

文章编号 1004-924X(2017)11-2796-07

eXTP 望远镜用 W/Si 多层膜

齐润泽, 黄秋实, 杨 洋, 张 众, 王占山*

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

摘要:针对增强型 X 射线时变与偏振探测卫星(eXTP)项目中嵌套式聚焦成像望远镜对柱面镜片上 W/Si 多层膜的要求,在掠入射角为 0.5° ,工作波段为 $1\sim 30$ keV 条件下,设计了非周期 W/Si 多层膜并优化了薄膜制备工艺。首先,利用分隔板和掩模板对溅射粒子进行准直,同时优化了本底真空度和溅射工作气压,提升了薄膜的成膜质量;然后,通过调整分隔板间距和公转速率提升了在柱面基底上薄膜的沉积均匀性;最后,利用幂指数算法设计了非周期多层膜,并在北京同步辐射光源上进行了多能点反射率测试,得到了与理论设计基本吻合的测试结果。基于优化的制备工艺制备了周期数为 80,周期为 3.8 nm 和 W 膜层厚度占比为 0.47 的 W/Si 周期多层膜,其界面粗糙度仅为 0.29 nm,柱面镜薄膜厚度误差可控制在 3% 以内,基本满足了 eXTP 项目中嵌套式掠入射望远镜镜片用多层膜对于成膜质量、沉积厚度均匀性和能谱响应宽度的需求。

关键词:eXTP 项目;界面粗糙度;薄膜厚度均匀性;柱面镜;非周期多层膜

中图分类号:O484.1;TH743 **文献标识码:**A **doi:**10.3788/OPE.20172511.2796

DW/Si multilayer for eXTP mission

QI Run-ze, HUANG Qiu-shi, YANG Yang, ZHANG Zhong, WANG Zhan-shan*

(Key Laboratory of Advanced Material Microstructure of Education Ministry of China,
Institute Precision Optical Engineering, School of Physics Science and Engineering,
Tongji University, Shanghai 200092, China)

* Corresponding author, E-mail: Wangzs@tongji.edu.cn

Abstract: For the requirements of an embedded focused imaging telescope in eXTP (enhanced X-ray Timing and Polarization satellite) for W/Si multilayers on a cylindrical mirror, W/Si multilayers were fabricated at a grazing incident angle of 0.5° and working range of $1\sim 30$ keV, and multilayer fabrication technologies were optimized. Firstly, separator plates and masks were mounted to collimate the sputtering particles to optimize different background pressures and working gas pressures in the deposition process and to improve the quality of periodic multilayers. Then, a novel kind of revolution speed curve was designed for controlling the thickness to make the layer thickness be uniform at the mirror axes. The separator plates were mounted on the mounting plate on both sides of the mirror to make the different axis thicknesses be equal. Finally, the depth-graded structure was designed by using the power law expression, a sample was prepared and measured in Beijing

收稿日期:2017-06-09;修订日期:2017-08-10.

基金项目:国家自然科学基金创新研究群体科学基金资助项目(No. 61621001);国家自然科学基金资助项目(No. 11375130)

Synchrotron Radiation Facility (BSRF) and the measured results are identical with that of design theory. By optimized multilayer fabrication technologies, a multilayer with a d-spacing of 3.8 nm, thickness ratio of tungsten of 0.47 and the total number of bilayers of 80 was fabricated. The results show that the interfacial roughness of the multilayer is only 0.29 nm and the layer thickness variation on the cylindrical mirror has been controlled less than 3%. The measurement indicates that depth-graded multilayer can meet the requirements of the embedded focused imaging telescope in eXTP mission for layer quality, layer thickness uniform and energy spectral response.

