

# 利用透射光谱与 X 射线反射谱精确测量溶胶-凝胶 TiO<sub>2</sub> 薄膜厚度和光学常数

贾红宝<sup>1,3</sup> 孙菁华<sup>1,2,3</sup> 徐 耀<sup>1\*</sup> 吴 东<sup>1</sup> 吕海兵<sup>2</sup> 晏良宏<sup>2</sup> 袁晓东<sup>2</sup>

<sup>1</sup> 中国科学院山西煤炭化学研究所煤转化国家重点实验室, 山西 太原 030001  
<sup>2</sup> 中国工程物理研究院激光聚变研究中心, 四川 绵阳 621900  
<sup>3</sup> 中国科学院研究生院, 北京 100049

**摘要** 在洁净 K9 玻璃基底上沉积 TiO<sub>2</sub> 薄膜, 将透射光谱和 X 射线反射光谱相结合分析获得膜层的厚度和光学常数。X 射线反射谱拟合能精确得到膜层的厚度、电子密度及表面和界面粗糙度, 其中膜层厚度的数值为透射光谱的分析提供了重要参考。基于 Forouhi-Bloomer 色散模型拟合膜层透射光谱, 得到薄膜折射率和消光系数, 理论曲线和实验曲线吻合良好。对于同一样品, 两种光谱拟合分析得到的厚度数值非常接近, 差值最大为 4.9 nm, 说明两种方法的结合能够提高光学分析结果的可靠性。

**关键词** 薄膜; 光学常数; 透射光谱; X 射线反射

中图分类号 O484 文献标识码 A doi: 10.3788/AOS201232.0831001

## Determination of Thickness and Optical Constants of Sol-Gel Derived TiO<sub>2</sub> Films by Combined Analysis of Transmittance and X-Ray Reflectivity Spectra

Jia Hongbao<sup>1,3</sup> Sun Jinghua<sup>1,2,3</sup> Xu Yao<sup>1</sup> Wu Dong<sup>1</sup>  
Lü Haibing<sup>2</sup> Yan Lianghong<sup>2</sup> Yuan Xiaodong<sup>2</sup>

<sup>1</sup> State Key Laboratory of Coal Conversion, Institute of Coal Chemistry,  
Chinese Academy of Sciences, Taiyuan, Shanxi 030001, China

<sup>2</sup> Research Center of Laser Fusion, China Academy of Engineering Physics, Mianyang, Sichuan 621900, China

<sup>3</sup> Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China

**Abstract** TiO<sub>2</sub> films deposited on well clean K9 glass substrates are investigated for their thickness and optical constants by transmittance and X-ray reflectivity (XRR) measurements. XRR provides highly accurate results on film electron density, thickness and interface roughness. The film thickness from XRR is used as an initial value to accelerate the evaluation of the transmittance data. With the help of Forouhi-Bloomer dispersion model, the calculated transmittance curves fit the experimental results well. For the same sample, the film thickness values from the two methods are very close and the maximum difference is 4.9 nm, which indicates that the combination of XRR and transmittance spectra can improve the reliability of the optical characterization.

**Key words** thin films; optical constants; transmission spectra; X-ray reflectivity

**OCIS codes** 120.4530; 120.7000; 300.6550; 310.6860; 340.7450

收稿日期: 2012-02-10; 收到修改稿日期: 2012-03-21

基金项目: 国家自然科学基金重点项目(10835008)资助课题。

作者简介: 贾红宝(1980—), 男, 博士研究生, 主要从事光学薄膜结构和光学表征等方面的研究。

E-mail: hbjia@yahoo.cn

导师简介: 吴 东(1954—), 男, 研究员, 博士生导师, 主要从事介观材料合成和应用等方面的研究。

E-mail: wudong@sxicc.ac.cn

\* 通信联系人。E-mail: xuyao@sxicc.ac.cn

## 1 引言

在众多高折射率材料中,  $\text{TiO}_2$  薄膜因具有高透明度、在可见和近红外区低吸收、弱色散以及化学稳定性好等特点而备受关注<sup>[1~3]</sup>。薄膜制备有多种方法, 相对于物理方法, 溶胶-凝胶工艺显示出成本低、设备简单、且适于在不同形状或不同材料的基底上沉积膜层等独特的优势, 通过调整溶胶组分和镀制参数可方便地控制膜层的化学组成和微观结构, 为不断改善薄膜性能提供了广阔的发展空间。

