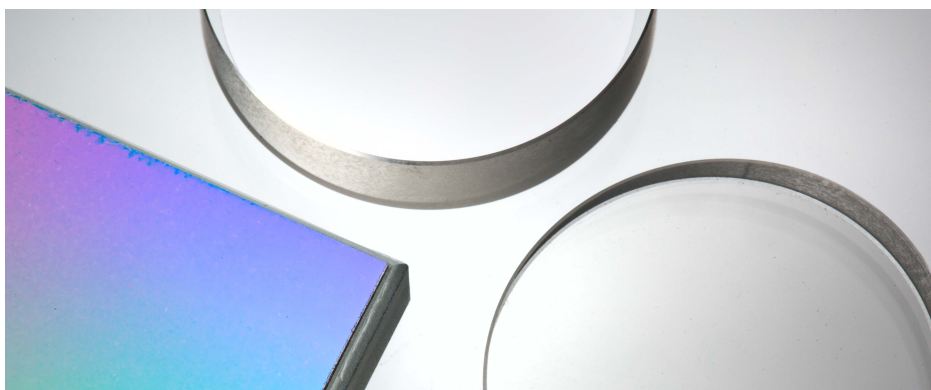


## 薄膜的光学表征

采用配备全能型测量附件的 Agilent Cary UV-Vis-NIR 分光光度计



### 作者

Robert Francis 和 Travis Burt  
安捷伦科技公司  
澳大利亚维多利亚州马尔格雷夫

### 前言

该研究的详细情况首次发表在《应用光学》2012年1月10日号（总第51卷，第二期）上<sup>[1]</sup>。

精确测定薄膜和多层镀膜的光学参数（使用光学镀膜的逆向工程）对于生产高质量的产品至关重要。这些数据可以给设计和生产环节提供反馈。对每一层依次进行评估后得到的逆向工程结果可以用来调整沉积参数，重校监测系统，改善对各层的厚度控制。

通常是使用紫外-可见-近红外 (UV-Vis-NIR) 或傅里叶变换红外 (FTIR) 分光光度法进行光学表征，对透明基板上的薄膜样品垂直入射或接近垂直入射时的透射率 (T) 和/或反射率 (R) 的数据进行分析。然而，基于垂直入射的透射率和反射率测量的光学表征以及基于垂直或接近垂直入射的透射率和反射率测量数据的可靠的逆向工程仍然十分困难。

本应用简报展示了使用配备全能型测量附件 (UMA) 的 Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 分光光度计, 将多角度光谱光度数据用于单层薄膜光学表征和多层光学镀膜逆向工程的适用性。表征致密的薄膜、磁控溅射生产的多层膜和电子束 (e-beam) 蒸发薄膜通常是比较困难的。这些数据也可以通过 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 采集到。

## 实验部分

### 样品

本研究测量了两组使用两种不同沉积技术的实验样品：磁控溅射和电子束蒸发。详情可参阅参考文献 1。

### 仪器

- Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 分光光度计
- 安捷伦全能型测量附件

UMA 是高度自动化的可变角度镜面反射和透射系统, 样品、检测器和偏振器位置可完全通过软件控制。通过对入射光多种可控角度 ( $0^{\circ}$ – $85^{\circ}$  %T,  $5^{\circ}$ – $85^{\circ}$  %R) 的透射率 (%T) 和绝对反射率 (%R) 测量, 它可以准确、快速和完整地提供样品的光学特性。能测量到照射样品的线偏振光的透射率。在入射平面上以样品为圆心移动检测器组件, 可以测量绝对反射率。UMA 的这种多模式测量特性提高了分析效率, 并使样品表征更为精确。UMA 的示意图如图 1 所示。

