

红外自动薄膜折射率测量仪

张凤山 曹永良 朱红兵

(中国科学院上海技术物理研究所)

摘要——介绍了由 HP-85 小型计算机控制的红外自动薄膜折射率测量仪, 测量了多种常用红外光学薄膜的折射率, 其相对均方根偏差均小于 0.2%。分析了膜层的制备质量、消光系数、厚度以及系统的稳定性对测量准确性的影响。

一、引 言

光学薄膜折射率 n 的测量对薄膜光学器件和材料特性的研究有着重要的意义。在光学薄膜研究工作的初期, 由于没有足够的测量手段, 一般都采用大块材料的光学参数来代替薄膜的光学参数。但是, 由于薄膜材料的填充密度一般为 0.85~0.95^[1], 其 n 值小于大块材料, 这必然给光学薄膜器件的设计带来一定的偏差, 影响达到最佳设计方案。另外, 光学薄膜材料的光学参数与薄膜结构有密切的关系, 而薄膜的结构又密切地依赖于工艺条件^[2,3], 例如基片温度、真空室气压、气体成分、蒸发源和材料等^[4]。为了更深入地研究薄膜的光学特性, 改进薄膜制备工艺, 提高薄膜器件的质量, 就必须建立各种相应的测试手段, 以测量标志薄膜光学特性的光学参数。

随着薄膜光学、激光和集成光学的发展, 薄膜材料光学参数测量工作已受到应有的重视, 并取得了较大的进展^[5]。但是大部分工作都集中在可见光波段, 而红外波段薄膜光学参数测量工作则较少, 目前国内仅有少数单位进行了这方面的研究工作。由于红外波段的光源比较弱, 探测器的灵敏度又比较低, 与可见光波段相比, 取得较好的测量精度更为困难。本文主要论述如何在红外波段应用测布鲁斯特角的方法测量光学薄膜的折射率。多次测量结果表明这种方法的相对均方根偏差小于 0.2%, 足以满足一般红外薄膜器件设计的要求, 并可作为红外薄膜材料研究工作的一种有效手段。

二、基本 原 理

平行光入射到两种介质的介面上时, 其反射率^[6]

$$R = |r|^2. \quad (1)$$

本文 1985 年 11 月 5 日收到。

式(1)中 r 为非涅尔系数:

$$r = \frac{\eta_0 - \eta_1}{\eta_0 + \eta_1}, \quad (2)$$

其中 η_0, η_1 分别为两种介质的等效光纳。对于横磁波(TM); $\eta_i = N_i / \cos \theta_i$; 对于横电波(TE); $\eta_i = N_i \cos \theta_i$ 。这里 θ_i 为入射角或折射角, N_i 是光束所经过介质的光纳, 一般为复折射率, $N_i = n_i - ik$, n_i 为折射率, k 为消光系数。对于 TM 波(P 分量): $\eta_0 = N_0 / \cos \theta_0, \eta_1 = N_1 / \cos \theta_1$ 。当入射角 θ_0 增大时, η_0 比 η_1 增加得快, 总有一个角度使得 $\eta_0 = \eta_1$ 。从式(1)、(2)可知: $\eta_0 = \eta_1$ 时, 反射率 $R_p = 0$, 并有

$$\frac{N_0}{\cos \theta_0} = \frac{N_1}{\cos \theta_1}, \quad (3)$$

根据折射定律

$$N_0 \sin \theta_0 = N_1 \sin \theta_1, \quad (4)$$

这里, 对于无吸收的介质膜: $N_0 = n_0, N_1 = n_1$ 。式(3)、(4)消去 θ_1 , 便得到 θ_0 的表达式:

$$\left. \begin{aligned} \operatorname{tg} \theta_0 &= n_1 / n_0, \\ n_1 &= n_0 \operatorname{tg} \theta_0. \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

这时的 θ_0 即称为布鲁斯特角, 记为 ϕ , 并有:

$$n_1 = n_0 \operatorname{tg} \phi.$$

因此, 只要测出 ϕ , 便可从 n_0 求得 n_1 。

如果在基片上镀一层薄膜, 其折射率为 n_1 , 那么, 当满足 ϕ 条件时, $\eta_0 = \eta_1$ 。由此可知: 对于 TM 波, 其反射率等于裸基片的反射率(参见图 1)。根据这一特性, 便能测量薄膜材料的 ϕ 值^[7]。图 2 为 PbTe 薄膜对 P 分量的反射率 R_p 随入射角 θ_0 的变化曲线。