Key words: eXTP mission; interfacial roughness; thickness uniform; cylindrical mirror; depth-graded multilayer

1 引言

为了探求宇宙的奥秘,人类深入开展了宇宙中各类天体的观测。由于宇宙中存在大量辐射 X 射线的天体,其辐射包含着有关宇宙起源的信息,因此, X 射线望远镜成为天文观测的重要手段。为了加强宇宙空间的探测能力,我国正在进行空间科学规划“天体号脉”计划项目之一的增强型 X 射线时变与偏振探测卫星(enhanced X-ray Timing and Polarization satellite, eXTP)项目预研,其目标是通过观测黑洞、中子星和夸克星的 X 射线辐射,检测和发展在极端引力、极端磁场和极端密度条件下宇宙的基本物理规律^[1-2]。基于准 Wolter-I 型的嵌套式掠入射 X 射线成像望远镜阵列是 eXTP 载荷的重要组成部分^[2]。eXTP 嵌套式高能聚焦成像望远镜的工作能段为 1~30 keV,其镜片需要在高能 X 射线波段具有宽能谱反射率,这对嵌套式高能成像望远镜镜片的镀膜提出了较高的要求,需要薄膜具有较好的厚度均匀性和较小的粗糙度。eXTP 嵌套式高能聚焦成像望远镜采用将 0.3 mm 厚的薄玻璃压成锥面的方法实现装配^[3],因此,组成望远镜的基板是圆柱面薄玻璃片。为了实现 1~30 keV 的宽能谱反射,本文在柱面基底上镀制了基于幂指数算法设计的非周期 W/Si 多层膜^[4-6],并通过优化制备条件提升薄膜的制备质量,降低薄膜界面宽度,保证镜片具有较高的反射率^[5-7]。为了获得反射率尽可能一致的镜片,需要在薄玻璃柱面镜片上镀制膜厚均匀的 W/Si 多层膜^[8-9]。因此,本文以降低薄膜粗糙度、提升柱面镜多层膜反射率和薄膜厚度均匀性为前提,优化了薄膜制备过程。同时,为

了满足 eXTP 嵌套式聚焦成像望远镜的宽能谱响应需求,本文在掠入射角为 0.5° 和工作能段为 1~30 keV 的条件下,设计并制备了非周期 W/Si 多层膜,制备的柱面镜反射率测试表明,研制的非周期 W/Si 多层膜反射率达到了设计要求。

2 镀膜设备及成膜质量的提升

为了满足 eXTP 用望远镜所需柱面镜片的批量制作,这里使用一种特殊设计的磁控溅射镀膜设备。该设备在柱状真空腔内有可调整转速的转动圆环,可在转动圆环上安放样品架,磁控溅射的靶枪朝转环内侧溅射成膜,形成圆柱镜片内壁对称的溅射模式。通过改变带有圆柱镜片基底转环扫过靶枪溅射区的转动速率,调控薄膜厚度,完成柱面镜凹面的薄膜制备。

靶枪形状是长条形磁控溅射靶枪,其长度为 500 mm,宽为 40 mm,长宽比较大。由于靶的长宽比过大,沉积到基底上的溅射粒子入射角度较大。在薄膜生长的成核阶段,入射到基板表面上的原子失去法线方向的速度且附着在基板上,保留与基板平行方向的动能做表面移动并与其他原子一起凝聚形成原子团。倾斜入射的粒子撞击基板时速度可分解为沿基板表面法线方向和切线方向两部分,其中法线方向的速度被抵消,这一部分能量转化成热能;切向方向的速度分量不能被抵消,粒子在基板表面的移动具有方向性,从而减少了表面迁移率。因此,这些原子团不能与邻近的核合并,在基板上留下许多空区。在成核之后的生长阶段,相对于具有一定倾斜角度的入射粒子,已成核部分会在基板上形成几何阴影,入射粒子受到成核部分的吸附不能到达阴影区域。随着薄

膜沉积时间的增加,基板上的薄膜将会形成沿不同入射方向生长的柱状结构。这种不规则结构导致薄膜的空隙较多、晶粒大小不一等问题,在这些因素的影响下,成膜质量大大降低,无法满足嵌套式掠入射聚焦 X 射线天文望远镜镜片对于薄膜质量的要求。为了改善成膜质量,在靶枪前 40 mm 处安装预留宽度为 40 mm 的掩膜板,用于限制水平方向溅射粒子入射到柱面基底的角度(如图 1 所示);同时在样品架上安装尺寸为 45 mm×240 mm、间距为 110 mm 的分隔板,用于限制竖直方向溅射粒子入射到柱面基底上的角度(小于 52°),如图 2 所示。