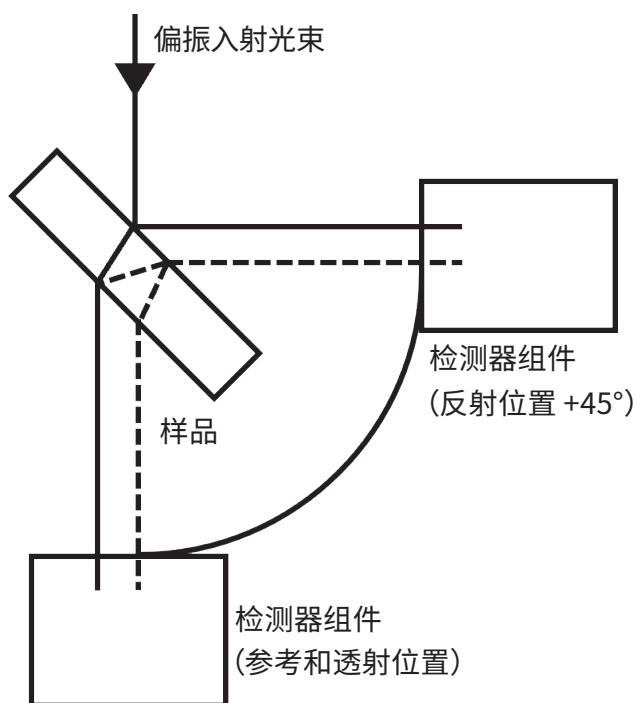


图 1. 安捷伦 UMA 示意图, 一种绝对可变角度反射率和透射率测量附件

## 结果与讨论

s 偏振光和 p 偏振光在 300–2500 nm 光谱范围内, 以  $7^{\circ}$ 、 $10^{\circ}$ 、 $20^{\circ}$ 、 $30^{\circ}$  和  $40^{\circ}$  的入射角度, 对样品进行了多角度光谱光度测量。在本研究的所有光学表征和逆向工程流程中, 仅采用了光谱范围 330–1100 nm 的测量数据。因为波长高于 1100 nm 时, 基板吸收明显, 使得对准确度的估算变得不可靠。

### 高密度电介质薄膜

使用了 UMA 来获取磁控溅射前处理的  $Ta_2O_5$  和  $SiO_2$  薄膜的多角度光谱光度数据, 以对其进行光学表征。表 1 中给出了各项光学表征的数值: 在  $\lambda = 600$  nm 处测量了薄膜的厚度和折射率。在不同的入射角、不同偏振态下测得的透射率和反射率数据具有很好的一致性。表 1 中列出的这两种材料的厚度和折射率 (n) 平均值的偏差均小于 0.1%。

表 1. 使用安捷伦 UMA，通过在倾斜入射光情况下测得的 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 和 SiO<sub>2</sub> 膜的透射率和反射率而得到的膜的参数

| 偏振态/入射角 | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> |            | SiO <sub>2</sub> |            |
|---------|--------------------------------|------------|------------------|------------|
|         | 物理厚度 (nm)                      | n (600 nm) | 物理厚度 (nm)        | n (600 nm) |
| s, 7°   | 292.3                          | 2.162      | 401.4            | 1.486      |
| s, 10°  | 292.5                          | 2.160      | 401.7            | 1.485      |
| s, 20°  | 292.4                          | 2.161      | 401.5            | 1.484      |
| s, 30°  | 292.4                          | 2.161      | 401.9            | 1.484      |
| s, 40°  | 292.4                          | 2.161      | 401.6            | 1.483      |
| p, 7°   | 292.7                          | 2.159      | 401.9            | 1.484      |
| p, 10°  | 292.5                          | 2.160      | 401.4            | 1.485      |
| p, 20°  | 292.5                          | 2.160      | 401.5            | 1.484      |
| p, 30°  | 292.5                          | 2.160      | 401.9            | 1.486      |
| p, 40°  | 292.4                          | 2.161      | 401.7            | 1.483      |

### 多角度光谱逆向工程的可靠性

为了验证基于多角度光度数据逆向工程的可靠性，我们分析了一个特制的 15 层四分之一波长反射镜，Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 和 SiO<sub>2</sub> 分别作为高和低折射率材料。镜子通过磁控溅射生产，通过溅射时间来监控层厚。镀层沉积过程中，故意分别将第三、第八、第十四和第十五层的偏差定为 +5%、-7%、-5% 和 +5%。随后使用 UMA 测定了各种组合，所有情况下均能可靠地测得故意引入的厚度偏差<sup>[1]</sup>。图 2 所示是结果一致性的一个典型例子。

### 多角度光谱用于非均相电子束蒸发薄膜的光学表征

我们还将多角度光谱光度测量法用于测量不同厚度电子束蒸发的 HfO<sub>2</sub> 和 SiO<sub>2</sub> 膜的光学参数。这是借助于专门前处理的多层膜反射镜的逆向工程而实现的。从结果中我们发现，电子束蒸发 HfO<sub>2</sub> 膜的光学性能依赖于膜的厚度。所有的逆向工程尝试均得到了一致的结果。逆向工程方法得到的 SiO<sub>2</sub> 折射率相对于单一 SiO<sub>2</sub> 层的标称折射率的偏差范围为 1.5%–1.7%。同时，我们还观察到 HfO<sub>2</sub> 层的折射率也具有很好的一致性。

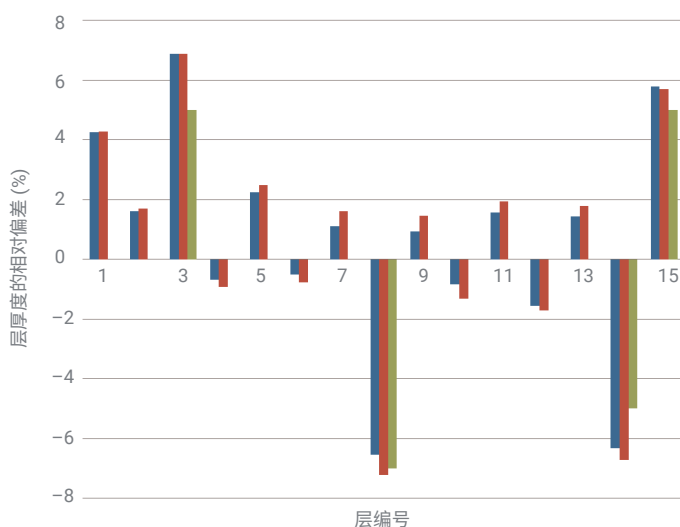


图 2. 15 层四分之一波长反射镜的各层厚度偏差对比，结果基于 7°、10°、20°、30° 和 40° 入射角的反射率和透射率数据，蓝条代表 s 偏振光，红条代表 p 偏振光。绿条代表第三、第八、第十四和第十五层厚度的计划偏差