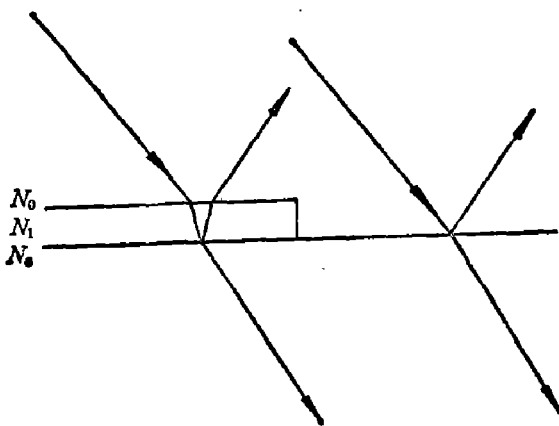


图 1 薄膜上的反射示意图

Fig. 1 Schematic diagram of reflection on the thin film-substrate assembly

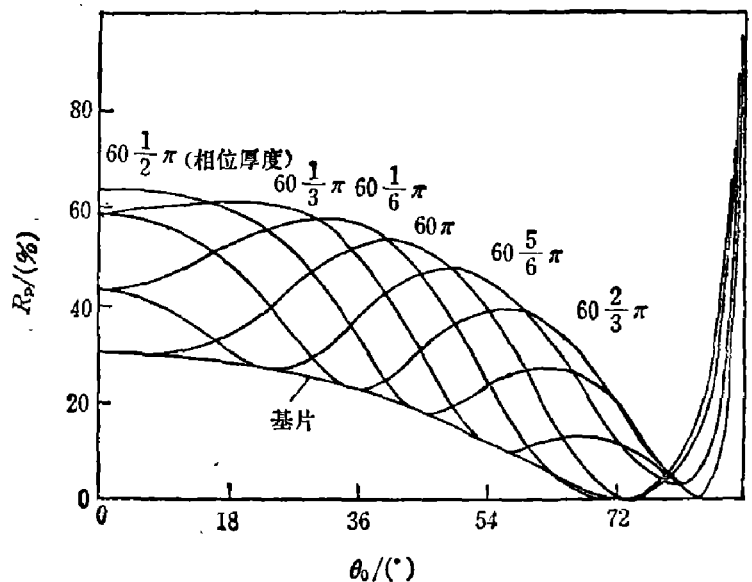


图 2 不同相位厚度 PbTe 薄膜 ($n=5.5$)

R_p 随 θ_0 的变化(基片为 Si, $n_s=3.42$)

Fig. 2 Variation of R_p with the incident angle θ_0 for PbTe film and silicon substrate system

三、实验装置及其特点

实验设备的主体是精度为 $0.5s$ 的测角仪，样品台放置在测角仪的转台上；在测角仪的固定臂上装有平行光管和起偏器，动臂上装有望远镜系统（包括红外探测器），红外光源包括一台 $10.6\ \mu\text{m}$ CO_2 激光管和两台 $3.39\ \mu\text{m}$ 、 $0.6328\ \mu\text{m}$ He-Ne 激光管，另外配有一支溴钨灯，参看图 3。

