

测量薄膜材料 n 、 k 、 d 的一种简单方法

张凤山 朱玲心 王寿英

(中国科学院上海技术物理研究所)

摘要——本文介绍一种测定薄膜材料光学参数的简单方法，该方法根据透过率极值与 n 、 k 、 d 之间的关系算出 n 、 k 、 d 值。用小型机算机很容易实现这个计算。

一、引言

薄膜材料的折射率 n 、消光系数 k 和厚度 d 是设计薄膜光学器件必不可少的三个参量。目前国内大多数薄膜工作者都采用大块材料的 n 、 k 值代用，或者引用文献中给出的数据，这些数据与薄膜实际的 n 、 d 、 k 值有所偏离，这必然会影响薄膜器件的设计和制备。所以，测定薄膜的 n 、 k 、 d 值对薄膜工作者是具有重要意义的。目前测定这些参量采用的方法有椭圆偏光测量法^[1~4]、测布鲁斯特角方法^[5]、干涉测量法^[6]、光度测量法^[7, 8]及遗漏波导方法等等。但这些方法都必须建立相应的设备，对于红外波段来说，由于信号较弱，要取得好的测量精度是相当困难的。本文将论述一种简单的测量方法、用分光光度计测出单层介质膜的透射光谱曲线，然后把数据输入微型计算机进行处理，以确定光学薄膜的 n 、 k 、 d 值。此方法不必建立相应的测试设备，简单易行， n 的精度可达 1.5%，已足以满足光学薄膜器件设计的要求。

二、原 理

光在透明薄膜中会产生干涉，通过薄膜的透过率为

$$T = \frac{4n_s n_0}{|n_0 B + C|^2}, \quad (1)$$

其中 $\begin{pmatrix} B \\ C \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos \delta & i \sin \delta / N \\ i N \sin \delta & \cos \delta \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 \\ n_s \end{pmatrix}$ ， $\delta = 2\pi N d / \lambda$ ， $N = n - iK$ ， n_0 、 n_s 分别为空气和基片的折射率， λ 为入射波长。由式(1)可知 T 是 n_0 、 n_s 、 n 、 k 和 d 的函数。如果考虑到基片另一个表面反射的影响，那么，最终透过率为

$$T_s = \frac{T (1 - R_s^+) A_s}{1 - R^- R_s^+ A_s^2}, \quad (2)$$

本文 1985 年 9 月 5 日收到。修改稿 1985 年 10 月 25 日收到。

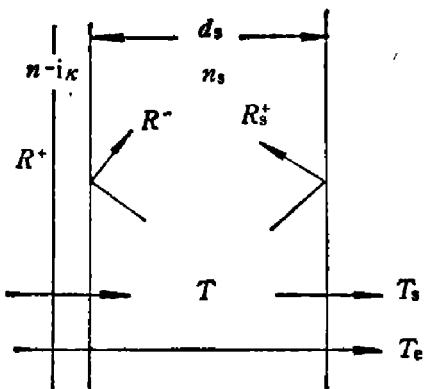


图 1 基片两面透射和反射示意图

Fig. 1 The transmittance and reflectance on two sides of the substrate

拟合极值 T_{\max} 和 T_{\min} 便能确定唯一的 n 、 k 、 d 值，减小了计算量，用小型计算机即可完成计算。

其中 R^- 、 R_s^+ 分别为基片两个表面的反射率，

$$R_s^+ = \frac{(n_s - 1)^2 + K_s^2}{(n_s + 1)^2 + K_s^2};$$

A_s 、 K_s 、 d_s 分别为基片的吸收、消光系数和厚度，

$$A_s = e^{-(4\pi K_s d_s / \lambda)}.$$

参看图 1。

图 2 是镀制在硅基片上的碲化铅薄膜透射光谱曲线。原则上我们只要通过改变 n 、 k 、 d 计算得的透过率值去拟合这条光谱曲线，便能确定唯一的 n 、 k 、 d 值。但这需要使用大型计算机处理大量的数据，计算量是很可观的，有必要予以简化。由于测量的是弱吸收镀膜材料，所以当波长 $\lambda = 4nd$ /m (m 为正整数) 时， T (或 T_e) 出现极值，这样，我们只要

