

文章编号: 0253-2239(2008)10-2036-05

# 电子束蒸发沉积 Ir 膜真空紫外反射特性

干蜀毅<sup>1,2</sup> 刘正坤<sup>1</sup> 盛 斌<sup>1</sup> 徐向东<sup>1</sup> 洪义麟<sup>1</sup> 刘 颖<sup>1</sup> 周洪军<sup>1</sup> 霍同林<sup>1</sup> 付绍军<sup>1</sup>

(<sup>1</sup> 中国科技大学国家同步辐射实验室, 安徽 合肥 230029; <sup>2</sup> 合肥工业大学真空教研室, 安徽 合肥 230009)

**摘要** Ir 是一种重要的真空紫外反射材料, 在太阳物理、宇宙物理、生命科学、大气物理、同步辐射等方面有着十分重要的应用。对电子束蒸发沉积 Ir 膜在真空紫外波段的反射特性进行了系统的理论和实验研究。根据吸收材料基底上单层金属膜数学计算模型, 对不同基片上各种厚度的 Ir 膜真空紫外反射率进行了优化计算。根据计算和前期实验结果, 采用电子束蒸发方法, 在石英、K9 玻璃基片上沉积了不同厚度的 Ir 膜, 在入射波长 120 nm 处获得了近 30% 正入射反射率, 对应的 Ir 膜厚度为 12 nm。过厚或过薄均不利于 Ir 膜反射率的提高。经退火处理后, Ir 膜中张应力有所释放但并未消除, 同时晶粒平均尺寸显著增大, 反射率下降。

**关键词** 薄膜光学; 反射膜; 真空紫外反射率; 电子束蒸发; 铱(Ir)膜

**中图分类号** TB43 **文献标识码** A **doi:** 10.3788/AOS20082810.2036

## Study on Ir Layer in Vacuum Ultraviolet Wavelength Region Deposited by Electron Gun Evaporation

Gan Shuyi<sup>1,2</sup> Liu Zhengkun<sup>1</sup> Sheng Bin<sup>1</sup> Xu Xiangdong<sup>1</sup> Hong Yilin<sup>1</sup> Liu Ying<sup>1</sup>  
Zhou Hongjun<sup>1</sup> Huo Tonglin<sup>1</sup> Fu Shaojun<sup>1</sup>

(<sup>1</sup> National Synchrotron Radiation Laboratory, University of Science and Technology of China, Hefei, Anhui 230029, China)  
(<sup>2</sup> School of Mechanical and Automobile Engineering, Hefei University of Technology, Hefei, Anhui 230009, China)

**Abstract** Ir is an important vacuum-ultraviolet (VUV) reflecting material, and has various applications in hi-tech fields including solar physics, cosmic physics, life science, and synchrotron radiation. The reflective performance of Ir film in the VUV wavelength region was studied theoretically and experimentally. Based on the theoretical model of single metal layer on absorbing substrate, the optimum calculation was performed for Ir layer of various thickness on K9 glass and quartz substrate in the VUV wavelength region. Considering the calculation results and previous research, single layer Ir films of different thickness were fabricated on K9 glass and quartz substrate by electron gun evaporation system, and nearly 30% normal incident reflectivity at 120 nm incident wavelength was obtained, which corresponded to the optimum thickness of Ir layer of 12 nm. Ir layer of too thin or thick thickness cannot get high reflectivity. The annealing of the layer benefits the release of tension, but it also causes the increase of average size of Ir grain and degradation of the reflectivity.

**Key words** thin film optics; reflecting layer; VUV reflectivity; electron gun evaporation (EGE); Ir film

## 1 引 言

铱(Ir)为一种贵金属, 原子量 192.22, 密度 22.65 g/cm<sup>3</sup>, 熔点 2459 °C, 沸点 4537 °C, 在 10<sup>-2</sup> Pa 真空度时蒸发温度为 2107 °C。由于化学性质稳定, 熔点极高, Ir 常被用来制造坩埚和特种容器。Ir 还是

一种很好的真空紫外反射材料<sup>[1,2]</sup>。在 50~100 nm 的波长范围内, Ir 膜反射率比此波长范围内常用材料 Au、Pt 都高, 虽比 Os 膜反射率稍低, 但后者时效效应严重<sup>[3]</sup>。相比之下, 空气中的时效对 Ir 膜反射率几乎没有影响, 正因为如此, Ir 膜更多地应用于实