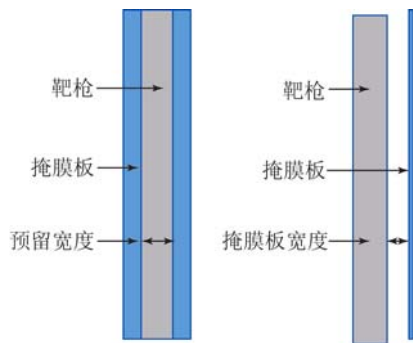


图 1 掩膜板的正视图与侧视图

Fig. 1 Front and side views of mask plate installation

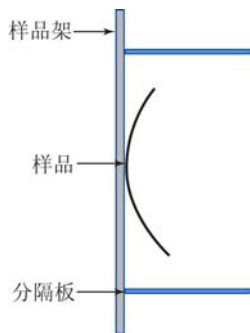


图 2 分隔板安装示意图

Fig. 2 Sketch of separator plates

通过限制竖直和水平两个维度的溅射粒子入射到基底上的角度,极大地减小了溅射粒子倾斜入射对成膜质量的影响,大幅度提高了成膜质量。在本底真空为 4×10^{-5} Pa,氩气溅射气压为 0.4 Pa 时,在加装分隔板和掩膜板前后分别制备了周期数为 80、周期为 3.8 nm 和 W 膜层厚度占比为 0.47 的 W/Si 多层膜。图 3 是用 X 射线衍

射仪完成的 8 keV X 射线掠入射反射率(X Ray Reflectivity, XRR)测试曲线,通过测试曲线的拟合,可以得到加装分隔板和掩膜板前后的平均界面粗糙度分别为 1.03 nm 和 0.29 nm。由此可见,加装分隔板和掩膜板对溅射粒子进行准直后, W/Si 多层膜的界面粗糙度得到了极大改善。

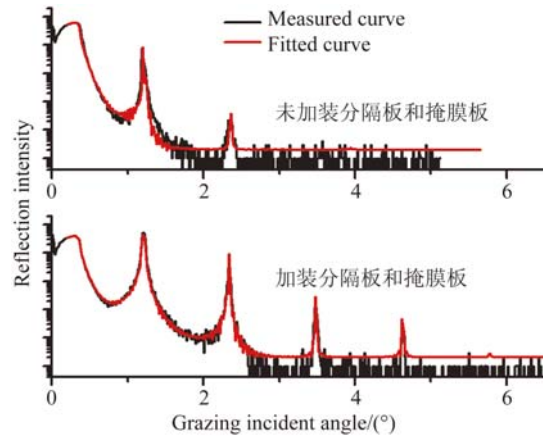


图 3 加装分隔板和掩膜板前后 X 射线反射率的测试曲线及拟合曲线

Fig. 3 GIXR measurement of W/Si multilayers with and without separator plates

3 成膜质量的工艺优化

镀膜前设备的本底真空度会改变镀膜过程的杂质气体含量,尤其是 O_2 和 H_2O 的含量,这两种杂质气体与薄膜材料发生反应,会导致薄膜界面发生改变。选取本底真空度分别为 4×10^{-5} , 8×10^{-5} , 4×10^{-4} 和 8×10^{-4} Pa 4 种情况,在氩气溅射气压同为 0.4 Pa 的条件下,制备了周期数为 80、周期为 3.8 nm 和 W 膜层厚度占比约为 0.47 的 W/Si 周期多层膜。通过拟合分析 8 keV 的 X 射线掠入射反射率测试数据(如图 4 所示),发现 W/Si 周期多层膜的平均界面粗糙度随着本底真空度的升高而减小,在本底真空度为 4×10^{-5} Pa 时, W/Si 周期多层膜的平均界面粗糙度最小,且为 0.29 nm。

氩气溅射工作气压的变化将极大地影响溅射粒子的平均自由程,平均自由程的减小会增加溅射粒子在沉积到基底过程中发生碰撞的几率,过多的碰撞会使溅射粒子在沉积到基底上时动能减

