

文章编号 : 0253-2239(2002)03-0290-04

# 用离子束溅射淀积的氧化物薄膜的折射率\*

顾培夫 李海峰 章岳光 刘 旭 唐晋发  
(浙江大学现代光学仪器国家重点实验室, 杭州 310027)

摘要: 介绍了用于波长为 1550 nm 光通信波分复用/解复用滤光片的离子束溅射的 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 和 SiO<sub>2</sub> 薄膜在法里-珀罗多层膜中的折射率的实时拟合方法及拟合结果, 给出了它们的淀积时间、淀积速率和计算的光学厚度, 分析了这些结果的可靠性。

关键词: 离子束溅射; 氧化物薄膜; 折射率

中图分类号: O484.4 文献标识码: A

## 1 引 言

用于密集波分复用光通信系统的波分复用器/解复用器的超窄带干涉滤光片等光学薄膜器件的出现, 对光学薄膜技术来说是一个严峻的挑战。这些薄膜器件无论是光学性质、机械性能还是波长温度飘移效应的要求之高都是前所未有的。为了解决这些难题, 人们在膜系设计, 尤其是在薄膜材料和基板的选择<sup>[1,2]</sup>、制备方法和工艺<sup>[3]</sup>、膜层厚度监控<sup>[4]</sup>以及特性测试评价等方面都做了大量深入细致的工作, 已取得了显著的进展。

离子束溅射淀积技术是一种制备优质氧化物薄膜的重要方法。本文采用这种技术, 对 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 和 SiO<sub>2</sub> 薄膜的折射率作了研究。象 TiO<sub>2</sub> 和 SiO<sub>2</sub> 薄膜一样, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 和 SiO<sub>2</sub> 薄膜作为高、低折射率材料在光纤窗口 1310 nm 和 1550 nm 具有广阔的应用前景。由于薄膜折射率是滤光片设计的最重要的参数之一, 它不仅会严重影响滤光片的带宽和通带波纹, 而且会导致插入损耗和引入温度漂移, 所以在薄膜滤光片设计之前, 必须尽可能正确地获得实际薄膜的折射率值。为此, 我们用曲线拟合法实时测量了

真空室中 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 和 SiO<sub>2</sub> 两种薄膜在法布里-珀罗干涉滤光片中的各层薄膜的折射率, 同时给出了它们的淀积时间、淀积速率和计算的光学厚度, 分析了这些结果的精确性和产生误差的主要原因。

## 2 离子束溅射镀膜

离子束溅射采用 ION TECH 公司生产的 16 cm 射频离子源。离子源的射频功率 13.56 MHz, 它使离子源放电室的 Ar 气有效地电离。电离产生的离子由屏栅正电压聚焦、加速栅的负电场加速后, 经中和器电子中和后轰击靶材 Ta 或 SiO<sub>2</sub>, 溅射出来的靶材料的分子或原子经另一个 12 cm 辅助离子源的 Ar 和 O<sub>2</sub> 离子轰击并由 O<sub>2</sub> 离子氧化后, 在基板上生成所需的 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 和 SiO<sub>2</sub> 膜。

在离子束溅射镀膜中, 溅射离子源对成膜速率、膜层均匀性和光学、机械性能等起着最重要的作用, 而辅助离子源对薄膜光学性能, 特别是对膜层的折射率和消光系数的影响也是至关重要的。表 1 列出了它们的主要技术参数。

Table 1 Deposition parameters of ion sources

	beam		accelerator		RF source		RF neutralizer		
	V/V	I/mA	V/V	I/mA	forward/W	reflected/W	emission/mA	forward/W	reflected/W
16 cm ion source	1250	600	250	12	380	2	900	60	0
12 cm ion source	400	76	600	2	170	0	400	40	1