收稿日期: 2008-01-28; 收到修改稿日期: 2008-04-21

作者简介: 干蜀毅(1963-), 男, 副教授, 博士研究生, 主要从事光学薄膜技术及设备等方面的研究。

E-mail: gansy@mail.ustc.edu.cn

导师简介: 付绍军(1952-), 男, 教授, 博士生导师, 主要从事短波光学、二元光学衍射光学、微细加工技术等方面的研究。

E-mail: sjfu@ustc.edu.cn

际应用。

沉积方式主要是电子枪热蒸发,亦可由聚焦激光束进行蒸发。由于元素本身化学性质稳定,淀积速率及真空室的压强对铱膜反射率几乎没有影响<sup>[4,5]</sup>;对于不同的入射波长,其反射率最大值对应于不同的膜厚值,因此没有一个最佳的铱膜厚度能够在整个真空紫外区给出最高的反射率。

为给真空紫外相关研究(包括国家同步辐射实验室各线站 50~100 nm 反射镜及光栅涂层)中的反射、光栅元件制作提供优化参数,摆脱对进口产品的依赖,基于国外的研究成果,结合实验室现有条件,采用电子束蒸发技术沉积了厚度不同的 Ir 膜。对 Ir 膜在真空紫外波段的反射特性进行了系统的理论和实验研究。

### 2 厚度优化计算

建立了基底为吸收材料时单层金属膜数学计算模型<sup>[6~14]</sup>。根据折射定律,对不同基片上各种厚度的 Ir 膜反射率进行了计算<sup>[6]</sup>。图 1 示出了玻璃基片上 Ir 膜厚度优化计算曲线(正入射)。由图 1 可见,不同的入射波长对应的最佳膜厚不同;膜厚超过一定值,反射率趋向稳定。图 2 是 0°入射角时玻璃基片上不同厚度 Ir 膜反射率随入射波长变化情况,其反射率在入射波长在 55 nm、110 nm 处均出现峰值,而在 80 nm 附近不论膜厚多少均出现反射率谷底(与图 1 一致)。入射光波长 140 nm 以下,厚度薄的 Ir 膜反射率稍高,入射光波长 160 nm 以上,厚膜(>20 nm)明显有利。

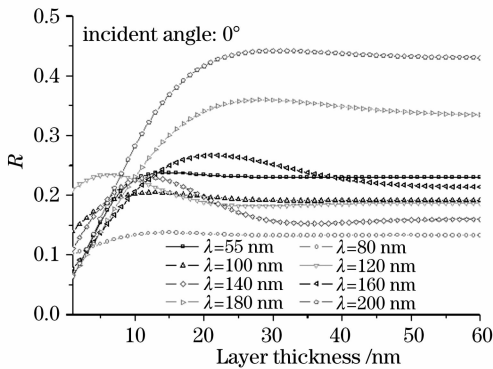


图 1 玻璃基片上 Ir 膜厚度优化计算曲线

Fig. 1 Calculated optimum thickness for Ir layer on glass substrate

Si 基片上 Ir 膜厚度优化计算曲线如图 3 所示(正入射)。和沉积在 Si 基底上的 Au 膜优化曲线相似<sup>[6,7]</sup>,对较长入射波长(>55 nm),无膜的裸 Si 片

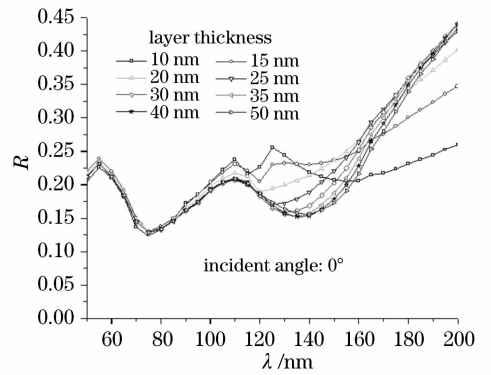


图 2 入射角 0°时玻璃基片上不同厚度 Ir 膜反射率随入射波长变化曲线

Fig. 2 Calculated reflectivity of Ir layer of different thicknesses on glass substrate as a function of the incident wavelength (incident angle is 0°)

