

文章编号 1004-924X(2016)07-1550-07

计量线 5~140 nm 波段高次谐波分布及其抑制

周洪军^{1*}, 夏玄志², 霍同林¹, 郑津津²

(1. 中国科学技术大学 国家同步辐射实验室, 安徽 合肥 230029;

2. 中国科学技术大学 精密机械与精密仪器系, 安徽 合肥 230027)

摘要:为了修正和提高计量线覆盖的 5~140 nm 波段光学元件性能的定标和测量精度, 根据国家同步辐射实验室光谱辐射标准和计量光束线的高次谐波分布设计了高次谐波的抑制方案。利用 3 500, 840 1/mm 金膜自支撑透射光栅和光电二极管探测器研究了计量线在 5~140 nm 波段高次谐波的分布情况, 并据此提出了利用 Si、Al、Al/Mg/Al 滤片以及 LiF 窗、MgF₂ 窗在不同波段对高次谐波进行抑制的方法。实验结果显示: 在 5~15 nm 波段, 无滤片情况下高次谐波含量极低; 在 15~40 nm 波段, 通过在相应波段添加适当滤片的方式, 经探测器量子效率修正后的高次谐波比例可抑制在 1.8% 以下; 在 105~140 nm、115~140 nm 波段, 运用 LiF 窗、MgF₂ 窗滤波可使高次谐波比例基本为零。由此表明, 使用滤波片对全波段抑制谐波的方案是有效的。

关键词:同步辐射; 光谱计量; 高次谐波; 抑制

中图分类号: O434.12; O433.1 **文献标识码:** A **doi:** 10.3788/OPE.20162407.1550

Distribution and suppression of higher-order harmonics of metrology beamline in 5~140 nm

ZHOU Hong-jun^{1*}, XIA Xuan-zhi², HUO Tong-lin¹, ZHENG Jin-jin²

(1. National Synchrotron Radiation Laboratory,

University of Science and Technology of China, Hefei 230029, China;

2. Department of Precision Machinery and Precision Instrumentation,

University of Science and Technology of China, Hefei 230027, China)

* Corresponding author, E-mail: hjzhou@ustc.edu.cn

Abstract: To correct and improve calibration and measurement precision of optical element performance at 5—140 nm waveband covered by metrology beamline, a scheme for higher-order harmonic suppression was designed based on spectral radiation standard of State Synchrotron Radiation Laboratory and distribution of higher-order harmonic of the metrology beamline. The distribution of the higher-order harmonic of metrology beamline at 5—140 waveband was studied by use of 3 500, 840 1/mm gold-film self-support transmission gratings and a photodiode detector. Thus a method to suppress higher-order harmonics at different wavebands with Si, Al, Al/Mg/Al filter and LiF window and MgF₂ window was put forward. Experimental result shows that the content of higher

收稿日期: 2016-02-26; 修订日期: 2016-04-29.

基金项目: 国家自然科学基金面上项目大科学装置联合基金资助项目(No. U1332130); 国家 973 重点基础研究发展计划资助项目(No. 2014CB931804); 111 引智工程资助项目(No. B07033)

harmonic without filter is extremely low in 5—15 nm waveband, the proportion of higher-order harmonic with quantum efficiency corrected by detector can be suppressed below 1.8% in 5—40 nm waveband when proper filter is added at the corresponding waveband; LiF window and MgF₂ window can basically make higher-order harmonic proportion zero in 105—140 nm and 115—140 nm wavebands. The scheme for suppression of harmonic waves with filters at whole waveband is effective.

Key words: synchrotron radiation; spectral metrology; higher-order harmonics; suppression

1 引言

同步辐射光是一种连续光谱,光谱辐射标准和计量光束线(简称计量线)采用球面光栅单色器分光,由光栅方程可知,连续的同步辐射光经球面光栅单色器分光后必定含有基波 λ 的高次谐波 λ_n ,高次谐波与基波在同一方向上发生衍射。高次谐波对计量实验结果的影响很大,如对探测器、光源的定标,多层膜型光学元件的性能测量等也会受高次谐波的影响而产生误差,因此高次谐波的定量分析和抑制就显得尤为重要。

