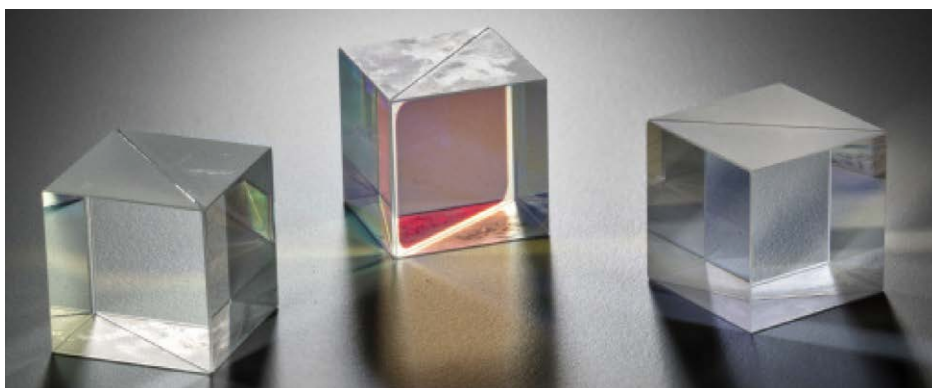


# 分束器和四分之一波长反射镜的质量控制

多层光学镀膜的多角度 UV-Vis-NIR 测量



## 作者

David Death  
Farinaz Haq  
安捷伦科技公司，澳大利亚

## 前言

光学镀膜和镀膜技术经过多年发展，在设计、生产和表征工艺方面已非常成熟。现在，光学镀膜已非常普及，从研究和空间光学到消费品和工业的应用中都能找到它的身影。光学镀膜应用广泛，包括眼镜、建筑和汽车玻璃、照明和灯光系统、显示器、滤光片、专业反射镜、光纤和通信，以及医用光学。光学镀膜的性能取决于镀膜的规格和基底材料。

设计和制造高质量多层光学镀膜不仅需要精确测量最终生产组件，还需要精确测量薄膜层中材料的光学常数。这些测量结果能够用于（有时）非常复杂的多层镀膜的详细设计。在生产结束时和生产过程中的测量结果也可以用于光学镀膜的逆向工程，提供有关设计制造工艺的反馈<sup>[1]</sup>。逆向工程的主要目的是检测单层参数中的系统误差和随机误差，有助于改善层控制，优化光学镀膜沉积。

光学镀膜的可靠逆向工程关键取决于对反射率和透射率的准确测量。过去，这类测量局限于垂直入射时的透射率 (T) 和/或接近垂直入射时的反射率 (R) 数据。正如预期的那样，随着镀膜数量的增加，多层逆向工程的不准确性也有所提高。一般而言，通过更多的数据测量可以尽可能减少逆向工程中的不准确性。在一系列入射角 (AOI) 下进行的 T 值和 R 值测量，对于薄膜材料的表征和多层镀膜的逆向工程都很有价值。大多数典型的逆向工程涉及与研究的镀膜相关的垂直或接近垂直入射 T 和 R 数据的详细数值分析。虽然该方法在实验上很简单，但由于接近垂直的 T 和 R 数据集中可用的信息有限，加上那些数据集中测量误差的影响，可能会导致结果不可靠<sup>[1]</sup>。特别是来自宽带反射器的反射率数据或来自宽带防反射 (AR) 镀膜的透射率数据，可以被视为此类低信息数据集的示例。过去，简单的垂直入射 T 值测量可以使用各种分光光度计实现，并且接近垂直入射 R 值测量可通过安装适当的反射附件以类似的方式实现。

本应用简报中使用独特的自动双光束 UV-VIS-NIR 多角度分光光度计 Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 展示了一种新型多角度光度光谱法，介绍了用于创建光谱分束器的多层镀膜和不同基底上两个 43 层四分之一波长膜堆反射镜的测量示例，以及通过获得的多角度光谱光度数据集实现的逆向工程分析。