本实验装置具有下述特点：

1. 反射式光学系统

由于红外辐射是不可见的，光学校准有一定困难，为此，我们采用了没有色散的反射式光学系统，可以用可见光进行光学校准。

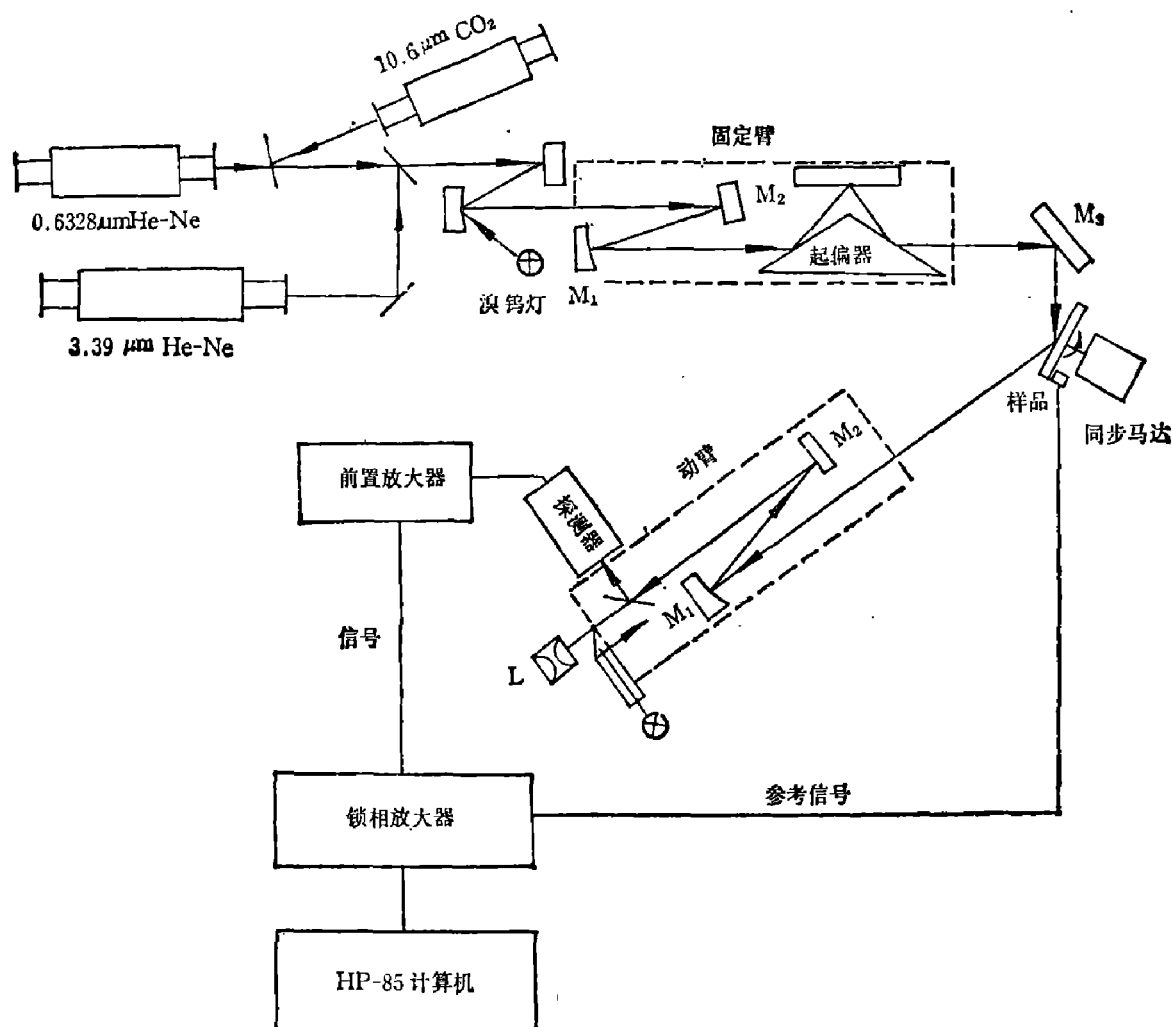


图 3 设备原理图

Fig. 3 Schematic diagram of the equipment

从图 3 可知，平行光管和望远镜系统是对称的，它们都是由焦距 $F=400\ \text{mm}$ 的离轴抛物面镜 M_1 和小平面反射镜 M_2 构成。在测微目镜 L 的前面装一块红外-可见分色片，它把红外辐射反射到红外探测器上，可见光通过分色片到达目镜。望远镜系统可用目镜自准，整个光学系统用可见光校准。

2. 锗棱镜起偏器

本系统采用自制的锗棱镜起偏器,其特点是使用波段宽、起偏性能好。锗单晶在 2~16

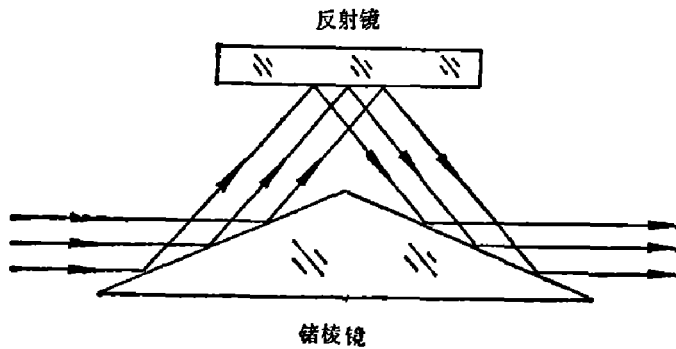


图 4 锗棱镜起偏器的结构

Fig. 4 Construction of the Ge polarizer

μm 波段的 n 值为 4.1~4.0 左右,消光系数极小。当 $\theta_0 = \phi$ 时,对 S 分量和对 P 分量的反射率分别为 $R_s = 78\%$ 和 $R_p = 0$,即使偏离 ϕ 角 $\pm 2^\circ$, R_p 也仅有千分之几(参见表 1)。起偏器是由一块等腰锗棱镜和平面反射镜构成的(参见图 4),这种结构一方面可以保证光路不改变方向,另一方面提高了起偏器的起偏性能。从表 1 可见,在 4° 角范围