进入溅射离子源和辅助离子源的工作气体由质

量流量计精确控制。溅射离子源的工作气体为 Ar 气, 其流量为 18 sccm。辅助离子源的 O<sub>2</sub> 流量为 12 sccm, 其氧气与氩气的流量比必须大于 60%, 否则淀积薄膜会因氧化不足而导致吸收。由于密集波

\* 高等学校重点实验室访问教学基金资助课题。

E-mail: gupeifu@hotmail.com

收稿日期 2001-04-04; 收到修改稿日期 2001-05-24

分复用超窄带滤光片层数一般在150层以上,每层膜的厚度差不多是可见光区的三倍,所以即使是微不足道的吸收也是不允许的,否则会大大增加滤光片的插入损耗。中和器一般仅用Ar气,其流量约为5 sccm。真空系统主要由一个机械泵和一个冷凝泵组成,其背景真空度可达到 $10^{-5}$  Pa数量级。系统工作稳定,长时间运行时,其工作气压、束流密度和加速电压等不稳定性都可控制在0.5%以内。

### 3 折射率拟合模型

虽然有多种方法可以在实际制备过程实时地求出薄膜的折射率,但本文的数学模型仍按我们熟悉的“薄膜光学”中的特征矩阵来表示多层膜的光学导纳 $Y$ 进行拟合,即

$$Y = C/B$$

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \left\{ \prod_{j=1}^q \begin{bmatrix} \cos\delta_j & i\sin\delta_j/n_j \\ in_j\sin\delta_j & \cos\delta_j \end{bmatrix} \right\} \begin{bmatrix} 1 \\ n_s \end{bmatrix}$$

且  $\delta_j = 2\pi n_j d_j / \lambda$ ,

式中 $B$ 、 $C$ 为多层膜中各层膜特征矩阵和基板特征矩阵乘积得到的矩阵元,即假设基板和各层膜的消光系数均为零,则对第一层膜, $B = 1$ , $C = n_s$ , $n_s$ 是基板的折射率。为了迭代计算每个膜层的特征矩阵

和 $\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix}$ 矩阵的乘积,设多层膜中第 $q$ 层膜的特征矩

阵与 $\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix}$ 矩阵乘积所得的矩阵元分别为 $D$ 和 $E$ ,则

$D$ 和 $E$ 可分别表示为

$$D = B\cos\delta_q + iC\sin\delta_q/n_q,$$

$$E = C\cos\delta_q + iBn_q\sin\delta_q$$

$\delta_q = 2\pi n_q r_q t / \lambda$ , $q = 1 \sim m$ , $m$ 为总的膜层数, $n_q$ 为第 $q$ 层膜的折射率, $r_q$ 为第 $q$ 层膜的几何厚度的沉积速率, $t$ 为第 $q$ 层膜的沉积时间,于是,透过膜层厚度监控片的激光能量 $P$ 是入射到监控片上的激光能量 $I$ 与监控片的透射率 $T$ 之乘积,即 $P = IT$ ,有

$$T = 4n_o n_s / [(n_o D + E)(n_o D + E)^*].$$

在薄膜透射率随沉积时间变化的过程中,把薄膜折射率 $n_q$ 、沉积速率 $r_q$ 以及 $D$ 和 $E$ 作为变量进行拟合,其中 $D$ 、 $E$ 是中间结果,而 $n_q$ 和 $r_q$ 是待测试的参数。折射率拟合过程可以同时用来监控膜层厚度。其光源为可调谐半导体激光器,调谐波长范围为1460 nm~1580 nm,波长分辨率为0.1 pm,相对