## 实验部分

### 样品

三种不同镀膜的测量结果摘自 Amotchkina 等人的工作结果<sup>[2]</sup>。第一种镀膜 BS-AR-Suprasil 是一种专用分束器，设计用于 45° 的倾斜 AOI。将 52 层反射器沉积在 1 mm 厚的透明石英基底上。前表面镀膜规格要求在 935 nm 与 945 nm 之间的光谱透射率曲线大于 98% T，且在 967 nm 与 971 nm 之间大于 98% R。此外，在后表面上沉积了 10 层宽带 AR 镀膜。光

学镀膜通常由不同厚度的高折射率和低折射率材料的交替层叠而成。对于第一个样品，所用的高折射率材料为五氧化二铌 ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ )，低折射率材料为二氧化硅 ( $\text{SiO}_2$ )，使用 Leybold Optics GmbH Helios 磁控溅射系统进行镀膜沉积。

第二个和第三个样品均为由 43 层四分之一波长膜堆构成的高反射器，该反射器的设计波长为 800 nm。镀膜沉积在两种不同类型的基底上：6.35 mm 厚的熔融石英和 1.0 mm 厚的 B260 玻璃。样品名称分别为 HR800-FusedSilica 和 HR800-Glass。这些镀膜中使用的高折射率材料为二氧化铪 ( $\text{HfO}_2$ )，使用的低折射率材料为二氧化硅 ( $\text{SiO}_2$ )，在 Leybold Optics GmbH SYRUSPro 710 镀膜机中使用电子束蒸发进行镀膜沉积。

### 仪器

采用 Cary 7000 UMS (一款高度自动化的可变角度绝对镜面反射率和透射率紫外-可见-近红外分光光度计) 来获取成品镀膜的反射率和透射率。用户可以使用 Cary 7000 UMS 对样品 AOI 和检测器角度定位进行自动化独立电动控制，请参见图 1。这种对样品 AOI 和检测器位置的独立控制可实现对光学多层镀膜的快速、准确和自动化测量。

传统上，反射率和透射率测量使用不同的分光光度计附件进行。这样会导致测量反射率和透射率的样品部位不同。沉积工艺虽然严格受控，但并非完美，薄膜沉积的厚度不均匀。因此，随着镀膜厚度的变化，整个表面上的反射率和透射率测量结果可能会有所变化。在 Cary 7000 UMS 问世以后，现在可以在从 R 测量模式切换到 T 测量模式时，测量样品表面上同一点的 R 和 T 值，无需移动样品。此外，样品可以旋转 180°，实现正向和逆向静态透光率的测量。反射率测量中的 AOI 可以类似的方式改变至样品法线的任一侧，并且可以移动检测器，以便在  $\pm$ AOI 下进行 R 值测量。在任何一种情况下，R 和 T 值都可以从同一点测量，无需移除和替换分光光度计中的样品或更换为其他附件。