内, $R_s/R_p > 2 \times 10^4$; 在 2° 角范围内, $R_s/R_p > 3 \times 10^5$,光学效率大于 50%。

表 1 锗表面的反射

Table 1 Reflectance of germanium-air interface

对布鲁斯特角偏离 $\theta - \phi$	R_p	R_s	单反射面 R_s/R_p	起偏器 R_s/R_p
-2	0.00418	0.7520	179	32041
-1	0.00112	0.7651	695	434281
-0.5	0.00031	0.7758	2533	6.4×10^6
0	0	0.7785	∞	∞
0.5	0.00029	0.7854	2661	7.1×10^6
1	0.00130	0.7923	609	370881
2	0.00560	0.8063	143	20449

3. 样品台

为了使测角仪的两臂保持不动,在样品前面加一块反射镜 M_3 (图 5)。平行光 I_1 入射到 M_3 上,然后反射到旋转的样品 S 上,当样品台转动时,反射光 I_2 不改变方向。由于样品通过 M_3 成的虚象 I 正好在转台的中心,所以光线也总射在 S 中心。样品是 $\phi 25\text{mm}$ 的劈形硅片,在被测表面半面镀膜,样品被同步电机 M 带动旋转,光线对镀膜面和非镀膜面交替扫描,光信号输出为方波。当方波的振幅为零时,入射角便是布鲁斯特角,在样品旋转的同时产生另一方波电信号,输入锁相放大器,作为参考信号。

