

在阳极上生成的 Nb_2O_5 薄膜中的电光效应

沈文江
(上海铁道学院)

提 要

本文报导了阳极生成的 Nb_2O_5 薄膜中电光效应的测量方法和实验结果。发现折射率的改变与场强之间有着与过去文献不同的结果。强电场时幂次为 2, 弱电场时幂次为 1.63。同时观察到折射率的弛豫现象, 但没有观察到它的永久性的变化。

一、引 言

阳极生成的 Nb_2O_5 薄膜能用于集成光路中作为光调制器, 所以引起人们的兴趣。薄膜内部结构的改变也反映在折射率的变化上。Holden 和 Ullman^[1,2] 发现了在阳极氧化薄膜上反射的激光强度的电场感应调制现象。稍后, Frova 和 Migliorato^[3,4] 在分析了阳极 Ta_2O_5 薄膜上电调制的激光干涉谱以后, 提出引起这个现象的主要效应是薄膜折射率的电光效应, 而不是电致伸缩效应。Ord 和他的同事们^[5] 首先用椭圆仪去研究这些效应以及显示了这个方法的优点: 即能够独立地确定厚度和折射率的改变; 折射率的改变和场强之间呈线性关系。1973年 Cornish 和 Young^[6] 研究了 Ta_2O_5 薄膜, 1975年 Yee 和 Young^[7] 测量了 Nb_2O_5 薄膜。他们指出, 这些阳极生成的氧化物薄膜在电场不存在时是各向同性的, 但当电场沿垂直于表面的方向加上后薄膜成为各向异性的, 而且各向异性的折射率的改变和薄膜厚度的改变都与场强成平方关系; Nb_2O_5 的电光效应大于 Ta_2O_5 。

然而, 后来 Wang^[8] 和 Ord 等人^[9] 发表论文指出, Nb_2O_5 薄膜的折射率变化与场强不是平方关系, 而是 1.3 次方关系(即 $\Delta n \propto E^{1.3}$)。

本文从实验上进一步探讨了 Nb_2O_5 薄膜中的电光效应, 以及在这一效应中出现的弛豫现象。

二、理论计算和实验

1. 椭圆仪测量和计算

Den Engelsen^[10] 以及 Tomar^[11] 等人研究了应用于一个三层光学薄膜系统的椭圆仪测量理论。这个三层光学薄膜系统是在二层各向同性薄膜之间夹一层单轴各向异性薄膜, 光轴垂直于表面。Yee 等人^[7] 应用了各向异性薄膜的概念研究了阳极 Nb_2O_5 薄膜。本文叙述的实验将采用他们的方法。

对一个在各向同性衬底上生成的光轴垂直于薄膜表面的单轴各向异性薄膜来说, 是用

光学折射率椭球来表示折射率的, 这个椭球是以表面法线为轴的旋转椭球。薄膜中的 S 光和 P 光对各向异性的反应可用 n_s 和 n_p 二个折射率来分别描述。波面的方向遵守 Snell 定律。

为了画制一系列的等 n_o 曲线或等厚度曲线(见图 3), 在计算过程中采用了 $(n_e - n_o) = \beta(n_o - n_n)$ 关系式, 以及 $\beta = 1.6$ 。这里, n_n 是没有电场时各向同性的 Nb_2O_5 薄膜的折射率, 这时 $n_n = n_o = n_e$ 。关于 β 的数值, 我们是按 Yee^[7] 等人的方法重新测量过的。

因此, 本文所用的测量方法与普通的对于薄膜复盖的金属的椭偏仪测量方法类似, 只不过在公式 $\tan \psi \exp(i\Delta) = R_p/R_s$ 中的复数相对强度 R_p 和 R_s 中需用二个不相同的氧化物的折射率(详见附录)。

2. 仪器与实验步骤

铌样品是美国材料研究公司生产的单晶(110 面)。用一根钼丝点焊在样品上作为电极与支架。钼丝和铌样品的背面先氧化后再用蜡(Apiezon grease)封住。样品的工作面上先用机械抛光再用化学抛光。电解液是 0.2 克分子浓度的硫酸溶液, 在实验时不停地搅拌, 另用温控计将溶液维持在 $25.0 \pm 0.1^\circ\text{C}$, 电流密度为 0.11 mA/cm^2 。一个铂化了的铂电极用作阴极。

氧化样品用的容器是用聚四氟乙烯制成, 容器上带有二个窗口, 窗口用 6.35 mm 厚的熔融石英制成, 直径为 2.54 cm, 平整度为 $1/20$ 波长和平行度为 1 秒。