为提高光源的光谱纯度,国内外同步辐射实验室对高次谐波及其抑制开展了大量研究,根据各光束线的能量范围和工作波段采用了不同的研究和抑制方法^[1-4]。本文使用了 840 l/mm 和 3 500 l/mm 透射光栅(TG)和美国 IRD 公司生产的 AXUV100G 光电二极管探测器^[5-8]对计量线覆盖的 5~140 nm 波段的高次谐波进行了定量研究和分析,据此探讨了根据不同材料滤片的吸收边的特性,利用 Si、Al、Al/Mg/Al、LiF、MgF₂ 等滤片在相应波段内对高次谐波进行抑制的可行性和具体方案,并通过实验予以验证。

2 研究原理

2.1 计量线结构

光谱辐射标准和计量线站是国家同步辐射实验室光源升级改造后现有的十条实验线站之一,主要承担 5~140 nm 波段光学元件及材料的绝对反射率、透射率及衍射效率测试及该波段探测器的定标研究^[9-11]。计量线光路如图 1 所示,同步辐射光源(SR)经过前端的超环面前置镜(TM1)聚焦,再经入射狭缝 S1 到达球面光栅单色器(SG),经过球面光栅单色器后的衍射光通过出射狭缝 S2 到达超环面后置镜(TM2),最后进入反射率计^[12-13]。

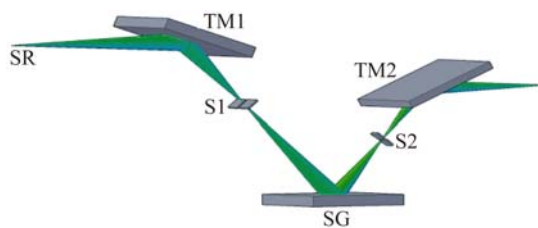


图 1 计量线光路示意图

Fig. 1 Sketch of optical path of metrology beamline

球面光栅单色器主要由 3 块不同线密度的 Laminar 球面光栅组成,线密度分别为 1 800, 600, 200 l/mm, 对应覆盖 5~12 nm, 12~34 nm, 34~140 nm 波段。反射率计为腔体,工作在真空条件下,内部装有可沿与光路垂直水平方向平动与转动的样品台,用于实验样品的安装与测试。样品台后装有探测器可在铅垂面内绕样品台轴向旋转 180°,用以探测空间内的光电流信号。反射率计前方管道装有可馈入光路的一组滤片,可通过调节馈入机构来切换不同滤片或将滤片移入或移出光路。

2.2 高次谐波分析

实验过程中采用透射光栅分光。对于 5~12 nm 波段,由于波长较短,经低线密度透射光栅后一级衍射角度较小,一级峰与零级峰之间有重合部分,无法观察高次谐波的分布情况,故选用更高线密度的 3 500 l/mm 透射光栅分光;而对 12~140 nm 波段,选用 840 l/mm 透射光栅分光。透射光栅均为本实验室自制的占空比为 1:1 的金膜自支撑光栅,厚度约为 400 nm,有效面积分别为 10 mm×15 mm 和 1 mm×6 mm。单色后的同步辐射光同时含有基波与高次谐波成分,由于基波与高次谐波的波长不同,它们经过固定于样品台的透射光栅后得到的衍射峰的空间角度也不同,通过探测器的角度扫描可测得各波长衍射峰的信号强度和空间角度,并以此来确定高次谐波的成分。为了提高探测器角度扫描的分辨率,在

