

文章编号: 0258-7025(2008)05-0760-04

# SiO<sub>2</sub> 薄膜折射率的准确拟合分析

王胭脂<sup>1,2</sup> 张伟丽<sup>1</sup> 范正修<sup>1</sup> 黄建兵<sup>1</sup> 晋云霞<sup>1</sup> 姚建可<sup>1,2</sup> 邵建达<sup>1</sup>

(<sup>1</sup> 中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800; <sup>2</sup> 中国科学院研究生院, 北京 100039)

**摘要** 精确的光学常数对于设计和制备高品质的光学薄膜非常重要, 尤其是那些光学性能对折射率变化敏感的薄膜。SiO<sub>2</sub> 是一种常用的低折射率材料, 因与常用基底折射率相近使其准确拟合有一定难度。实验通过离子束溅射制备了 SiO<sub>2</sub> 单层膜。考虑测量时的误差和基底折射率的影响, 采用透射率包络和反射率包络得到了 SiO<sub>2</sub> 的折射率, 并用所得折射率进行反演来对这两种途径在实际测量拟合过程中的准确性进行比对。分析表明, 剩余反射率在实际的测量过程中误差更小, 直接用测量镀膜前后基片的剩余反射率值可以更简便更准确地得到 SiO<sub>2</sub> 的折射率, 能达到 10<sup>-2</sup> 的精度。

**关键词** 薄膜; SiO<sub>2</sub> 折射率; 包络法; 准确拟合

中图分类号 O 484 文献标识码 A

## Analysis for Accurately Fitting the Refractive Index of SiO<sub>2</sub> Thin Film

Wang Yanzhi<sup>1,2</sup> Zhang Weili<sup>1</sup> Fan Zhengxiu<sup>1</sup> Huang Jianbin<sup>1</sup>

Jin Yunxia<sup>1</sup> Yao Jianke<sup>1,2</sup> Shao Jianda<sup>1</sup>

(<sup>1</sup> Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China)  
(<sup>2</sup> Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China)

**Abstract** It is very important to obtain the accurate optical constants of thin films for the design and the manufacture of high-quality optical coatings, especially for those optical characteristics very sensitive to the variation of refractive index. SiO<sub>2</sub> as a common low refractive index material is difficult in accurately fitting the optical constants which are close to those of the substrates. In this paper, single layer SiO<sub>2</sub> film is prepared by ion beam sputtering. Considering the error in measurement and the influence of the substrate refractive index, the refractive index of SiO<sub>2</sub> is obtained by the transmission envelop and the reflection envelop methods. The accuracies of these two methods are compared by inverting the obtained refractive index. The analysis shows that the refractive index of SiO<sub>2</sub> with 10<sup>-2</sup> precision can be well obtained by directly using the residual reflection of substrate and films because of the few errors in actual measurement of residual reflection.

**Key words** thin films; refractive index of SiO<sub>2</sub>; envelop method; accurately fitting

## 1 引言

准确的折射率拟合对于设计和制备性能良好的光学薄膜尤其是那些对折射率变化敏感的薄膜具有非常重要的意义<sup>[1]</sup>, 例如, 负色散镜<sup>[2]</sup>的色散补偿<sup>[3]</sup>性能会随折射率的变化产生很大偏差<sup>[4]</sup>; 薄膜折射率是滤光片<sup>[5]</sup>设计时最重要的参数之一, 会严重影响滤光片的带宽和通带波纹, 导致插入损耗和引入

温度漂移。因此, 为了得到符合期望的光谱特性的薄膜, 在设计之前必须知道所用薄膜材料在相应波长范围内准确的色散曲线<sup>[6]</sup>。SiO<sub>2</sub> 是光学薄膜常用的低折射率材料, 但由于生产厂家及在实际使用时制备方法的不同, 折射率(550 nm)可从 1.42 变化到 1.52<sup>[6]</sup>, 因此必须根据实际实验计算才能得到所制备薄膜的折射率。此外 SiO<sub>2</sub> 折射率和常用基底