一般来说, 薄膜的光学性质不同于块体材料, 随不同的工艺流程变化很大, 而薄膜的微观结构和光学性质直接影响薄膜的光学表现, 因此准确获得膜层的结构参数和光学常数显得非常重要。X 射线反射 (XRR) 是对薄膜微观结构进行无损探测的有力工具, 能提供膜层表面法线方向的电子密度剖面, 对膜层厚度以及表面和界面粗糙度的测量精度高, 尤其是粗糙度结果具有统计意义<sup>[4~6]</sup>。在薄膜光学性质的分析方法中, 椭圆偏振法是最常用的方法之一, 适用范围广, 但需要建立复杂的测试设备, 同时其测量精度受到诸多因素的限制<sup>[7]</sup>。对于沉积在玻璃基底上的光学薄膜, 紫外-可见光 (UV-vis) 透射光谱可对膜层光学反射性能进行直接而准确的测量, 分析透射谱也可获得膜层光学常数, 经典的分析方法为包络线法<sup>[8,9]</sup>, 但其要求膜层较厚以形成透射曲线中的干涉振荡。为了突破这一限制, 基于合适的色散模型直接对透射光谱进行拟合来获得光学常数, 有效拓展了透射光谱的分析手段<sup>[10,11]</sup>。

本文通过溶胶-凝胶法制备了不同浓度的  $\text{TiO}_2$  溶胶, 用旋涂法在玻璃基底上沉积  $\text{TiO}_2$  膜层。利用 XRR 测量了膜层的反射率曲线, 分析得到了膜层的厚度及界面粗糙度参数; 基于 Forouhi-Bloomer (FB) 色散模型<sup>[12,13]</sup>, 对膜层透射光谱进行拟合得到膜层光学常数。

## 2 理 论

### 2.1 XRR 方法简介

一定波长的 X 射线掠入射至膜层表面时, 在膜层不同界面上会发生反射和折射现象, 将镜向反射光与入射光强度之比定义为反射率。镜向反射时入射角与反射角相等, 此时散射矢量只有沿膜层表面法线方向的分量, 与入射角  $\theta$  的关系为

$$q_z = 4\pi \sin \theta / \lambda, \quad (1)$$

其中  $\lambda$  为 X 射线波长。理想单层膜的反射率随  $q_z$

振荡变化, 振荡曲线中相邻峰值对应的散射矢量间距  $\Delta q_z$  与膜层厚度  $d$  有如下关系:

$$d = \frac{\lambda}{2\Delta\theta} = \frac{2\pi}{\Delta q_z}, \quad (2)$$

(2) 式能够对膜层厚度做快速估算; 振荡峰幅值与膜层界面粗糙度及膜层与基底间的电子密度差有关, 利用 Parratt 迭代关系<sup>[14]</sup> 拟合反射率曲线, 获得膜层微观结构参数。

### 2.2 透射光谱理论

#### 2.2.1 色散模型

透射光谱的拟合基于 FB 色散模型<sup>[12,13]</sup>, 该模型假定电子态在呈抛物线形状的价带和导带之间变化, 两带之间的距离为  $E_g$ , 很好地描述了材料吸收边附近的光吸收特性。透射光谱测量范围往往是紫外至近红外区, 为此对 FB 模型做了一些调整。折射率  $n$  和消光系数  $k$  与光子能量  $E$  之间的关系为<sup>[10,15]</sup>

$$n(E) = n(\infty) + \frac{B_0 E + C_0}{E^2 - BE + C}, \quad (3)$$

$$\begin{cases} k(E) = \frac{A(E - E_g)^2}{E^2 - BE + C}, & E \geq E_g \\ k(E) = 0, & E \leq E_g \end{cases}, \quad (4)$$