这两片窗口石英片用聚四氟乙烯的螺帽紧装于容器上伸出的两个短臂的顶端。两个窗口之间的角度为 125.54° , 因此光线的入射角为 62.77° 。压紧窗口石英片时会产生双折射, 因此聚四氟乙烯的螺帽不能拧得太紧, 只要不漏水就行了, 然后用 Iconel slide(一种背后镀银化合物的非常平整的薄玻璃片)放在容器中样品的位置上做有石英窗口和无石英窗口的试验, 以得到在 Δ 和 ψ 数值上很小的误差, 这时才算窗口装得适当。由于石英窗口在 Δ 和 ψ 中引进的误差, 用 Azzam 和 Bostiova^[12] 方法校正。

本实验中所用的自动化椭偏仪是鲁道夫型的(Rudolph 43603-200B), 由 DEC PDP-8E 计算机控制。光源是 6328 \AA 波长的 He-Ne 激光器。起偏器和检偏器由自由步进电动机驱动。起偏器和检偏器的方位角由 Decitrak 箭杆编码器测定。编码器测定的角度以二十进制编码送入计算机。型号为(EGG 型 HAV-1000 A)的光探测器用作探头。用于平衡起偏器和检偏器的程序存放在磁盘中。一只 Dova 型 5100 数字式电压表也连接到计算机上。

用 Aspnes 和 Studna^[13] 方法来调整椭偏仪。用一个区域或有时用二个区域的读数去跟踪五氧化二铌薄膜的生长。以 0.11 mA/cm^2 恒流, 到达 92 V 的电压对铌样品作阳极化处理, 这时氧化物薄膜的厚度为 2250.5 \AA 。薄膜厚度之所以这样选择有以下两点理由: (1) 在这个厚度上, 椭偏仪角度 Δ 和 ψ 正处于对 n_o 的改变和厚度的改变最敏感的区域。(2) 如果所加电压超过 92 V, 则氧化物薄膜将会引起再结晶, 这会大大改变薄膜的光学性质, 是测量中所不允许的。在 Nb_2O_5 薄膜形成之后, 为了测量电光效应和电致伸缩效应, 在样品和阴极之间

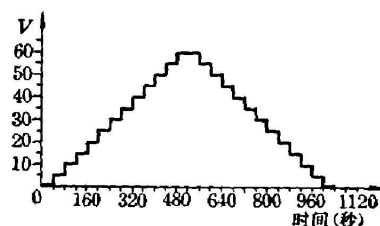


图 1 加于样品和阴极之间的阶梯电压
Fig. 1 Stair-case voltage applied between sample and cathode

加一个如图 1 所示的梯形电压。除了顶上的一级，阶梯电压的每级对应于 20 个时间间隔，每个时间间隔为 2 秒，在奇数间隔内测量和记录起偏器的角度，在偶数间隔内测量和记录检偏仪角度。这个梯形电压由计算机程序中专门的子程序产生。测量以后，样品的工作面用电子显微镜检查，没有观察到由电场引起的再结晶现象。

三、结果和讨论

图 2 是由计算机直接作出的图形，显示了五条具有不同的折射率的各向同性的 Nb_2O_5

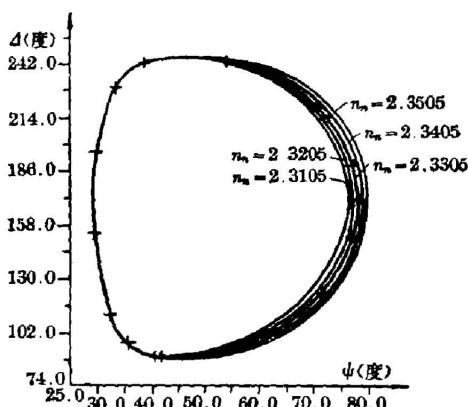


图 2 Nb_2O_5 薄膜的理论 $\Delta-\psi$ 曲线
Fig. 2 Theoretical $\Delta-\psi$ curves for Nb_2O_5 films

的 $\Delta-\psi$ 理论曲线，以及对这氧化物薄膜在电场不存在时的椭偏仪测量数据。最适合这些数据的理论曲线是 $n_n=2.3305$ 和衬底折射率为 $n_s=3.01-i\cdot 3.55$ 这一条。以上这些数据已写入计算机程序，用于计算电光效应和电致伸缩效应。