收稿日期: 2007-09-07; 收到修改稿日期: 2007-11-29

作者简介: 王胭脂(1981—), 女, 河南人, 博士研究生, 主要从事超快激光系统中色散补偿薄膜的研究。

E-mail: yanzhiwang@siom.ac.cn

导师简介: 邵建达(1964—), 男, 浙江人, 研究员, 博士生导师, 主要从事高功率激光薄膜、软 X 射线激光薄膜、激光对光学薄膜破坏机制、超薄膜生长特性、半导体材料特性等方面的研究工作。E-mail: jdsiao@mail.shnc.ac.cn

折射率比较相近,在准确测量拟合上有一定难度。光度法是一种计算折射率常用的方法<sup>[6~12]</sup>。

本文通过离子束溅射制备了 SiO<sub>2</sub> 单层膜并对其折射率进行了拟合,为了尽可能得到准确的折射率值,考虑拟合过程中可能引入误差的环节,并对透射率包络和剩余反射包络拟合得到的折射率进行反演对比。分析表明利用剩余反射率值得到 SiO<sub>2</sub> 的折射率精度更高。

## 2 实验

剩余反射率包络实验时,考虑到基底折射率影响,选用火石玻璃 F<sub>4</sub>,折射率为 1.63(其他高折射率玻璃如 ZF<sub>4</sub> 折射率 1.75,基片透射率只有 86% 左右往往吸收很大,测量和计算复杂并且误差较大)。为消除基片背面的影响,将基片背面打毛。透射率包络法测量计算的基底,选用常用的 K<sub>9</sub> 玻璃。

采用 ION TECH 公司生产的 16 cm 射频离子源溅射沉积 SiO<sub>2</sub>,氩气经 16 cm 离子源电离形成氩离子束。离子束经过栅网聚焦、加速后轰击 SiO<sub>2</sub> 靶材,在洁净基底上沉积约 1600 nm 厚的 SiO<sub>2</sub> 薄膜。SiO<sub>2</sub> 靶材纯度为 99.999%,其本底真空为 10<sup>-4</sup> Pa,制备过程中真空为 10<sup>-2</sup> Pa,烘烤温度 80 °C,采用时间控制。

## 3 实验结果和讨论

由 Perkin Elmer 公司生产的 Lambda900 光谱测试仪测量基片的透射率和剩余反射率(仪器的测量精度为 ±0.08%)。

### 3.1 通过剩余反射拟合折射率

假定膜层和基底没有吸收,入射介质是空气时<sup>[13]</sup>

$$\text{基底反射率} \quad R_s = \left( \frac{1 - n_s}{1 + n_s} \right)^2, \quad (1)$$

$$\text{基底折射率} \quad n_s = \frac{1 + \sqrt{R_s}}{1 - \sqrt{R_s}}, \quad (2)$$

在厚度为  $\lambda/4$  奇数倍波长上,膜层反射率为

$$R_f = \left[ \frac{1 - (n_i^2/n_s)}{1 + (n_i^2/n_s)} \right]^2, \quad (3)$$

$$\text{膜层折射率} \quad n_i^2 = n_s \frac{1 + \sqrt{R_f}}{1 - \sqrt{R_f}}, \quad (4)$$

先根据膜层  $\lambda/4$  奇数倍处波长对应基底剩余反射率值,由(2)式计算出基底在 400~700 nm 的折射率,然后再把同一波长处膜层剩余反射率值和相应基底折射率代入(4)式得出 SiO<sub>2</sub> 在 400~700 nm 波长处

折射率的值。最后由柯西公式

$$n = A_0 + \frac{A_1}{\lambda^2} + \frac{A_2}{\lambda^4}, \quad (5)$$

可以得到 SiO<sub>2</sub> 在 200~2000 nm 的折射率  $n$ 。(5) 式中,  $A_0, A_1, A_2$  分别为柯西常数,  $\lambda$  为波长<sup>[8]</sup>。

