

文章编号 1004-924X(2007)05-0640-06

计量线高次谐波的定量研究

周洪军¹, 郑津津², 霍同林¹, 张国斌¹, 戚泽明¹, 钟鹏飞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 230026)

摘要: 采用自制的 840/mm 金膜自支撑透射光栅和美国 IRD 公司的 AXUV100G 光电二极管探测器, 定量研究了光谱辐射标准和计量光束线在 5~140 nm 波段的高次谐波。研究了 Al、Si₃N₄ 和 Zr 滤片在不同能量范围对高次谐波的抑制作用, 给出了实验数据和曲线。实验结果显示: 在 5~15 nm 波段, 不用任何滤片高次谐波的信号强度 < 7%; 在 5~34 nm 波段, 适当的选用 Al、Si₃N₄ 和 Zr 滤片可有效地抑制高次谐波, 将高次谐波占基波的积分信号强度比例控制在 < 14%, 经探测器的量子效率修正后高次谐波的百分比在 6.5% 以内。在经过 MgF₂ 窗滤波的 115~140 nm 波段, 高次谐波的衍射峰几乎完全被抑制。这一研究为软 X 射线和极紫外的光谱计量、探测器定标和光学元件性能测试奠定了基础。

关键词: 光谱定标; 光束线; 高次谐波; 光谱计量

中图分类号: O434.12 **文献标识码:** A

Quantitative research on higher order harmonics in metrology beamline

ZHOU Hong-jun¹, ZHENG Jin-jin², HUO Tong-lin¹, ZHANG Guo-bin¹, QI Ze-ming¹, ZHONG Peng-fei²

(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 230026, China*)

Abstract: The synchrotron radiation spectra of spherical grating monochromator (SGM) working in soft X-ray and VUV region are often contaminated by significant amount of higher order harmonics. They cannot be suppressed completely by suitable filters. Higher order contributions in the spectral radiation standard and metrology beamline were researched using transmission grating (made in house) and IRD AXUV100G (USA) photodiode detector. The exit beam was dispersed with the transmission grating behind exit slit of the monochromator, and the contributions of the different orders were analyzed. The higher order distributions were quantitatively determined for three gratings in line densities of 1800, 600 and 200 l/mm. It is shown that in wavelength between 5~15 nm the contributions of the higher orders to the detector signal are restricted to less than 7% even without filters; In wavelength region between 5 nm and 34 nm the contributions of the higher orders to the detector signal are less than 14% with proper Al, Si₃N₄ and Zr filters; after modified by quantum efficiency of the detector, the higher order contributions are restricted to less than 6.5%. The research also shows that higher orders are almost totally suppressed by MgF₂ filter when the wavelength be-

收稿日期: 2007-01-14; 修订日期: 2007-02-20.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (No. 10575097; No. 60473133); 中国科学院“百人计划”资助项目; 973 资助项目 (No. 2006CB303102); 高校博士点基金资助项目 (No. 20060358050)

tween 115~140 nm.

Key words: spectral radiation standard; beamline; higher order harmonics; spectral radiation metrology

1 引言

连续光谱的同步辐射光通过入射狭缝照射到光栅单色器后,在出射的单色光 λ 中总是不可避免的掺有基波 λ 的高次谐波 $\lambda_n = \lambda/n$,因为根据光栅方程可知 $d\sin(\alpha + \beta) = m\lambda$,这些高次谐波经过单色器光栅分光也在同样的方向上发生衍射。

各国的同步辐射实验室都相继开展了高次谐波的研究,如 W. R. Hunter、M. Kühne^[1,2]等。根据各光束线的能量范围和工作波段采用了不同的高次谐波抑制方法。A. Erko^[3]和 T. Matsushita^[4]在 高能段使用玻璃毛细管阵列和双晶单色器的第二块晶体失谐抑制高次谐波,G. Arthur^[5]等在 ALS 能量范围为 6~30 eV 的化学动力学光束线上应用真空差分气体滤波器抑制高次谐波,E. M. Gullikson^[6]等在计量和散射光束线上采用了三镜抑制高次谐波。

