

## 两种层状结构的光学特性和厚度

使用配备 UMA 附件的 Cary 5000 测量折射率和薄膜厚度



### 作者

Kozlova N.S., Kozlova A.P.,  
Zabelina E.V., Goreeva Zh.A.,  
Didenko I.S.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratory "Single crystals  
and Stock on their Base"  
NUST "MISIS", Moscow,  
Russia

### 前言

基于光（紫外到红外）的光学特性的技术广泛使用了多层光学涂层<sup>[1]</sup>。要想成功设计和制造光学涂层，需要获得准确可靠的层状薄膜结构的折射率、吸收系数和厚度信息。

无损检测方法是成功研究薄膜结构特性的首选方法。表征层状薄膜结构的基本方法与表征散装材料的光学技术截然不同。通常采用椭圆光度法来表征薄膜的光学特性，该方法是一种基于样本反射光偏振态分析的光学技术。现在还有另一种多用途无损光学技术可供选择 — 多角度分光光度法<sup>[2,3]</sup>。

入射偏振光反射率和透射率的光谱和角函数由配备相应附件的分光光度计获得。

但是，光学参数很大程度上取决于

- 基底和薄膜的生长条件
- 薄膜的均匀性
- 基底的均匀性和
- 光学特性<sup>[4, 5]</sup>

我们期望薄膜在整个结构寿命期间保持其均匀性。

本项工作的目的是，采用配备了独有的自动化全能型测量附件包 (UMA) 的 Agilent Cary 5000 分光光度计测定薄膜的以下参数：厚度 (d)、折射率 (n) 和消光系数 (k)。

## 实验部分

配备 UMA 的 Cary 5000 分光光度计可在无人值守的情况下自动执行以下测量：

- 以  $0.02^\circ$  的最小步长间隔测量绝对反射率 R (入射光角度  $5-85^\circ$ ) 和绝对透射率 T (入射光角度  $0-85^\circ$ )
- 在一个工作序列内测量不同角度和偏振态的 T 和 R
- 190–2800 nm 工作波长范围内的非偏振光
- 250–2500 nm 波长范围内的 s- 和 p-偏振光

因此，无需移动样品就可获得所有相关信息。配备 UMA 的 Cary 5000 是一款通用型测量系统，无需使用多个控制台、无需进行多次更换和/或使用多种配置。该系统可提供高质量数据，从样品的同一区域中测得所有特性数据。该附件的巨大优势在于，其通过改变入射光的偏振，在不同的入射光角度下，针对样品的同一区域测量样品的光学特性。UMA 附件由固定光源、可  $360^\circ$  旋转的样品支架以及单独的检测器组成。检测器可在水平面内围绕样品移动。

薄膜的折射率和厚度采用双角度光入射进行表征<sup>[6]</sup>。此方法对光谱范围有一定要求，即，在该光谱范围内，薄膜为透明的或几乎不吸收光。

## 结果与讨论

测量了两个样品，每个样品具有不同类型的基底（在可见波段内透明或不透明）：石英基底（可见光范围内透明）上的 Zr-Si-B-(N) 纳米复合涂层薄膜<sup>[7]</sup>，(001) 单晶硅基底（可见光范围内不透明）上的铌酸锂  $\text{LiNbO}_3$  层状结构样本<sup>[8, 9]</sup>。

两种结构都采用高频磁控溅射生成。在此方法中，根据基底透射光的能力来选择要测量的参数：对于透明基底，测量透射率；对于不透明基底，测量反射率。

为确定第一个样品的厚度 (d)，测得任意两个不同入射角（非偏振光）下的透射光谱，在本例中为垂直入射  $\varphi_1 = 0^\circ$  以及  $\varphi_2 = 20^\circ$  (图 1)。

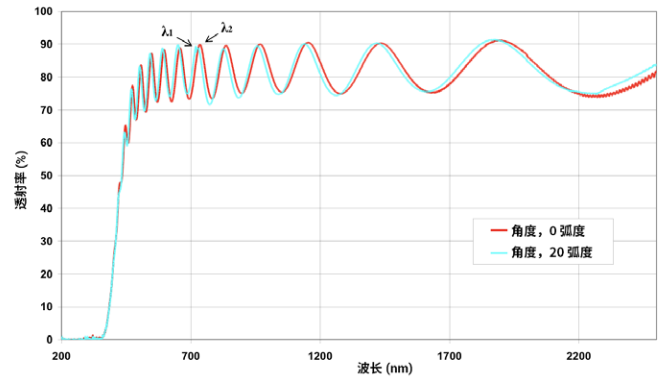


图 1. 石英基底上 Zr-Si-B-(N) 纳米复合涂层薄膜在垂直入射 ( $\lambda_2$ ) 和  $20^\circ$  ( $\lambda_1$ ) 时的透射光谱

为评估溅射层的折射率，我们使用了在两个不同入射角（非偏振光）下记录的光谱反射率和波长间的关系，其中两个入射角为  $\varphi_1 = 6^\circ$  和  $\varphi_2 = 20^\circ$  (图 2)。