图 3(a) 表示相应于阶梯电压上升的整个 Δ, ψ 区域。图上的点子是相应于在氧化膜上加不同电压的实验结果。等折射率 n_o 曲线和等厚度曲线也表示在图上，计算这些曲线的程序中采用了 $\beta=1.6$ 的数值。图 3(b) 表示阶梯电压的下降的阶段。从图 3(a), (b) 上能够读出 n_o, n_s 及薄膜厚度的数值。

n_o 对电场强度的依赖关系表示于图 4。图中“▲”点相应于薄膜中电场增加时的数据，而“●”点相应于电场减小过程。很明显，在这两个方向上的 n_o 的变化不能重复，因而出现了弛豫现象。 n_o 的永久的变化没有观察到。

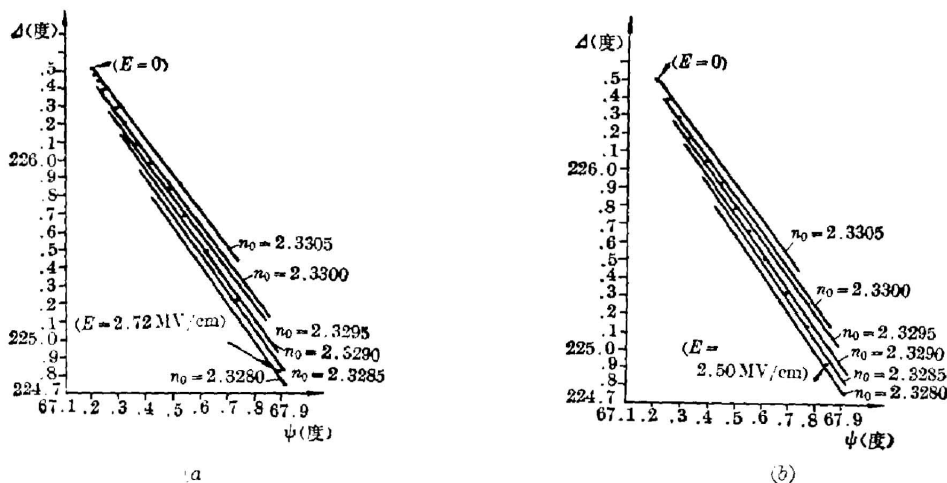


图 3 在 Δ, ψ 平面上，以 n_o 为常数的曲线族 ($\beta=1.6$)

Fig. 3 Contours on the Δ, ψ plane for constant n_o at $\beta=1.6$

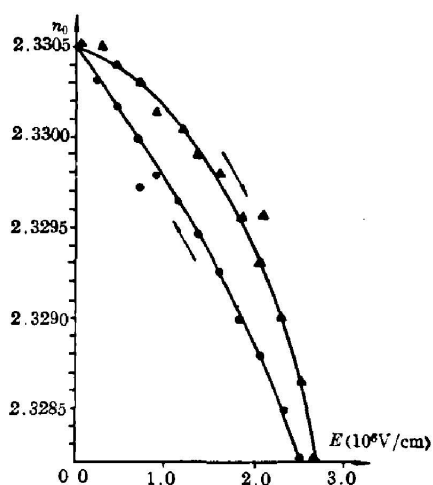


图 4 由图 3(a)和(b)所决定的 n_0 和 E 之间的关系

Fig. 4 The field dependence of n_0 corresponding to fig. 3(a) and (b)

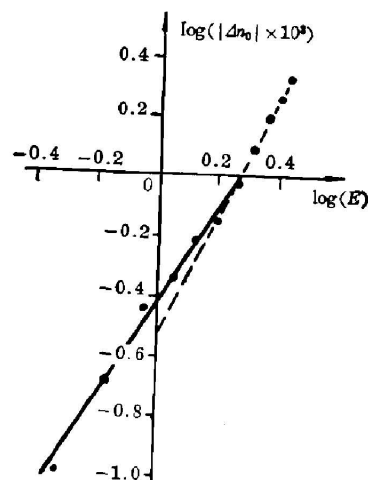


图 5 当电场增加时, $\log(|\Delta n_0| \times 10^3)$ 对 $\log(E)$ 的依赖关系

Fig. 5 Dependence of $\log(|\Delta n_0| \times 10^3)$ on $\log(E)$, as the field increases