式中  $B_0$  和  $C_0$  不是独立的参数, 它们满足

$$B_0 = \frac{A}{Q} \left( -\frac{B^2}{2} + E_g B - E_g^2 + C \right), \quad (5)$$

$$C_0 = \frac{A}{Q} \left[ \frac{B}{2} (E_g + C) - 2E_g C \right], \quad (6)$$

$$Q = \frac{1}{2} (4C - B^2)^{1/2}, \quad (7)$$

$n(\infty)$  为光子能量无穷大时的折射率;  $A$  正比于位置矩阵元的模平方与跃迁激子寿命  $\tau$  的比值;  $B$  数值上两倍于价带 (AS) 与导带 (BS) 的中心距离;  $Q$  与  $\tau$  的关系为  $Q = \hbar/\tau$ ,  $C$  通过  $Q$  与  $B$  相互联系;  $E_g$  代表材料的光子吸收最小能量, 称为 FB 带隙, 不同于材料的光学带隙<sup>[16]</sup>。FB 模型具有严格的物理推导基础, 参数均有具体的物理意义, 满足 Kramers-Kronig 色散关系, 对无定形、多晶的半导体材料均适用<sup>[16~18]</sup>。该模型的参数必须满足一些物理限制条件: 1) 所有参数须大于 0; 2)  $E_g < B/2$ ; 3)  $4C > B^2$ 。

#### 2.2.2 光学模型

在透明基底上沉积  $N$  层均匀薄膜, 入射光波垂直于膜层表面, 如图 1 所示, 图中  $R_i$ 、 $T_i$  分别表示入射方向上的膜层总反射率和总透射率,  $R'_i$  表示反射方向上膜层的总反射率,  $T$  为对有限厚基底修正后

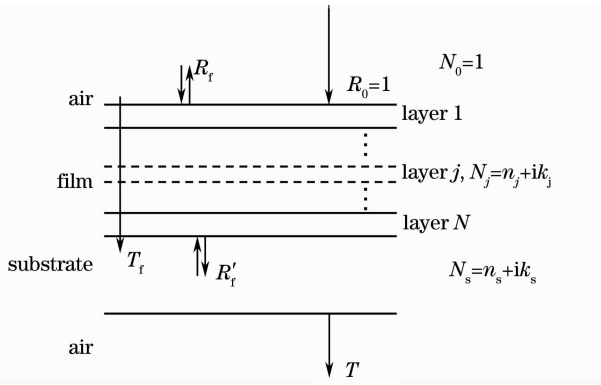


图 1 透明基底上沉积薄膜的示意图

Fig. 1 Schematic diagram of a multilayer film on a transparent substrate

的总透射率。

厚度为  $d_j$  的第  $j$  层薄膜复折射率  $N_j = n_j + ik_j$ , 两界面上的相位差为  $\delta_j = 2\pi N_j d_j / \lambda$ , 对于多层膜系统, 由薄膜的特征矩阵可得<sup>[19]</sup>

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \prod_{j=1}^N \cos \delta_j & -\frac{i}{N_j} \sin \delta_j \\ -i N_j \sin \delta_j & \cos \delta_j \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ N_s \end{bmatrix}. \quad (8)$$

薄膜与基底的组合导纳为  $Y = C/B$ , 则薄膜系统的总透射率为

$$T_t = \frac{4N_0 |N_s|}{|N_0 B + C|^2}. \quad (9)$$

考虑到基底的厚度比较大, 可忽略基底内部的干涉现象, 同时, 基底后表面上存在反射会降低透射强度, 需要进行修正, 修正后的膜层理论透射率为<sup>[20, 21]</sup>

$$T = \frac{T_s T_t \exp[-2\text{Im}(\delta_s)]}{1 - R_s R_t' \exp[-4\text{Im}(\delta_s)]}, \quad (10)$$