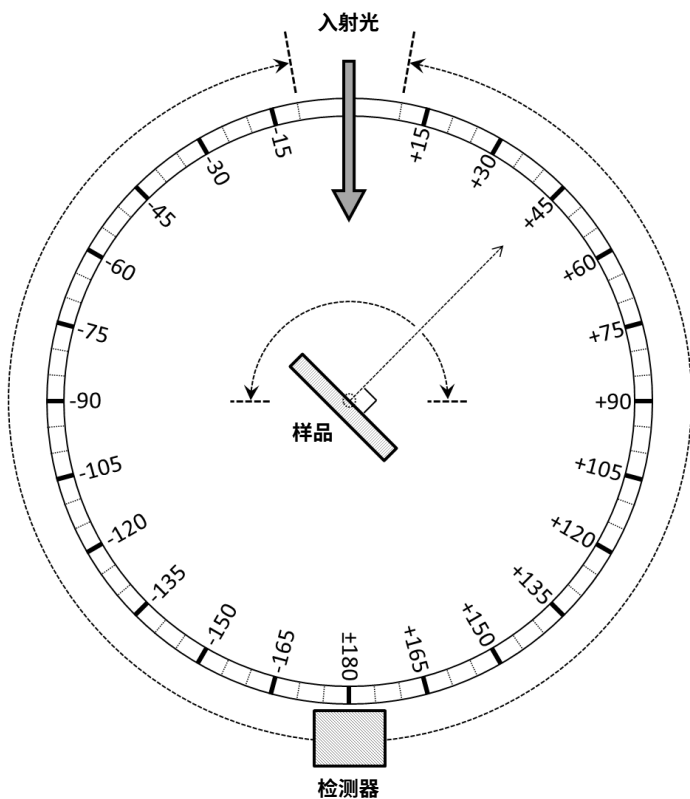


图 1. 样品上的 AOI 和检测器位置能够以 0.02° 的分辨率独立设置。样品上的 AOI 范围为 -85°~AOI~85°。检测器可以放置在 -10° 至 10° 的角度范围内。因此，Cary 7000 能够在 5°~|AOI|~85° 的范围内测定 R 值，并在 0°~|AOI|~85° 的范围内测定 T 值

## 结果与讨论

沉积时层厚度的细微变化，以及不同镀膜条件下所用材料的光学特性变化会导致光学镀膜的整体性能无法满足原始设计意图。光学镀膜的设计和分析使用精密的计算机软件包完成，这些软件包依赖于对各层物理厚度和构建镀膜的材料的光学常数的准确获取。本文所述的三种镀膜使用 OptiLayer 进行设计。OptiLayer 是一套软件，由设计多层镀膜、预测性能、表征光学材料，以及根据测量的透射率和反射率数据对镀膜进行逆向工程的模块组成。

一些现代镀膜机具有监测镀膜沉积时垂直入射透射率的装置<sup>[3-4]</sup>。这些在垂直入射条件下进行的原位测量可用作预测沉积镀膜的最终设计倾斜入射性能的基础。使用 OptiLayer 对这些原位数据进行详细分析，通常显示反射率和透射率谱带的定位与原始设计大体一致。但是，原位垂直入射测量不能真正替代成品镀膜的实际倾斜角 R 和 T 的测量。在他们的文章中，Amotchina 等人描述了使用 Cary 7000 UMS 进行的测量如何帮助他们实现对沉积镀膜的逆向工程，进而使用原位测量微调镀膜工艺，以期更符合镀膜的原始设计意图。

在 BSAR-Suprasil 分束器的示例中，主要的不确定性在于各层的厚度，因为 Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 和 SiO<sub>2</sub> 的光学特性已经得到了充分的了解。本研究采用 Cary 7000 UMS 对镀膜后的样品进行测量。镀膜规格要求分束器在 45° AOI 下使用。Cary 7000 UMS 可以从样品表面的同一部位测量多个不同 AOI 下的 R 和 T 值。增加数据集中的测量次数（更多 AOI）有助于降低镀膜结果逆向工程的不确定性，这些数据和分析，可以与原位测量关联起来，为镀膜沉积构建优化策略。最后，使用 Cary 7000 UMS 进行测量，验证优化效果。

图 2 比较了优化的 BSAR-Suprasil 分束器在 45° AOI 时的预测和实测光谱透射率（图 2(a)）。使用 Cary 7000 UMS 进行非偏振透射率测量。理论曲线 (OptiLayer) 与实测数据点之间的光谱一致性很高。峰高的差异主要来自用于采集实测数据的光谱带宽。实验中还进一步测量 30° AOI 下 BSAR-Suprasil 样品的 S 和 P 入射偏振光透射率，该数据与预测的光谱透射率一起显示在图 2(b) 中。测量值与理论值之间同样一致性很高。在 45° 和 30° 的倾斜 AOI 下进行的这些测量与模型预测之间的高度一致性，验证了基于原位垂直入射透射率测量来优化镀膜沉积的逆向工程和模型改进。

测量的第二个和第三个样品为设计成倾斜入射高反射器的多层四分之一波长堆膜反射镜的示例。每个反射镜由 43 层四分之一波长交替的二氧化铪 (HfO<sub>2</sub> — 高折射率材料) 和二氧化硅 (SiO<sub>2</sub> — 低折射率材料) 组成。样品之间的区别在于所用基底