通过独立的斜射透射率和反射率测量而得到的 HfO<sub>2</sub> 膜折射率的变异不超过 0.5%。从图 3 中可以看出，测得的 HfO<sub>2</sub> 膜的折射率的波长依赖性与先前的研究一致<sup>[2]</sup>。这更加确认了之前结论，即 HfO<sub>2</sub> 膜的结晶状态依赖于膜的厚度<sup>[3,4]</sup>。正如这些参考文献指出的，较薄的薄膜基本上是无定形的，较厚的薄膜是部分结晶的，薄膜越厚，结晶程度越大。这就解释了本研究中使用的 HfO<sub>2</sub> 薄膜折射率存在差异，即单层结构中，其厚度为 197 nm，而多层结构中，其厚度约为 50 nm。

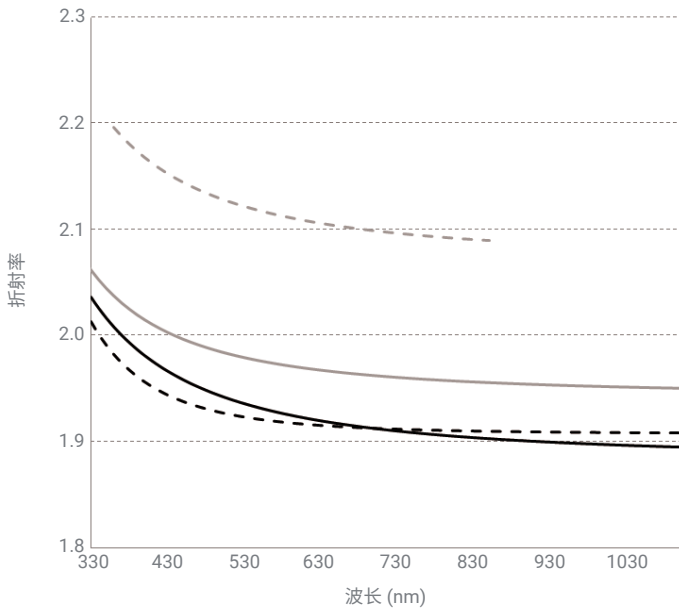


图 3. 电子束蒸发  $\text{HfO}_2$  膜标称折射率的波长依赖性 (实心黑色曲线), 以及参比的射频溅射 (灰色曲线) 和离子束溅射 (灰色虚线) 得到的  $\text{HfO}_2$  膜折射率的波长依赖性。黑色的虚线代表 12 层四分之一波长反射镜的相关测量数据得到的  $\text{HfO}_2$  薄膜的折射率

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)

[www.agilent.com/chem/cary5000](http://www.agilent.com/chem/cary5000)

DE64562306

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, 2013, 2022  
2022 年 12 月 29 日, 中国出版  
5991-1356ZHCN

## 结论

本文研究了多角度光谱在薄膜的光学表征和多层镀膜逆向工程中的适用性。安捷伦 UMA 作为先进的分光光度附件 (安装在 Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 分光光度计上), 可以提供多角度、S 偏振态和 P 偏振态下的反射率和透射率数据。验证了测量数据的准确性, 并证实了从紫外到近红外的宽光谱范围内, 在入射角最高达到  $40^\circ$  的情况下, 所有的测量数据均具有很好的准确性。

与传统的光谱分析相比, 多角度光谱光度测定为研究人员提供了更多的实验信息。本研究表明, UMA 分光光度计附件可以为各种光学镀层的表征及逆向工程问题的解决提供实验信息。

对各种组合的多角度光谱数据的比较分析为取得的结果提供了自证。多角度光谱光度测定法是倾斜照射或在发散光照射下分析光学镀层的完美工具。

## 参考文献

1. Tikhonravov, A. et al. Optical Characterization and Reverse-engineering Based on Multiangle Spectroscopy. *Appl. Opt.* **2012**, 51(2), 245–254
2. Tikhonravov, A. et al. Optical Parameters of Oxide Films Typically Used in Optical Coating Production. *Appl. Opt.* **2011**, 50, C75–C85
3. Modreanu, M. et al. Solid Phase Crystallisation of  $\text{HfO}_2$  Thin Films. *Mater. Sci. Eng. B* **2005**, 118, 127–131
4. Modreanu, M. et al. Investigation of Thermal Annealing Effects on Microstructural and Optical Properties of  $\text{HfO}_2$  Thin Films. *Appl. Surface Sci.* **2006**, 253, 328–334