小、入射角度发生偏移,进而导致薄膜的致密性和界面粗糙度发生改变。选取溅射气压分别为 0.40,0.53,0.66 和 0.80 Pa 4 种情况,在本底真空度为 4×10^{-5} Pa 的条件下,制备周期数为 80,周期为 3.8 nm,W 膜层厚度占周期的比约为 0.47 的 W/Si 周期多层膜。通过拟合分析 8 keV 的 XRR 测试数据(如图 5 所示),发现平均界面粗糙度随着溅射工作气压的减小而减小,在 0.4 Pa 时,W/Si 周期多层膜的平均界面粗糙度最小,且为 0.29 nm。

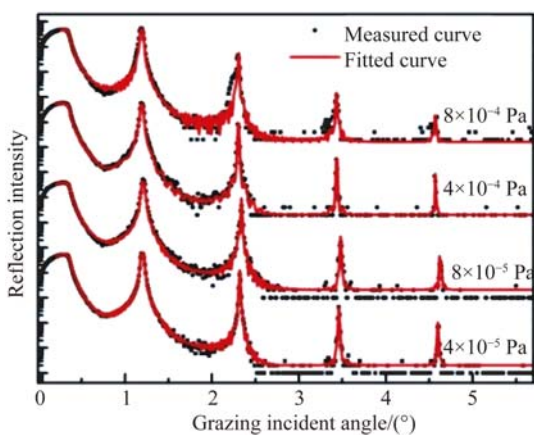


图 4 不同本底真空条件下 X 射线反射率测试及拟合曲线
Fig. 4 Reflectivity curves of W/Si multilayer samples with different pressures

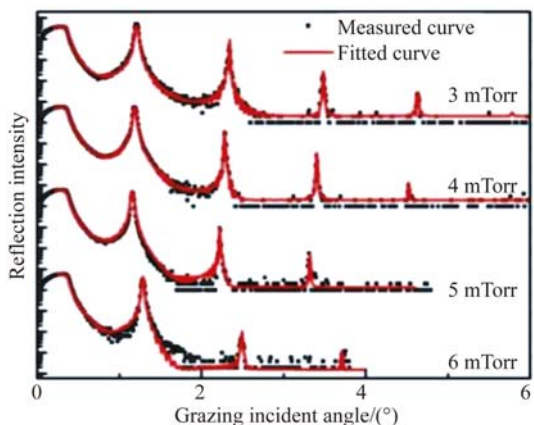


图 5 不同溅射工作气压下 X 射线反射率测试及拟合曲线
Fig. 5 Reflectivity curves of W/Si multilayer samples with different working argon pressures

通过优化本底真空度和溅射工作气压,得到了界面粗糙度最小的工艺条件,即本底真空度为 4×10^{-5} Pa 和溅射工作气压为 0.4 Pa。在此条

件下制备 W/Si 周期多层膜,其周期数为 80,周期为 3.8 nm,W 膜层厚度占周期的比约为 0.47,平均界面粗糙度为 0.29 nm。

4 柱面镜均匀性的调整

在 1~30 keV 波段,反射率受膜厚变化影响较大,为了保证在大尺寸柱面基底上制备高均匀性的多层膜,需要仔细考虑基底的运行轨迹,给出合适的工艺参数,以获得较好的膜厚均匀性。带有柱面基底的样品架相对于溅射靶面的运动方式如图 6 所示,柱面基底沿转动方向不同位置距溅射靶距离不同相对靶的角度也不同;而柱面基底安装方式如图 2 所示,基底自身的形状(见图 7)导致不同母线上的点也存在着靶距差异和相对靶的角度差异。

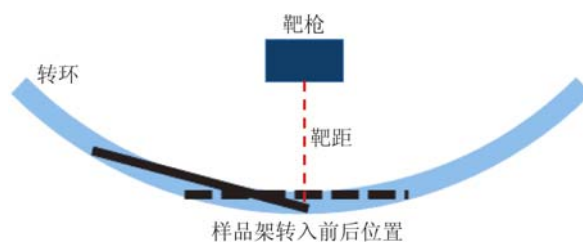


图 6 样品架转过靶枪溅射区造成的靶距变化情况
Fig. 6 Variation of target distance lead by machine structure