的类型和厚度：HR800-FusedSilica — 6.35 mm 厚的熔融石英；HR800-Glass — 1 mm 厚的 B260 玻璃。在这些镀膜中，需要同时考虑二氧化铪的光学特性和单层厚度的不确定性。该反射镜同样设计用于 45° 倾斜 AOI 的非偏振入射光。

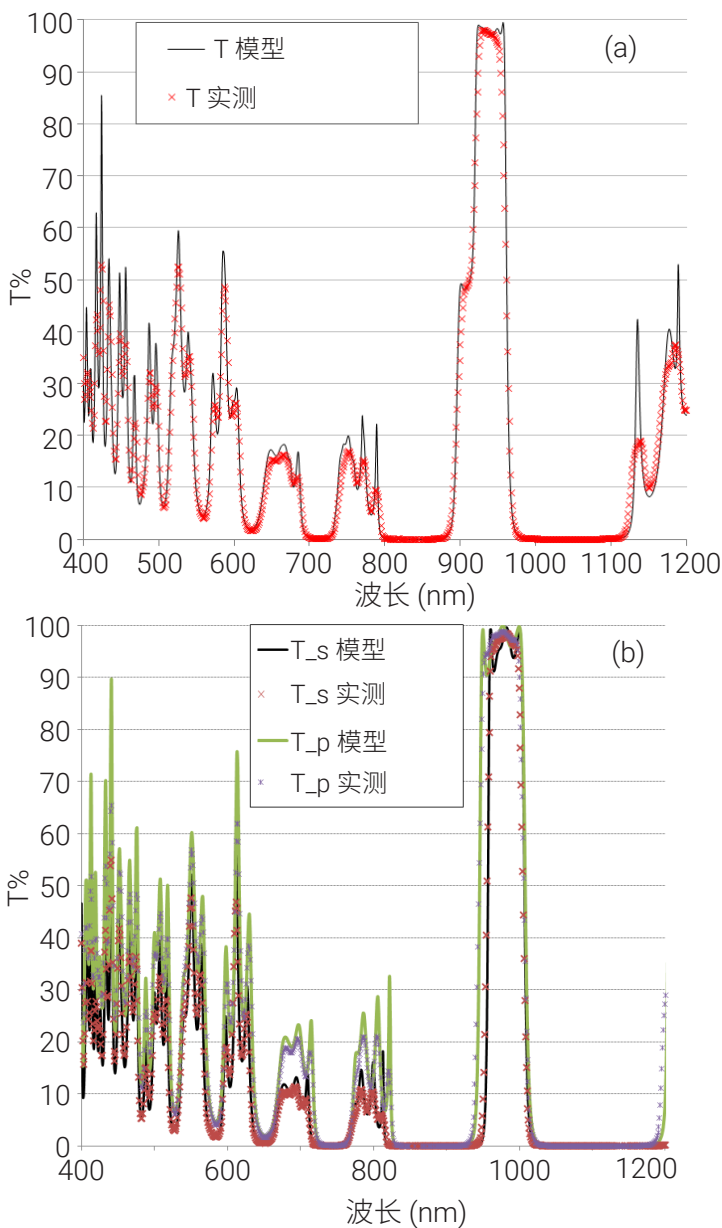


图 2. BS-AR-Suprasil 样品倾斜入射实验的透射率数据与模型透射率的比较：(a) 45° 非偏振光，(b) 30° s 和 p 偏振光

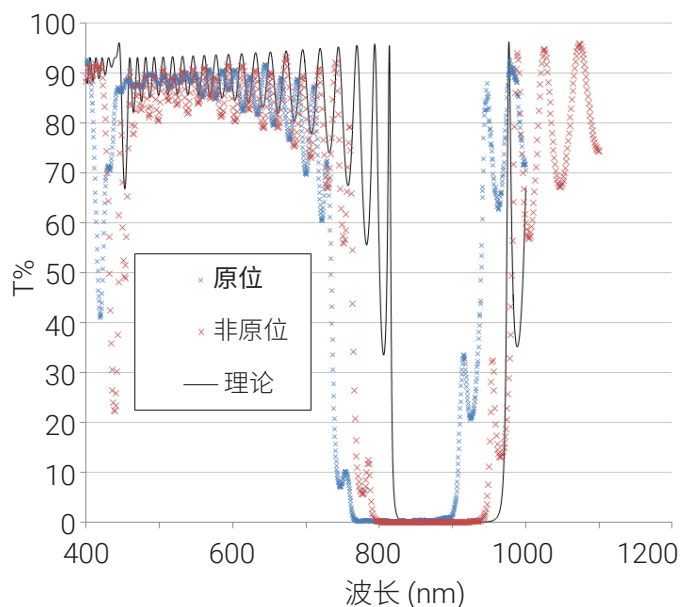


图 3. HR800-Glass 样品的原位垂直入射透射率、Cary 7000 UMS (非原位) 测量结果和理论透射率数据的比较

与第一个样品一样，使用 Cary 7000 UMS 测量这些样品，表征最终镀膜性能、优化镀膜策略并验证逆向工程分析结果。开发策略涉及在镀膜过程中对原位垂直入射测量结果进行逆向工程，以便即时进行调整。图 3 显示了材料和层厚度变化影响的示例，比较了所需设计规格与原位透射率及使用 Cary 7000 UMS 得到的未优化镀膜最终透射率的测量结果。从图中可以看出，三个数据集之间存在显著偏差。观察到的主要差异来自反射谱带向较短波长的偏移和反射谱带宽度的差异。

我们认为反射波段朝向较短波长的移位被是在沉积时低估了各个层的光学厚度。这可能与沉积层物理厚度的误差和/或层材料的光学特性（折射率和吸收系数）的不确定性有关。镀膜几何厚度的误差可能是由控制沉积的石英晶体层厚度监控仪校准不准确引起的。另一方面，材料性质的误差是由标称折射率随沉积温度的初始变化引起的。