图 5 表示当电场增加时 $\log(|\Delta n_0| \times 10^3)$ 与 $\log E$ 之间的关系。 Δn_0 表示薄膜的寻常折射率在有场和无场时的差别。在强电场时,所画的点子遵守平方规律,然而在弱电场时遵守 1.63 次方规律。

电场下降时 $\log(|\Delta n_0| \times 10^3)$ 与 $\log E$ 之间的关系表示在图 6 上。该线上也存在着不同的斜率。在强场时实验点子适合 1.35 次方规律,而在弱场时有着线性关系。指出下面一点是很重要的,在上述的二张图中,不同斜率的转换点对应着相同的电场。这一电场的数值约为 1.58 MV/cm (即在 $\log E = 0.2$ 的地方)。下面可以把实验结果归结为如下等式:

$$\Delta n_o = n_o - n_n = -BE^m,$$

$$\Delta n_e = n_e - n_n = -AE^m.$$

参 数	电 压 上 升 过 程		电 压 下 降 过 程	
	强 电 场	弱 电 场	强 电 场	弱 电 场
m	2.0	1.63	1.35	1.0
A	4.5×10^{-4}	5.8×10^{-4}	10.2×10^{-4}	11.8×10^{-4}
B	2.8×10^{-4}	3.6×10^{-4}	6.4×10^{-4}	7.4×10^{-4}

在以上的公式和表格中电场强度的单位是 MV/cm。

本文在相同的实验条件下反复测量了 Nb₂O₅ 薄膜的电光效应。把实验的可重复性表示在图 7 上。图 7 上所表示的是以二块不同的铌单晶所做的三次实验结果。可以看出各次实验的数据是相当接近的。它们之间的最大差别不超过 10^{-4} 。

本工作也测量了电致伸缩效应和弛豫过程。所测得的弛豫过程类似于 Yee 等人论文中

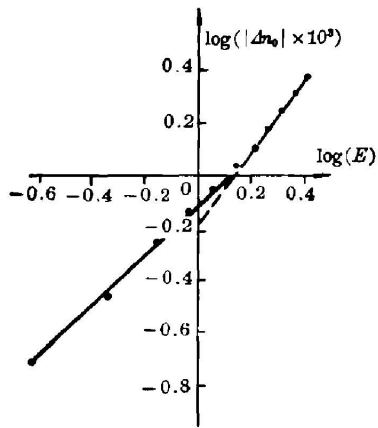


图 6 当电场减弱时, $\log(|\Delta n_0| \times 10^3)$ 对 $\log(E)$ 的依赖关系

Fig. 6 Dependence of $\log(|\Delta n_0| \times 10^3)$ on $\log(E)$, as field decreases

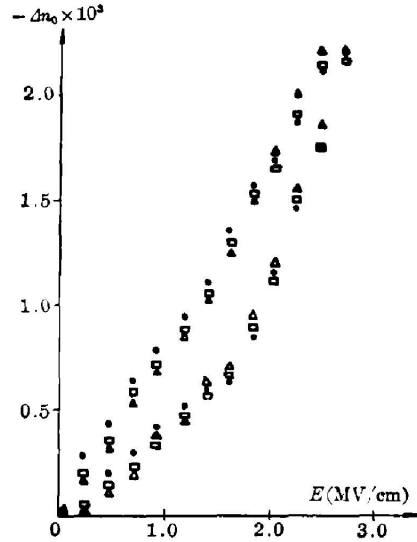


图 7 实验的重复率

Fig. 7 The reproducibility of experiments

的结果,不再在此详述。

在本文描述的实验中,阶梯电压上升阶段到达强电场区域时所获得的实验数根,精确地符合场的平方规律,与其他作者^[6,7]所作的理论分析符合得很好。而实验中出现的 n_0 的弛豫现象可由以下三个原因来说明:

