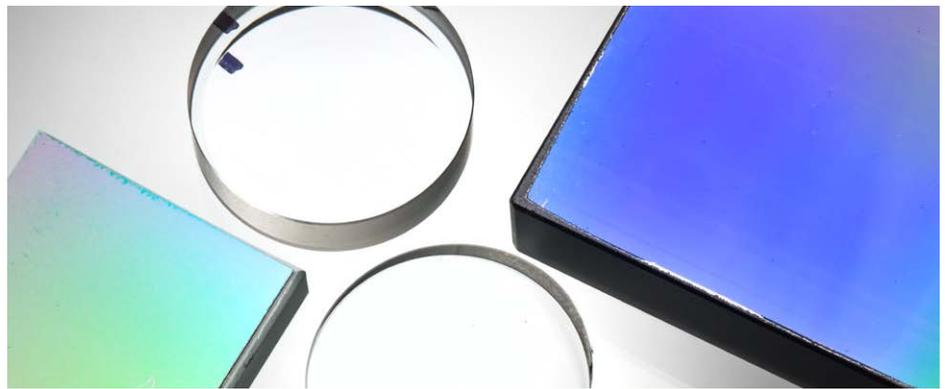


深入分析薄膜的光学特性

使用 Agilent Cary 全能型测量附件解决光谱振动问题



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

关于此项工作的更多详细信息首次发表于 Optics Express 16129, 2012 年 7 月 2 日, 第 20 卷, 14 号^[1]。

高质量多层光学镀膜的设计师和制造商需要使用可靠的方法来准确测量薄膜材料的光学常数。他们通常使用紫外-可见-红外分光光度计测得样品在标准入射和接近标准入射情况下的透射率 (T) 和反射率 (R)。了解所生成数据的准确度和任何误差的来源 (随机或系统) 将可以得到更可靠的样品表征数据^[2,3]。

测量数据集中每一个点的随机误差（随机噪音）都会有所不同，文献^[2]中已经指出，随机误差对于表征结果影响很小。但是，系统误差一般来说会造成光谱表征偏移，或导致 T 和 R 曲线的大幅度波长变化，尤其对于薄膜参数精确测定的影响更为显著^[2]。

通过公式 $TL(\lambda) = 100\% - R(\lambda) - T(\lambda)$ 计算薄膜样品^[4,5]总损耗 (TL)，便可获悉关于数据准确度的重要信息。通常，在基底和薄膜不吸收和不散射的光谱范围内，总损耗为零，而在薄膜有吸收的区域， $TL(\lambda)$ 会随着波长增加而减小。

分析总损耗谱时，经常会观察到光谱振荡，这会使人对数据质量产生怀疑。此类振荡的来源包括：

- 测量 T 和 R 时的入射角 (AOI) 不同
- 薄膜吸收和干扰
- 镀膜厚度轻微不均匀

文献^[1]中讨论了总损耗中振荡来源的完整报告。本应用简报展示了配备全能型测量附件 (UMA) 的 Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 分光光度计如何创新地在不移动样品的情况下测量薄膜特性 T 和 R。

实验部分

样品

使用磁控溅射设备 Leybold Optics HELIOS，在直径 25 mm、厚度 6.35 mm 的透明石英基底上沉积一个 292 nm 厚的 Ta_2O_5 薄膜^[1]。此外，还使用了预先前处理的厚度不均匀 Ta_2O_5 薄膜。测量了 7° 和 10° 时 s 偏振光的透射数据，以及 10° 时 s 偏振光的反射数据。

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全镜面反射和透射系统。能测量到照射样品的线偏振光的透射率，然后以样品为轴将检测器旋转到反射光的位置来测量反射率，如图 1 中所示。因此，可对样品上的同一点测量 T 和 R。UMA 附件具备的这种多重测量模式功能，能够对薄膜进行更准确、更快速和更完整的光学表征。也可以使用 Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 采集此数据。

结果与讨论

过去，反射率和透射率的测量需要使用安装不同附件的分光光度计。在实际操作中，需要测量样品表面的多个区域。如果薄膜沉积过程中薄膜厚度不均匀，那么反射率和透射率测量会受到影响。

随着 UMA 附件的诞生，现在可在样品的同一个位置测量透射率和反射率，有效解决了光谱振荡的误差来源。在此研究中，我们使用配备 UMA 附件的 Agilent Cary 5000 双光束 UV-Vis-NIR 分光光度计，得到 s 偏振光在 7° 和 10° 入射角时的透射率以及 s 偏振光在 10° 入射角时的反射率。为了验证 UMA 附件的能力，几个月后我们使用另一个 UMA 和不同的样品支架对同一样品进行了重新分析。