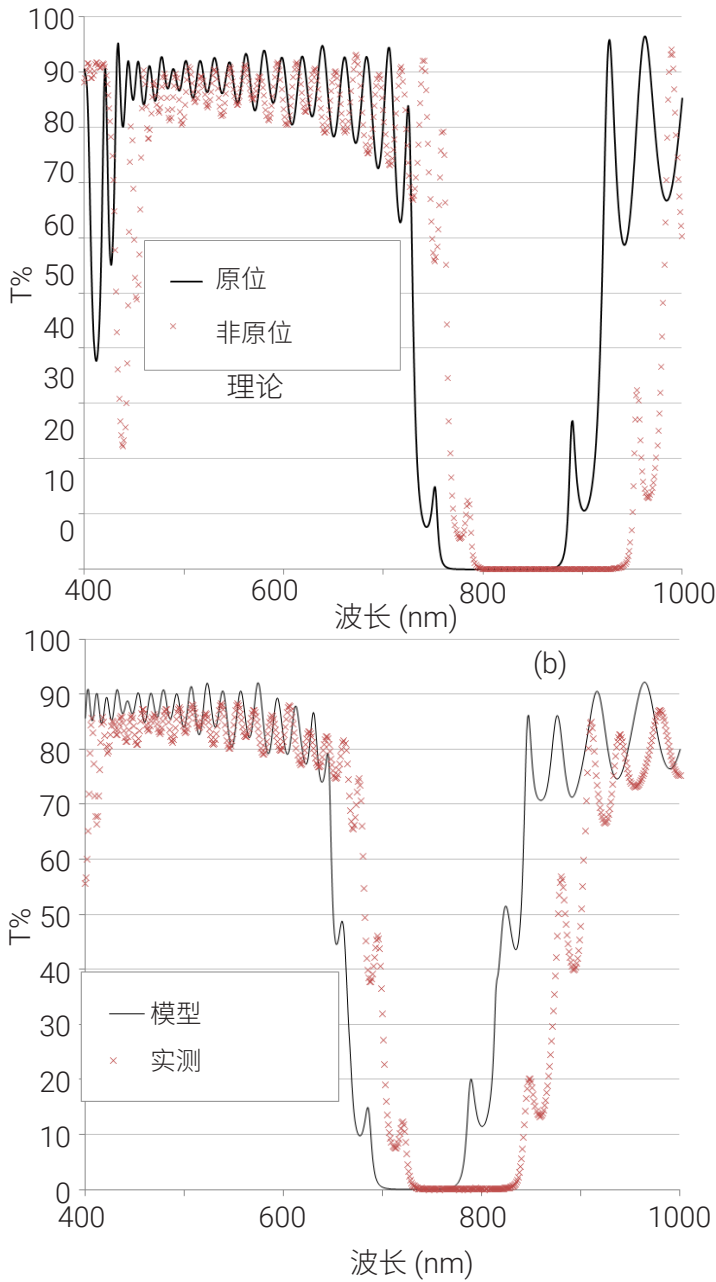


图 4. HR800-FusedSilica 样品相关的垂直 (a) 和 AOI = 45° (b) 实验透射率数据与针对中间设计计算的模型透射率数据的比较

HfO<sub>2</sub> 表现出折射率随沉积温度而变化, 并且在此实验中所用的相对较低的沉积温度 (120 °C) 下, 折射率值存在一定程度的不确定性。此外, 四分之一波长反射镜堆膜的反射谱带宽度取决于所用的高折射率与低折射率的比值<sup>[5]</sup>。在此基础上, 设计规格应得到的宽度为 126 nm。垂直入射原位测量的宽度为 133 nm, 而 Cary 7000 UMS 测量的宽度接近 143 nm。考虑到与二氧化硅层的光学特性和孔隙率相关的不确定性很小, 因此, 显然二氧化钬层的折射率大于镀膜模型结构中假设的值。HfO<sub>2</sub> 层的多孔结构可能是折射率明显偏高的原因。在真空下, HfO<sub>2</sub> 层的多孔结构保持为空, 折射率相应地较低。将镀膜暴露在大气中时, 孔隙结构中充满水蒸气, 进而提高了折射率。这一过程通常称为真空偏移<sup>[6]</sup>。考虑到层厚度的随机误差和 HfO<sub>2</sub> 层折射率的随机偏移, 可以相对准确地解释这些影响<sup>[2]</sup>。

图 4 比较了 6.35 mm 熔融石英基底上 800 nm 高反射镀膜 (HR800-FusedSilica) 的垂直和倾斜入射的实测透射率曲线与预测设计曲线。再次观察到波长位移, 但这次是向更长的波长方向偏移。高反射率区域的宽度也有所不同。对于该镀膜, 我们发现物理层厚度相对准确。在这种情况下, 反射谱带位置的偏移是由 HfO<sub>2</sub> 层的假设折射率值的不确定性造成的。由于 HfO<sub>2</sub> 与 SiO<sub>2</sub> 镀膜材料的相互扩散, HfO<sub>2</sub> 层被视为不均匀<sup>[1]</sup>。因此, 模型中纳入了各种 HfO<sub>2</sub> 折射率的随机变化, 重新计算了垂直和倾斜 (45°) 入射的预测透射率, 并与 Cary 7000 UMS 上得到的测量结果进行比较。

利用模型数据对垂直入射测量结果的最终拟合结果请参见图 5(a)。模型与测量值的拟合度尚可, 表明该模型仍有改进的空间。该模型考虑了沉积镀膜的所有主要特性, 但可以通过允许逐层材料不均匀程度的变化以及定义 HfO<sub>2</sub> 和 SiO<sub>2</sub> 材料的层间扩散来进一步改进。这种复杂程度不能基于一组特定入射角的透射率或反射率测量结果。Cary 7000 UMS 的特别之处在于能够提供给定样品的多角度 R 和 T 数据, 从而提高对这些效应进行建模的可靠性。