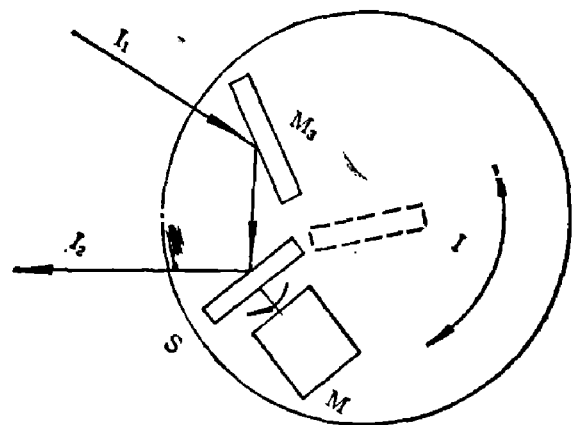


图 5 样品台

Fig. 5 Schematic diagram of the sample-table

4. 锁相技术与电子计算机的应用

该测量设备配有 124 A 锁相放大器和 HP -85 小型计算机,在测量过程中,计算机通过 GPIO 接口发出指令,改变样品台的角度。样

品的反射光经探测器接收、锁相放大器放大、模数转换后,通过 488 接口输入计算机(参见图 6)。

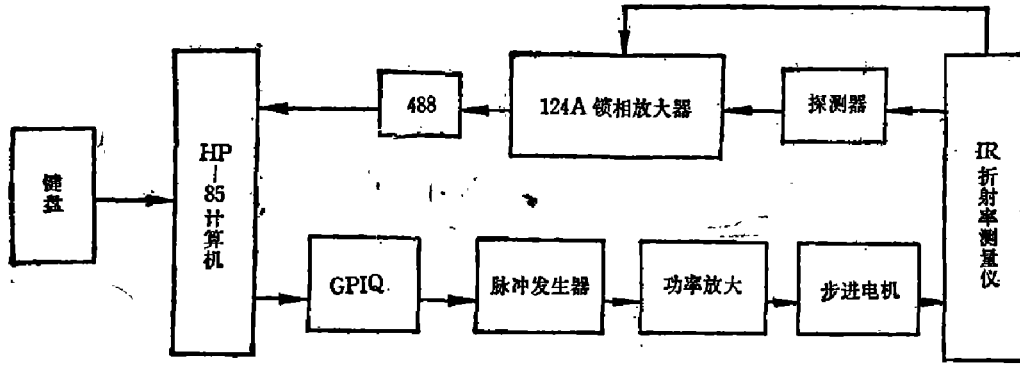


图 6 微机控制方框图

Fig. 6 Block diagram of the microcomputer control system

为了提高测量精度,减少随机误差,在布鲁斯特角附近每隔一秒角采一个样,共采 60 个样。由计算机选出最接近布鲁斯特角的 20 个数据进行处理。为了减小机械啮合和探测器时间常数的影响,来回各采样一次,取其平均值。由于在布鲁斯特角附近信号随角度的变化基本上是线性的,所以用这 20 个数据拟合成一条直线,此直线与横坐标轴(角度)的交点便是布鲁斯特角(参见图 9)。算出折射率后,由打印机输出计算结果。整个测量过程由计算机控制,在几分钟之内完成。

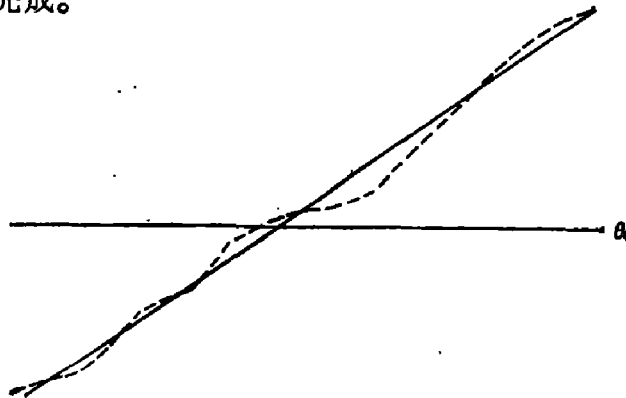


图 7 计算机拟合的最接近测量数据的直线

Fig. 7 A best result of computer regression

四、实验结果和分析

我们用自动红外折射率测量仪对几种常用的红外光学薄膜进行了测量,表 2 给出测量结果和多次测量的均方根偏差。结果表明,对上述薄膜测量的均方根偏差 $\Delta n/n$ 均小于 0.2%。

影响测量精度和准确度的因素很多。除了系统本身的稳定性之外,还受到样品的制备质量、膜层厚度、材料吸收等因素的影响,只有最大限度地减小这些影响,才能取得最佳测量结果。

1. 系统的稳定性

系统不稳定性主要来源于光源、探测器和放大器,它们的起伏会使测量产生随机误差。 CO_2 激光光源的不稳定性为 5%。由于我们采用光点在样品涂膜面和光基板面交替扫描的

表 2 常用红外薄膜的折射率

Table 2 Refractive indices of several IR coatings

薄膜材料	样品编号	基片	$\lambda=3.39 \mu\text{m}$		$\lambda=10.6 \mu\text{m}$	
			n	Δn	n	Δn
PbTe	85.330.3	Si	—	—	5.584	0.005
Ge	85.327.1	Si	3.959	0.005	3.879	0.004
ZnSe	51.22.1	Si	2.462	0.002	2.343	0.004
ZnS	53.26.1	Ge	2.232	0.0036	2.185	0.002
C:H	411.19.1	Si	2.138	0.0035	—	—
SiO	85.329.1	Si	1.758	0.002	—	—
混合膜	411.21.1	Si	1.444	0.002	—	—

方法,所以光源起伏所造成的信号波动随着信号的变小也相应减小,因此光源起伏不是影响测量精度的主要因素。锁相放大器的噪声也是很低的。当信号接近于零时,探测器噪声的影响便起着主要作用。所以首先应选用性能优良的探测器,其次应把锁相放大器调到最佳状态。

2. 样品

理论上总把样品看成是理想的,实际上并非如此。首先膜的边界不可能是一条无宽度的直线,它也不可能严格地通过基片的中心,这样就会影响调制方波的波形和边缘上升陡度,使测量结果不准确。

设界线的宽度为 W (参见图 8),基片中心到界线中线之间的距离为 E 。由于光是斜入射的,光斑呈椭圆形。对于理想样品,当基片旋转时,产生一个方波,由于界线有一定的宽度,