测量时应考虑比较片色散的消除。如果在测量数据处理时忽略比较片的色散,会对剩余反射率值的测量产生较大影响(如图 1 所示),得到的膜片尤其是空白基底的剩余反射率比考虑色散时的值低很多,拟合出的基片及 SiO<sub>2</sub> 的折射率偏低,与考虑比较片的色散相比,测量时忽略比较片色散得到 SiO<sub>2</sub> 折射率进行反演得到的剩余反射率的值和实际测量值之间相差较大(如图 2 所示)。因此折射率拟合时消除比较片色散的影响是非常必要的。

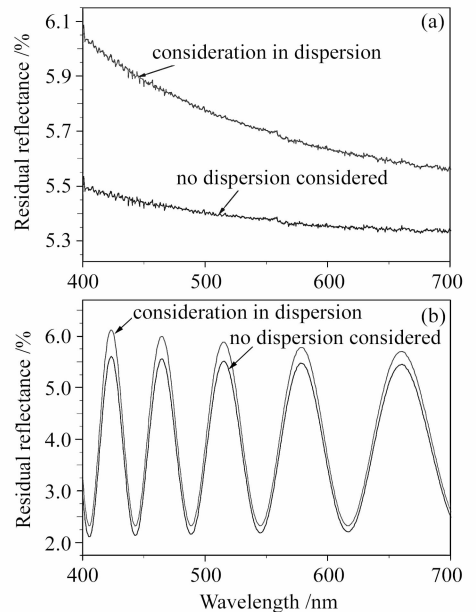


图 1 空白基底(a)和膜片(b)剩余反射率的测量  
Fig. 1 Residual reflectance of substrate (a) and film (b)

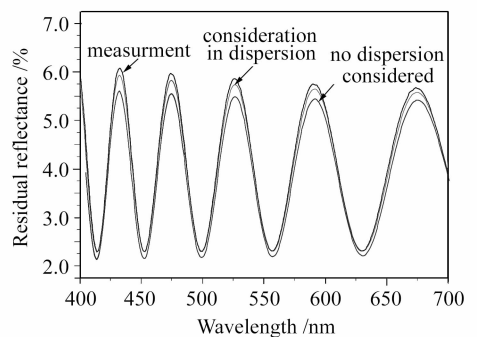


图 2 剩余反射率的反演

Fig. 2 Residual reflectance inversion

剩余反射率拟合 SiO<sub>2</sub> 折射率时要用到基底的折射率,为了得到准确的 SiO<sub>2</sub> 的折射率值,拟合时

要考虑随波长的变化基底的折射率也会发生变化(如表 1 所示)。应把同一波长处基底的折射率值代入  $\text{SiO}_2$  折射率公式进行拟合。如果不考虑基底的色散,所得  $\text{SiO}_2$  折射率就很难达到  $10^{-2}$  的精度。

表 1 同一波长处基底和  $\text{SiO}_2$  的折射率

Table 1 Refractive index of  $\text{SiO}_2$  and substrate at the same wavelength

Wavelength /nm	$n_t$ ( $\text{SiO}_2$ )	$n_s$ (Substrate)
414.35	1.49535	1.64809
452.50	1.49166	1.63970
499.59	1.48877	1.63299
556.58	1.48641	1.62696
629.88	1.48369	1.62091
726.90	1.48181	1.61610

用表 1 中 400~700nm 的  $n_t, n_s$  代入(5)式,计算得  $A_0 = 1.4745, A_1 = 3758.19065 \text{ nm}^{-2}, A_2 = -52116264.55994 \text{ nm}^{-4}$ 。可以得到  $\text{SiO}_2$  在 400~1600 nm 的折射率值,如图 3 所示。

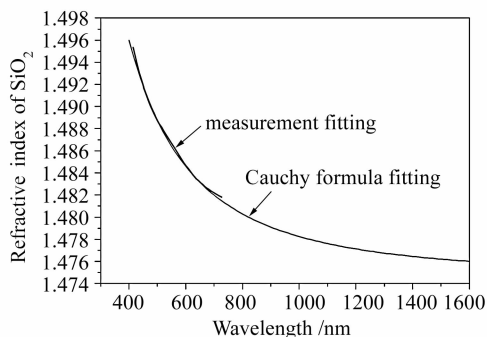


图 3  $\text{SiO}_2$  的折射率值

Fig. 3 Refractive index of  $\text{SiO}_2$

### 3.2 利用透射率拟合折射率

透射率包络法<sup>[10]</sup>是利用透射率光谱曲线  $\lambda/2$  和  $\lambda/4$  处对应极值点数值来计算弱吸收薄膜的光学常数。在 Essential Macleod 软件中导入  $K_0$  玻璃空白基底透射率和镀膜后的透射率,然后选定极值点

