

文章编号:1001-9014(2005)02-0105-04

# 光学薄膜中界面层和表面吸附层对相位延迟的影响

黄建兵<sup>1,2</sup>, 邵建达<sup>1</sup>, 范正修<sup>1</sup>

(1. 上海光学精密机械研究所 光学薄膜技术中心, 上海 201800;

2. 中国科学院研究生院, 北京 100864)

**摘要:** 多层介质反射镜在非正入射的时候, 两个不同的偏振态之间会产生不同的相移. 根据空气与膜层、膜层之间的实际情况, 建立了界面层和表面吸附层模型, 并运用它分析相位延迟产生误差的原因. 通过优化设计, 入射角为  $54^\circ$ , 在  $1285 \sim 1345\text{nm}$  之间 p, s 波获得了  $270 \pm 1^\circ$  的相移, 同时也使反射率在 99.5% 以上. 用离子束溅射技术制备相位延迟膜, 用分光光度计测试了光谱特性和用椭圆偏振仪测试了相位特性, 在相应波段获得了  $262.4 \pm 1.8^\circ$  的相移, 同时也使反射率在 99.6% 以上. 误差的主要来源是离子源工作特性会产生不均匀的过渡层和最外层会吸收一些水汽、灰尘等也产生表面过渡层. 由误差分析得出了制备中过渡层的物理厚度和折射率的变化情况, 最外层的厚度误差和折射率偏差是发生相移偏小的主要因素.

**关键词:** 界面层; 表面吸附层; 相位延迟; 拟合

**中图分类号:** 0484.1 **文献标识码:** A

## EFFECT OF INTERFACE AND SURFACE ADHENSION LAYERS ON PHASE SHIFT OF OPTICAL COATINGS

HUANG Jian-bing<sup>1,2</sup>, SHAO Jian-Da<sup>1</sup>, FAN Zheng-Xiu<sup>1</sup>

(1. R&D Center for Optical Thin Film Coatings, Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics,

Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China;

2. Graduate school of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China)

**Abstract:** When incoming light beam enters dielectric reflective mirror with a certain incident angle, there will be a phase shift between the p-polarization and s-polarization. The theoretical model for adhesion layer of interface and surface was established based on the real conditions of interface between layer and atmosphere, and between two neighboring layers. At the same time, this model was used to explain the reason for error of phase shift. Based on optimizing design, when light enters with  $54^\circ$ , the phase shift of  $270 \pm 1^\circ$  was obtained in the range of  $1285 \sim 1345\text{nm}$ , meantime, the reflectivity of dielectric mirror maintained over 99.5%. The phase retarder film was prepared with dual ion beam sputter system. The spectrum and the phase of the sample were gained by spectrometer and the Fourier transform infrared spectroscopic ellipsometer, respectively. The results reveal that the samples have phase shift of  $262.4 \pm 1.8^\circ$  and the reflectivity reaches over 99.6%. The error mainly originates from non-homogeneous transition layer induced by working properties of ion source, and surface transition layer induced by a surface adsorption of moisture and dust. The physical thickness and variety of refractive index for transition layer are obtained from error analysis, and it is found that the error of the outermost layer and deviation of refractive index play principal roles in the decrease of phase shift.

**Key words:** interface layer; surface adhesion layer; phase shift; fitting

### 引言

在光学薄膜的设计和分析计算中, 一般把空气与膜层、膜层之间和膜层与基板当作是光滑的(即不存在一个折射率微小变化的界面层), 对于界面

层则往往忽略. 但在实际薄膜中, 虽然界面层对于膜的反射率和透过率的影响是微乎其微且是被忽略, 但是它的存在却严重影响了薄膜的相位特性.

本文提出模拟界面层的模型, 对有界面层膜系进行了相位延迟的模拟分析.

收稿日期: 2004-03-10, 修回日期: 2004-09-13

Received date: 2004-03-10, revised date: 2004-09-13

作者简介: 黄建兵(1976-), 男, 江苏泰兴人, 博士研究生, 主要从事高功率低损耗激光薄膜的研究以及特殊薄膜的设计与制备.