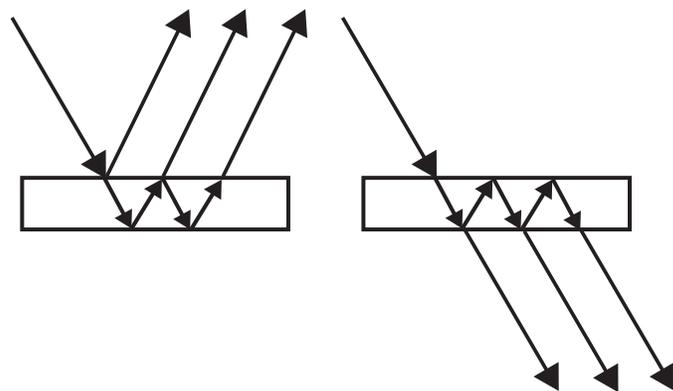


图 1. 安捷伦 UMA 附件工作原理示意图，一个变角反射和透射附件，可测量上表面和下表面的反射率（左图）以及直接透射率和内反射透射率（右图）

第一个实验考虑到计算 TL 需要测量 T 和 R，可以使用第一个 UMA，在不同入射角下得到，再根据以下公式进行计算： $TL^{(s)}(\lambda) = 100\% - T^{(s)}(7^\circ, \lambda) - R^{(s)}(10^\circ, \lambda)$ 。该实验的总损耗在图 2A 中标出（红线）。可以清晰地观察到约为 0.4% 的振荡幅度。图 2A 中的实心曲线（黑线）代表基于 7° 和 10° 入射角得到的 T 和 R 计算出的总损耗的理论预测结果。图 2A 中实验和理论结果具有很好的一致性。这种一致性证实了光谱振荡仅源于入射角的差异，而样品厚度不均匀对总损耗不产生影响。

图 2B 显示了实验总损耗，由测得的相同入射角下的透射率和反射率通过以下公式计算得出： $TL^{(s)}(\lambda) = 100\% - T^{(s)}(7^\circ, \lambda) - R^{(s)}(7^\circ, \lambda)$ 。

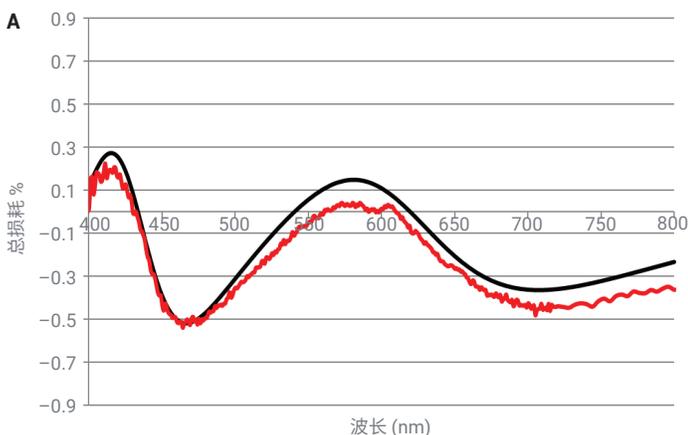


图 2. (A) 比较两组数据：由实验数据计算得到的 $TL^{(s)}(\lambda) = 100\% - T^{(s)}(7^\circ, \lambda) - R^{(s)}(10^\circ, \lambda)$ 和由理论公式^[1]计算得到的 $TL^{(s)}AOI(\lambda)$ 。(B) 由实验数据计算得到的总损耗 $TL^{(s)}(\lambda) = 100\% - T^{(s)}(7^\circ, \lambda) - R^{(s)}(7^\circ, \lambda)$

可以清晰地观察到振荡的消失。这进一步证明，当 T 和 R 的测量结果来自相同的样品点时，厚度的不一致性并不影响总损耗。

第二个实验中的 T 和 R 数据来自使用新样品架的原样品，并使用了不同 UMA 附件的 Cary 5000 分光光度计。图 3A 的实心黑线代表使用 UMA 得到的数据。

相同的样品 4 个月后使用不同的 UMA 再次分析，其结果用红线表示。从直观结果上看，两个数据系列难以分辨，证明在多个 UMA 之间可实现出色的重现性。这让我们有理由信任来自不同 UMA/UMS 系统的结果，例如，制造环境里可以使用不同的仪器。