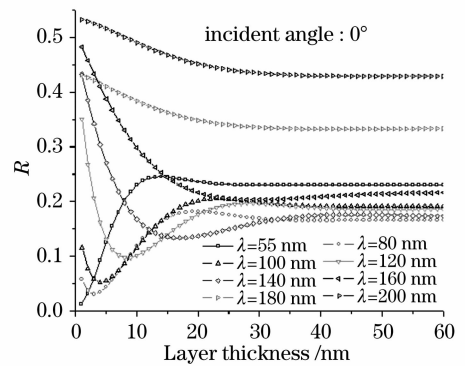


图 3 不同入射波长时 Si 基片上 Ir 膜厚度优化计算曲线

Fig. 3 Calculated optimum thickness for Ir layer on Si substrate in different incident wavelengths

反射率更高;但对入射波长在 55 nm 左右的短波长,一层半透的 Ir 膜(膜厚约 15 nm)有利于提高反射率。图 4 示出入射角 0°时硅基片上不同厚度 Ir 膜反射率

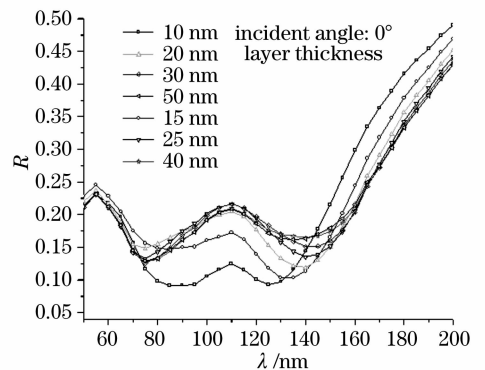


图 4 入射角 0°时 Si 基片上各种厚度 Ir 膜反射率随入射波长变化曲线

Fig. 4 Reflectivity of Ir layer with various thickness on Si substrate as a function of incident wavelength (incident angle is 0°)

随入射波长变化情况。和图 2 不同, Si 基片上厚的 Ir 膜在 80~140 nm 波长范围反射率明显较高, 在此范围之外, 厚度在 20 nm 以下的 Ir 膜有优势。

玻璃基片上的 Ir 膜, 入射波长 140 nm 以下宜用薄膜(膜厚 < 20 nm); 波长更短(100 nm 以下)则膜厚对反射率影响不大。这使得镀膜过程相对简单。以 Si 作基底时, 若入射波长在 55 nm 以上, Si 基片裸片更好(不镀膜)。

### 3 实验装置

图 5 是实验所用电子束蒸发镀膜机结构示意图。系统配置了三台真空泵, 分别为旋片泵( $P_1$ )、罗茨泵( $P_2$ )和分子泵( $P_3$ )。  $V_1 \sim V_4$  为阀门。工作时

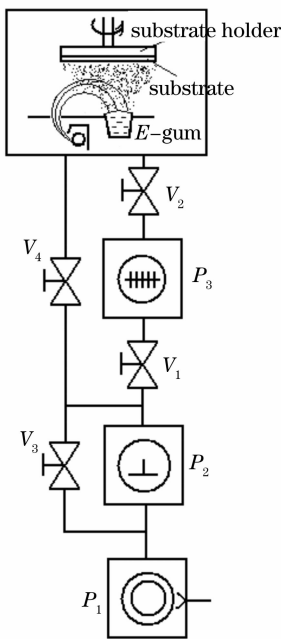
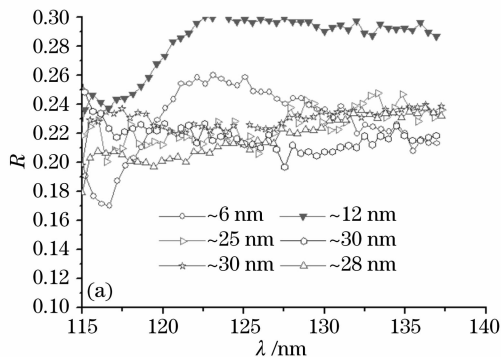


