第31卷，第1期
2011年1月

光谱学与光谱分析
Spectroscopy and Spectral Analysis

Vol. 31, No. 1, pp277-281
January, 2011

球面镜真空紫外光谱反射率的高精度测量

李　博[1,2]，王淑荣[1*]，黄　煜[1]

1. 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所，吉林 长春　130033
2. 中国科学院研生院，北京　100049

摘　要　为了实现对球面镜真空紫外光谱反射率的直接测量，构建了一套真空紫外光谱反射率测试系统。该系统以氟化镁窗口氘灯与Seya-Namioka凹面光栅单色仪产生单色光源，反射式调制器与参考探测器做光学补偿，内径80 mm的荧光积分球与精密转台作为接收系统。光学补偿消除单色光源不稳定性，荧光积分球消除了两次测量光斑不同对探测器响应的影响，且减少了系统的能量损失。利用该系统测量了115～180 nm球面镜的反射率，测试结果表明测量重复性优于±0.3%；按国际通用不确定度评估规范，对系统进行不确定度分析，相关不确定度小于1.3%。实现了球面镜反射率的高精度测量。

关键词　真空紫外；球面镜；光谱反射率；测量
中图分类号：O434.1　　**文献标识码**：A　　**DOI**：10.3964/j.issn.1000-0593(2011)01-0277-05

引　言

近年来，人们对真空紫外波段光谱范围的价值有了重新认识，在这一领域的应用研究已经陆续展开。光谱反射率在光学应用方面是一个重要参数，它的直接精确测量对各种光学仪器的精确设计、光学仪器性能提高与光学薄膜的质量改善至关重要[1,2]。一直以来，国内外很多研究机构对光谱反射率测量进行过深入研究[3-6]，美国国家标准技术研究院(NIST)的反射率测量仪可测量200～2 500 nm的标准样品光谱反射率标准[7]，法国原子能委员会曾搭建过测量球面镜的反射率计，波长范围是500～950 nm，均无法测量200 nm以下的光谱传输[8]。McPherson公司VUVas系列分光光度计可测量真空紫外光谱反射率，但仅限于标准样品，无法测量球面镜。目前，国际上尚无球面镜真空紫外光谱反射率测量标准，真空紫外球面镜反射率只能靠测量同批镀膜的标准样品代替，这种方法无法实现球面镜光谱反射的直接测量，将制约真空紫外仪器的定量研究。

115～180 nm球面镜真空紫外反射率测量一直有三个主要问题困扰：(1)光源稳定性问题，这一波段的光源只能采用MgF_2窗口的氘灯，而在真空紫外的环境下碳氢化合物会聚集在MgF_2材料的表面，透过率每小时衰减超过1%，影响测量结果；(2)由于样品是球面镜，测量前后光斑大小不一致，导致接收装置响应不一致，测量误差很大；(3)对于真空紫外波段，光路复杂能量损失严重，而且探测器响应亦严重下降，信噪比相对较低。因此，精确测量真空紫外的光谱反射率很困难。

本文介绍了一套高精度测量方法，引入双光路光学补偿以消除单色光源不稳定性，荧光积分球消除了两次测量光斑大小对探测器响应的影响，并减少了系统传输能量损失，改善了系统信号响应。

1　真空紫外球面镜测试装置

高精度双向散射测试系统主要由无油真空装置、Seya-Namioka凹面光栅单色仪、精密转台、参考光路、电控系统构成。光源与单色仪结构见图1。MgF_2窗口氘灯光源经超环面聚光镜反射到Seya-Namioka凹面光栅单色仪入缝处，单色光经过准直镜后光束由反射式调制器分成两束光路。反射光路为参考光路，用来监视光源与单色仪系统的时间效率；主光路经过精密转台与荧光积分球接收系统测量球面镜反射率。

1.1　光源与单色仪

光源部分选用英国皇家物理实验室(NPL)的MgF_2窗口氘灯V0195，光谱范围110～400 nm，在紫外-真空紫外波段具有较高的透射比。阳极由钼制成，能经受高温。阴极由旋

收稿日期：2010-04-23，**修订日期**：2010-08-02
基金项目：国家(863计划)项目(2002AA2Z9999，2004AA99)资助
作者简介：李　博，1981年生，中国科学院研究生院博士研究生　e-mail：libo0008429@sohu.com
*通讯联系人　e-mail：sr-wang@ciomp.ac.cn