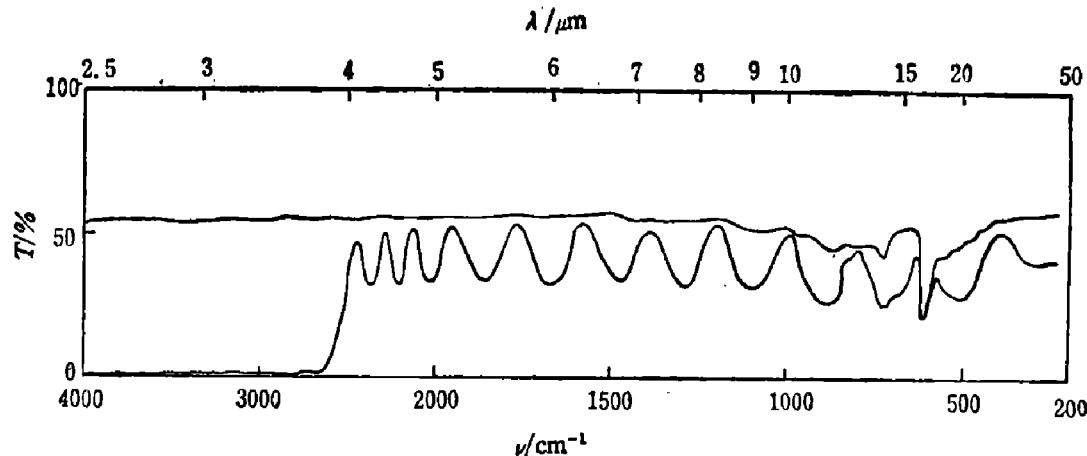


图 2 硅基片上碲化铅薄膜的透射光谱

Fig. 2 Transmittance spectrum of the lead telluride coating on silicon substrate

三、处理方法

为测试某种薄膜的 n 、 k 、 d 值，我们首先在一块基片上镀制一定厚度的这种单层薄膜样片。然后用分光光度计测出薄膜样片的光谱曲线，并查出极值透过率 T_{\max} 和 T_{\min} 相应的波长 λ 和级次，再使用编制好的程序输入计算机计算，得到所需的 n 、 k 、 d 值。计算机方框图见下页。

计算时，首先修正基片一个面反射的影响，若用小型计算机同时拟合一系列 T_{\max} 和 T_{\min} 值是比较困难的，难以收敛到所要求的程度。由薄膜光学理论得知，对于镀在硅基片或锗基片上的碲化铅薄膜来说，膜层光学厚度为 $\lambda/4$ 整数倍的那些波长点具有透过率极值。当膜层光学厚度是 $\lambda/4$ 的偶数倍时，透射率为极大值，若无吸收时，这些极值等于基片的透射率，所以 T_{\max} 对 k 的变化比较灵敏。由于测的是弱吸收材料， k 对透射率的影响很小，相对而言， T_{\min} 对 n 的变化则比较敏感。