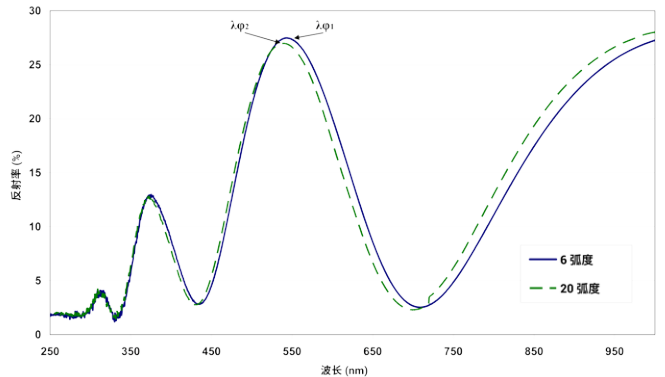


图 2. 硅基底上的  $\text{LiNbO}_3$  结构样本在  $6^\circ$  和  $20^\circ$  入射角下的反射光谱

我们在所得的光谱中，分别针对入射角  $\varphi_1$  和  $\varphi_2$  选择对应于相同干扰峰的波长  $\lambda_{\varphi_1}$  和  $\lambda_{\varphi_2}$ ，并使用以下公式确定薄膜的折射率<sup>[6]</sup>：

$$\left(\frac{n}{n_0}\right)^2 = \frac{\sin^2 \varphi_1 - \beta \sin^2 \varphi_2}{1 - \beta}$$

其中， $n_0$  是介质的折射率（此处的介质为空气， $n_0 = 1$ ）， $\beta$  为通过如下公式确定的系数：

$$\beta = \left(\frac{\lambda_{\varphi_1}}{\lambda_{\varphi_2}}\right)^2$$

采用第一个公式计算出的两个样品的薄膜折射率  $n$  分别汇总于表 1 和 2 中。

采用以下公式<sup>[6]</sup>，基于同一入射角（两个入射角中较小的那个入射角）下最大邻频干扰位置处的  $\lambda_1$  和  $\lambda_2$  来计算薄膜的光学厚度  $dn$ ：

$$d \cdot n = \frac{\lambda_1 \cdot \lambda_2}{4(\lambda_2 - \lambda_1)}$$

用薄膜的光学厚度  $dn$  除以折射率  $n$ ，以此计算出薄膜的厚度，为  $250 \text{ nm} \pm 30 \text{ nm}$ 。遗憾的是，利用此技术测定折射率时，峰值波长的测量结果需要有很高的精准度，否则将会影响折射率结果。因此，此方法仅适用于初步估计折射率，选出初始近似值。

经光学显微镜检测，这些薄膜的结构并不均匀。从  $n$  值测量结果的准确性就可明显看出这一点。此方法确定薄膜的  $n$  时，准确度优于 0.01。

表 1. 石英基底上 Zr-Si-B-(N) 薄膜的测量结果

$\lambda_{\varphi_1} (20^\circ), \text{ nm}$	$\lambda_{\varphi_2} (0^\circ), \text{ nm}$	$n$	$d, \text{ nm}$
470	474	2.64	1380 ± 5%
502	507	2.44	
590	596	2.42	
650	657	2.35	
725	733	2.32	
824	834	2.22	
883	895	2.20	
955	966	2.17	
1037	1050	2.17	

表 2. 单晶硅基底上  $\text{LiNbO}_3$  层状结构的测量结果

$\lambda_{\varphi_1} (6^\circ), \text{ nm}$	$\lambda_{\varphi_2} (20^\circ), \text{ nm}$	$n$	$d, \text{ nm}$
543.62	539.25	2.58	250 ± 5%
708.83	700.12	2.09	

基于所得到的结果，分别为石英基底上的 Zr-Si-B-(N) 纳米复合涂层薄膜和硅基底上的  $\text{LiNbO}_3$  结构样本绘制折射率的色散曲线，分别如图 3 和图 4 所示。