式中  $\delta_s = 2\pi N_s d_s / \lambda$ ,  $d_s$  为基底的厚度,  $N_s$  为基底的复折射率,  $N_s = n_s + ik_s$ .  $T_s$  和  $R_s$  分别表示基底-空气界面上的透射率和反射率。(10) 式中  $T_s$ 、 $R_s$  和  $R_t'$  均可由基本光学理论计算得到, 具体见文献<sup>[19]</sup>。

## 3 实验

### 3.1 溶胶和薄膜的制备

以无水乙醇为溶剂, 室温下, 将无水甲酸溶液加入至钛酸丁酯溶液中, 搅拌 5 min 后加入硝酸调节混合液 pH 值在 1~2 之间, 然后转入自压釜中 85 °C 热处理 1 h, 冷却至室温获得淡蓝色 TiO<sub>2</sub> 溶胶。初始反应体系中钛酸丁酯、甲酸、硝酸的摩尔比恒定为 1:4:0.04。为了研究反应物钛酸丁酯浓度对膜层结构和光学性质的影响, 尝试 4 种不同的浓

度, 分别为 0.40、0.43、0.45、0.47 mol/L。采用旋涂法在洁净 K9 玻璃基底上镀膜, 基片旋转速率恒定为 4000 r/min。为了便于讨论, 以浓度值为标记, 如浓度为 0.45 mol/L 时, 溶胶和相应的薄膜分别记为 ST45 和 FT45。

### 3.2 表征

XRR 实验在上海同步辐射装置衍射线站上进行, 入射 X 射线波长为 0.124 nm, 在一台 Huber 六圆衍射仪上采用  $\theta/2\theta$  镜面反射式扫描, 测量得到反射率曲线。采用 Shimadzu 公司的 UV-3150 型紫外-可见光-近红外仪测量薄膜的透射光谱, 光谱范围为 320~1000 nm。

## 4 结果与讨论

### 4.1 XRR 分析

图 2 是 TiO<sub>2</sub> 薄膜的 XRR 测试曲线 (符号线), 干涉振荡峰的出现表明膜层界面尖锐, 粗糙度较小。单层膜结构具有两个界面, 即膜层-空气界面和膜层-基底界面, 将这两个界面上的粗糙度分别简称为表面粗糙度和界面粗糙度, 二者对 XRR 曲线有着不同的影响, 表面粗糙度会影响反射强度的下降趋势, 而界面粗糙度会影响到振荡峰出现的多少。具体拟合过程中, 玻璃基底的电子密度恒定为  $0.73 \times 10^3 \text{ nm}^{-3}$ <sup>[22]</sup>, 图 2 中实线代表拟合结果, 具体的结构参数如表 1 所示,  $\rho_e$  为膜层电子密度,  $d_{\text{XRR}}$  表示 XRR 拟合得到的膜层厚度,  $\sigma_1$  为表面粗糙度,  $\sigma_2$  为界面粗糙度。从表中可以看出在相同的旋涂转速下, 膜层厚度直接依赖于溶胶浓度, 由 FT40 的 92.9 nm 增加至 FT47 的 140.0 nm; 膜层表面粗糙度变化不大, 其数值在 1.6~1.9 nm 之间变化, 样品 FT40、FT43 和 FT45 界面粗糙度均小于 3 nm,

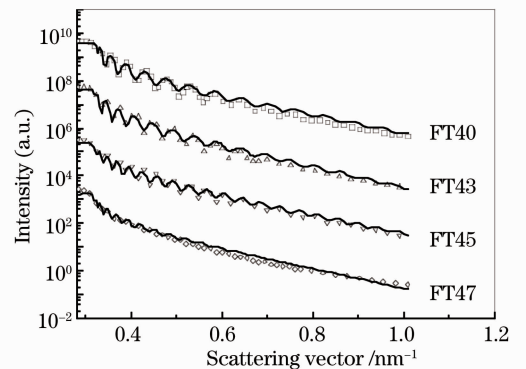


图 2 TiO<sub>2</sub> 薄膜的 XRR 测试 (符号) 和拟合 (实线) 曲线  
Fig. 2 XRR experimental (symbols) and fitted (solid lines) curves of the TiO<sub>2</sub> films