图 5 电子束蒸发镀膜机示意图

Fig. 5 Schematic of electron beam evaporation coating machine



先由旋片泵将真空室抽至 10 Pa 以下, 再依次由罗茨泵、分子泵将真空室抽至  $1 \times 10^{-4}$  Pa 以下(本底压强)。配有强制循环水冷却的电子枪系统含三个坩埚, 最多可蒸发三种膜材。电子枪的功率及光斑位置可调。膜厚由上海泰尧真空科技有限公司生产的 FTM-III B 晶振仪监控, 并由  $\alpha$ -500 台阶仪测量。反射率测试在中国科技大学国家同步辐射实验室“光谱辐射标准与计量光束线和实验站”上进行, 测量波长 115~140 nm。结合理论计算结果以及离子束溅射 Au 膜实验结果<sup>[6,8,9]</sup>, 在电子束蒸发 (EBD) 镀膜机上镀制 Ir 膜时, 只采用 K9 和石英玻璃基片, 不用 Si 片。

### 4 测试结果及讨论

蒸发所用 Ir 粉购自英国 Johnson Matthey Chemicals Limited 公司, 纯度 99.999%, 镀膜前先除气并预融成块。镀膜时本底真空度约  $1 \times 10^{-4}$  Pa。每次镀膜分别放入不同材质的基片, 以保证沉积条件完全相同。镀膜过程中, 膜厚晶振仪监控, 并最终由  $\alpha$ -500 台阶仪测量。

图 6(a) 是实测石英基片上 Ir 膜反射率随膜厚度变化曲线。从曲线上可见: 在所测波长范围内, 厚度为 12 nm 的 Ir 膜反射率明显比其他膜厚的 Ir 膜高。这与计算结果(图 2)相符, 也与文献[5]报道的结果相近; 厚度较薄的 Ir 膜(6 nm、12 nm)反射率在所测波长范围内变化强烈, 厚膜反射率则表现平稳, 且相互之间没有明显差异, 这种趋势也与计算结果相符; 与理论计算结果(图 2)比较: 实测反射率比理论计算值稍高; 对比已有结果<sup>[5]</sup>, 也是本实验获得的反射率稍高。这可能与镀膜时极低的沉积速率使得沉积在基片上的 Ir 原子有足够的时间迁徙、从而形成比较均匀、完善的微观组织结构有关。

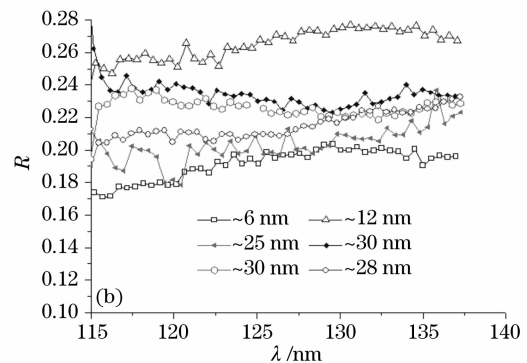


图 6 电子束蒸发沉积不同膜厚 Ir 膜反射率曲线。石英基片(a), K9 基片(b)

Fig. 6 Reflectivity of Ir film deposited on quartz substrate (a), K9 glass substrate (b) by EGE

图 6(b)是 K9 玻璃基片上 Ir 膜反射率随膜厚变化曲线。对照图 6(a):在各个膜厚下,其反射率随波长变化不像石英基底时那么剧烈,但也是膜厚为 12nm 时,Ir 膜具有明显的高反射率;和石英基片相比,以 K9 玻璃作基底的 Ir 膜反射率稍低。根据前期 Au 膜、离子束沉积 Ir 膜的实验结果,估计膜厚再厚一点(约 18 nm)其反射率还可以进一步提高。

为确定温度对 Ir 膜反射率影响,在 Ir 膜反射率测试完成后,立即对 Ir 膜退火。退火过程:K9 基底样片由室温(约 17 °C)加热 1 h 至 350 °C,在此温度

下保温 60 min;将炉门打开使空气流入、自然冷至室温;石英玻璃由于其软化温度比 K9 高得多,因此保温温度设在 650 °C。退火过程:石英基底样片由室温(约 14 °C)加热 3 h 至 650 °C,在此温度下保温 50 min;关掉加热电源使其在炉中自然冷却至室温。退火完成后,立即测反射率。图 7(a)给出了膜厚为 28 nm、30 nm 的 K9 样片热处理前后反射率测试结果。图 7(b)给出石英玻璃基底样片热处理前、后反射率比较曲线。显然热处理后各样片正入射反射率有较大幅度降低。