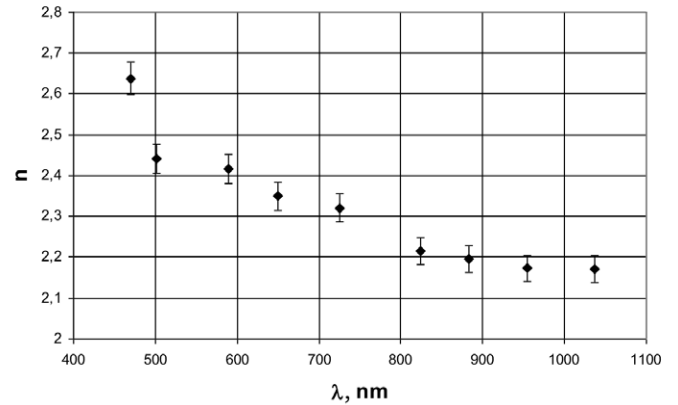


图 3. 石英基底上 Zr-Si-B-(N) 纳米复合涂层薄膜的色散曲线

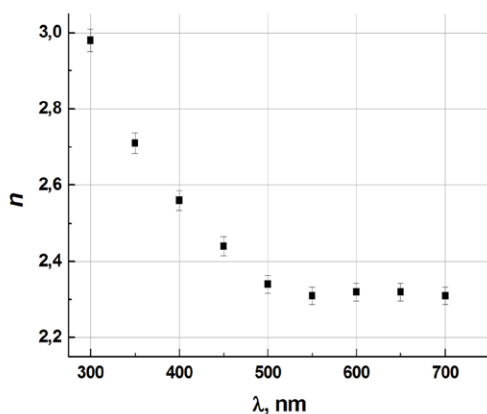


图 4. 硅基底上 LiNbO<sub>3</sub> 结构样品的色散曲线

## 结论

采用配备全能型测量附件包的 Cary 5000 分光光度计测量了两种样品的折射率。

其中一个样品为纳米复合涂层：石英基底（可见光范围内透明）上的 Zr-Si-B-(N) 薄膜。第二个样品为单晶硅基底（可见光范围内不透明）上的铌酸锂 LiNbO<sub>3</sub> 层状结构。

计算出了两个样品的折射率，准确度为 ±0.01。根据所测定的折射率，计算了两个样品的薄膜厚度。

## 参考文献

1. D.P. Arndt, R.M.A. Azzam, J. M. Bennett, J. P. Borgogno, C. K. Carniglia, W. E. Case, J. A. Dobrowolski, U. J. Gibson, T. Tuttle Hart, F. C. Ho, V. A. Hodgkin, W. P. Klapp, H. A. Macleod, E. Pelletier, M. K. Purvis, D. M. Quinn, D. H. Strome, R. Swenson, P. A. Temple, and T. F. Thonn Multiple determination of the optical constants of thin-film coating materials, *Appl. Opt.* 23 (20) (1984), 3571 – 3596 <https://doi.org/10.1364/AO.23.003571>

2. A.V. Tikhonravov, M.K. Trubetskov, T.V. Amotchkina, G. DeBell, V. Pervak, A. Krasilnikova Sytchkova, M.L. Grilli, D. Ristau, Optical parameters of oxide films typically used in optical coating production, *Appl. Opt.* 50 (9) (2011) C1–C12, <http://dx.doi.org/10.1364/AO.50.000C75>
3. A.V. Tikhonravov, T.V. Amotchkina, M.K. Trubetskov, R.J. Francis, V. Janicki, J. Sancho-Parramon, H. Zorc, V. Pervak, Optical characterization and reverse engineering based on multiangle spectroscopy, *Appl. Opt.* 51 (2) (2012) 245–254, <http://dx.doi.org/10.1364/AO.51.000245>
4. W.-Ch Shih, Tz.-L. Wang, X.-Y. Sun, M.-Sh Wu, Growth of c-axis-oriented LiNbO<sub>3</sub> films on ZnO/SiO<sub>2</sub>/Si substrate by pulsed laser deposition for surface acoustic wave applications, *Jpn. J. Appl. Phys.* 47 (5) (2008) 4056–4059, <http://dx.doi.org/10.1143/JJAP.47.4056>
5. A.Z. Simoes, A.H.M. Gonzalez, A. Ries, M.A. Zaghete, B.D. Stojanovic, J.A. Varela, Influence of thickness on crystallization and properties of LiNbO<sub>3</sub> thin films, *Mater. Charact.* 50 (2003) 239–244, [http://dx.doi.org/10.1016/S1044-5803\(03\)00089-5](http://dx.doi.org/10.1016/S1044-5803(03)00089-5)
6. B.M. Ayupov, I.A. Zarubin, V.A. Labusov, V.S. Sulyaeva, V.R. Shayapov, Searching for the starting approximation when solving inverse problems in ellipsometry and spectrophotometry, *J. Opt. Technol.* 78 (6) (2011) 350–354, <http://dx.doi.org/10.1364/JOT.78.000350>
7. Ф.В. Кирюханцев-Корнеев, А.П. Козлова, Н.С. Козлова, Е.А. Левашов СТРУКТУРА, ФИЗИЧЕСКИЕ И ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОКОМПОЗИТНЫХ ПОКРЫТИЙ Zr-Si-B-(N) Тезисы доклада Седьмой международной конференции «КРИСТАЛЛОФИЗИКА И ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ ПЕРСПЕКТИВНЫХ МАТЕРИАЛОВ», Москва, 2017 г., с.104
8. N.S. Kozlova, V.R. Shayapov, E.V. Zabelina, A.P. Kozlova, R.N. Zhukov, D.A. Kiselev, M.D. Malinkovich, M.I. Voronova Spectrophotometric determination of optical parameters of lithium niobate films, *Modern Electronic Materials* 3 (2017), 122–126 <http://dx.doi.org/10.1016/j.moem.2017.09.001>
9. R.N. Zhukov, S.V. Ksenich, A.S. Bykov, D.A. Kiselev, M.D. Malinkovich, Yu.N. Parkhomenko, Synthesis and properties of the LiNbO<sub>3</sub> thin films intended for nanogradient structures, *PIERS Proc.* (2013) 98–101, <http://dx.doi.org/10.1143/JJAP.47.4056>

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

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。