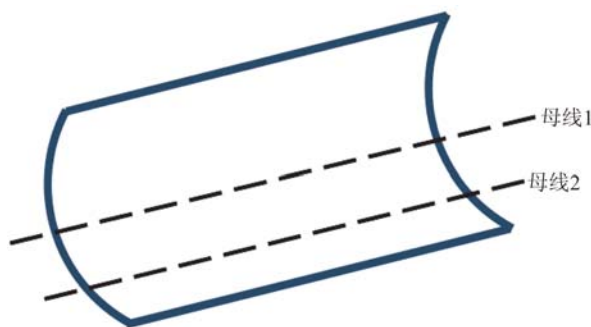


图 7 样品上不同母线的几何意义示意图
Fig. 7 Geometric graph of different generatrices on sample

为了矫正镀膜设备自身带来的膜厚差异,利用安装在样品架上的分隔板自带的阴影效应,通过调整分隔板间距获得柱面镜不同位置溅射粒子收集角的变化,实现柱面镜在不同母线位置处薄

膜沉积厚度的调控;再通过调整样品架扫过靶枪溅射区域的速度以调整母线在靶枪溅射区域停留的时间,以调控柱面镜母线不同位置的薄膜沉积厚度。经过一系列的工艺实验,获得的镀膜均匀性如图 8 和图 9 所示,经过工艺优化,柱面镜薄膜的均匀性可以控制在 3% 以内。

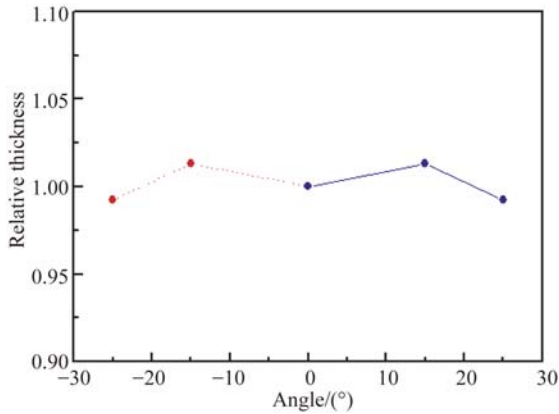


图 8 不同母线上膜厚相对分布情况

Fig. 8 Thickness distribution of different generatrices

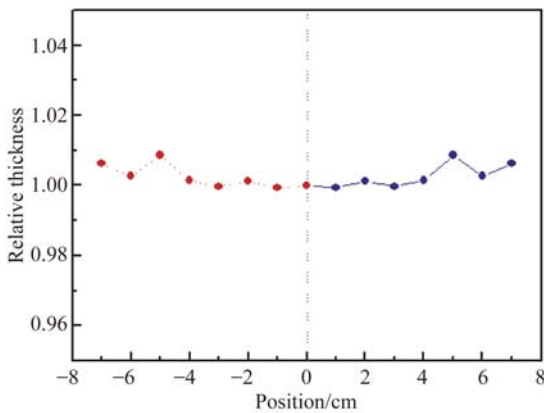


图 9 同一母线上不同位置的相对膜厚分布情况

Fig. 9 Thicknesses at different locations on same generatrix

5 非周期多层膜的设计与制备

为了满足嵌套式望远镜镜片宽能谱响应的要求,使用幂指数算法设计了工作能段在 1~30 keV 和掠入射角为 0.5° 的非周期 W/Si 多层膜,膜层结构如图 10 所示。

为了制备这样的非周期多层膜,需要标定镀膜速率,确定不同膜厚对应的样品架公转速率曲线。首先在不同的样品架公转速率下制备了一系

列 W/Si 周期多层膜,经过 XRR 测试与拟合,获得在不同公转速率条件下 W 层和 Si 层的厚度,并进行拟合,最后获得了 W 层和 Si 层厚度与公转速率的对应关系。