真空紫外光谱范围的同步辐射光,由于其光谱连续宽广可以覆盖到多级高次谐波,而真空紫外光又极易被吸收,在 35~115 nm 波段很难找到合适的滤片来滤除高级次,即使采用了抑制高级次的手段,也会不可避免的有残余高级次光谱,而光谱纯度直接影响光学元件反射率和透射率的测量精度,因此需要定量研究高次谐波占基波的比例。

本文采用本室衍射光学元件精密加工实验室制作的 840 l/mm 的金膜自支撑透射光栅(TG)和美国 IRD 公司生产的 AXUV100G 光电二极管探测器^[7-10]定量研究了光谱辐射标准和计量光束线在 5~140 nm 波段的高次谐波,并与俄国 P. N. Lebedev Physical Institute Sergey V. Kuzin 研究员用 E2V 公司 CCD 在计量站的研究结果进行了比较。定量研究了 Al、Si₃N₄ 和 Zr 滤片在 5~34 nm 能量范围对高次谐波的抑制作用,研究了 MgF₂ 窗对 115~140 nm 波长高次谐波的抑制作用,给出了试验数据和测试曲线。

2 计量线 SGM 分支结构

光谱辐射标准和计量光束线(计量线)是国家

同步辐射实验室二期工程新建的一条专门用于软 X 射线和极紫外光谱计量的线站。计量线的掠入射分支由超环面前置镜(TM₁)、入射狭缝(S₁)、球面光栅单色器(SGM)、出射狭缝(S₂)、超环面后置镜(TM₂)、反射率计和电离室组成^[11,12],如图 1 所示。SGM 有三块 Laminar 球面光栅(SG)分别是 1 800、600、200 l/mm,覆盖的波段分别是 5~12 nm、12~34 nm 和 34~140 nm。计量站现有设备为用于光学元件性能研究的反射率计和用于探测器定标的稀有气体电离室。反射率计前端是可切换的滤片(Filter),其内部的探测器(Detector)可绕样品台(Sample stage)轴转动 180°。

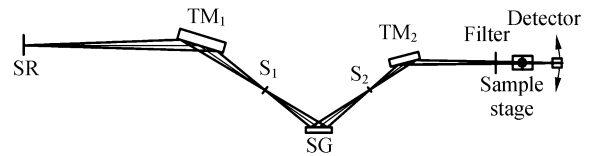


图 1 SGM 分支光路示意图

Fig. 1 Sketch map of SGM branch optical system

3 计量线高次谐波研究

建计量线站的目的就是建立我国的软 X 射线、极紫外和真空紫外的光谱标准。使该站能承担定标光源、探测器和各种光学元件及多层膜等的光学性能的绝对测量^[13-15]。这就要求提供的实验用的光谱要尽可能的纯。光谱的纯度直接影响测试准确性。

3.1 高次谐波研究方法

研究方法选用透射光栅分光。透射光栅是本室自制的金膜、自支撑、抑制偶级次的 840 l/mm 光栅,光栅的占空比为 1:1,厚度为 400 nm 左右,有效面积为 1 mm×5 mm。图 2 是透射光栅的电镜照片。基波和高次谐波通过透射光栅时,由于波长不同,各波长衍射峰的角度不同,由此由探测器转动确定各波长的衍射峰信号强度和角度位置来确定高次谐波的成分。