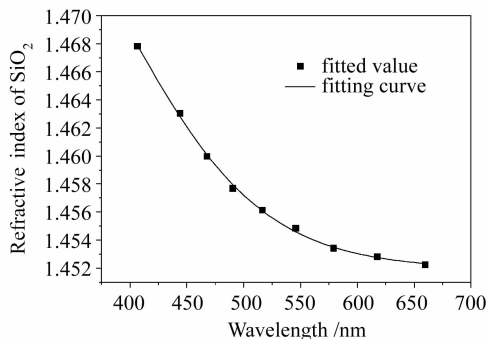


图 4 透射率拟合得到折射率

Fig. 4 Refractive index obtained by transmission envelop

进行光学常数拟合。拟合过程和极值点的选取有关,因此每次的拟合值可能会有变化并且有时不符合色散性质,为了避免测量及包络点选取时引入更多的误差,取 400~700 nm 处的极值点进行拟合,得到如图 4 所示的  $\text{SiO}_2$  折射率。

### 3.3 剩余反射率和透射率得到折射率的对比

图 5(a), (b) 分别为透射率包络和剩余反射率包络得到折射率的反演。图中,透射率包络得到折射率反演值和测量值之间偏差 0.2% 左右,而剩余反射率包络得到的反演值和测量值之间偏差小于 0.08%。可以看出剩余反射率包络得到的折射率反演和测量值之间吻合得更好,更能满足薄膜性能对于折射率变化敏感膜系在  $\text{SiO}_2$  折射率拟合精度上的要求。

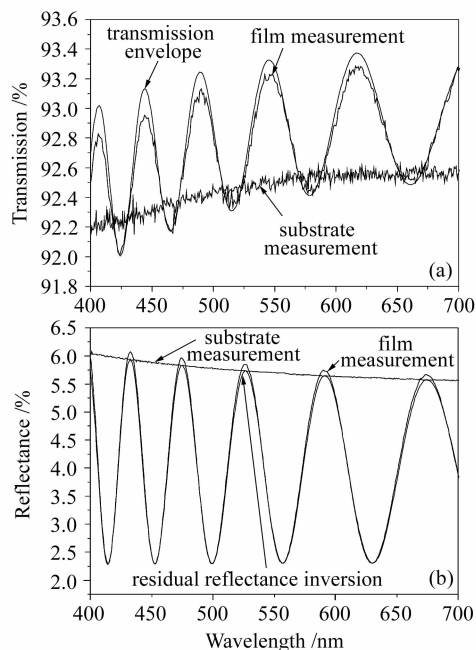


图 5 透射率(a)和剩余反射率(b)的反演

Fig. 5 Transmission (a) and residual reflectance (b) inversion

通过以上的反演对比可以看出,对于低折射率材料,在测量计算中用剩余反射率值拟合计算  $\text{SiO}_2$  折射率更准确。因为在实际测量中剩余反射率比透射率测量精度更高:当测量在极大值和极小值之间走动变化时,透射率基数本身比较大。比如从极小值 91.7% 到 93.4% 变化 1.7%,对于相对约 1% 的测量变化没有对剩余反射率(从 1.8% 变化到 6% 相对变化约 17%)敏感,所以剩余反射率测量结果更准确。另外,从图 5 中可以看到,剩余反射率测量曲线更平滑,峰值位置更精确,并且基片测量曲线更接近于膜片的极值点,说明测量时受薄膜吸收、非均匀性