图 5(b) 比较了镀膜模型与 45° 时的实测透射率。结果表明，Cary 7000 UMS 测量结果与预测曲线一致性良好。此外，使用 Cary 7000 UMS 从 0° 到 45° AOI 以 5° 为间隔进行的所有角度测量确认了测量结果与模型之间的一致性很高。

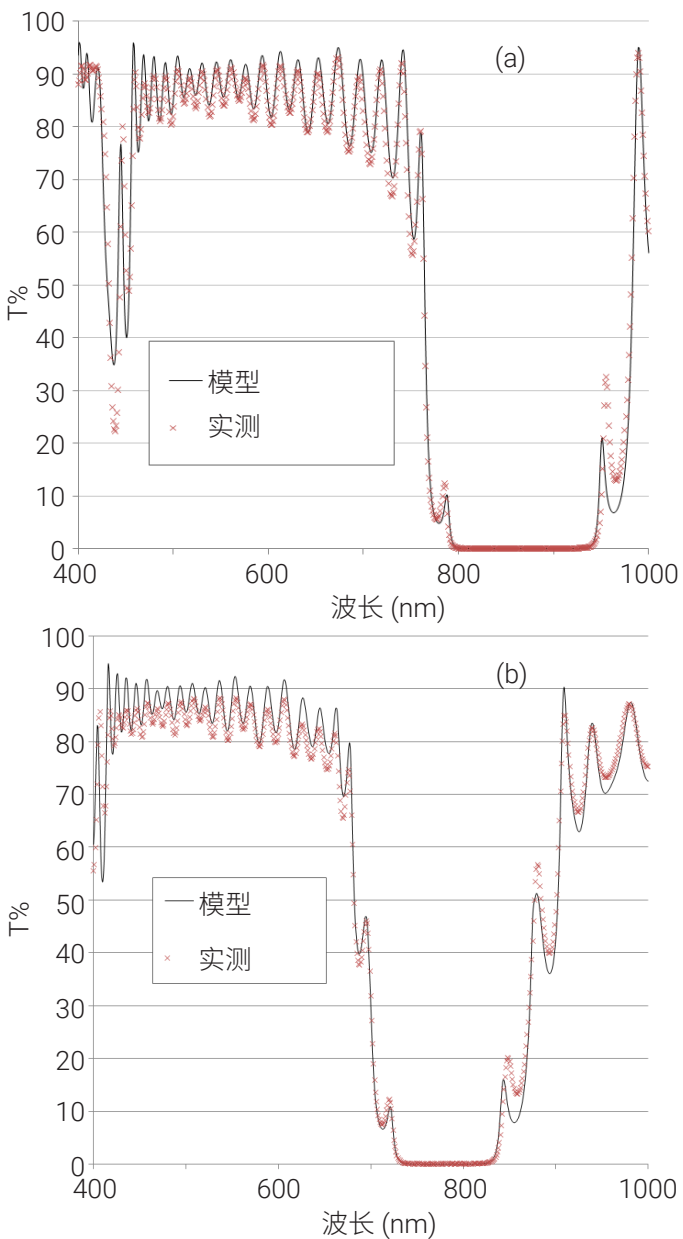


图 5. HR800-FusedSilica 样品相关的垂直 (a) 和倾斜入射 AOI = 45° (b) 实验透射率数据与模型透射率的最终拟合

图 6 显示了 800 nm 波长下 S 和 P 偏振光的实测透射率与计算透射率之间的残差。可以看出，Cary 7000 UMS 测量所得的绝对透射率与模型预测值之间一致性良好。