(1) 在外加电场变化过程中引起晶格结构的变化,从而引起电子极化率的改变。

(2) 在外加电场变化过程中晶格缺陷的产生,这一点在研究离子导电过程中得到普遍承认,晶格缺陷也影响到电子的极化率。

(3) 由于电致伸缩效应伴随着电光效应,使薄膜体积发生变化从而产生了陷阱能级,引起电子在陷阱能级上的再分布,这也可能影响到电子的极化率。

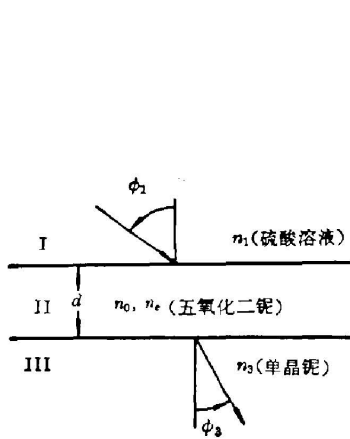
以上三个原因在 W. D. Cornish^[6] 等人研究 Ta_2O_5 薄膜电光效应的论文中详细讨论过。由于 Nb_2O_5 的化学成分和薄膜结构类似于 Ta_2O_5 , 因此本文中 n_0 的电场弛豫效应可能是由于原因(2)和(3)引起的。晶格的缺陷是在外场变化过程中产生,随着电场的消失而消失,但它们的变化速率落后于电场变化,因而形成了弛豫。另外,陷阱效应引起弛豫也是显而易见的。

正如本文已指出的,在外加电场上升和下降过程中存在着一个数值相等的电场 (~ 1.58 MV/cm), 这个电场的两边曲线的斜率引起突变,这一点可用原因(1)来说明。当然在这些方面,有大量的实验和理论工作可做,更有效地来证实这些结论。

本文的实验工作在加拿大不列颠·哥伦比亚大学 (University of British Columbia) 电气工程系固体实验室完成。本文作者深深感谢该系教授 L. Young 博士对实验和论文的指导。

附 录

应用偏振仪测量各向异性的 Nb₂O₅ 薄膜的电光效应时所采用的公式:



$$\left\{ \begin{aligned} n_1 \sin \phi_1 &= n_0 \sin \phi_0 = n_3 \sin \phi_3 \\ r_{12}^s &= (n_1 \cos \phi_1 - n_0 \cos \phi_0) / (n_1 \cos \phi_1 + n_0 \cos \phi_0) \\ r_{23}^s &= (n_0 \cos \phi_0 - n_3 \cos \phi_3) / (n_0 \cos \phi_0 + n_3 \cos \phi_3) \\ \beta_0 &= \frac{2\pi d n_0 \cos \phi_0}{\lambda} = \frac{2\pi d (n_0^2 - n_1^2 \sin^2 \phi_1)^{1/2}}{\lambda} \\ R_s &= \frac{r_{12}^s + r_{23}^s \exp(-2i\beta_0)}{1 + r_{12}^s r_{23}^s \exp(-2i\beta_0)} \\ r_{21}^p &= \frac{n_e \cdot n_0 \cdot \cos \phi_1 - n_1 (n_e^2 - n_1^2 \sin^2 \phi_1)^{1/2}}{n_e \cdot n_0 \cdot \cos \phi_1 + n_1 (n_e^2 - n_1^2 \sin^2 \phi_1)^{1/2}} \\ r_{23}^p &= \frac{n_3 (n_e^2 - n_1 \sin^2 \phi_1)^{1/2} - n_e \cdot n_0 \cdot \cos \phi_3}{n_3 (n_e^2 - n_1 \sin^2 \phi_1)^{1/2} + n_e \cdot n_0 \cdot \cos \phi_3} \\ \beta_e &= \frac{2\pi d n_p \cos \phi_e}{\lambda} = \frac{2\pi d n_0 (n_e^2 - n_1^2 \sin^2 \phi_1)^{1/2}}{\lambda n_e} \\ R_p &= \frac{r_{12}^p + r_{23}^p \exp(-2i\beta_e)}{1 + r_{12}^p r_{23}^p \exp(-2i\beta_e)} \\ (\Delta n_0) &= n_0 - n_n \\ (\Delta n_e) &= 1.6 \cdot (\Delta n_0) \\ n_e &= (\Delta n_e) + n_n \\ \tan \psi e^{i\delta} &= R_p / R_s \end{aligned} \right.$$

式中: n_e ——非常光折射率; n_0 ——寻常光折射率; n_n ——没有外加电场时 Nb₂O₅ 的折射率;
 n_p ——P 光折射率; λ ——激光波长。