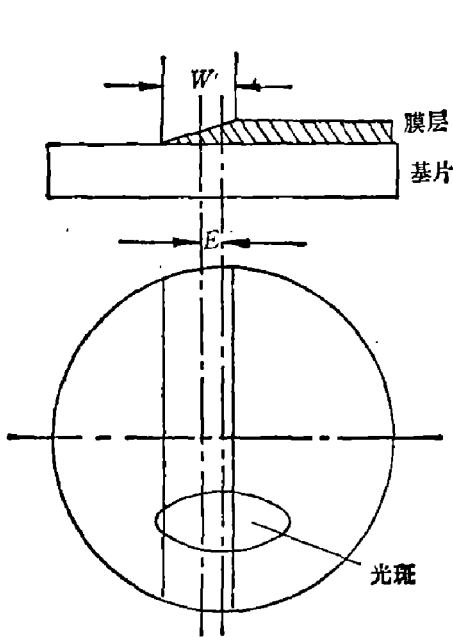


图 8 光点在半面镀膜样品上的位置
Fig. 8 Optical spot on half-coated sample

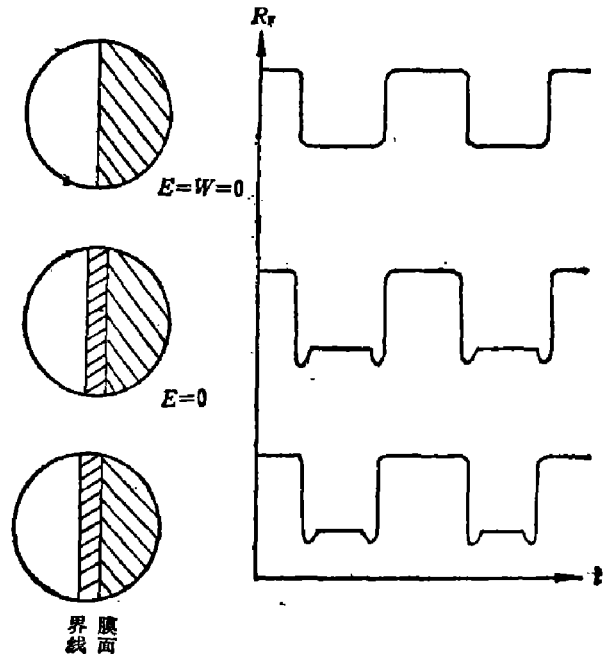


图 9 P 偏振分量的反射随时间的变化
Fig. 9 Variation of the reflective P-polarized component with time

界线上的反射光不会被探测器接收，在方波的边缘会出现凹谷(图 9)。界线越宽，凹谷也越宽越深。经选频后，它会对信号的振幅产生影响。图 10 是在布鲁斯特角的条件下，样品反射光的强度变化。如果界线宽度 $W=0$ ，凹谷消失，就可以得到准确的测量结果。如果 $W \neq 0$ ，但 $E=0$ ，此时凹谷按时间均匀分布，选频后振幅仍然为零，对测量结果没有影响。当 W 和 E 都不为零时，尽管涂膜面和裸基片的反射率相等，但由于附加了一些不均匀分布的凹谷，选频后会产生一附加交流信号，为使其振幅为零，必须使入射角偏离布鲁斯特角，这就给测量带来误差。此误差的大小随着 W 、 E 的增大而增大。从图 11 可见， n 随 W 的变化基本上是线性的。当膜面大于半圆时，测得的 n 偏大，反之则偏小。在图 11 所示的虚线之内， n 的偏差小于 0.1%，这一点是很容易做到的。

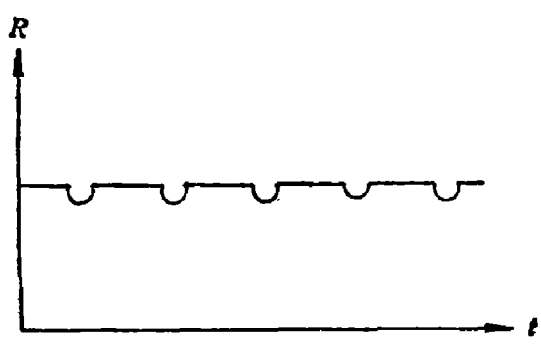


图 10 $\theta_0 = \phi$ 时 W 对信号的影响
 Fig. 10 The influence of wedge boundary on the signal at the Brewster angle