而 FT47 的界面粗糙度陡然增加至 3.98 nm, 这说明溶胶浓度上升至一定程度才会明显影响到膜层-基底界面的形成; 膜层电子密度非常接近, 在  $0.7 \times 10^3 \text{ nm}^{-3}$  左右, 其大小反映了膜层形成时溶胶颗粒的堆积密度, 本文中膜层电子密度远比晶化  $\text{TiO}_2$  材料的低(锐钛矿相为  $1.1 \times 10^3 \text{ nm}^{-3}$ , 金红石相为  $1.2 \times 10^3 \text{ nm}^{-3}$ [23]), 这是由溶胶-凝胶膜层的疏松膜层结构造成的, 无定形  $\text{TiO}_2$  膜据文献报道电子密度为  $0.57 \times 10^3 \text{ nm}^{-3}$ [23] 和  $(0.7 \sim 0.8) \times 10^3 \text{ nm}^{-3}$ [24], 与本文结果相近, 差别可能源于反应体系的不同。

表 1 XRR 拟合得到的  $\text{TiO}_2$  膜层微结构参数

Table 1 Microstructure parameters of  $\text{TiO}_2$  films determined by XRR fitting

Sample	FT40	FT43	FT45	FT47
$\rho_c / (10^3 \text{ nm}^{-3})$	0.716	0.701	0.692	0.700
$\sigma_1 / \text{nm}$	1.69	1.89	1.71	1.82
$\sigma_2 / \text{nm}$	2.36	2.61	2.32	3.98
$d_{\text{XRR}} / \text{nm}$	92.9	103.8	135.8	140.0

## 4.2 透射光谱分析

### 4.2.1 按理想单层膜模型拟合

图 3 为薄膜样品的透射光谱, 膜层厚度随浓度上升而增加, 因此对应的透射光谱中心波长向长波方向移动, 其中样品 FT45 和 FT47 的中心波长位置已在近红外区, 900 nm 附近的透射率约为 83%, 表明膜层具有较好的反射性能。从图中明显看出, 膜层的峰值透射率与玻璃基底的透射率非常接近, 说明膜层的散射损失及可见光区的吸收都可忽略。

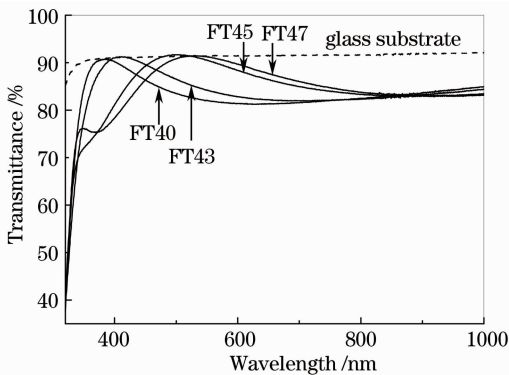


图 3  $\text{TiO}_2$  薄膜的透射光谱

Fig. 3 Transmittance curves of the  $\text{TiO}_2$  film

透射光谱拟合的前提是准确获得基底的光学常数, 玻璃基底的折射率由基底的透射率计算得到[8], 消光系数在所测量光谱范围内假定为 0。基于 FB 模型对样品的透射光谱进行拟合, 膜层厚度参数以 XRR 得到的数值为初始值, 以样品 FT45 的拟合为