## 1 理论模型

在薄膜形式的材料中,界面处的情况就更为复杂,其微观结构可见图 1(a)所示的膜系与基板之间的界面。

它与理想界面有很大差别.对于膜系与基板的界面而言:首先,基板表面是粗糙不平的,存在着众多微观的凹凸;其次,基板在镀膜前(无论是在真空室中还是在真空室外)以及镀膜过程中吸附潮气和杂质,同时由于薄膜高速生长的不平衡性以及界面附近材料的相互渗透.对于膜层之间的界面:由于制备过程中的交替蒸发,使得膜层之间存在折射率微小变化的过渡层.在蒸发源停止工作后,真空室中的残余膜料分子会在样品的表面形成一个光学常数偏小的极薄层;其后,薄膜样品的储藏、使用过程中,膜系与空气界面大量吸附大气中杂质与水分.图 2 是对 Si 基片上的  $\text{SiO}_2$  单层膜进行俄歇深度分析的结果<sup>[1]</sup>.由图可见,杂质(主要是 C)在薄膜表面浓度最高,并向膜层纵深渗透.以上的各种因素使得界面处的光学常数与邻近的介质膜层不一致,从而改变了膜的总体相位特性.根据制备方式和膜料的不同,薄膜界面层在厚度为几到十几纳米的极薄范围内,界面层的存在使膜层的相位特性改变。

为了分析过渡层(界面层和表面层)对薄膜相位延迟的影响,将膜系界面处的复杂的光学常数改变的状况的理想化为一层均匀的超薄层,这个模拟层与邻近的膜层之间有着理想的界面,见图 1(b),图中 A 表示基底与膜层间的界面层, B 表示膜层间的界面层, C 表示表面层.这样,可以在这个模型的基础上分析含界面层的相位延迟特性。

模型中的关键问题是如何确定模拟过渡的光学厚度(包括光学常数和物理厚度).由于引进模拟界面层后不能影响膜系的基本光学性能,就必须要求其厚度极小。

## 2 设计和制备

### 2.1 设计要求与实例

通常,单片式相位延迟器要求以一定的角度入射,在使用波长处,其反射率高于 99% 和相位延迟为  $\pm(90 \pm 10^\circ)^{[2-4]}$ .对于入射波长是 1315nm,设其入射角为 54 度,选用折射率为 1.52 的 K9 玻璃,采用的膜料是  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 、 $\text{SiO}_2$ .初始膜系是常用的高反膜系,

$\text{Sub}/g_1(h_1)^{a_1}g_2(h_1)^{a_2}g_3(h_1)^{a_3}g_4(h_1)^{a_4}g_5(h_1)^{a_5}g_6$

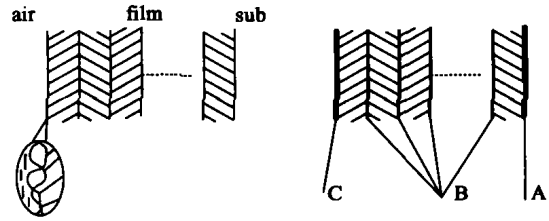


图 1 多层膜的结构<sup>[1]</sup>

Fig. 1 Structure of multilayers<sup>[1]</sup>

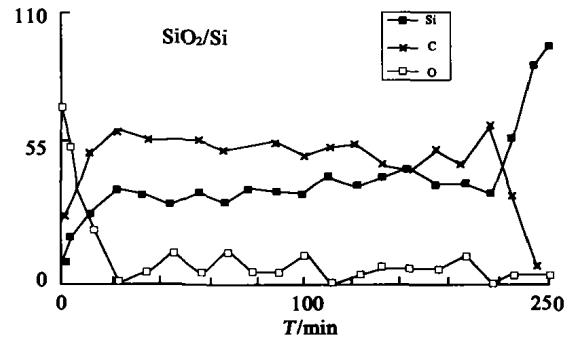


图 2 单层  $\text{SiO}_2$  的 Auger 分析

Fig. 2 Auger analysis of  $\text{SiO}_2$  single layer

$$(h_1)^{a_6}/\text{Air}, \quad (4)$$

式中  $g_1$ 、 $g_2$ 、 $g_3$ 、 $g_4$ 、 $g_5$ 、 $g_6$  代表的是  $\lambda/4$  周期膜层前的系数,即这些  $\lambda/4$  周期膜层的参考波长是不一样的; $a_1$ 、 $a_2$ 、 $a_3$ 、 $a_4$ 、 $a_5$ 、 $a_6$  代表的是  $\lambda/4$  周期膜层的周期数, $h$  代表高折射率材料  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ , 1 代表低折射率材料  $\text{SiO}_2$ .选取的优化目标是在 1285nm ~ 1345nm 之间,其反射率大于 99.5% 和相位延迟为  $270^\circ$ .设计结果如图 3 所示。