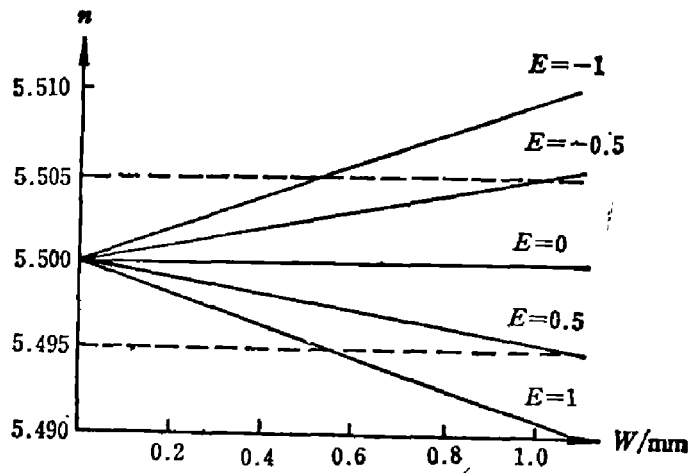


图 11 W 和 E 对 n 的影响(涂膜材料 PbTe, $n=5.5$)
 Fig. 11 Refractive index errors due to wedge boundary and E (The coating material is PbTe, $n=5.5$)

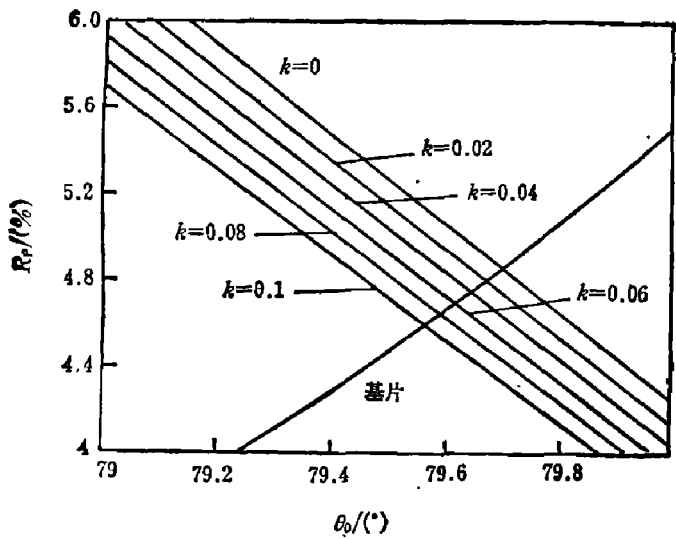


图 12 k 对测量 PbTe 薄膜 n 的影响($n=5.5, k=0 \sim 0.1, n_s=3.42$)
 Fig. 12 The influence of absorption of PbTe film on the measurement accuracy of refractive index

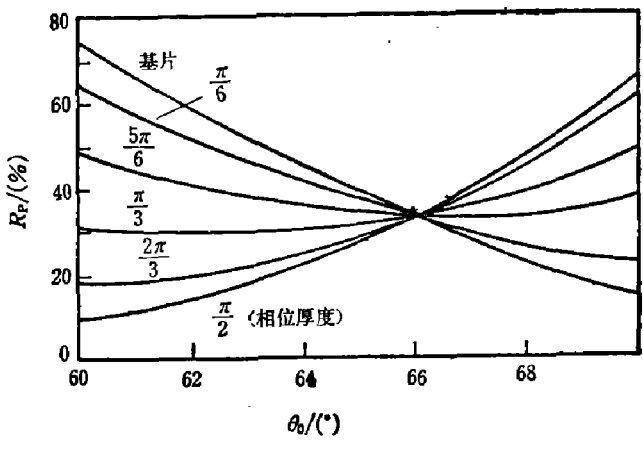


图 13 不同相位厚度 ZnS 膜的 P 分量反射曲线
 Fig. 13 Reflectances of the P-polarized component of ZnS films for different phase thicknesses

3. 膜层吸收的影响

本设备仅适用于无吸收材料或弱吸收材料。图 12 是算得的 PbTe 薄膜的反射曲线。随着消光系数 k 值的增加, R_p 下降, 与光基片反射曲线的交点向角度小的方向移动。理论计算表明, k 值每增加 0.01, n 值减小 0.006, 相对误差为 0.12%。对其它光学材料, 由于吸收很小, 所以它对 n 的影响可以忽略不计。

4. 最佳膜层厚度

膜层的厚度对测量布鲁斯特角的分辨率影响很大。图 13、14 分别是 ZnS 和 PbTe 不同厚度的 P 分量反射曲线。当相位厚度为 $\pi/2$ 时, 曲线与裸基片反射曲线交角最大, 分辨率最高; 当相位厚度为 π 时, 分辨率最低。图 15 是测量 PbTe 薄膜折射率分辨率随厚度的变化曲线。在一定厚度范围内, 相位厚度为 $\pi/2$ 的奇数倍时, 分辨率较高; 为 $\pi/2$ 偶数倍时, 分辨率较低, 所以在制备样品时应选择最佳厚度($\pi/2$ 的奇数倍)。