探测器前粘贴宽度为 1 mm 的狭缝,透射光栅与探测器的空间结构如图 2 所示。

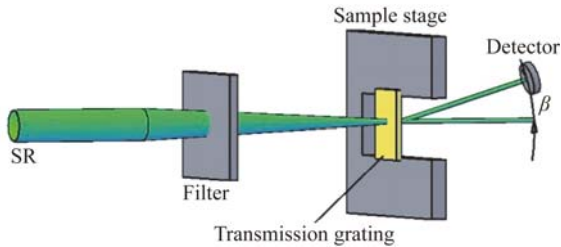


图 2 透射光栅与探测器的空间结构

Fig. 2 Space arrangement of transmission grating and detector

因实验过程中同步辐射光正入射到透射光栅,故入射角 $\alpha = 0^\circ$ 。根据光栅方程 $d\sin\beta_T = m\lambda/n$ (d 为光栅常数, β_T 为衍射角, m 为衍射级次, λ 为波长, n 为基波的高级次) 可以计算出入射波长为 λ 和不同 m, n 值时,各级次的理论衍射角 $\beta_T = \arcsin(m\lambda/nd)$ 。 $n=1$ 代表波长为 λ 的基波,不同的 m 值即为基波的不同衍射级次; $n \geq 2$ 代表波长为 λ/n 的高次谐波。高次谐波的高级次衍射峰与基波的相应衍射峰峰位是重合的,如 $m=2, n=2$ 等与 $m=1, n=1$ 的峰位重合。因此,要对探测器测得的信号曲线进行分析,以确定衍射峰的衍射级次和谐波级次。若探测器实际测得的衍射角为 β ,则通过比较 β_T 与 β 即可得知基波的衍射级次和谐波级次。

确定基波和高次谐波的衍射峰后,对实验测得的探测器信号强度曲线进行面积积分,用以计算高次谐波与基波一级衍射的信号强度比,从而确定高次谐波占基波信号强度的比例。该比例经探测器量子效率修正后,即可得到高次谐波光子通量占基波光子通量的比例。

2.3 高次谐波的抑制原理

随着波长的增加,高次谐波含量会越来越高,成分也愈加复杂,如不抑制高次谐波则会严重影响光学元件的性能测试结果和探测器的定标精度。因为不同材料的滤片具有吸收边不同的特性,故而本文运用一系列具备不同吸收边的滤片来抑制不同波段范围的高次谐波,例如 Si 的吸收边约为 12.5 nm,可用于 13~24 nm 波段;Al 的吸收边约为 17 nm,可用于 17~33 nm 波段;Mg 滤

片的吸收边约为 25 nm,可用于 25~40 nm 波段。由于 Mg 较活泼故采用 Al/Mg/Al 双面镀膜形式,厚度为 15.1 nm/251 nm/15.1 nm,其吸收边仍为 25 nm;LiF 窗的吸收边约为 105 nm,可用于 105~140 nm 波段;MgF₂ 窗的吸收边约为 115 nm,可用于 115~140 nm 波段。由此可见,计量线覆盖的 5~140 nm 波段的高次谐波可得到分波段抑制。

3 实验结果

3.1 5~140 nm 高次谐波测试结果(无滤片)

在 5~11 nm 波段,由于波长较短,故选取 3 500 l/mm 透射光栅测试,单色器光栅线密度为 1 800 l/mm,探测器角度扫描得到的信号强度曲线如图 3 所示。由图可知随着波长的递增,一级衍射峰位的角度也随之增加,且在零级衍射峰与一级衍射峰之间并未出现衍射峰,故可以认为在 5~11 nm 波段高次谐波的含量近乎为零。波长为 9 nm 时一级衍射峰较低,这是因为透射光栅在该波长处的效率较低造成的。

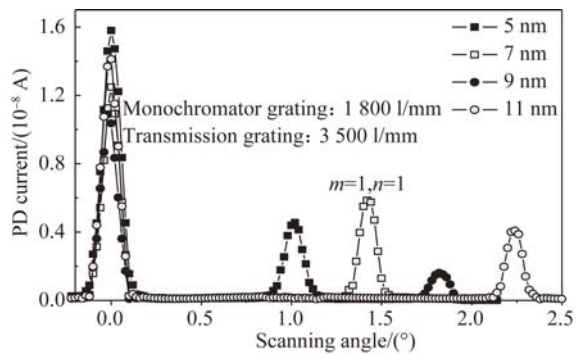


图 3 波长为 5~11 nm 时探测器的角度扫描谱图

Fig. 3 Intensity curves of angle scanning with wavelengths in 5~11 nm

将单色器光栅切换为 600 l/mm,透射光栅仍选用 3 500 l/mm,重复上述实验过程测试 12~34 nm 波段高次谐波的分布情况。图 4 是 12~18 nm 探测器角度的扫描曲线,由图可知当波长大于 15 nm 时,零级与一级衍射峰之间出现新的衍射峰,当波长为 18 nm 时,基波的一级衍射峰出现在 $3.6^\circ, 1.8^\circ$ 的小峰即为基波二级次谐波的衍射峰。