由于在 5~34 nm 波长较短,而 TG 的线密度一定,为了提高探测器对各衍射峰的分辨能力,测

试中将 TG 放在图 1 所示的 Filter 位置,探测器前装有 1 mm 宽的狭缝,几何关系如图 3 所示。

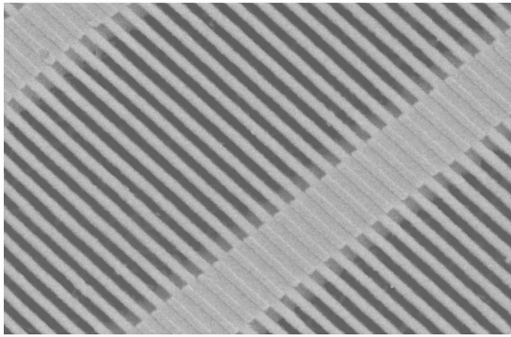


图 2 840 l/mm 透射光栅的电镜照片

Fig. 2 SEM image of 840 l/mm transmission grating

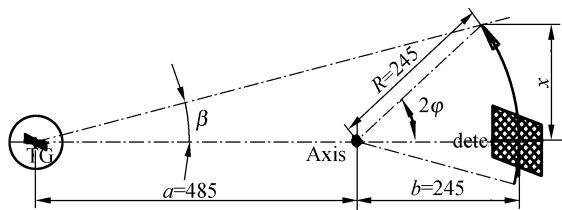


图 3 透射光栅和探测器的几何结构

Fig. 3 Geometric structure of TG and detector

测试过程中,探测器绕样品台的轴 Axis 转动,记录下零级和各级次的衍射峰位置,即 2φ 的值,由已知的 2φ 值和图中的几何关系计算出 β 值,

$$\beta = \arctan\left(\frac{x}{a+b}\right)$$

β 值就是实验测得的各波长不同衍射级次的衍射角。

理论上由光栅方程:

$$d \sin(\alpha_T + \beta_T) = m(\lambda/n)$$

可以计算出入射波长为 λ 和不同 m, n 值时,各级次的衍射角 β_T 。式中 d 为光栅周期常数, $m(0, 1, 2, 3, \dots)$ 为衍射级次, $n(1, 2, 3, \dots)$ 为基波 λ 的高级次, α_T 为 SR 的入射角,由于 SR 是垂直入射到光栅上的,故 $\alpha_T = 0$ 。入射波长 λ 的不同 n 值和不同 m 值的理论衍射角 β_T 为:

$$\beta_T = \arcsin\left(\frac{m\lambda}{dn}\right) = \arcsin\left(\frac{0.84m\lambda}{1000n}\right)$$

当 $n=1$ 时,称为基波,波长为 λ ,不同的 m 值即为基波的不同衍射级次。

当 $n \geq 2$ 时为基波的高次谐波,高次谐波的波

长是基波的 $1/n$ 。高次谐波的高级次衍射峰与基波的相应衍射峰位是重合的。如 $n=2, m=2$, 或 $n=3, m=3$ 等与 $n=1, m=1$ 的峰位重合,故需要对探测器的信号曲线进行分析以确定衍射峰的谐波级次和衍射级次。

实测的 β 值与计算值 β_T 比较后可知衍射峰是基波的几级衍射和高级次的几级衍射峰。

在测试 34~140 nm 波段时,由于波长较长,将 TG 放在图 3 的 Axis 位置,这时探测器绕样品台轴 Axis 转过的角度就是衍射角,不需要再进行几何换算。

3.2 5~34 nm 高次谐波测试结果

在 5~34 nm 波段由于有合适的滤片可用,故分别测试了有滤片和无滤片时高次谐波占基波的信号强度比例。该波段选用的滤片分别为同济大学制作的 Zr、 Si_3N_4 和 Al。Zr 和 Al 膜的厚度为 200 nm 左右, Si_3N_4 膜的厚度为 100 nm,为了阻挡杂散光和加强 Si 的吸收边加镀了 50 nm 的 Mo 和 200 nm 的 Si。

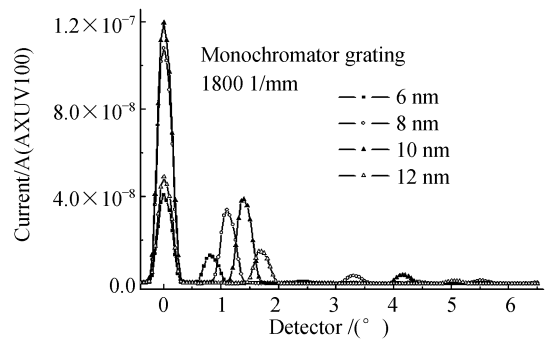


图 4 单色器光栅为 1 800 l/mm, 波长为 6~12 nm, 步长为 2 nm 时探测器做角度扫描得到的谱图

Fig. 4 Intensity curves by detector scan while wavelength is between 6~12 nm, step is 2 nm