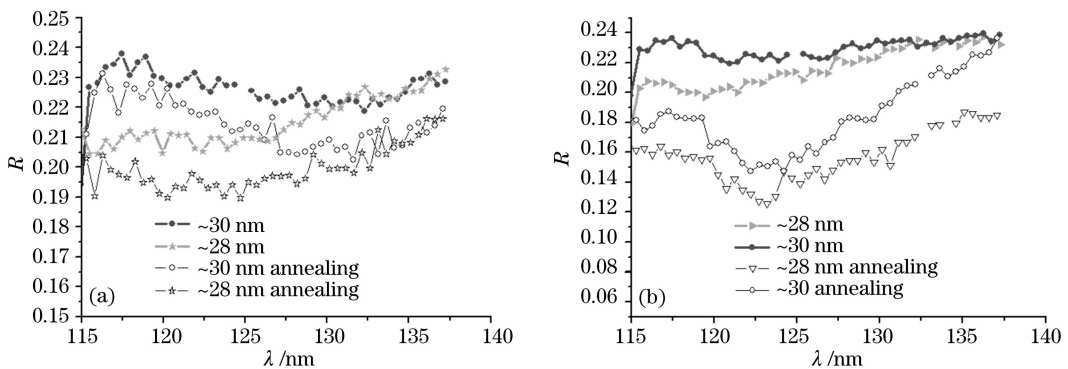


图 7 电子束蒸发沉积 Ir 膜热处理前、后反射率比较。K9 基片 (a), 石英基片 (b)

Fig. 7 Reflectivity change of Ir film deposited on K9 glass substrate (a), quartz glass substrate (b) by EGE before and after annealing

对热处理前后的样品进行 X 射线衍射(XRD)测试,所用波长为 Cu 靶  $K\alpha$  线( $\lambda=0.154056$  nm)。结果表明,热处理前 K9 和石英玻璃基片上 Ir 膜只在  $40.2^\circ$  时出现一个衍射峰,表明(111)晶面优先生长,由 Bragg 公式计算其晶面距为 0.2193 nm,比标准间距 0.2217 nm 小,表明膜中存在张应力。热处理后在  $40.58^\circ$ 、 $46.88^\circ$ 、 $69.26^\circ$  和  $83.12^\circ$  均出现衍射峰,分别对应于 Ir 的(111)、(200)、(220)和(311)晶面,说明热处理后 Ir 的微观结构出现了变化,尽管后面三个峰较弱。热处理后 K9 和石英玻璃基片上 Ir 膜(111)晶面距分别为 2.214 nm、2.2098 nm,比未处理的 Ir 膜(111)晶面距大但比标准间距小,说明热处理后 Ir 膜中张应力有所释放但并未消除。用 Scherrer 公式计算出热处理前的晶粒平均尺寸为 9.32 nm,热处理后 K9 基底上的 Ir 膜晶粒平均尺寸为 12.7 nm,石英基底上 Ir 膜晶粒平均尺寸为 15.52 nm,均显著增大。显然正是这些变化导致 Ir 膜反射率下降。

## 5 结 论

建立了吸收基底上单层金属膜反射率计算模

型,对不同基片上各种厚度的 Ir 膜反射率进行了优化计算。采用电子束蒸发沉积技术在石英和 K9 玻璃基片上镀制了不同厚度的 Ir 膜,在 115~140 nm 波长范围内获得了近 30% 正入射反射率。

基片材料对真空紫外反射镜反射率有重要影响。宜以石英或 K9 玻璃作基底,两者区别不明显,Si 明显差;

Ir 膜厚度对反射率有重大影响。石英基片上 Ir 膜的最佳膜厚约 12 nm, K9 基片上稍厚(12~18 nm),过薄或过厚均不利于在 115~140 nm 波长范围内得到高反射率;其原因是半透的 Ir 膜和基底界面上出现了相长干涉;