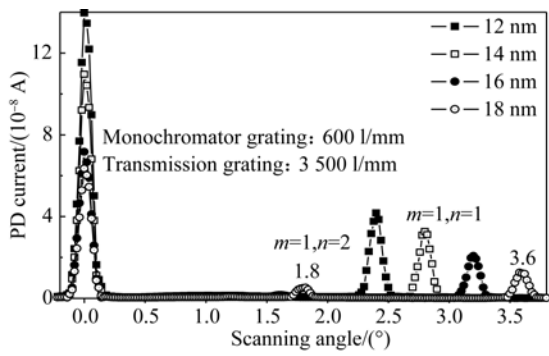


图 4 波长为 2~18 nm 时探测器的角度扫描谱图
Fig. 4 Intensity curves of angle scanning with wavelengths in 12~18 nm

当波长大于 20 nm 时实验选用 840 l/mm 的透射光栅。同理可得 600 l/mm 单色器光栅对应 20~34 nm 波段、200 l/mm 单色器光栅对应 35~140 nm 波段高次谐波的分布情况及比例。图 5 是单色器光栅为 200 l/mm、输出波长为 80, 100 nm 时探测器角度扫描得到的信号强度曲线。由图可以看出,长波段时高次谐波要比短波段复杂得多,基波的 1/2, 1/3, 1/4 的衍射峰都可看到。波长越长,高次谐波的衍射情况就越复杂,高次谐波占基波的比例也越大。需要说明的是,受限于分辨率,更高级次的衍射峰已无法识别。

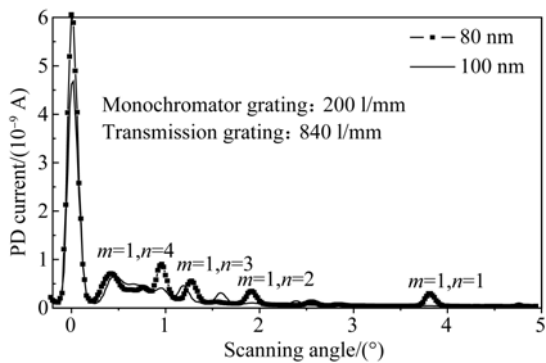


图 5 波长为 80, 100 nm 时探测器的角度扫描谱图
Fig. 5 Intensity curves of angle scanning with wavelength of 80 and 100 nm respectively

对高次谐波的衍射峰和基波一级衍射峰的信号强度进行面积积分,其比值即为高级次谐波占基波的信号强度比。本文对 5~140 nm 波段无滤片的测试结果进行积分运算,得到高次谐波占基波的信号强度比,再经量子效率修正后得到其光子数比值,结果如图 6 所示。从图中可以看出,当波长大于 100 nm 时,高次谐波的含量显著提高。

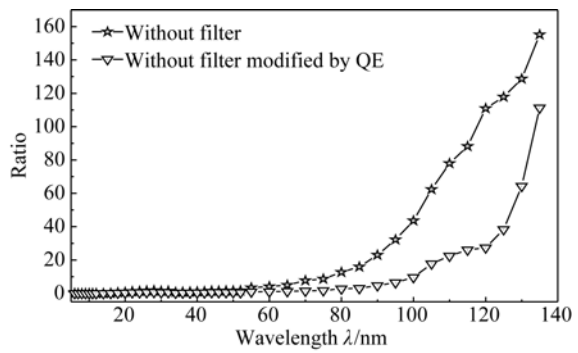


图 6 5~140 nm 高次谐波占基波比例(无滤片)
Fig. 6 Ratio of higher order to first order with wavelengths between 5~140 nm (without filter)

3.2 添加滤片后高次谐波的测试结果

3.1 节的测试结果显示,当波长短于 15 nm 时高次谐波含量很低,光谱纯度较高,无需添加滤片抑制即可满足使用要求。而对于 15 nm 以上的波长,本文选用不同材料的滤片来进行高次谐波的抑制实验。

实验中分别将 Si、Al、Al/Mg/Al 滤片以及 LiF 窗、MgF₂ 窗通过滤片馈入机构旋进光路后,利用 840 l/mm 透射光栅分光,探测器进行角度扫描,以观察相应波段高次谐波的抑制情况。图 7 给出的是当波长为 20 nm 时,无滤片和分别添加 Si 滤片、Al 滤片 3 种情况下探测器角度扫描得到的强度曲线。从图中可以看到,波长为 20 nm 无滤片时,高次谐波峰值强度几乎与基波峰值强度持平,而分别添加 Si、Al 滤片后高次谐波能得到有效地抑制。