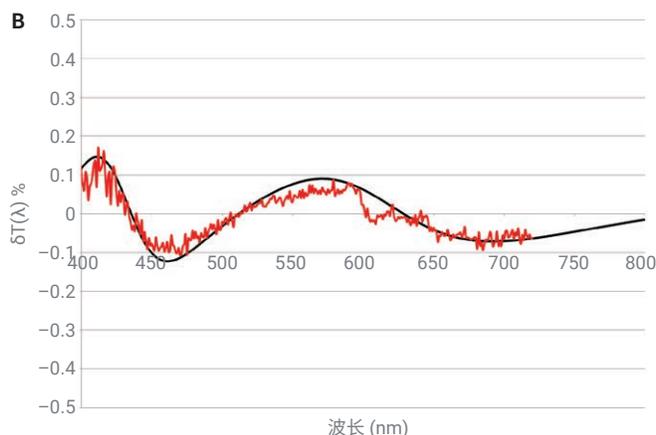
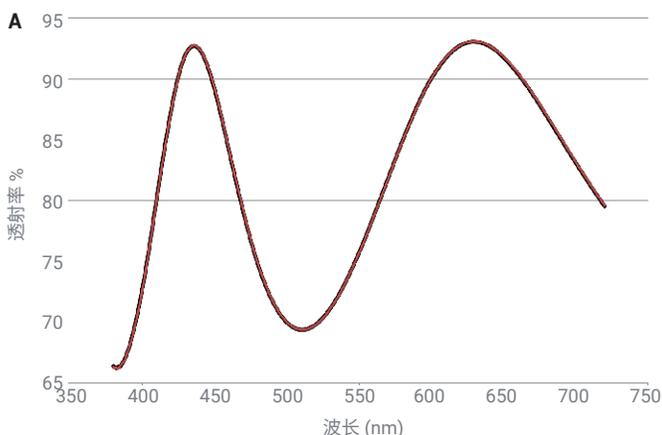
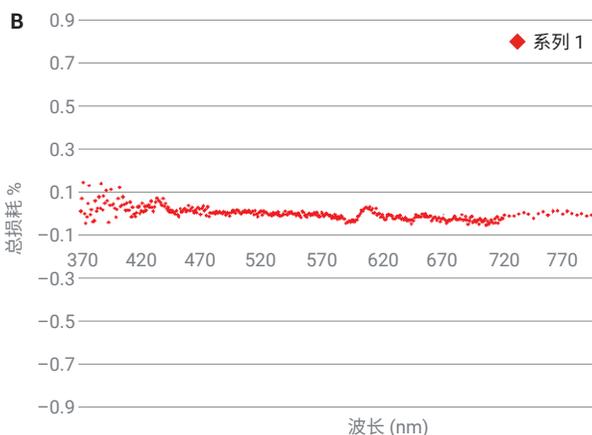


图 3. (A) 带有不同 UMA 附件的两个 Agilent Cary 5000 分光光度计得到的两个透射光谱对比。光谱数据来自相同的 Ta_2O_5 样品。(b) 公式 $T^{(s)}(\lambda) = T^{(s,1)}(7^\circ, \lambda) - T^{(s,2)}(7^\circ, \lambda)$ 计算出的实验结果（红线）和理论结果（黑线）相等^[1]

图 3B 中给出了两个透射光谱之间的差异。可以清晰地观察到约为 0.15% 的振荡幅度。图 3B 中的实心曲线（黑线）表示 $\Delta d = -0.3$ nm 时理论估算的总损耗。膜厚度 ($d = 292$ nm) 的不均匀度大约为 0.1%。这与 HELIOS 沉积设备厚度不均匀水平完全一致。

结论

总消耗谱的振荡原因之一来自薄膜样品厚度的不均匀。不过，与测量透射率和反射率时入射角 (AOI) 的误差相比，此类误差的影响较小。AOI 误差可以使用配有先进分光光度测量附件的 Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 分光光度计进行消除（由安捷伦科技研制）。UMA 附件是一个可变角度镜面反射和透射系统，不需要移动样品或照射到样品上的入射光即可得到 T 和 R 数据。

本报告中展示的结果显示在消除了入射角差异之后，残留振荡已经非常细微，并且与理论值有极好的一致性。这一结果证实，凭借这款能在所研究样品同一位置测量 T 和 R 的仪器，样品厚度不均一对总损耗没有任何影响。安捷伦最新推出的多角度分光光度计可为研究人员表征薄膜提供更准确的光谱信息，见您前所未见。

参考文献

1. Amotchkina, T. V. et al. Oscillations in Spectral Behavior of Total Losses (1-R-T) in Thin Dielectric Films. *Optics Express*, 2 July **2012**, 20(14), 16129–44
2. Tikhonravov, A. V. et al. Effect of Systematic Errors in Spectral Photometric Data on the Accuracy of Determination of Optical Parameters of Dielectric Thin Films. *Appl. Opt.* **2002**, 41, 2555–2560
3. Woollam, J. Ellipsometry, Variable Angle Spectroscopic, *Wiley Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering*, J. Webster, ed. (Wiley, New York, 2000). Supplement 1
4. Tikhonravov, A. V. et al. Optical Parameters of Oxide Films Typically Used in Optical Coating Production. *Appl. Opt.* **2011**, 50, C75–C85
5. Tikhonravov, A. et al. Reliable Determination of Wavelength Dependence of Thin Film Refractive Index. *Proc. SPIE* **2003**, 5188, 331–342

查找当地的安捷伦客户中心：

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

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com/chem/cary5000

DE92672129

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
5991-2111ZHCN