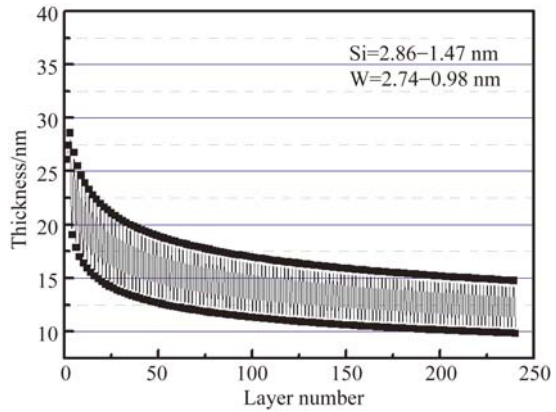


图 10 膜层厚度分布

Fig. 10 Layer thickness distribution of depth graded multilayer

利用拟合得到的速率曲线,选择非周期膜系中不同膜层厚度对应的公转速率,在圆柱形 D263 薄玻璃上制备了 W/Si 非周期多层膜。在北京同步辐射硬 X 射线衍射站测试制备的多层膜镜片的反射率。测试时,选取 6, 8, 10, 12 和 15 keV 5 个能点。图 11 为反射率的理论值和实测值,由图可以看出,两者存在一定的偏差,这可能来自测试和装调误差,包括在测试过程中镜片实际安装位置和理想位置的差异,镜片相对位置矫正的精度误差。

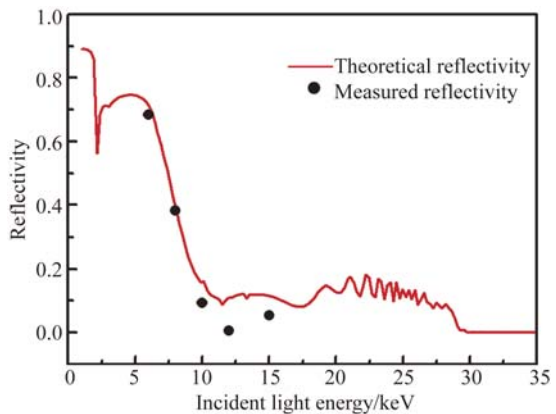


图 11 非周期多层膜设计与测试反射率曲线

Fig. 11 Calculated and measured reflectivity of depth graded multilayer

6 结 论

本文通过溅射粒子的准直及工艺参数的优化,在本底真空度为 4×10^{-5} Pa、氩气溅射工作气压为 0.4 Pa 的条件下,制备了周期数为 80、周期为 3.8 nm 和 W 膜层厚度占周期比为 0.47 的

W/Si 周期多层膜,其界面粗糙度小于 0.3 nm,膜厚均匀性差异小于 3%。同时,研制了基于幂指数算法设计的用于 1~30 keV 能段和掠入射角为 0.5° 的非周期多层膜。同步辐射反射率的测试结果表明,实际制作的多层膜的反射率与设计值基本吻合,由此说明嵌套式望远镜镜片上薄膜的制备性能可以满足 eXTP 项目载荷的需要。

参考文献:

