempsey J, Hammer W, d'Heurle F, Petersson S, Serrano C 1979 *J. Electron. Mater.* **8** 641
- [28] Cao B, Bao L M, Li G P, He S H 2006 *Acta Phys. Sin.* **55** 6550 (in Chinese) [曹博, 包良满, 李公平, 何山虎 2006 物理学报 **55** 6550]
- [29] Li Y S, Wu X C, Liu W, Hou Z Y, Mei H J 2015 *Chin. Phys. B* **24** 126401
- [30] Feng D 2000 *Metallography Physics* (Vol. 1) (Beijing: Science Press) p223 (in Chinese) [冯端 2000 金属物理学 (第一卷)(北京: 科学出版社) 第223页]

# Stress and structure properties of X-ray W/Si multilayer under low temperature annealing\*

Zhang Jin-Shuai Huang Qiu-Shi Jiang Li Qi Run-Ze Yang Yang Wang Feng-Li  
Zhang Zhong Wang Zhan-Shan<sup>†</sup>

(Key Laboratory of Advanced-Structured Micro-Materials, Ministry of Education, Institute of Precision Optical Engineering,  
School of Physics Science and Engineering, Tongji University, Shanghai 200092, China)

( Received 30 September 2015; revised manuscript received 25 January 2016 )

## Abstract

The X-ray timing and polarization telescope proposed in China is for imaging spectroscopy in an energy range of 1–30 keV. To obtain the high energy spectrum response with a large effective area, W/Si multilayer mirrors each with a mirror thickness of only 0.3 mm are used. This makes the figure accuracy of the mirror and the distortion caused by the multilayer stress an important issue during the telescope development. W/Si multilayer mirror is an important component of X-ray telescope for astronomical observation. To reduce the effect of the multilayer stress and maintain a high reflectivity at the same time, the W/Si multilayers prepared by magnetron sputtering deposition are annealed at low temperatures of 150 °C, 175 °C and 200 °C, respectively, for 3 h. The stress of the multilayer is determined based on the surface figure measurements of each sample before and after annealing. The X-ray reflectance and layer structure of the multilayer are characterized by the grazing incidence X-ray reflectometry (GIXR) and the reflectance fitting curves. The first Bragg peak reflectivity of the as-deposited sample is 67% at 8.04 keV and the multilayer stress is around –260 MPa. After annealing at 150 °C for 3 h, the first Bragg peak reflectivity and the layer structure are almost the same as before annealing, while the stress reduces 27%. The fitting results display almost the same interface widths of the multilayer before and after annealing. As the temperature increases to 175 °C, the first Bragg peak reflectivity drops by about 2%. The multilayer structure begins to deteriorate and the W/Si interface widths increase from 0.346 nm/0.351 nm to 0.356 nm/0.389 nm, according to the fitting results, while the stress reduces about 50%. After annealing at 200 °C for 3 h, the stress reduces 60% and the stress decreases down to about –86 MPa. However, the first Bragg peak reflectivity drops by 17%, and the layer structure undergoes significant change after annealing. The W/Si interface widths increase from 0.352 nm/0.364 nm to 0.364 nm/0.405 nm. The GIXR results also show that the d-spacing between the multilayers decreases after annealing, and a higher annealing temperature causes a larger decrease. The stress reduction should be mainly caused by the enhanced atomic diffusions at the interface and inside the layer structure during the annealing. The enlarged interface and the possible compound formation contribute to the decrease of X-ray reflectance and the layer compactness. These results provide important guidance for developing low-stress X-ray multilayer mirrors.

**Keywords:** X-ray, W/Si multilayers, annealing, stress

**PACS:** 61.05.–a, 61.05.cm, 68.55.Ln

**DOI:** 10.7498/aps.65.086101

\* Project supported by the Strategic Priority Research Program of the Chinese Academy of Sciences (Grant No. XDA04060605) and the National Key Scientific Instrument and Equipment Development Projects, China (Grant No. 2012YQ24026402).

<sup>†</sup> Corresponding author. E-mail: wangzs@tongji.edu.cn