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

转的钨丝镀钡、锶、钙混合氧化物组成，直热式阴极。为了屏蔽杂散光，灯丝周围加了屏蔽罩。氘灯的发光点直径约 1 mm，这种氘灯的辐射亮度较高，在灯的中心处有最大的辐射亮度，沿轴向对称减少，直到发射面的边缘。氘灯的工作电流为 300 mA，工作电压约 70 V，功率为 30 W。

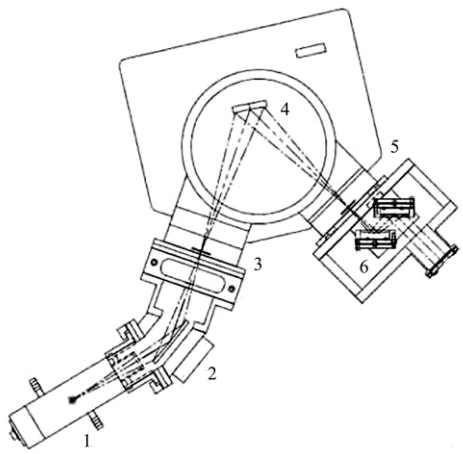

Fig. 1 The structure of source and monochromator

1：氘灯；2：超环面镜；3：入缝；
4：光栅；5：出缝；6：准直镜

为充分利用单色仪凹面光栅的色散，保证 Seya-Namioka 单色仪的光谱分辨率，要求入射光束充满光栅的通光口径。氘灯光源直径 1 mm，凹面光栅面积 40 mm×45 mm，物方数值孔径 NA 为 0.06。Seya-Namioka 紫外－真空紫外单色仪光谱扫描范围 115～400 nm，光谱分辨率 0.5 nm，光谱带宽：0.1～10 nm(随狭缝宽度变化)。Seya-Namioka 凹面光栅单色仪覆盖的光谱范围大，结构尺寸小，只需转动凹面光栅，保持入射和出射狭缝不动，在出射狭缝处便可获得所需波长的聚焦像。但 Seya-Namioka 凹面光栅单色仪中，由于入射光线和衍射光线间的角度大，会引起较大的像散和彗差，所以选用Ⅳ型消像差全息凹面光栅。经过对国外现有Ⅳ型消像差全息凹面光栅的性能对比分析，选择了 JY 公司的一款Ⅳ型消像差全息凹面光栅(型号 52200250)。它的主要技术特性参数为：光谱范围 100～400 nm，光栅常数 $\sigma=1\ 200\ \mathrm{g\cdot mm^{-1}}$，光栅尺寸面积 40 mm×45 mm，入射臂长度 $l_A=200$ mm，出射臂长度 $l_B=187.9$ mm，入射光束与出射光束夹角 64°，F 数 4.2。

1.2 接收系统

接收系统由精密转台与荧光积分球组成，精密转台负责改变反射率测试时积分球的前后位置与角度。真空紫外条件下，为提高系统响应度，系统采用荧光积分球与滨松 R7378A 光电倍增管作为光信号接收端。

准直单色光直径约为 15 mm，积分球入光口直径 20 mm，探测器端接收开口 18 mm，符合积分球开口面积小于总面积 5%的限制。

对于一般的材料而言，真空紫外波段反射率很低，没有适合做真空紫外波段积分球的材料，而且很多探测器在这一波段响应度差。为提高探测器在真空紫外波段的响应度，对积分球内壁喷涂荧光物质，将真空紫外光束转换成探测器响应比较强的荧光辐射。见图 2。通过水杨酸钠膜层可提高光电倍增管响应度低的真空紫外波段的信号，可改善系统信噪比。