参 考 文 献

- [1] F. G. Ullman, B. J. Holden; *Bull. Am. Phys. Soc.*, 1967, **12**, No. 12 (Dec), 1132.
- [2] B. J. Holden, F. G. Ullman; *J. Electrochem. Soc.*, 1969, **116**, No. 2 (Feb), 280.
- [3] A. Frova, P. Migliorato; *Appl. Phys. Lett.*, 1968, **13**, No. 9 (Nov), 328.
- [4] A. Frova, P. Migliorato; *Appl. Phys. Lett.*, 1969, **15**, No. 12 (Dec), 406.
- [5] J. L. Ord, M. A. Hopper *et al.*; *J. Electrochem. Soc.*, 1972, **119**, No. 4 (Apr), 439.
- [6] W. D. Cornish, L. Young; *Proc. R. Soc. Lond.*, 1973, **335**, A, 39.
- [7] K. K. Yee, L. Young; *Appl. Opt.*, 1975, **14**, No. 6 (Jun), 1316.
- [8] W. P. Wang, Ph. D. Thesis; *Elect. Eng. Dept.*, Univ. of Waterloo, 1975, 312.
- [9] J. L. Ord, J. C. Clayton *et al.*; *J. Electrochem. Soc.*, 1978, **125**, No. 6 (Jun), 908.
- [10] D. Den Engelsen; *J. O. S. A.*, 1971, **61**, No. 11 (Nov), 1460.
- [11] M. Tomar, V. K. Srivastava; *Thin Solid Films*, 1973, **15**, No. 2 (Feb), 207.
- [12] D. Smith, Ph. D. Thesis; *Elect. Eng. Dept.* Univ. of B. C. Vancouver, 1981, 407.
- [13] D. F. Aspnes, A. A. Studna; *Appl. Opt.*, 1971, **10**, No. 5 (May), 1024.

Electrooptic effect in anodic Nb₂O₅ films

SHEN WENJIANG

(Shanghai Institute of Railway Technology)

(Received 15 April 1982, revised 25 August 1982)

Abstract

The measurement and experimental result of electrooptic effect in anodic Nb₂O₅ films are presented in the paper. It has been found that dependences of the change in indices on the field are different from those reported in previous papers. The power is 2 at higher field and 1.63 at lower field. Some hysteresis, but no permanent change in indices was observed.

矩阵光学导论

A. Gerrard, J. M. Burch «Introduction to Matrix Methods in Optics», John Wiley & Sons, Ltd., 1975, 355 pages.

早在 1857 年数学家 Cayley 就已经介绍了矩阵方法, 作为一种数学方法, 它并非新的。用矩阵方法处理光学系统, 最初并未被光学家普遍接受, 只是近年来, 由于矩阵方法本身在处理光学线性系统时简便利落; 由于激光器出现后, 矩阵方法更显示其处理光束传输问题的优越性; 而且通过使用这一方法, 使光学与其它学科联系起来, 不受传统概念的束缚; 还由于它打通了过去经典光学中几何光学和物理学之间的鸿沟, 从而充分显示其多用途性; 如此等等。因此介绍这种光学处理方法, 使光学家和准备从事光学的工作者, 通过掌握和运用这种方法, 相信会受到普遍欢迎的。

本书共分五章, 集中于两个论题, 其一是旁轴成像问题, 第二个是偏振问题。

第一章是为不熟悉矩阵代数的人准备的“矩阵计算导论”, 在列举许多辅助例题时, 引进直交矩阵的基本概念, 给出矩阵相加和相乘的规则。在引入变换矩阵和行列式后, 接着讨论了矩阵的反演, 从而使矩阵对角线化的处理简单, 最后介绍了如何确定矩阵的 N 次幂。

第二章描述同心光学系统的旁轴成像性质的“旁轴光学矩阵方法”介绍了用光线变换矩阵描述光线距轴线的高度和光线与轴线所交角度的方向余弦以及两者之间的变化。把表示一个简单间隙矩阵和表示一个折射表面矩阵两种基本类型的矩阵结合起来, 构成一个薄透镜、一个厚透镜或一个完整光学系统的等效矩阵。介绍了如何从实验上来确定矩阵元和如何从矩阵信息中推演系统的特性。最后将光线变换矩阵推广到包含反射和折射的情况。

第三章介绍“光学共振腔和激光束的传播”, 其前半章, 列表介绍一些以前的结果, 以及利用它们描述波前曲率半径、光程长度和光束的“容许能力”。从第四节起介绍“光学共振腔的矩阵表示”, 指出如何用单个等效矩阵表示光线在共振腔之间的往返传播; “稳定与不稳定共振腔之间的区别”; “高斯光束的传播及其复曲率参数”, 不仅预示了激光器将产生的高斯光束的发散度, 而且预示了光斑宽度。如果考虑模的匹配, 当激光束在腔外传输时, 必须计算激光束的衍射, 利用光线变换矩阵可容易地计算这种衍射。最后将这些方法推广到分布类透镜的情况。

(下转第 368 页)