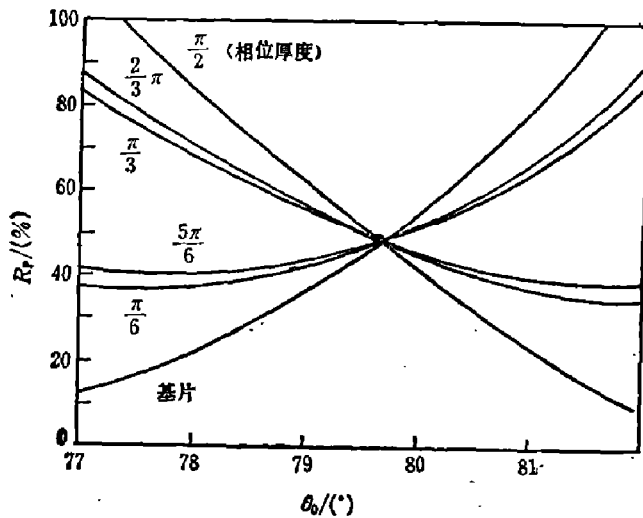


图 14 不同相位厚度 PbTe 的 P 分量反射曲线

Fig. 14 Reflectance of the P-polarized component of PbTe films for different phase thicknesses

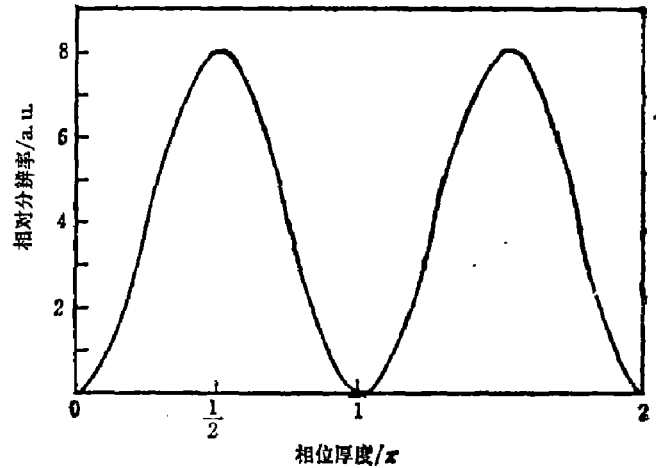


图 15 测量 PbTe 薄膜折射率分辨率与膜层厚度的关系

Fig. 15 Variation with film thickness of relative resolution of refractive index of PbTe thin film

五、结 论

红外自动光学薄膜折射率测量仪是在采用了先进的光学和电子计算机技术的基础上建立起来的, 它具有光路无色散、调试方便、起偏器起偏性能高、能自动进行测量等特点。

实验结果表明, 红外自动光学薄膜折射率测量仪的设计思想是正确的, 它的实际测量薄膜折射率的相对均方根偏差小于 0.2%, 可为光学薄膜器件的设计提供比较准确的数据, 也为进一步开展薄膜材料光学特性的研究工作, 创造了有利的条件。

参 考 文 献

- [1] Macleod H.A., *Optical thin film research review*, 1983年4月在中国杭州浙江大学讲学稿。
- [2] Movchan B.A. and Demshishin A.V., *Fiz. Met. Metallved*, 28(1969), 263.
- [3] Thornton J.A., *J. Vac. Sci. Technol.*, 11(1974), 666.

- [4] Ritter E., *Appl. Opt.*, **20**(1981), 21.
- [5] 尹枝柏, 薄膜光学发展概况, 中国科学院光电技术研究所, 1980.
- [6] Macleod H.A., *Thin film optical filters*, Adam Hilger LTD, London, 1969.
- [7] Heavens O. S., *Physics of Thin Films*, Vol.2, ed. by Hass Georg, Academic Press, New York, 1964,p193.

AN AUTOMATIC EXPERIMENTAL SETUP FOR MEASURING REFRACTIVE INDEX OF IR COATINGS

Zhang Fensan, Chao Yongliang, Zhu Hongbin
(*Shanghai Institute of Technical Physics, Academia Sinica*)

ABSTRACT

An automatic experimental setup for measuring refractive index of IR coatings controlled by a HP-85 personal computer is described. The indices of several useful IR coatings are given. The accuracy of refractive index depends on the layer quality, thickness, absorption of samples and stability of the system.