无论以石英还是 K9 玻璃作基底,经退火处理后 Ir 膜反射率均出现明显的降低。

## 参 考 文 献

- 1 A. M. Ritva, Keski-Kuha. Layered synthetic microstructure technology considerations for the extreme ultraviolet[J]. *Appl. Opt.*, 1984, **23**(20): 3534~3537
  - 2 S. Y. Gan, X. D. Xu, Y. L. Hong *et al.*. Review on highly reflecting mirrors for vacuum ultraviolet and X-ray[J]. *Chin. J. Vacuum Science and Technology*, 2006, **26**(6): 459~461
- 干蜀毅,徐向东,洪义麟等. 真空紫外 X 射线反射膜研究现状[J]. *真空科学与技术*, 2006, **26**(6): 459~461

- 3 J. T. Cox, G. Hass, J. B. Ramsey *et al.*. Reflectance and optical constants of evaporated osmium in the vacuum ultraviolet from 300 to 2000 Å[J]. *J. Opt. Soc. Am.*, 1973, **63**: 435~438
- 4 Zhong Disheng. *Vacuum Coating: Material Selection and Its Applications* [M]. Shenyang: Liaoning University Press, 2001. 58~160  
钟迪生. 真空镀膜: 材料的选择与应用[M]. 沈阳: 辽宁大学出版社, 2001. 58~160
- 5 G. Hass, G. F. Jacobus, W. R. Hunter. Optical properties of evaporated iridium in the vacuum ultraviolet from 500 Angstroms to 2000 Angstroms[J]. *J. Opt. Soc. Am.*, 1967, **57**(6): 758~762
- 6 S. Y. Gan, Y. L. Hong, X. D. Xu *et al.*. Reflectivity of Au film on K9 and quartz substrate in vacuum ultraviolet[J]. *Acta Optica Sinica*, 2007, **27**(7): 1529~1535  
干蜀毅, 徐向东, 洪义麟等. K9 和石英玻璃基片上 Au 膜真空紫外反射特性研究[J]. 光学学报, 2007, **27**(7): 1529~1535
- 7 Gan Shuyi, Hong Yilin, Xu Xiangdong *et al.*. The influence of binding layer on the reflective performance of Au film in VUV wavelength region[J]. *Appl. Opt.*, 2007, **46**(36): 8641~8644
- 8 Gan Shuyi. The performance of vacuum ultraviolet reflective films and their fabrication[D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2008. 39~90  
干蜀毅. 真空紫外高反膜反射特性与制作技术研究[D]. 中国科技大学博士论文, 2008. 39~90
- 9 S. Y. Gan, X. D. Xu, Y. L. Hong *et al.*. Study of reflectance of Au films on Si substrate in the vacuum ultraviolet wavelength region[J]. *Chin. J. Vacuum Science and Technology*, in press  
干蜀毅, 徐向东, 洪义麟等. Si 基片上 Au 膜真空紫外反射特性研究[J]. 真空科学与技术, 2008,
- 10 M. Born, E. Wolf. *Principles of Optics* [M]. 7th ed., England: Cambridge University Press, 1999. 735~790
- 11 Lin Yongchang, Lu Weiqiang. *The Principles of Optical Film* [M]. Beijing: National Defense Industry Press, 1990. 56~101  
林永昌, 卢维强. 光学薄膜原理[M]. 北京: 国防工业出版社, 1990. 56~101
- 12 Zhu Jingtao, Zhang Shumin, Wang Bei *et al.*. multilayer film reflective mirror at 30.4 nm[J]. *Acta Optica Sinica*, 2007, **27**(4): 735~738  
朱京涛, 张淑敏, 王蓓等. 30.4 nm 波长 SiC/Mg 多层膜反射镜[J]. 光学学报, 2007, **27**(4): 735~738
- 13 Ling Bo, Liu Shijie, Yuan Lei *et al.*. Influence of metal contamination in vacuum chamber on properties of optical thin films[J]. *Chin. J. Lasers*, 2007, **34**(7): 987~991  
凌波, 刘世杰, 袁磊. 真空室内金属杂质污染对光学薄膜性能的影响[J]. 中国激光, 2007, **34**(7): 987~991
- 14 Wang Congjuan, Jin Yunxia, Wang Yingjian *et al.*. High laser-induced damage threshold antireflection coatings of 1053 nm deposited by ion assisted deposition[J]. *Chin. J. Lasers*, 2006, **33**(5): 683~686  
王聪娟, 晋云霞, 王英剑等. 离子束辅助技术获得高激光损伤阈值的增透膜[J]. 中国激光, 2006, **33**(5): 683~686