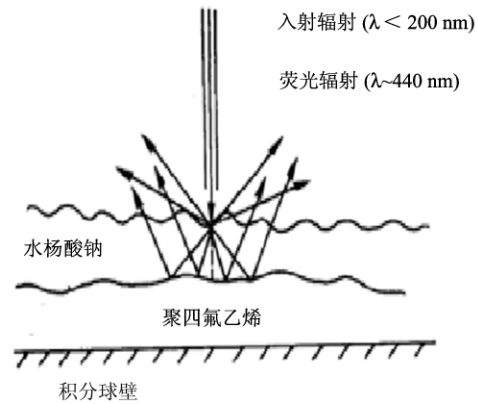

Fig. 2 The model of fluorescence conversion

荧光积分球采用 F4 基底喷洒水杨酸钠的方法。这种方法采用 F4 作为反射底膜，利用水杨酸钠将真空紫外辐射转换成 440 nm 附近的荧光辐射。水杨酸钠是荧光粉中的主要物质，它能够以晶体粉末的形式获得，可溶解于酒精。将水杨酸钠饱和溶液用喷雾器或者溅射枪喷射到积分球内壁光斑照射位置上，利用热枪连续把水杨酸钠液体吹干。这个流程可以产生很好的水杨酸钠晶体膜层，F4 表面覆盖水杨酸钠达到要求的厚度时停止喷射。膜层厚度一般取 1.5 $\mathrm{mg\cdot cm^{-2}}$，这一厚度适合 58.4～220 nm 波段吸收光谱得荧光效率，量子效率可达 40%以上[9,10]。

2 测量原理

真空紫外环境下，氘灯光源信号漂移严重，光学系统也存在一定的时间稳定性。测量反射率的过程中，反射光束光谱扫描与入射光束光谱扫描存在一定的时间差。两次扫描光谱的时间间隔 $\Delta t(\lambda)>10$ min，这将导致信号源的漂移、反射率测量精度低。因此，光源与单色仪的不确定性必须要加以修正。

为消除光源及单色仪光谱效率时间漂移对反射率测量精度的影响，采用双探测器光学比例补偿方案。双探测器光学比例补偿法是将光源经过单色仪后的单色光经过反射调制器将光束分成两路，反射的光路称为参考光路，直接通过的光路称为主光路。反射调制器是一圆形四叶扇面，每页扇面弧角与页扇间隔均为 45°，转轴位于扇面中心位置。工作时，单色光位于调制扇面的边缘位置，扇面按一定角速度转动时，主光路与参考光路调制频率一致。扇面边缘位置的光纤耦合器调将调制频率输入到锁相放大器，并以此调制频率作为主光路与参考光路信号的参考频率。测量入射光光通量时，主光路利用积分球测量球面镜入射信号与反射信号，参考光路由喷涂水杨酸钠的倍增管监视光源与单色仪信号变化，主光路与参考光路同时采集光信号。见图 3。

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

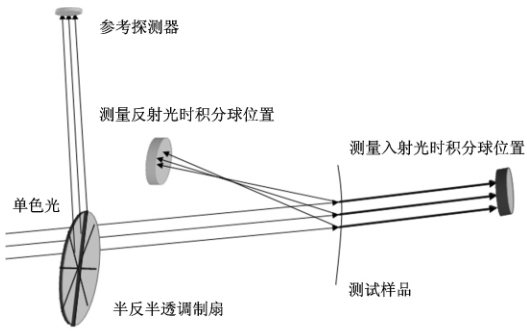

Fig. 3　The measurement schematic

图中，球面镜入射光信号值可以表示为

$$V_1 - V_{10} = \Phi_1 \tau_0 \tau_1 \eta_1 \rho_1 R \tag{1}$$

式中：V_1 为主光路探测器测量信号值，V_{10} 为暗电流，可由关闭单色仪出射狭缝测量主光路探测器输出获得，Φ_1 光源处的发光通量，τ_0 为分光系统传输效率，τ_1 为调制扇对主光路的传输效率，η_1 为测量球面镜入射光时水杨酸钠膜的量子效率，ρ_1 为真空紫外准直光经转换后积分球的传输效率，R 为主光路探测器响应。

参考光路信号值可表示为

$$V'_1 - V'_{10} = \Phi_1 \tau_0 \tau_2 R' \tag{2}$$

式中：V'_1 为参考光路探测器测量信号值，V'_{10} 为参考光路暗电流，τ_2 为分光系统与调制扇对参考光路的传输效率，R' 为参考光路探测器响应。

同理，球面镜反射信号值可以表示为

$$V_2 - V_{20} = \Phi_2 \tau'_0 \tau_1 R_0 \eta_2 \rho_2 R \tag{3}$$

式中：V_2 为测量反射光时主光路探测器测量信号值，V_{20} 为暗电流，Φ_2 为测量反射光时光源通量，τ'_0 为测量反射光时分光系统传输效率，R_0 为球面镜反射率，η_2 为测量球面镜反射光时水杨酸钠膜的量子效率，ρ_2 为球面镜反射光经荧光转换后积分球的传输效率。