波长精度和波长不稳定性分别为 $\pm 5$  pm和小于 $\pm 1$  pm。测量光线经薄膜系统后由InGaAs接收器接收,接收器的波长响应范围为800 nm~1650 nm,线性范围可达+10 dBm~-50 dBm。信号由计算机自动采样和处理。很显然,当膜层厚度达到极值点时,满足以下条件

$$dP/dt = 0,$$

利用这种拟合方法监控膜层厚度,即使监控片存在一定的光干涉效应,仍能保证足够的折射率和膜层厚度的监控精度。

### 4 结果及讨论

对单腔法布里-珀罗滤光片(HL)H8LH(LH)和(HL)H10LH(LH)L1.3H1.433L进行实验,实验结果列于表2。表中沉积速率和沉积时间的乘积是薄膜的几何厚度,几何厚度与拟合获得的折射率的乘积是薄膜的光学厚度。从表2可见,SiO<sub>2</sub>膜的沉积速率要比Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>慢,这是因为它不象Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>是直接用Ta靶溅射的,而是用SiO<sub>2</sub>靶溅射的缘故,溅射率较低。表2还给出了折射率的算术平均值 $\bar{n}$ 和折射率算术平均值的标准偏差 $\sigma$ 。由表2可知,在两次实验中,高、低折射率材料Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>和SiO<sub>2</sub>折射率的算术平均值 $\bar{n}$ 偏离很小,相对偏离分别为0.4%和0.3%。算术平均值的标准偏差 $\sigma$ 都在千分之几,其中第一次实验的高折射率标准偏差为0.0063,主要是第31层膜的折射率拟合由于该层膜的信号变化较小而明显偏高的缘故。

图1和图2分别表示出各层膜的折射率和光学厚度的拟合结果,这两个参数对膜系设计和容差分析非常重要。图中“◆”表示各层膜的折射率或光学厚度,其中的连线仅表明膜层次序。间隔层的厚度由于太大(见表2),故超出图的范围。

从图1可知,高、低折射率两种薄膜的折射率是比较稳定的。折射率的结果有一些难以解释的现象:首先,间隔层SiO<sub>2</sub>膜的折射率比二侧反射镜中的SiO<sub>2</sub>层要低1%~2%,一个原因可能是膜层厚度较大引起较大的拟合误差,在实时拟合过程中,确也发现多半波层的拟合精度要比 $\lambda/4$ 层差。其次,间隔层后的Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜的折射率较前面第一个反射镜的低,这可能也与间隔层的拟合精度有关。由于间隔层的拟合误差,导致后续膜层的折射率偏差,而且由于高折射率层在相同的相对误差下有更大的数值所致。这从图2光学厚度的曲线中也不难发

现 第二个反射镜的光学厚度出现了较大的波动。 幸好这些膜层的光学厚度是相互补偿的 ,即前一层

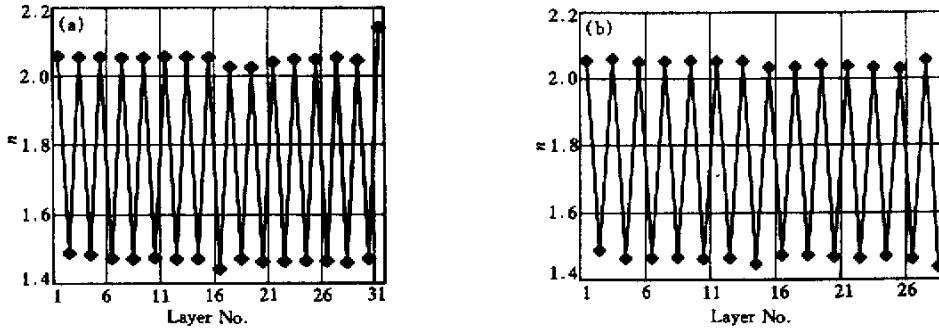


Fig.1 The refractive indexes of thin films in Fabry-Perot interference filters. ( a )The refractive index of each layers for 1st run ;( b )The refractive index of each layers for 2nd run