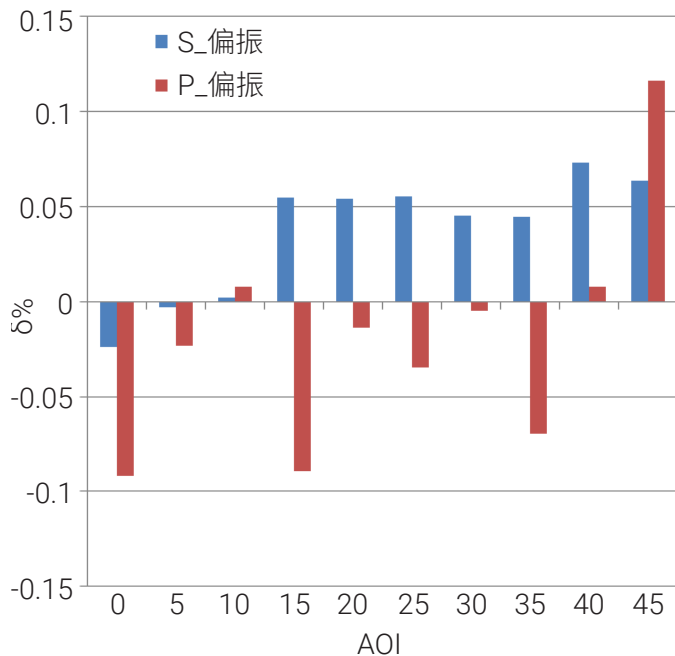


图 6. HR800-FusedSilica 样品在 800 nm 波长下，不同 AOI 下的实验和模型透射率测量数据之间的残差

## 结论

结果表明，Cary 7000 UMS 可作为测量和表征复杂多层光学镀膜的重要工具。Cary 7000 UMS 可独立、自动化控制样品旋转和检测器位置，具有无需移动样品即可测量不同角度下反射率和透射率的独特能力。自动偏振器设备提供了额外的优势，能够同时处理 S 和 P 偏振光测量，所有入射光都是在样品表面完全相同的位置完成测量。Cary 7000 UMS 便捷易用，可在完全无人值守的情况下运行并生成准确数据，是光学镀膜 QA/QC 环境的理想候选方案。

Amotchkina 等人展示了光学镀膜的多角度准确测量对于复杂光学镀膜的准确表征、控制和优化的价值。此类测量支持在镀膜沉积中采用复杂的优化策略并验证优化策，特别是对于倾斜入射应用的镀膜。这些策略通常涉及在垂直入射条件下进行原位测量，然后仅根据有限的数据集对镀膜进行逆向工程。Cary 7000 UMS 可提供一系列角度的准确测量结果，实现优化和验证。

## 参考文献

1. A.V. Tikhonravov, T.V. Amotchkina, M.K. Trubetskov, R.J. Francis, V. Janicki, J. Sancho-Parramon, H. Zorc and V. Pervak, Optical characterisation and reverse engineering based on multiangle spectroscopy, *Appl. Opt.* 51(2), 245-254 (2012)
2. T.V. Amotchkina, M.K. Trubetskov, A.V. Tikhonravov, S. Schlichting, H. Ehlers, D. Ristau, D. Death, R.J. Francis, and V. Pervak, Quality control of oblique incidence optical coatings based on normal incidence measurement data, *Optics Express*, 21, 18, 21508–21522 (2013)
3. D. Ristau, H. Ehlers, S. Schlichting, and M. Lappschies, State of the art in deterministic production of optical thin films, Proc. SPIE 7101, 71010C, 71010C-14 (2008)
4. H.E. Ehlers, S.S. Schlichting, C.S. Schmitz and D.R. Ristau, Adaptive manufacturing of high-precision optics based on virtual deposition and hybrid process control techniques, *Chin. Opt. Lett.*, 8, 62–66 (2010)
5. S.A. Furman and A. V. Tikhonravov, Basics of Optics of Multilayer Systems, Editions Frontieres (1992)
6. O. Stenzel, S. Wilbrandt, S. Yulin, N. Kaiser, M. Held, A. Tunnermann, J. Biskupek, and U. Kaiser, Plasma ion assisted deposition of hafnium dioxide using argon and xenon as process gases, *Opt. Mater. Express*, 1(2), 278–292 (2011)

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

DE.6843055556

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2020  
2020年4月15日，中国出版  
5991-40302HCN

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