### 2.2 制备

采用双 RF 离子速溅射镀膜机制备,其中一个 16cm 的溅射源,另一个是 12cm 的辅助源. Ar 和  $\text{O}_2$  供给 RF 离子源和靶材,溅射源的 Ar 流量是 48sccm, RF 中和器的 Ar 流量是 5sccm,辅助源的 Ar 和  $\text{O}_2$  的流量比 1: 4(3sccm: 12sccm),吹向靶材的  $\text{O}_2$  的流量是 25sccm.其溅射靶材是纯度为 99.999% 的  $\text{SiO}_2$  和纯度为 99.999%  $\text{Ta}$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  是由 Ta 溅射后和与纯度为 99.995%  $\text{O}_2$  反应生成.其本底真空是  $3 \times 10^{-7}$  torr,制备过程中其真空为  $3.6 \times 10^{-4}$  torr 和烘烤温度为  $136^\circ\text{C}$ .

为了准确的实现所设计的膜系,分别对每种材料的薄膜的折射率和沉积速率进行定标.膜层的物理厚度是用时间控制法来实现的.首先用一定的时间做一定厚度的单层薄膜,然后测量出其光谱曲线,根据 Cauchy 公式准确的确定出其折射率和物理厚度<sup>[5]</sup>.

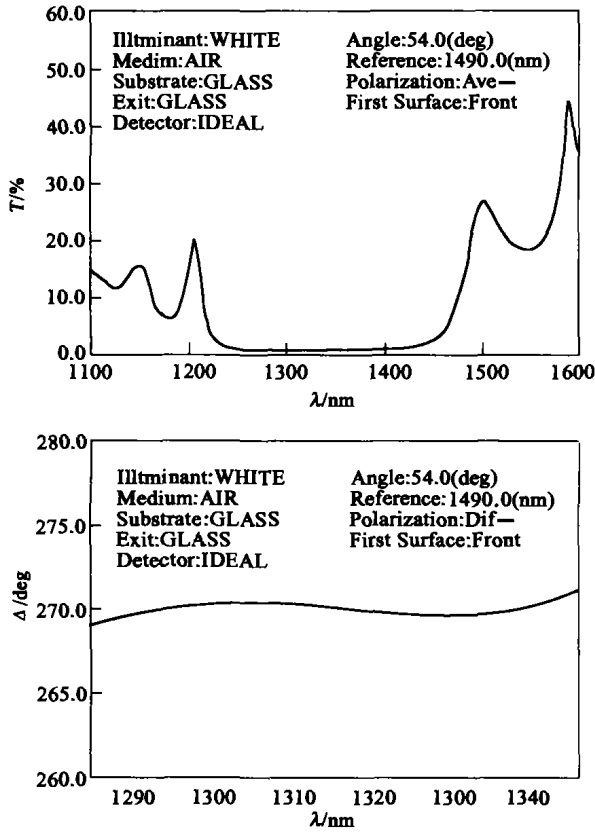


图3 设计的透射率和相位延迟特性  
Fig.3 Performance of transmittance and phase shift of design sample

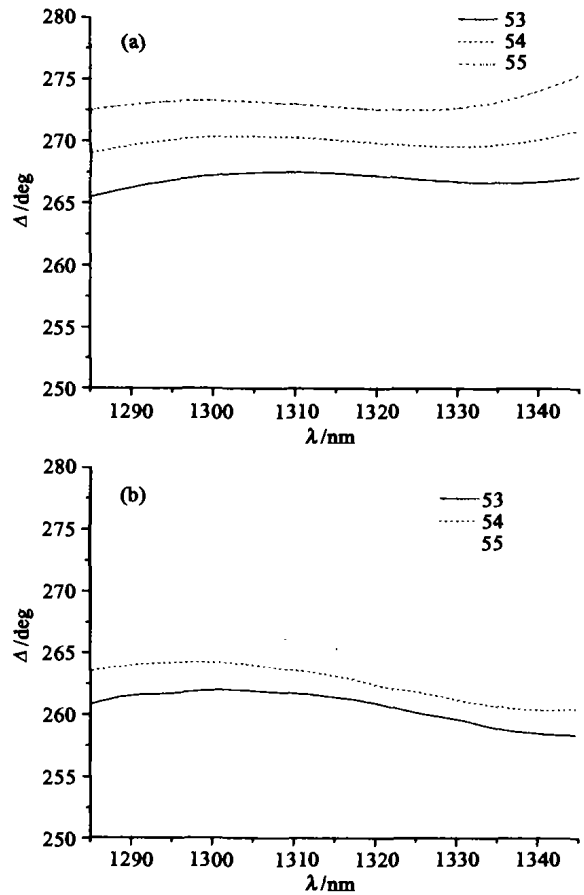


图5 3个人射角下设计和测量的相位延迟曲线  
Fig.5 Phase shift curve of three incident angle in designed and measured range

### 3 结果分析

#### 3.1 界面层和表面吸附层对反射率的影响

由图4可见,使用 PERKIN Elmer Lambda 900 分光光度计测量得到曲线与拟合曲线在整个波段而言,有极小的差别;对于设计的相位延迟波段(1285nm ~ 1345nm)处,其透射率的变化不到0.025%,可以忽略不计.