和散射等因素影响较小,拟合误差小。

## 4 结 论

分别采用透射率包络和剩余反射包络对 SiO<sub>2</sub> 薄膜折射率进行了拟合,考虑测量时的误差和基底折射率的影响,通过对比表明,在实际的测量拟合过程中,利用剩余反射率得到的折射率更加准确,并且直接通过测量镀膜前后基片的剩余反射率就能实现。同时也可以看出,要得到精度更高的折射率,使对折射率变化敏感的光学薄膜性能在设计 and 制备时准确实现,必须考虑拟合过程中基底的选择、基底的光学常数和测量因素的影响。

## 参 考 文 献

- 1 J. P. Borgogno, P. Bousquet, F. Flory *et al.*. Inhomogeneity in films; limitation of the accuracy of optical monitoring of thin films [J]. *Appl. Opt.*, 1981, **20**(1):90~94
- 2 Liao Chunyan, Wu Zubin, Fan Zhengxiu *et al.*. Negative dispersion mirror: design, fabrication and use in Ti:sapphire lasers [J]. *Chinese J. Lasers*, 2006, **33**(2):238~241  
廖春艳,吴祖斌,范正修等. 负色散镜的设计、制备及在掺钛蓝宝石激光谐振腔内的使用[J]. *中国激光*, 2006, **33**(2):238~241
- 3 Zhu Yi, Chen Xiaowei, Leng Yuxin *et al.*. Pulse compression of differently polarized femtosecond laser after propagation in bulk media [J]. *Acta Optica Sinica*, 2006, **26**(3):471~475  
朱毅,陈晓伟,冷雨欣等. 不同偏振飞秒激光经块状材料传输后的脉宽压缩[J]. *光学学报*, 2006, **26**(3):471~475
- 4 R. Szipöcs, A. Kőházi-Kis. Theory and design of chirped dielectric laser mirrors [J]. *Appl. Phys. B*, 1997, **65**:115~135
- 5 Gu Peifu, Li Haifeng, Zhang Yueguang *et al.*. Refractive index of oxidize thin films deposited by ion beam sputtering [J]. *Acta Optica Sinica*, 2002, **22**(3):290~293  
顾培夫,李海峰,章月光等. 用离子束沉积的氧化物薄膜的折射率[J]. *光学学报*, 2002, **22**(3):290~293
- 6 Martin Jerman, Zhaohui Qiao, Dieter Mergel. Refractive index of thin films of SiO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, and HfO<sub>2</sub> as a function of the films' mass density [J]. *Appl. Opt.*, 2005, **44**(15):3006~3012
- 7 R. Swanepoel. Determination of the thickness and optical constants of amorphous silicon [J]. *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 1983, **16**:1214~1222
- 8 D. P. Arndt, R. M. A. Azzam, J. M. Bennett *et al.*. Multiple determination of the optical constants of thin-film coating materials [J]. *Appl. Opt.*, 1984, **23**(20):3571~3596
- 9 Mool C. Gupta. Optical constant determination of thin films [J]. *Appl. Opt.*, 1988, **27**(51):954~956
- 10 Yuan Jingmei, Tang Zhaosheng, Qi Hongji *et al.*. Analysis of optical property for several ultraviolet thin film materials [J]. *Acta Optica Sinica*, 2003, **23**(8):984~988  
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[J]. *光学学报*, 2003, **23**(8):984~988
- 11 A. P. Caricato, A. Fazzi, G. Leggieri. A computer program for determination of thin film thickness and optical constants [J]. *Applied Surface Science*, 2005, **248**:440~445
- 12 Mohanmmad F. Al-Kuhaili, Ehasn E. Khawaja, Sardar M. A. Durrani. Determination of the optical constants ( $n$  and  $K$ ) of inhomogeneous thin films with linear index profiles [J]. *Appl. Opt.*, 2006, **45**(19):4591~4597
- 13 Tang Jinfa, Gu Peifu. Thin Film Optical and Technology [M]. Beijing: The Publish House of Mechanical Industry, 1996. 193~194  
唐晋发,顾培夫. 薄膜光学与技术[M]. 北京:机械工业出版社, 1996. 193~194