Table 2. The experimental results

layer No.	1 <sup>st</sup> run ( HL ) <sup>3</sup> H8LH <sup>3</sup> LH <sup>3</sup>				2 <sup>nd</sup> run ( HL ) <sup>3</sup> H10LH <sup>3</sup> LH <sup>3</sup> L1.3H1.32L			
	time/s	rate/( nm/s )	index	opt. thickness/nm	time/s	rate/( nm/s )	index	opt. thickness/nm
1	584.7	0.3094	2.058	3724.2	590.6	0.3103	2.054	3764.3
2	1132.5	0.2323	1.488	3916.8	1124.9	0.2358	1.488	3947.4
3	630.0	0.3066	2.055	3970.7	615.5	0.3085	2.059	3909.7
4	1145.0	0.2263	1.484	3845.2	1162.5	0.2307	1.464	3926.3
5	619.0	0.3081	2.056	3921.2	618.2	0.3078	2.050	3901.2
6	1157.0	0.2260	1.474	3856.1	1156.7	0.2298	1.465	3896.1
7	613.9	0.3087	2.053	3892.3	614.8	0.3091	2.052	3899.4
8	1168.0	0.2243	1.472	3856.7	1164.4	0.2275	1.467	3888.2
9	610.0	0.3100	2.053	3883.7	613.8	0.3071	2.053	3870.7
10	1173.4	0.2225	1.475	3851.8	1164.9	0.2280	1.463	3887.5
11	608.6	0.3097	2.056	3876.3	611.6	0.3081	2.052	3867.9
12	1172.7	0.2232	1.472	3853.8	1166.6	0.2272	1.464	3881.8
13	608.4	0.3102	2.055	3877.6	609.0	0.3092	2.052	3865.1
14	1174.5	0.2232	1.472	3858.7	11612.0	0.2313	1.448	38900.8
15	606.1	0.3121	2.054	3885.9	619.9	0.3107	2.033	3916.5
16	9273.0	0.2301	1.442	30779.3	1170.1	0.2274	1.474	3923.2
17	615.9	0.3115	2.026	3887.3	612.2	0.3118	2.035	3885.8
18	1175.8	0.2294	1.472	3972.3	1178.8	0.2279	1.474	3961.8
19	607.7	0.3144	2.025	3868.3	602.0	0.3113	2.042	3826.4
20	1182.5	0.2312	1.463	4000.4	1182.1	0.2290	1.469	3977.9
21	600.3	0.3123	2.041	3825.8	603.2	0.3116	2.039	3832.1
22	1184.6	0.2292	1.464	3974.8	1181.7	0.2301	1.464	3980.9
23	597.3	0.3110	2.049	3806.9	603.3	0.3125	2.033	3832.4
24	1184.6	0.2301	1.465	3994.3	1202.8	0.2230	1.470	3943.7
25	596.9	0.3109	2.049	3803.3	587.2	0.3133	2.030	3734.2
26	1192.4	0.2289	1.465	3998.7	1179.7	0.2330	1.462	4019.9
27	589.3	0.3095	2.054	3747.5	791.1	0.3089	2.056	5024.3
28	1197.6	0.2304	1.460	4029.4	1642.1	0.2285	1.437	5393.2
29	582.4	0.3128	2.046	3729.1				
30	1190.1	0.2234	1.472	3913.7				
31	558.2	0.3113	2.142	3721.9				
$i_{Ta_2O_5}$			2.054				2.046	
$i_{SiO_2}$			1.469				1.465	
$\sigma_{Ta_2O_5}$			0.0063				0.0027	
$\sigma_{SiO_2}$			0.0028				0.0032	