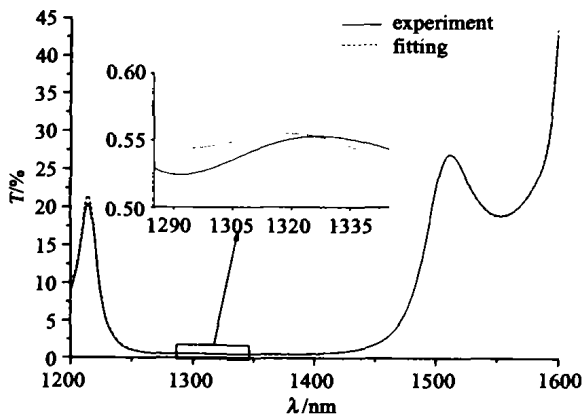


图4 测量与拟合透射率曲线  
Fig.4 The transmittance curve of measured and fitting

#### 3.2 理论计算的不同的入射角下(53°,54°,55°)的相位延迟

图5是在3个不同的入射角下(53°,54°,55°)的相位延迟,图(a)是用复旦大学自制的双重傅里叶分析红外椭偏仪测量获得,在入射角为53°、54°、55°和1285nm ~ 1345nm的波长范围,测得样品的相移量Δ.上述两图的相移基本形状是类似的,在每个人射角下,其相位延迟相差大约6°~7°,下面就相位延迟误差进行分析.

#### 3.3 运用界面层和表面吸附层理论获得的分析结果

由于反射相位延迟与该种膜系的最初几十层的微小变化很不敏感<sup>[6]</sup>,可以忽略其制备误差对相位延迟的影响,根据周期膜层前的系数和膜层的周期数,主要分析最后11层对相位延迟的影响.

使用的全自动离子束溅射镀膜机,在每次换靶至正常的过程中,由于离子源的栅网表面被溅射的膜料部分的覆盖,离子源启动后会以相对较低的功率运行8s ~ 18s之间后达到设定的功率值,同时辅助源也会存在同样的过程.此外,两个离子源还会存在启动的先后过程.在此情况中,由于离子源和辅助

源的功率相对较小或者启动的先后(注:在控制程序中这些时间不被认为是制备时间),会导致在这一段时间内的膜层的折射率会小一些,当离子源关掉后,残余膜料分子会在薄膜的最外层增加极薄的过渡层.最外层也会吸收一些水汽、灰尘等后产生一个表面过滤层.

对于膜层之间的过渡层,根据离子源功率的变化和不同靶材表面的溅射情况,进行优化拟合分析,获得膜层之间的过渡层中 H 层的光学厚度为  $0.051q_w$ ; L 层的物理厚度为  $0.051q_w$ ; 至于表面过渡层,通常其物理厚度为  $0.07q_w$ . 其拟合膜系的主要变化部分为:

$0.05h'(g4h'0.05h'g4l'0.0511')^{a4}(g5h'0.05h'g5l'0.0511')^{a5}(g6h'0.07h'')^{a6}/\text{Air}$  (7) 膜系的过渡层  $h'$ 、 $l'$  和  $h''$  的拟合所得的折射率分别为 2.000、1.463、1.970,其拟合结果与实测结果如图 6~图 8 所示.

图 6~图 8 中的实线是用傅里叶椭圆偏振仪测得,虚线是根据界面层和表面层理论、通过计算机拟合所得.拟和值与测量值还有偏差可能是测量角度误差、测量时的热噪声误差等其它原因所致.