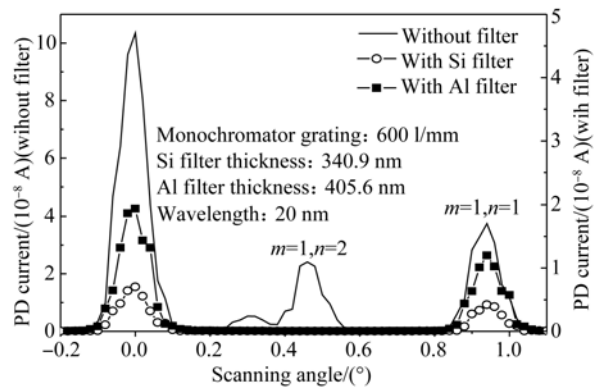


图 7 波长为 20 nm 时有无滤片探测器的角度扫描谱图
Fig. 7 Intensity curves of angle scanning at wavelength of 20 nm with and without filters

比较 Al 滤片和 Al/Mg/Al 滤片在 25 ~ 34 nm 波段对高次谐波的抑制情况,可以得到与上述类似的结果。如图 8 所示,当波长为 30 nm 时,无滤片情况下可以看到零级与基波的一级衍射峰之间存在高级次衍射峰,而分别添加 Al 滤片和 Al/Mg/Al 滤片后高次谐波均被抑制。

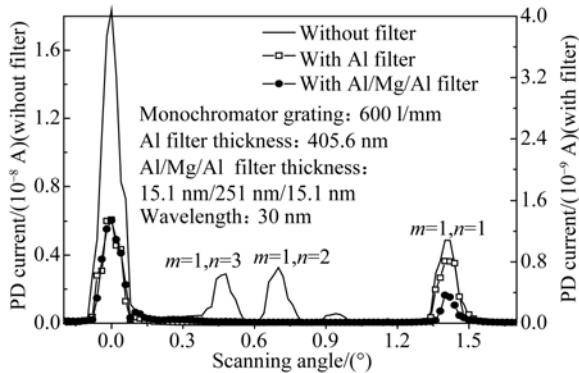


图 8 波长为 30 nm,有无滤片时探测器的角度扫描谱图
Fig. 8 Intensity curves of angle scanning at wavelength of 30 nm with and without filters

在 40~105 nm 波段尚未发现可以有效抑制高次谐波的材料作为滤片,因此该波段的高次谐波抑制仍有待研究。

LiF 窗覆盖的波段为 105~140 nm, MgF₂ 窗覆盖的波段为 115~140 nm,二者均覆盖的 115~140 nm 波段,高次谐波的分布情况尤为复杂。图 9 是单色器输出波长为 130 nm 时,无滤片、添加 LiF 窗和 MgF₂ 窗 3 种情况下探测器角度扫描得到的信号强度曲线。从图中可以看出,无滤片时基波信号极其微弱而高次谐波的信号强度占主导地位。添加 LiF 窗和 MgF₂ 窗后从曲线上可以看出高级次的衍射峰被完全抑制,虽然基波一级衍射峰的信号强度较低但已经完全凸显,且通过 LiF 窗的峰值强度略高。综上可知,105~140 nm 波段的光经 LiF 窗滤波后高次谐波已基本滤除,光谱纯度较高。

对于 5~40 nm 波段的高次谐波抑制,本文计算了有滤片时高次谐波占基波的比例及其经 QE 修正后的比例,并与图 6 中无滤片情况下的高次谐波占比进行比较,结果如图 10 所示。从图中可以看出,无滤片情况下当波长大于 15 nm 时

高次谐波含量超过 10%,此时光谱纯度很难达到使用要求(在 25~35 nm 波段高次谐波含量有一定降低,原因是在 30 nm 附近需切换单色器光栅,光栅效率存在差异)。而在添加 Si、Al、Al/Mg/Al 滤片后高次谐波得到了有效抑制,高次谐波占比低于 1.8%,光谱纯度可以满足使用要求,且高次谐波抑制效果要优于本室的同步辐射光源升级改造前^[14-15]。