图 4 是单色器光栅为 1 800 l/mm, 波长范围为 6~12 nm, 步长为 2 nm 时,做探测器扫描得到的信号强度曲线。由图可知随着波长增加,一级衍射峰位角度随之增加。图 5 的上图是 12 nm 时探测器曲线,下图是上图虚线部分的放大,从放大图上可以看到基波的一级衍射峰在 $1.7^\circ, 0.85^\circ$ 的小峰就是高次谐波的衍射峰。将高级次和基波一级衍射峰的信号强度积分相比后即可知高级次占的比例。

同理可得到 600 线光栅覆盖的 13~34 nm 波

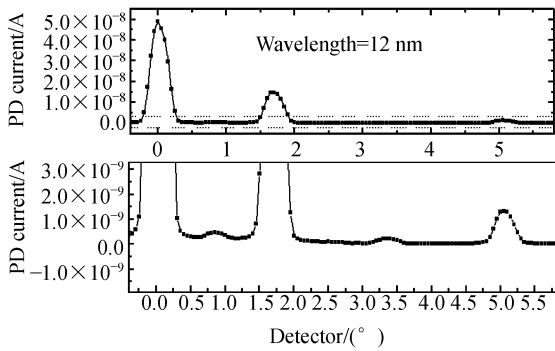


图 5 波长 12 nm 时探测器扫描的信号曲线

Fig. 5 Intensity curve of 12 nm wavelength

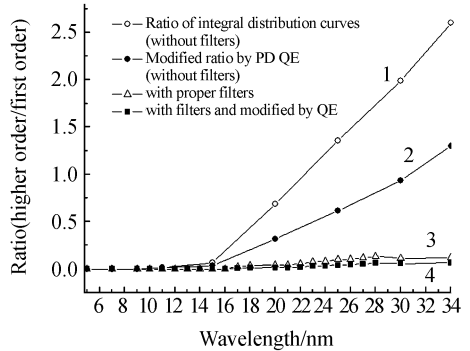


图 7 高次谐波占基波一级衍射的比值

Fig. 7 Ratio of higher order to first order

段高次谐波的比例。

为抑制高级次,研究中分别将 Zr、Si₃N₄ 和 Al 滤片放置在 TG 前面重复上述实验。图 6 所示为波长 20 nm 有 Al 滤片和无 Al 滤片时探测器强度曲线。从图中可以清楚地看到 Al 滤片有效地抑制了高次谐波。

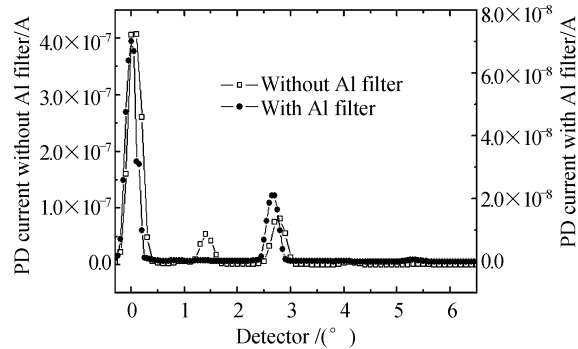


图 6 20 nm 有、无 Al 滤片时探测器的信号强度曲线

Fig. 6 Intensity curves of 20 nm with and without Al filter

对上述测试结果进行积分运算总结得到图 7 所示的曲线。四条曲线分别表示了有滤片(曲线 3)和无滤片(曲线 1)、有滤片且经过了探测器量子效率修正(曲线 4)和无滤片经过探测器量子效率修正(曲线 2)后高次谐波占基波的比例。

实验结果还给出了三种滤片有效抑制高次谐波的各个波段,见表 1。实验结果显示在 5~15 nm 波段,即使不用任何滤片高次谐波的信号强度 < 7%。在 5~34 nm 适当的选用 Al、Si₃N₄ 和 Zr 滤片能有效地抑制高次谐波,可将高次谐波占基波的信号强度比例控制在 < 14%,经探测器的量子效率修正后高次谐波在 6.5% 以内。