代表, 拟合结果如图 4 所示, 整个光谱范围内拟合曲线与测量曲线吻合得很好。图 5 是拟合得到的膜层折射率  $n(\lambda)$  和消光系数  $k(\lambda)$  曲线, 由于所有薄膜样品的消光系数曲线几乎重叠在一起, 因此图 5 中只给出 FT45 的消光系数曲线。膜层折射率在强吸收区域 ( $\lambda < 400 \text{ nm}$ ) 随波长增加而明显下降, 在可见光和近红外区下降趋势明显放缓, 这种变化呈现出典型的弱色散特征。透射谱拟合得到的膜层光学常数如表 2 所示。在 633 nm 处, 膜层折射率数值集中在 1.85~1.88 之间, 远小于致密状态下晶相  $\text{TiO}_2$  材料的折射率[3], 这可能与薄膜内部溶胶颗粒的堆积密度较低有关。

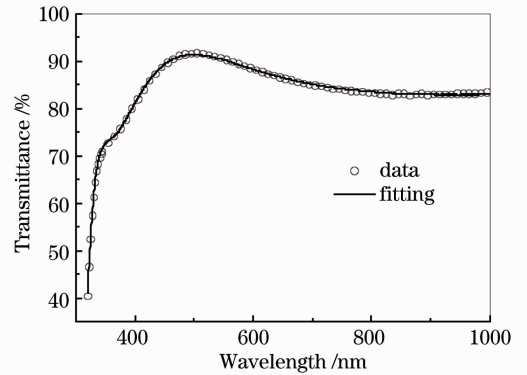


图 4 以样品 FT45 为代表的透射光谱的拟合

Fig. 4 Representative model fitting for the sample FT45

表 2 透射光谱拟合得到的 FB 模型参数和  $\text{TiO}_2$  膜层光学常数

Table 2 FB model parameters and optical constants of  $\text{TiO}_2$  films determined by the fitting of transmission spectra

Sample	FT40	FT43	FT45	FT47
$d_{\text{FB}} / \text{nm}$	90.4	101.3	130.9	138.6
$n(\infty)$	1.731	1.734	1.738	1.746
A	0.191	0.142	0.237	0.221
B	8.506	8.501	8.481	8.492
C	18.191	18.173	18.265	18.273
$E_g$	3.483	3.389	3.401	3.408
$n(633 \text{ nm})$	1.878	1.866	1.854	1.864
$E_g^{\text{opt}}$	3.80	3.77	3.76	3.77

膜层消光系数在强吸收区随波长急剧变化, 吸收系数可由  $\alpha = 4\pi k / \lambda$  计算得到, 根据 Tauc 模型理论[10,25], 吸收系数  $\alpha$  和光子能量  $E$  有以下关系:

$$\alpha E = C_1 (E - E_g^{\text{opt}})^p, \quad (10)$$

式中  $C_1$  为常数,  $E_g^{\text{opt}}$  为光学带隙,  $p=2$  时对应间接跃迁,  $p=1/2$  时对应直接跃迁, 用于确定光学带隙的常用方法是以  $(\alpha E)^{1/p}$  对  $E$  作图, 该曲线在高光子能量区域应该趋近于一条直线。可发现  $p$  取 1/2 时在高能部分有明显的线性关系, 说明直接跃迁是膜

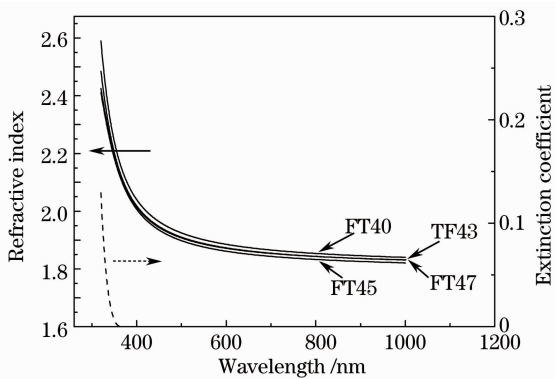

 图 5 TiO<sub>2</sub> 薄膜的折射率和消光系数随波长的变化曲线

 Fig. 5 Dispersion plots of refractive index and extinction coefficient of the TiO<sub>2</sub> films