- [1] DONGY W. The X-ray timing and polarization satellite-1, 2, 3: uncovering the mysteries of black holes and extreme physics in the universe [J]. *SPIE*, 2014, 9144: 91443O.
- [2] SHENZH X, WANG X Q, WANG K, *et al.*. Development of X-ray multilayer telescope optics for XTP mission [J]. *SPIE*, 2016, 9905: 990520.
- [3] WEIZH B, GE B, JIN X, *et al.*. Development of manufacture of mirror glass substrate for X-ray timing and polarization observatory [J]. *SPIE*, 2016, 9905: 99057E.
- [4] ZHANGW W. Lightweight and high angular resolution X-ray optics for astronomy [J]. *SPIE*, 2011, 8076: 807602.
- [5] JOENSENK D, VOUTOV P, SZENTGYORGYI A, *et al.*. Design of grazing-incidence multilayer supermirrors for hard-X-ray reflectors [J]. *Applied Optics*, 1995, 34(34): 7935-7944.
- [6] WINDTD L, BROWN W L, VOLKERT C A, *et al.*. Variation in stress with background pressure in sputtered Mo/Si multilayer films [J]. *Journal of Applied Physics*, 1995, 78(4): 2423-2430.
- [7] NIIBEM, NII H, SUGIE Y. Stress changes and stability of sputter-deposited Mo/B₁C multilayer films for extreme ultraviolet mirrors [J]. *Japanese Journal of Applied Physics*, 2002, 41(5A): 3069-3075.
- [8] BOUZIANEK, MAMOR M, MEYER F. DC magnetron sputtered tungsten; W film properties and electrical properties of W/Si Schottky diodes [J]. *Applied Physics A*, 2005, 81(1): 209-215.
- [9] WINDTD L, CHRISTENSEN F E, CRAIG W W, *et al.*. Growth, structure, and performance of depth-graded W/Si multilayers for hard X-ray optics [J]. *Journal of Applied Physics*, 2000, 88(1): 460-470.
- [10] BROADWAYD M, KRIESE M D, PLATONOV Y Y. Controlling thin film thickness distribution in two dimensions [J]. *SPIE*, 2001, 4145: 80-87.
- [11] SASSOLASB, FLAMINIO R, FRANCO J, *et al.*. Masking technique for coating thickness control on large and strongly curved aspherical optics [J]. *Applied Optics*, 2009, 48(19): 3760-3765.
- [12] WINDTD L, CHRISTENSEN F E, CRAIG W W, *et al.*. Growth, structure, and performance of depth-graded W/Si multilayers for hard X-ray optics [J]. *Journal of Applied Physics*, 2000, 88(1): 460-470.
- [13] MADSENK K, CHRISTENSEN F E, JENSEN C P, *et al.*. X-ray study of W/Si multilayers for the HEFT hard X-ray telescope [J]. *SPIE*, 2004, 5168: 41-52.
- [14] MEZEIF. Novel polarized neutron devices: supermirror and spin component amplifier [J]. *Communications on Physics*, 1976, 1(3): 81-85.
- [15] MEZEIF, DAGLEISH P A. Corrigendum and first experimental evidence on neutron supermirrors [J]. *Communications on Physics*, 1977, 2(2): 41-43.
- [16] YAMASHITAK, SERLEMITSOS P J, TUELLER J, *et al.*. Supermirror hard-X-ray telescope [J]. *Applied Optics*, 1998, 37(34): 8067-8073.
- [17] XUD CH, HUANG Q SH, WEN M W, *et al.*. Structure, thermal stability and extreme ultraviolet performance of Mo/Y multilayers [J]. *Thin Solid Films*, 2015, 592: 266-270.
- [18] HOSOKAWAN, WATANABE T, SAKAYA N, *et al.*. Development of beam splitter using multilayer membrane for extreme ultraviolet phase-shift microscopes [J]. *Japanese Journal of Applied Physics*, 2005, 44(7B): 5540-5543.
- [19] WINDTD L. Reduction of stress and roughness by reactive sputtering in W/B₁C multilayer films [J]. *SPIE*, 2007, 6688: 66880R.
- [20] FREUNDL B, SURESH S. *Thin Film Materials: Stress, Defect Formation, and Surface Evolution*

- [M]. New York: Cambridge University Press, 2003.
- [21] ZHANG W, BISKACH M P, BLAKE P N, *et al.*. Next generation astronomical X-ray optics: high angular resolution, light weight, and low production cost [J]. *SPIE*, 2012, 8443: 84430S.
- [22] SALDITTT, LOTT D, METZGER T H, *et al.*. Interfacial roughness and related growth mechanisms in sputtered W/Si multilayers [J]. *Physical Review B: Covering Condensed Matter and Materials Physics*, 1996, 54(8): 5860-5872.

作者简介:

齐润泽(1987—),男,吉林吉林人,博士研究生,2010年于吉林大学获得学士学位,主要从事极紫外与软X射线光学薄膜的研究。E-mail:qrz1987@qq.com

导师简介:

王占山(1963—),男,吉林吉林人,教授,博士生导师,1988年于中科院长春光学精密机械研究所获得硕士学位,1996年于中科院上海光学精密机械研究所获得博士学位,主要从事极紫外与软X射线光学的研究。E-mail: Wangzs@tongji.edu.cn