测量反射信号时参考光路信号值

$$V'_2 - V'_{20} = \Phi_2 \tau'_0 \tau_2 R' \tag{4}$$

式中：V'_2 为测量反射光时参考路探测器测量信号值，V'_{20} 为参考光路暗电流。

式(1)比式(2)，可得

$$\frac{V_1 - V_{10}}{V'_1 - V'_{10}} = \frac{\Phi_1 \tau_0 \tau_1 \eta_1 \rho_1 R}{\Phi_1 \tau_0 \tau_2 R'} \tag{5}$$

式(3)比式(4)，可得

$$\frac{V_2 - V_{20}}{V'_2 - V'_{20}} = \frac{\Phi_2 \tau'_0 \tau_1 R_0 \eta_2 \rho_2 R}{\Phi_2 \tau'_0 \tau_2 R'} \tag{6}$$

式(6)比式(5)，化简可得

$$R_0 \frac{\eta_2 \rho_2}{\eta_1 \rho_1} = \frac{\dfrac{V_2 - V_{20}}{V'_2 - V'_{20}}}{\dfrac{V_1 - V_{10}}{V'_1 - V'_{10}}} \tag{7}$$

两次测量时水杨酸钠膜的量子效率稳定。对于积分球而言，调整积分球与样品距离，入射准直光束与反射光束在积分球内壁光斑大小一致时，准直光束与球面镜反射光束经水杨酸钠膜转化后经过朗伯散射传输效率稳定。球面镜反射率最终可表示为

$$R_0 = \frac{\dfrac{V_2 - V_{20}}{V'_2 - V'_{20}}}{\dfrac{V_1 - V_{10}}{V'_1 - V'_{10}}} \tag{8}$$

3　测量实验与结果

测量样品采用 Al+MgF_2 膜的真空紫外球面镜与同一批次镀膜的标准检测样品，球面镜曲率半径 300 mm。为保证反射率测量潜后积分球内壁光斑大小相同，积分球与样品距离调整为 300 mm。对系统抽真空后，单色仪调整波长位置，转台将样品移出光路，将积分球移入光路，对球面镜入射光通量进行测量。测量结束后，样品移入光路，并与入射光夹角成 8°，旋转探测器位置使之接收系统反射光束。转台控制过程与数据采集均可由测量软件自动完成。球面镜反射率测量结果见图 3。为验证测量结果准确性，利用 McPerson 公司 VUVaS2000 型紫外-真空紫外分光光度计测量了标准检测样品的反射率，测量结果见图 4。两次测量结果一致，偏差小于 1%，球面镜测试方法准确可行。

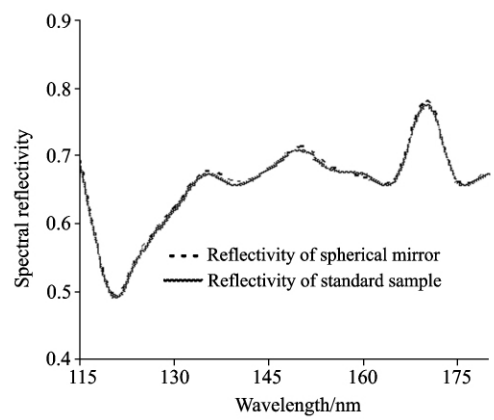

Fig. 4　The reflectivity comparison between spherical mirror and standard sample

4　重复性及不确定度分析

对样品进行 5 次光谱反射率测量，由标准偏差得出反射率测量重复性≤±0.3%，见表 1。

Table 1　The repeatability of spectral measurement

波长/nm	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	偏差/%
115	0.687	0.689	0.685	0.689	0.686	0.3
125	0.566	0.567	0.561	0.564	0.561	0.2
135	0.677	0.674	0.672	0.674	0.673	0.3
145	0.678	0.681	0.679	0.677	0.677	0.3
155	0.685	0.685	0.679	0.679	0.679	0.2
165	0.665	0.663	0.662	0.669	0.667	0.2
175	0.663	0.663	0.662	0.663	0.662	0.1

参照测量结果不确定度的规范[11]，对系统进行了不确定度分析。系统的主要不确定度来源包括单色仪波长重复

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

性，主光路探测器的线性，不同入射光斑的积分球效率，参考光路探测器的稳定性，杂散光，转台精度，见表2。利用单色仪反复寻找固定波长位置，观察探测器接收端信号变化，可得出波长重复性对系统的影响约为0.5%。主光路探测器线性利用计量院卤钨灯F508与440 nm滤光片(带宽20 nm)获得。倍增管高压不变，改变卤钨灯电压，观测探测器信号变化，相对于小动态范围(1～10)，倍增管的线性小于0.3%。对于不同入射光斑对积分球效率的影响，主要通过改变积分球与球面镜的距离获得不同的光斑，光斑大小在8～15 mm范围内时，积分球效率不确定度小于0.9%。经过测试转台精度对系统的影响小于0.6%。由于系统引入了锁相放大器，可抑制杂散光；积分球探测器窗口有石英滤光片，大大消除真空紫外杂散光对测试的影响。系统的组合不确定度约为1.3%。