层最可能的光学吸收机理,将线性部分做直线外推至吸收系数等于 0,所对应的光子能量值即为得到膜层的光学带隙(Tauc 带隙),如表 2 所示,样品的光学带隙  $E_g^{opt}$  在 3.76~3.80 eV 之间,此结果与文献报道的一致<sup>[1]</sup>。从表 2 可看出,光学带隙数值上均大于 FB 带隙,这是因为无定形材料中缺陷或杂质的存在导致价带和导带之间形成局域电子态,使得膜层对能量小于光学带隙值的光子也有吸收<sup>[26]</sup>。

#### 4.2.2 考虑界面的三层模型拟合

两种光谱的拟合均可得到膜层厚度数值,由表 1 和表 2 中数值对比可明显看到每个样品的两个厚度数据接近但有一定差别,其中 FT45 的厚度数据差别最大为 4.9 nm,造成这种差别的原因可能是两种光谱对界面状况的反映能力不同。界面处于两层介质之间,XRR 分析中以界面上高低起伏的平均位置作为两种介质的分界面,也就是说  $d_{XRR}$  在定义上已把界面因素考虑在内,并且 XRR 光谱能敏感地反映界面状况的变化<sup>[27]</sup>。而透射谱分析中,将膜层视为理想结构,对界面状况缺乏有效的描述手段;为了量化说明界面的影响,将界面虚拟为一个介质层,看作是两种介质按一定比例混合形成,用有效介质层理论(BEMA)进行描述:

$$f_1 \frac{\epsilon_1 - \epsilon}{\epsilon_1 + 2\epsilon} + f_2 \frac{\epsilon_2 - \epsilon}{\epsilon_2 + 2\epsilon} = 0, \quad (11)$$

式中  $f_1$ 、 $f_2$  为混合比例,且  $f_1 + f_2 = 1$ , $\epsilon$  为界面层复介电常数,其与复折射率  $N_c$  关系为  $\epsilon = N_c^2$ 。将膜层视为空气-薄膜界面、主体膜层及薄膜-基底界面三层体系组成,利用 BEMA 理论将界面层引入计算体系中进行数值拟合,发现对同一样品当  $f_1$ 、 $f_2$  不加特殊限定时,每次拟合得到的界面层厚度变化很大,拟合重复性很差,没有可信性;强制设定  $f_1$ 、 $f_2$  变化范围为 [0.4, 0.6],将得到的界面层与主体膜

层厚度之和作为膜层物理厚度,与 XRR 的结果对比如图 6 所示,相比于单层结构模型,包含界面层的多层模型得到的膜层厚度更接近于  $d_{XRR}$ ,说明界面的存在造成了基于透射光谱或 XRR 光谱拟合所得膜厚数值的差别。引入界面层能使两种光谱得到的厚度数据更吻合,但这样也会增多拟合中的不确定因素,且 BEMA 理论并不能准确描述膜层界面的物理实质,因此对于界面粗糙度不大的光学薄膜来说,理想单层结构模型可以胜任对其光学性质的描述。

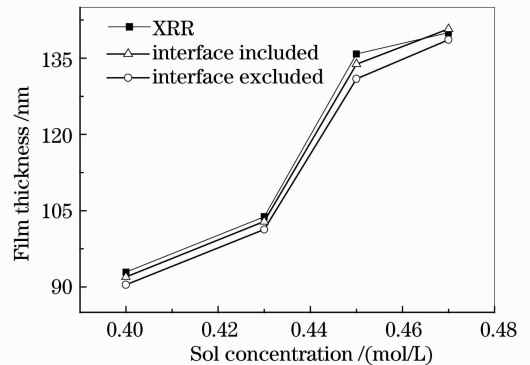


图 6 透射谱拟合得到的膜层厚度(空心符号)与 XRR 拟合得到的膜层厚度(实心符号)的数值对比

Fig. 6 Comparison of the film thickness values determined from transmittance spectra (hollow symbols) and the ones from XRR (solid symbols)