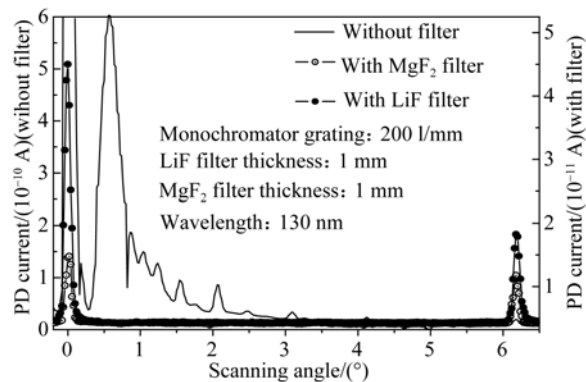


图 9 波长为 130 nm,有无滤片时探测器的角度扫描谱图
Fig. 9 Intensity curves of angle scanning at wavelength of 130 nm with and without filter

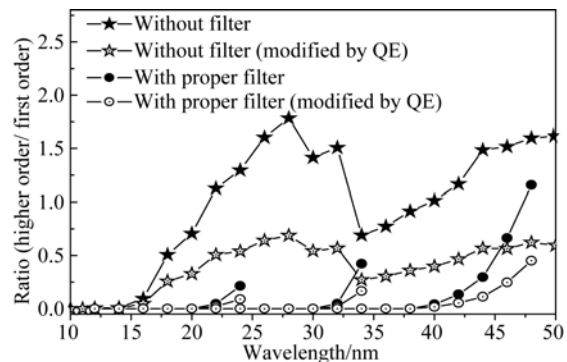


图 10 5~40 nm 高次谐波占基波比例
Fig. 10 Ratio of higher order to first order in 5~40 nm

Si、Al、Al/Mg/Al、LiF 以及 MgF₂ 窗 5 种滤片均能有效抑制对应波段的高次谐波,如表 1 所示。概括来讲,在 5~15 nm 波段,即使不用任何滤片高次谐波的信号强度也很微弱;在 5~40 nm 波段适当地选用滤片能有效地抑制高次谐波,并将高次谐波占基波的信号强度比例控制在 4.8% 以下,经探测器的量子效率修正后高次谐波比例可以达到 1.8% 以下;在 105~140 nm 和 115~140 nm

波段,分别使用 LiF 窗、MgF₂ 窗滤波后高次谐波比例基本为零。

表 1 不同滤片抑制高次谐波的有效波段

Tab. 1 Effective wavelength regions for suppression of higher orders with different filters

波段/nm	滤片种类(厚度)	高次谐波 占比	高次谐波占比 (QE 修正)
13~17	Si(340.9 nm)	0	0
18~32	Al(405.6 nm)	<4.8%	<1.8%
33~40	Al/Mg/Al(15.1 nm/ 251 nm/15.1 nm)	<4.2%	<1.7%
105~140 nm	LiF(1 mm)	0	0
115~140 nm	MgF ₂ (1 mm)	0	0

参考文献:

- [1] HUNTER W R, LONG J P. Thin-film interference mirror to suppress grating harmonics in vacuum-ultraviolet radiation [J]. *Appl. Opt.*, 1994, 33(7): 1264-1269.
- [2] ERKO A, LANGHOFF N, BJEJOU MIKHOV A A, *et al.*. High-order harmonic suppression by a glass capillary array [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 2001, 467-468:832-835.
- [3] SUITS A G, HELMANN P, YANG X, *et al.*. A differential pumped harmonic filter on the chemical dynamics beamline at the advanced light source [J]. *Rev. Sci. Instrum.*, 1995, 66(10):4841-4844.
- [4] GULLIKSON E M, MROWKA S, KAUFMANN B B. Recent developments in EUV reflectometry at the advanced light source [J]. *SPIE*, 2001, 4343: 91-102.
- [5] KJORN RATTANAWANICH B, KORDE R, BOYER C N, *et al.*. Temperature dependence of the EUV responsivity of silicon photodiode detectors [J]. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 2006, 53:218-223.
- [6] KORDE R, PRINCE C, CUNNINGHAM D, *et al.*. Present status of radiometric quality silicon photodiodes [J]. *Metrologia*, 2003, 40:145-149.
- [7] GULLIKSON E M, KORDE R, CANFIELD L R, *et al.*. Stable silicon photodiodes for absolute intensity measurements in the VUV and soft X-ray regions [J]. *Journal of Electron Spectroscopy and*