Table 2 The systematic uncertainty

不确定度来源	相对不确定度/%
单色仪波长重复性	0.5
主光路探测器的线性	0.3
不同入射光斑的积分球效率	0.9
参考光路探测器的稳定性	0.5
杂散光	0.2
转台精度	0.6
组合不确定度	1.3

5 结 论

球面镜真空紫外光谱反射率测量系统的测量重复性小于±0.3%，不确定度约为1.3%，可实现球面镜光谱反射率的高精度测量，对真空紫外定量研究具有重要意义。

References

[1] LI Bo, LIN Guan-yu, ZHANG Ming-yu, et al(李 博，林冠宇，张明宇，等). Opt. Precision Eng.(光学精密工程), 2009, 17(3): 475.

[2] Riedel D, Delacour C, Mayne A J, et al. Phys. Rev. B, 2009, 80: 155451.

[3] NI Qi-liang, LIU Shi-jie, CHEN Bo(尼启良，刘世界，陈 波). Opt. Precision Eng.(光学精密工程), 2008, 16(10): 1886.

[4] YANG Ben-yong, ZHANG Li-ming, SHEN Zheng-guo, et al(杨本永，张黎明，沈政国，等). Opt. Precision Eng.(光学精密工程), 2009, 17(8): 1851.

[5] ZHANG Zhen-duo, WANG Shu-rong, LI Fu-tian, et al(张振铎，王淑荣，李福田，等). Opt. Precision Eng.(光学精密工程), 2008, 16(11): 2055.

[6] Shitormi Hiroshi, Saito Ichiro. Metrologia, 2009, 46(4): 186.

[7] Proctor James E, Barnes P Yvonne. Res. Natl. Stand. Technol., 1996: 101(5): 619.

[8] Hervé Piombini, Laurianne Caillon. Optical Review, 2009, 16(6): 571.

[9] Brandenberg W M. Applied Optics, 1970, 9(2): 451.

[10] Gunter William D, Jr Jaynes Dean N. Applied Optics, 1966, 6(2): 350.

[11] Cordero Raul R, Seckmeyer Gunther, Pissulla Darius, et al. Measurement Science and Technology, 2008, 19(4): 045104.

High-Precision Measurement of Spherical Mirror Reflectivity in Vacuum Ultraviolet Spectrum

LI Bo[1,2], WANG Shu-rong[1*], HUANG Yu[1]

1. Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, Changchun 130033, China

2. Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China

Abstract In order to directly measure the vacuum ultraviolet spectrum reflectance of spherical mirror a measurement system was established. The system consists of monochromatic light source with deuterium lamp of magnesium fluoride window and Seya-Namioka concave grating monochromator, optical compensator with reflection modulator and reference detector and the receiving system with 80 mm diameter fluorescence integrating sphere and precision turntable. The optical compensation eliminates the instability in monochromatic light source, and the fluorescence integrating sphere eliminates the impact of light spot sizes in the two measurements, and reduce the system energy loss. The system measures the spherical mirror reflectivity in 115～180 nm, and the measurement result show that the repeatability is less than ±0.3%, and the relative uncertainty is less than 1.3%. The spherical mirror reflectivity achieves high-precision measurement.

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

Keywords　Vacuum ultraviolet; Concave mirror; Spectral reflectivity; Measurement

* Corresponding author

(Received Apr. 23, 2010; accepted Aug. 2, 2010)

《光谱学与光谱分析》投稿简则

《光谱学与光谱分析》是由中国科协主管，中国光学学会主办，钢铁研究总院、中国科学院物理研究所、北京大学、清华大学共同承办的专业学术期刊。国内外公开发行，从 2004 年起为月刊，大 16 开本，2011 年仍为月刊，每期 288 页。《光谱学与光谱分析》主要报道我国光谱学与光谱分析领域内具有创新性科研成果，及时反映国内外光谱学与光谱分析的进展和动态；发现并培育人才；推动和促进光谱学与光谱分析的发展。为科教兴国服务。读者对象为从事光谱学与光谱分析的科研人员、教学人员、分析测试人员和科研管理干部。