表 1 Zr/Si₃N₄/Al 滤片有效抑制高次谐波的波段

Tab. 1 Wavelength regions of Zr/Si₃N₄/Al filters suppressing higher orders

滤片种类	波长范围 (nm)	高次谐波占基波比例	高次谐波占基波比例(QE 修正后)
—	5~9	0%	0%
Zr	10~12	<3.4%	<1.2%
Si ₃ N ₄	13~20	<12%	<5.5%
Al	21~34	<14%	<6.5%

3.3 34~140 nm 高次谐波测试结果

34~140 nm 波段是由 SGM 单色器的 200 线光栅覆盖的。图 8 给出的是单色仪输出波长为 40 nm 时,探测器绕 Axis 做角度扫描得到的信号强度曲线。以此为例可以看到这时高次谐波情况比短波时要复杂得多,基波的 1/2、1/3、1/4 波长都有衍射峰。更长波长时高次谐波的衍射情况更复杂,由于受分辨率的限制有些级次的衍射已无法分辨。

在 34~140 nm 波段,单色器步长取 5 nm,分别做探测器扫描,将在各波长点探测器扫描测得的信号强度曲线进行面积积分运算后可得高次谐波占基波的百分比,见图 9 中的曲线 1。曲线 2 为俄国 P. N. Lebedev Physical Institute 的 Sergey V. Kuzin 研究员在计量站用英国 E2V 公司生产的 CCD 和 TG 结合测得的高次谐波占基波的比例曲线。两条曲线在波长 > 70 nm 时离散较大,可能是因为长波时基波的信号较弱,高次谐波的信号较强,CCD 曝光时间差异引起的。Sergey V. Kuzin 的实验结果从侧面验证了本文的实验结果。

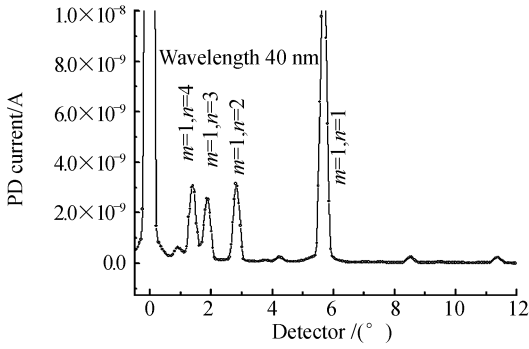


图 8 40 nm 波长时探测器的信号强度曲线
Fig. 8 Intensity curve of 40 nm wavelength

115~140 nm 波长的光经过 MgF_2 窗滤波后高次谐波基本完全滤除了。

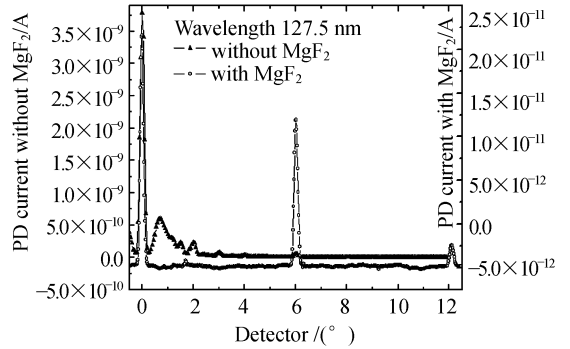


图 10 127.5 nm 波长有 MgF_2 窗和无 MgF_2 时测得的信号强度曲线

Fig. 10 Intensity curves at wavelength 127.5 nm with and without MgF_2 window

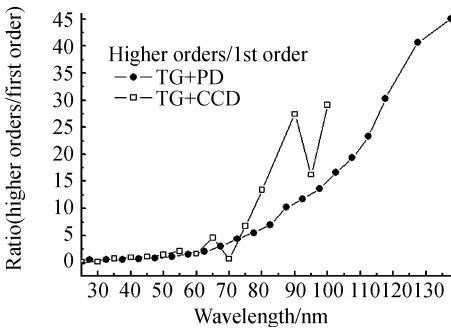


图 9 34~140 nm 波长,步长为 5 nm 时高次谐波与基波一级衍射积分信号强度比
Fig. 9 Ratio of higher order to first order at 34~140 nm wavelength and step of 5 nm