图 3 和图 4 分别为薄膜透射率的极大值 T_{\max} 和极小值 T_{\min} 随 n 和 k 的理论变化曲线。

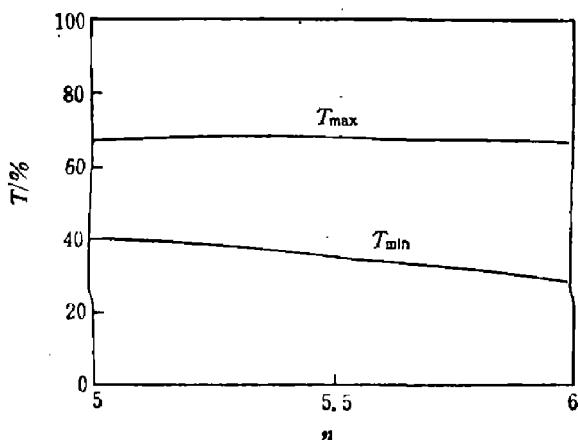
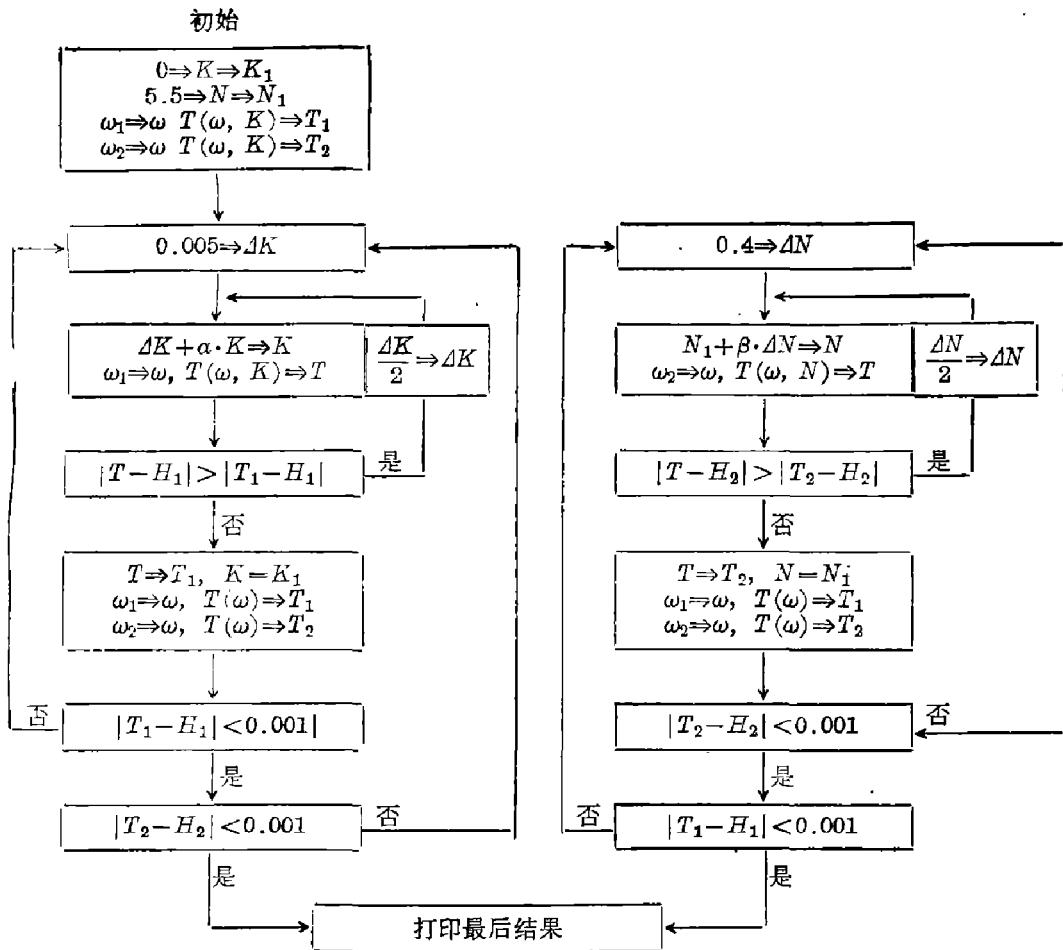


图3 薄膜 T_{\max} 和 T_{\min} 随 n 的理论变化曲线
($K=0.01$ 、 $n_s=3.42$ 、 $K_s=0$)

Fig. 3 Variation of T_{\max} and T_{\min} with n of film ($K=0.01$ 、 $n_s=3.42$ 、 $K_s=0$)

基片材料的折射率 $n_s=3.42$ 。图5为无支撑的低折射率薄膜的 T_{\max} 和 T_{\min} 随 n 的变化曲线。由于 $K=0$, 所以 T_{\max} 与 100% 线重合。

我们采用逐个拟合的方法, 即改变 k 去拟合 T_{\max} 值, 然后改变 n 去拟合 T_{\min} 值, 反复迭代到所要求的精度, 即可同时满足 T_{\max} 和 T_{\min} 的要求, 这样就把两维问题简化为一维问题了, 不仅方法简单, 而且加快了收敛速度, 收到了较好的效果。