栏目设置和要求

1. 研究报告　要求具有创新性的研究成果，一般文章以 8000 字（包括图表、参考文献、作者姓名、单位和中文、英文摘要，下同）为宜。

2. 研究简报　要求在前人研究的基础上有重大改进或阶段性研究成果，一般不超过 5000 字。

3. 评述与进展　要求评述国内外本专业的发展前沿和进展动态，一般不超过 10000 字。

4. 新仪器装置　要求介绍新型光谱仪器的研制、开发、使用性能和应用，一般不超过 5000 字。

5. 来稿摘登　要求测试手段及方法有改进并有应用交流价值，一般以 3000～4000 字为宜。

稿件要求

1. 投稿者请经本刊编委（或历届编委）一人或本专业知名专家推荐，并附单位保密审查意见及作者署名顺序，主要作者介绍。文章有重大经济效益或有创新者，请说明，同时注明受国家级基金或国家自然科学基金资助情况。

2. 来稿要观点明确、数据真实可靠、层次分明、言简意明、重点突出。来稿必须是网上在线投稿（含各种符号和外文字母大写、小写、正体、斜体；希腊字母、拉丁字母；上角、下角标位置应标清楚）。中文摘要以 300 字为宜，英文摘要以 2000 字符（相当于 300 个英文单词）为宜；另附关键词。要求来稿应达到“齐、清、定”，中文、英文文字通顺，方可接受送审。

3. 为了进一步统一和完善投稿方式、缩短论文发表周期，本刊在 **2007 年 7 月 1 日以后，**不再接收以邮寄方式或 e-mail 方式的投稿，**只收网上在线投稿**。严禁“一稿多投”，对侵权、抄袭、剽窃等学术不端行为，一经发现，取消三年投稿资格。

4. 文中插图要求完整，图中坐标、线条、单位、符号、图注等应标注准确、完整。如作者特殊要求需出彩色插图者，必须在投稿时事先加以说明，并承担另加的彩印费用。图幅大小：单栏图 7.5cm（宽）×6cm（高）；双栏图：14cm（宽）×6cm（高）；图中数字、图题、表题全部用中文、英文对照，图中数字、中文、英文全用 6 号字（另请备一份合格的图附在文章的后边）。

5. 文中出现的单位必须按“中华人民共和国计量标准”及有关 GB 标准规定缮写。物理量符号一律用斜体，单位符号和词头用正体字母。

6. 名词术语，请参照全国科学技术名词规定缮写。

7. 参考文献，采用顺序编码制，只列主要文献；以 15～20 条为宜。**内部资料、私人通讯、未经公开发表的一律不能引用。**日文、俄文等非英文文献，请用英文表述；中文文献和中文图书采用中、英文对照表述，文献缮写格式请参照本刊。

8. 请在投稿第一页左下角写明投稿联系人的**电话和两个 e-mail，以便及时联系。**

稿件处理

1. 自收到稿件之日起，一个月内作者会收到编辑部的稿件处理意见。请根据录用通知中所提出的要求认真修改，希望修改稿在 30 天内寄回编辑部，并作为作者最终定稿（**当作者接到校样时，以此修改稿为准进行校对，请勿再做大的改动**），若二个月内编辑部没收到修改稿，**将视为自行撤稿处理。**

2. 有重大创新并有基金资助者可优先发表；不录用的稿件，编辑部将尽快通知作者，底稿一律不退，请自留底稿。

3. 来稿一经发表将酌致稿酬并送样刊 1 册，本人文章 1 份当期封面及 6 份抽页。

4. 遵照“中华人民共和国著作权法”，投稿作者须明确表示，该文版权（含各种媒体的版权）授权给光谱学与光谱分析期刊社。国内外各大文献检索系统摘录本刊刊出的论文；凡不同意被检索刊物无稿酬摘引者，请在投稿时事先声明，否则，本刊一律认为已获作者授权认可。

5. 修改稿请寄：100081 北京市海淀区学院南路 76 号，光谱学与光谱分析期刊社（收）

电话：010-62182998 或 62181070　　传真：010-62181070

e-mail：chngpxygpfx@vip.sina.com；　修改稿专用邮箱：gp2008@vip.sina.com　网址：http://www.gpxygpfx.com

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net