4 结 论

研究结果显示计量线 SGM 分支的高次谐波在 5~34 nm 可以用 Zr、 Si_3N_4 和 Al 滤片抑制,使高次谐波占基波的比例 $< 6.5\%$ 。115~140 nm 波段的高次谐波可以用 MgF_2 窗得到有效的抑制,经过 MgF_2 窗后,可以认为高次谐波占基波的百分比为零。而在 36~115 nm 波段由于高次谐波的衍射峰情况复杂,现在还没有合适的滤片能有效地滤除高次谐波。俄国 Sergey V. Kuzin 研究员在计量站用英国 E2V 公司生产的 CCD 和 TG 结合测得的 30~100 nm 时高次谐波占基波的比例曲线验证了本文的实验结果。

5 致 谢

在此感谢本室付绍军老师和同济大学物理系王占山老师在实验中给予的帮助。

在 115~140 nm 波段,还研究了利用 MgF_2 窗在 115 nm 左右的吸收边抑制高次谐波的情况。图 10 给出了单色器输出波长为 127.5 nm 时,有 MgF_2 窗和无 MgF_2 时探测器扫描测得的信号强度曲线。从图可以看到 MgF_2 窗非常有效地抑制了这一波段的高次谐波。无 MgF_2 窗时高次谐波的信号强度已经占了绝对的主导地位,而基波的信号强度很弱。有 MgF_2 窗时,从探测器扫出的信号强度曲线上已经看不到高次谐波的衍射峰了,基波的一级衍射峰凸显出来,尽管这时基波的信号强度较小。由此可以认为单色器出射的

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] KÜHNE M, MÜLLER P. Higher order contributions in the synchrotron radiation spectrum of a toroidal grating monochromator determined by the use of a transmission grating[J]. *Rev. Sci. Instrum.*, 1989, 60(7):2102-2104.
 [3] ERKO A, LANGHOFF N, BJEUMIKHOV 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.
- [4] MATSUSHITA T, HASHIZUME H. *X-ray monochromators Handbook on Synchrotron Radiation*[M]. Amsterdam: North-Holland, 1983.
- [5] 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.
- [6] GULLIKSON E M, MROWKA S, KAUFMANN B B. Recent developments in EUV reflectometry at the advanced light source[J]. *SPIE*, 2001, 4343: 91-102.
- [7] KJORNATTANAWANICH 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.
- [8] KORDE R, PRINCE C, CUNNINGHAM D, *et al.*. Present status of radiometric quality silicon photodiodes[J]. *Metrologia*, 2003, 40: 145-149.
- [9] GULLIKSON E M, KORDE R L, CANFIELD R, *et al.*. Stable silicon photodiodes for absolute intensity measurements in the VUV and soft X-ray regions[J]. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, 1996, 80: 313-316.
- [10] 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.
- [11] 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)
- [12] 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)
- [13] 周洪军, 王秋平, 郑津津, 等. 小型气体电离室的设计和测试研究[J]. *光学精密工程*, 2006, 14(3): 351-355.
ZHOU H J, WANG Q P, ZHENG J J, *et al.*. Design and measurement of a portable ionization chamber [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2006, 14(3): 351-355. (in Chinese)
- [14] FEIGL T, YULIN S, BENOIT N, *et al.*. Multilayer optics for the EUV and soft X-ray [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2005, 13(4): 421-429.
- [15] WANG Z S, WANG F L, ZHANG Z, *et al.*. Research of multilayers in EUV, soft X-ray and X-ray [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2005, 13(4): 512-518.

作者简介:周洪军(1963—),女,辽宁黑山人,博士,主要从事同步辐射光谱计量、微细加工、超高真空技术研究工作。E-mail: hjzhou@ustc.edu.cn