#### 4 结语

运用界面层和表面吸附层理论,分析界面层和表面层与反射相位延迟的影响.根据实际光谱测量的结果与理论分析结果虽有极小的差别,但可以忽略不计.根据离子束溅射镀膜机的镀制方式、离子源功率的变化和不同靶材表面的溅射情况,分析在 3 个不同入射角下 ( $53^\circ$ ,  $54^\circ$ ,  $55^\circ$ ) 的反射相位延迟,最后获得最后 11 层的界面层和表面层对反射相位延

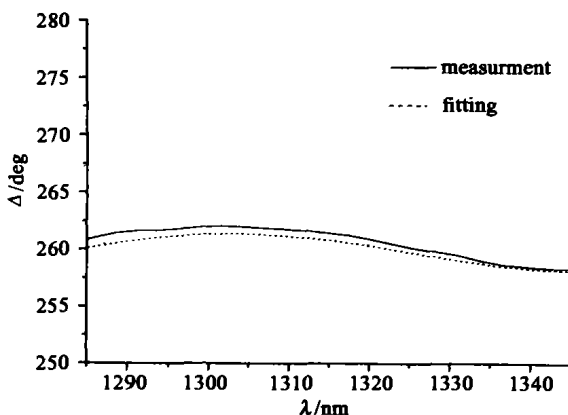


图 6 入射角为  $53^\circ$  时测量与拟合曲线  
Fig. 6 Phase shift curve of measured and fitting at 53 degree in design range

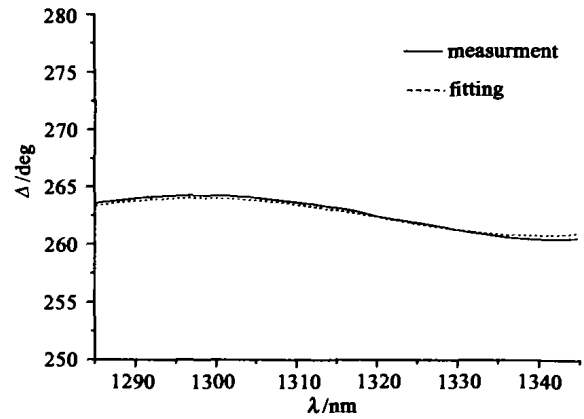


图 7 入射角为  $54^\circ$  时测量与拟合曲线  
Fig. 7 Phase shift curve of measured and fitting at 54 degree in design range

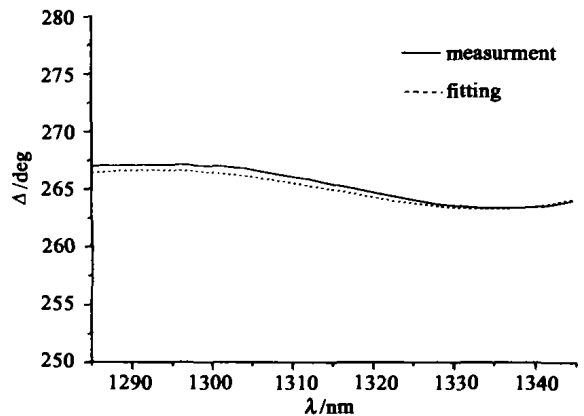


图 8 入射角为  $55^\circ$  时测量与拟合曲线  
Fig. 8 Phase shift curve of measured and fitting at 55 degree in design range

迟的理论分析结果与傅里叶椭圆偏振仪测得的结果是相吻合的.

#### REFERENCES

- [1] Tang Xuefei, Fan Zhengxiu, Wang Zhijiang. Surface inclusion adhesion of optical coatings [J]. *Optical Engineering*, 1994, **33**(10):3406—3410.
- [2] Southwell W H. Multiplayer coating producing  $90^\circ$  phase change [J]. *Applied Optics*, 1979, **18**(12):1875—1875.
- [3] Southwell W H. Multiplayer coating design achieving a broadband  $90^\circ$  phase shift [J]. *Applied optics*, 1980, **19**(16):2688—2692.
- [4] Joseph H Apfel. Phase retardance of periodic multiplayer mirrors [J]. *Applied Optics*, 1982, **21**(4):733—738
- [5] YUAN Jing-Mei, TANG Zhao-Sheng, QI Hong-Ji, et al. Analysis of optical property for several ultraviolet thin film materials [J]. *Acta Optical Sinica* (袁景梅, 汤兆胜, 齐红基, 等. 几种紫外薄膜材料的光学常数和性能分析. *光学学报*), 2003, **23**(8):984—988.
- [6] HUANG Jian-Bing, WANG Ying-Jian, FANG Ming, et al. Design of  $90^\circ$ -deg reflection-induced phase retarder [J]. *Acta Optical Sinica* (黄建兵, 王英剑, 方明, 等.  $90^\circ$  反射式相位延迟器的设计. *光学学报*), 2004, **24**(9):1169—1172.