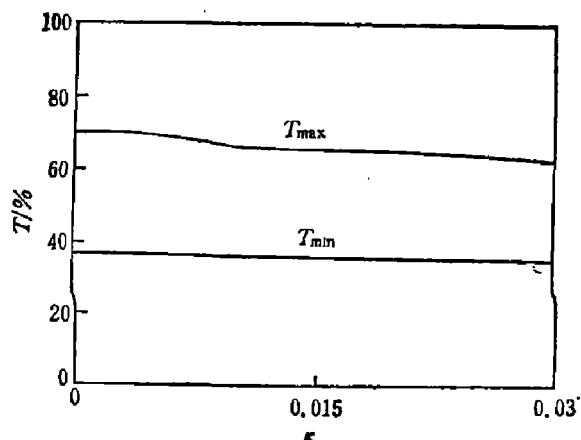


图4 薄膜的 T_{\max} 和 T_{\min} 随 k 的变化曲线($n=5.5$ 、 $n_s=3.42$ 、 $K_s=0$)

Fig. 4 Variation of T_{\max} and T_{\min} with k of film ($n=5.5$ 、 $n_s=3.42$ 、 $K_s=0$)

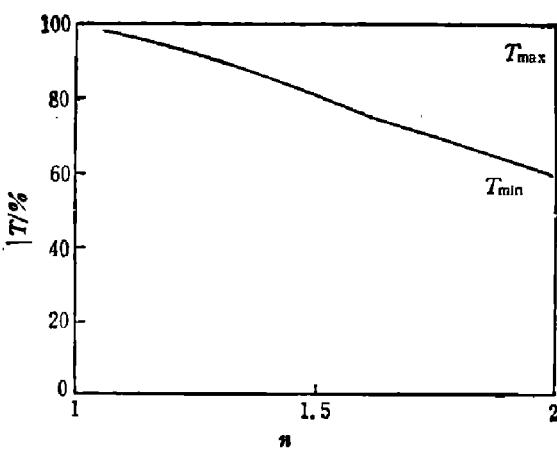


图 5 薄膜 T_{\max} 和 T_{\min} 随 n 的变化曲线 ($k=0$, 无支撑薄膜)

Fig. 5 Variation of T_{\max} and T_{\min} with n of film ($k=0$, no substrate)

由于采用逐点拟合的办法, 没有必要预先确定色散模式, 所求出的 n 、 k 、 d 都是 λ 的函数, 由于 d 应是相同的, 所以我们对所求出的 d 值求平均, 以更接近光学薄膜真正的厚度。考虑到一般分光光度计的波长精度优于透过率精度, 再用平均 d 代入 $nd = \frac{\lambda}{4} \cdot m$ 式, 求出 n 值, 此时求得的 n 值更接近于真实值。

四、结果分析

表 1~5 分别列示了碲化铅、云母、硫化锌、硒化锌和锗薄膜的 n 、 k (此处 k 是透射光的损耗, 包括吸收和散射) 值。从图 3、4、5 可知折射率和吸收系数的测量误差因材料不同而有差别。 $\frac{\partial T_{\max}}{\partial n}$ 和 $\frac{\partial T_{\min}}{\partial k}$ 值愈大, 给出的 n 、 k 值误差越小。如以分光光度计测透射率误差 0.5% 为标准, 理论计算表明, 对于硅基片 ($n_s=3.42$) 上的碲化铅薄膜 ($n=5.5$, $k=0.01 \sim 0.02$), 其 $\frac{\Delta n}{n} \approx 1\%$ 、 $\frac{\Delta k}{k} \approx 10\%$ 、 $\frac{\Delta d}{d} \approx 2\%$ 。而对于无衬底的云母片 ($n=1.4$), 则 $\frac{\Delta n}{n} = 0.7\%$ 。

表 1 碲化铅薄膜的 n 、 k 值
Table 1 Values of n 、 k of the lead telluride coating

$d=4.08\mu\text{m}$ (锗基底)		
$\lambda(\mu\text{m})$	n	k
14.60	5.37	0.0256
11.20	5.49	0.0150
9.00	5.51	0.0094
7.56	5.56	0.0069
6.56	5.62	0.0072
5.75	5.64	0.0056
5.16	5.68	0.0044
4.70	5.76	0.0041

表2 云母片的 n 、 k 值Table 2 Values of n , k of the piece of mica

$d=6.83 \mu\text{m}$ (无衬底)		
$\lambda (\mu\text{m})$	n	k
1.05	1.540	0.00018
1.00	1.542	0.00018
0.96	1.542	0.00023
0.92	1.544	0.00023
0.88	1.544	0.00023
0.84	1.544	0.00023
0.81	1.543	0.00025