4 结 论

高次谐波的存在影响光学元件性能测试的精度,本文利用不同材料滤片的吸收边不同的特性分波段对高次谐波进行了抑制。研究结果显示,对于重新准直恢复运行后的光谱辐射标准及计量线,短波段(5~15 nm)的高次谐波含量可以忽略不计;15~40 nm 的高次谐波可以用 Si、Al、Al/Mg/Al 滤片进行有效抑制,高次谐波占基波的比例低于 1.8%;105~140 nm 波段的高次谐波用 LiF 窗进行抑制,高次谐波占基波的百分比为零。而在 42~105 nm 波段,由于高次谐波的衍射峰情况复杂,尚未发现能有效滤除高次谐波的滤片,这成为下一步的研究重点。

Related Phenomena, 1996, 80:313-316.

- [8] CANFIELD L R, VEST R E, KORDE R, *et al.*. Absolute silicon photodiodes for 169 nm to 254 nm photons [J]. *Metrologia*, 1998, 35:329-334.
- [9] 孙可煦,易荣清,黄天暄,等.软 X 光平面镜反射率标定实验[J]. *光学学报*, 2002, 22(3):379-382.
- SUN K X, YI R Q, HUANG T X, *et al.*. Reflectivity calibration of soft X-ray planar mirror in the BSRF [J]. *Acta Optica Sinica*, 2002, 22(3):379-382. (in Chinese)
- [10] 熊利民,刘金元,李平,等.用同步辐射光源建立紫外及真空紫外光谱区光谱辐射度基准的研究[J]. *光学学报*, 2006, 26(4):547-550.
- XIONG L M, LIU J Y, LI P, *et al.*. Ultraviolet and vacuum ultraviolet spectral radiance standard with synchrotron radiation source [J]. *Acta Optica Sinica*, 2006, 26(4):547-550. (in Chinese)
- [11] 陈锐,王凤丽,王占山.极紫外啁啾多层反射镜产生亚飞秒脉冲[J]. *中国激光*, 2008, 35(9): 1380-1383.
- CHEN R, WANG F L, WANG ZH SH. Producing subfemtosecond pulses by using chirped multilayer mirror in the extreme ultraviolet region [J]. *Chinese J. Lasers*, 2008, 35(9):1380-1383. (in Chinese)
- [12] 薛松,邵景鸿,卢启鹏,等.合肥同步辐射反射率测试装置[J]. *光学精密工程*, 2004, 12(5):480-484.
- XUE S, SHAO J H, LU Q P, *et al.*. Reflectivity measuring device in the national synchrotron radiation laboratory [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2004,

- 12(5):480-484. (in Chinese)
- [13] 曹继红, 尼启良, 陈波. 用 Si 光电二极管标定软 X 射线探测器[J]. 光学精密工程, 2004, 12(1): 118-121.
CAO J H, NI Q L, CHEN B. Calibration of soft X-ray detector [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2004, 12(1):118-121. (in Chinese)
- [14] 周洪军, 郑津津, 霍同林, 等. 计量线高次谐波的定量研究[J]. 光学精密工程, 2007, 15(5):640-645.
ZHOU H J, ZHENG J J, HUO T L, *et al.*. Quantitative research on higher order harmonics in metrology beamline [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2007, 15(5):640-645. (in Chinese)
- [15] 周洪军, 王冠军, 郑津津, 等. 5~40 nm 波段高次谐波的定量研究[J]. 光学学报, 2010, 30(9): 2753-2756.
ZHOU H J, WANG G J, ZHENG J J, *et al.*. Suppression of higher-order harmonics by different filter in 5—40 nm [J]. *Acta Optica Sinica*. 2010, 30(9):2753-2756. (in Chinese)

作者简介:



周洪军(1963—),女,辽宁黑山人,博士,高级工程师,1985年于东北大学获得学士学位,1999年于中英格兰大学获得硕士学位,2006年于中国科学技术大学获得博士学位,主要从事同步辐射光谱计量和超高真空系统设计等方面的研究。E-mail:hjzhou@ustc.edu.cn



夏玄志(1990—),男,安徽泗县人,硕士研究生,2012年于合肥工业大学获得学士学位,主要从事计量线高次谐波及其抑制的研究。E-mail:xxzhi055@mail.ustc.edu.cn

(版权所有 未经许可 不得转载)