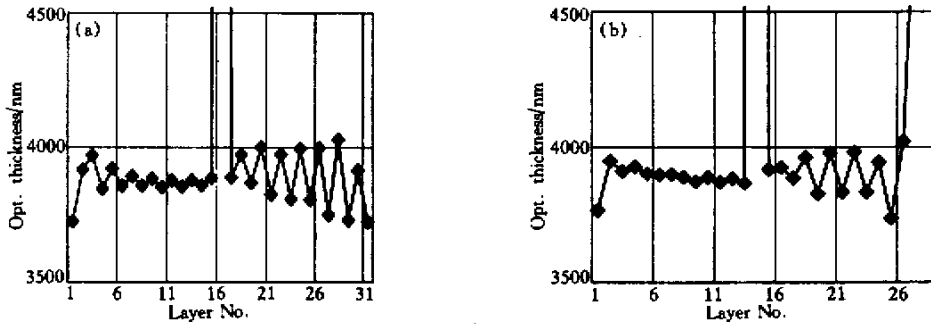


Fig.2 The optical thickness of thin films in Fabry-Perot interference filters. (a) The optical thickness of 1st run ;(b) The optical thickness of 2nd run

膜层厚度不足可由紧接着的膜层补足,反之亦然,保证滤光片仍能获得很好的波长定位。这一现象使得第一个反射镜的折射率拟合比第二个反射镜更稳定更可靠。此外, $\text{SiO}_2$ 膜的折射率可高达1.488,这个数值虽比晶体石英的折射率低,但比熔融石英玻璃要高,这可能正是高能离子束溅射薄膜所特有的性能,其薄膜的聚焦密度可大于1。用这种方法制作的超窄带滤光片,在真空室中从高温向室温的冷却过程中,中心波长向短波移动大约0.1 nm,但在真空室充气过程中,未发现任何波长漂移,这足以说明膜层极其致密。最后一个特征是,开头或结束的膜层折射率偏离较大,这主要是因为这些膜层信号相对变化率较小,使拟合精度降低所致。

**结论** 用离子束溅射镀膜,薄膜的沉积速率非常稳定,各层膜的折射率偏离很小,说明这种制备方法是非常可靠的,适用于密集波分复用超窄带滤光片的制造。

以多层膜的特征矩阵出发,在薄膜生长过程中对

光强变化连续进行曲线拟合,是实时获得各层薄膜的折射率和光学厚度信息的一种可行而合理的方法。

按照本制造工艺,获得 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 和 $\text{SiO}_2$ 薄膜在波长1550 nm超窄带滤光片中的折射率分别为2.05和1.467。

本工作得到陈炯、乔建民和Chuck Chou等先生的帮助,特此表示感谢。

#### 参 考 文 献

- [1] Zoller R, Gotzelmann R, Matl K *et al.*. Temperature-stable bandpass filters deposited with plasma ion-assisted deposition. *Appl. Opt.*, 1996, **35**(28):5609~5612
- [2] Takashashi H. Temperature stability of thin-film narrow-bandpass filters produced by ion-assisted deposition. *Appl. Opt.*, 1995, **34**(4):667~675
- [3] Qi T, Daibu S, Kazuo K *et al.*. Fabrication and characteristics of DWDM filters deposited by IAD. *Opt. Instrum.*, 1999, **21**(4~5):74~80
- [4] Son Daiyu, Kikuchi Kazuo, Cai Xuyang *et al.*. High-precision optical thickness monitor applied to manufacture of ultra narrow band pass filter. *Opt. Instrum.* (光学仪器), 1999, **21**(4~5):130~136 (in Chinese)

## Refractive Indexes of Oxidized Thin Films Deposited by Ion Beam Sputtering

Gu Peifu Li Haifeng Zhang Yueguang Liu Xu Tang Jinfa

(Key Laboratory of State Modern Optical Instrumentation, Zhejiang University, Hangzhou 310027)

(Received 4 April 2001; revised 24 May 2001)

**Abstract:** A curve-fit method and fitting results of refractive indexes of  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  and  $\text{SiO}_2$  thin films deposited by using ion beam sputtering in Fabry-Perot multilayer systems used for optical telecommunication dielectric thin film filters (Mux/Demux) at wavelength 1550 nm are presented. The sputtering time, deposition rate and optical thickness of each layers of the filters are given. At last, the measured results by means of curve fitting are discussed.

**Key words:** ion beam sputtering; oxidized thin films; refractive index