表3 硫化锌薄膜的 n 、 k 值Table 3 Values of n , k of the zinc sulphide coating

$d=3.75 \mu\text{m}$ (硅基底)		
$\lambda (\mu\text{m})$	n	k
5.63	2.252	0.000010
4.28	2.256	0.000625
3.40	2.266	0.000313
2.84	2.272	0.000469

表4 溴化锌薄膜的 n 、 k 值Table 4 Values of n , k of the zinc Selenide coating

$d=7.35 \mu\text{m}$ (硅基底)		
$\lambda (\mu\text{m})$	n	k
6.05	2.46	0.000312
5.18	2.46	0.000312
4.53	2.46	0.000156
4.04	2.47	0.000039
3.64	2.47	0.000002
3.31	2.47	0.000078
3.04	2.47	0.000009
2.81	2.48	0.000039

基片的折射率对测量的灵敏度有明显的影响。图6是典型的硫化锌薄膜的相对测量灵敏度曲线，由图可见，当薄膜满足基片增透膜的折射率条件时(即 $n=\sqrt{n_s}$)，灵敏度最低。基片的折射率与薄膜折射率相近时，有较高的相对灵敏度。基片本身的 k 值很小，它对介面反

表 5 锗薄膜 n 、 k 值
Table 5 Values of n , k of the germanium coating

$d=1.48 \mu\text{m}$ (硅基底)		
$\lambda(\mu\text{m})$	n	k
5.60	3.79	0.00008
3.85	3.90	0.00016
2.83	3.83	0.00813

射的影响可以忽略。对于基片的体内吸收所引起的透射率降低，需用两个非相干表面的反射理论予与修正。

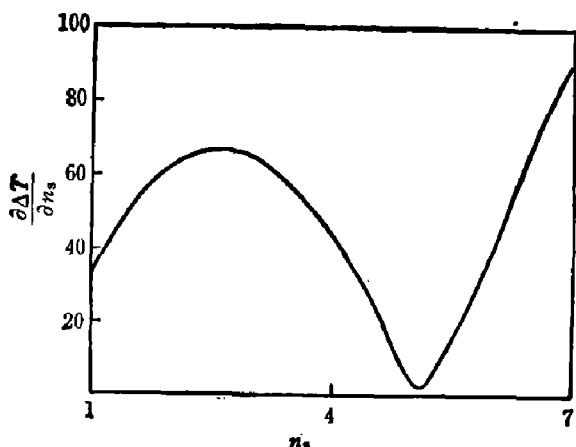


图 6 基片折射率对测量硫化锌薄膜折射率灵敏度的影响 ($n=2.25$)
Fig. 6 The effect of refractive index of the substrate on measurement sensitivity of refractive index of ZnS film ($n=2.25$)

五、结 束 语

用分光光度计测出光谱曲线，然后用微型计算机计算 n 、 k 、 d ，是一种测量薄膜光学材料光学参数简单易行的方法，所达到的精度可以满足一般滤光片设计者的要求。

参 考 文 献

- [1] Som S.C. and Chowdhury C., *J. Opt. Soc. Amer.*, **62**(1972), 1:10.
- [2] Aspnes D.E. and Studa A.A., *Appl. Opt.*, **14**(1975), 1:220.
- [3] Stabie R.W. et al., *Appl. Opt.*, **14**(1975), 4:999.
- [4] Hunderi O., *Appl. Opt.*, **16**(1977), 11:3012.
- [5] Konova A. et al., *Thin Solid Films*, **27**(1975), 83.
- [6] Shamir J. and Graff., *Appl. Opt.*, **14**(1975), 12:3053.
- [7] Heavens O. S., *Physics of thin films*, **2**(1964), 193.
- [8] Pulfrey D.L. and Reche J.H., *Appl. Opt.*, **12**(1973), 7:1577.

A SIMPLE METHOD FOR MEASURING n , k , d OF COATINGS

ZHANG FENG SAN, ZHU LING XIN, WANG SHOU YING

(*Shanghai Institute of Technical Physics, Academia Sinica*)

ABSTRACT

A simple measurement method for optical parameters of coatings is described. According to the relation between maximums or minimums of transmissive interference spectrum and n , k , d of coatings, the n , k and d are easily calculated with a personal computer.