## 5 结 论

将透射谱与 X 射线反射谱分析相结合确定 TiO<sub>2</sub> 薄膜的厚度和光学常数。以 XRR 确定的膜层厚度为拟合初值,借助 FB 物理模型,对厚度为 90~140 nm 的 TiO<sub>2</sub> 薄膜样品的透射谱进行理论拟合,简单而准确地得到膜层的折射率和消光系数。这两种光谱分析法的结合也可适用于其他光学薄膜及多层膜样品,对溶胶-凝胶光学薄膜表征手段的改进具有实际意义。

## 参 考 文 献

- Z. Wang, U. Helmersson, P. O. Kall. Optical properties of anatase TiO<sub>2</sub> thin films prepared by aqueous sol-gel process at low temperature[J]. *Thin Solid Films*, 2002, **405**(1-2): 50~54
- Y. Sheng, L. Liang, Y. Xu *et al.*. Low-temperature deposition of the high-performance anatase-titania optical films via a modified sol-gel route[J]. *Opt. Mater.*, 2008, **30**(8): 1310~1315
- S. T. Sundari, N. C. Raut, T. Mathews *et al.*. Ellipsometric studies on TiO<sub>2</sub> thin films synthesized by spray pyrolysis technique[J]. *Appl. Surf. Sci.*, 2011, **257**(17): 7399~7404
- Y. Wang, E. Watkins, J. Ilavsky *et al.*. Water-barrier properties of mixed bis trimethoxysilylpropyl amine and vinyltriacetoxysilane films [J]. *J. Phys. Chem. B*, 2007, **111**(25): 7041~7051

- 5 K. A. Ritley, K. P. Just, F. Schreiber *et al.*. X-ray reflectivity study of solution-deposited ZrO<sub>2</sub> thin films on self-assembled monolayers: growth, interface properties, and thermal densification[J]. *J. Mater. Res.*, 2000, **15**(12): 2706~2713
- 6 Yi Kui, Shao Jianda, Fan Zhengxiu. Effects of roughness on characterization of soft X-ray multilayer coating[J]. *Acta Optica Sinica*, 1999, **19**(6): 800~804  
易 葵, 邵建达, 范正修. 表面粗糙度对软 X 射线多层膜光学特性的影响[J]. *光学学报*, 1999, **19**(6): 800~804
- 7 Zhou Yi, Wang Aiyang. Determination of optical constants and thickness of diamond-like carbon films by a multiple sample method[J]. *Acta Optica Sinica*, 2010, **30**(8): 2468~2472  
周 毅, 汪爱英. 多样品法确定类金刚石薄膜的光学常数与厚度[J]. *光学学报*, 2010, **30**(8): 2468~2472
- 8 R. Swanepoel. Determination of the thickness and optical-constants of amorphous-silicon[J]. *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 1983, **16**(12): 1214~1222
- 9 Guo Chun, Lin Dawei, Zhang Yundong *et al.*. Determination of optical constants of LaF<sub>3</sub> films from spectrophotometric measurements[J]. *Acta Optica Sinica*, 2011, **31**(7): 0731001  
郭 春, 林大伟, 张云洞 等. 光度法确定 LaF<sub>3</sub> 薄膜光学常数[J]. *光学学报*, 2011, **31**(7): 0731001
- 10 P. Chrysicopoulou, D. Davazoglou, C. Trapalis *et al.*. Optical properties of very thin (<100 nm) sol-gel TiO<sub>2</sub> films[J]. *Thin Solid Films*, 1998, **323**(1-2): 188~193
- 11 I. Chambouleyron, J. M. Martinez, A. C. Moretti *et al.*. Retrieval of optical constants and thickness of thin films from transmission spectra [J]. *Appl. Opt.*, 1997, **36** (31): 8238~8247
- 12 A. R. Forouhi, I. Bloomer. Optical dispersion-relations for amorphous semiconductors and amorphous dielectrics[J]. *Phys. Rev. B*, 1986, **34**(10): 7018~7026
- 13 A. R. Forouhi, I. Bloomer. Optical-properties of crystalline semiconductors and dielectrics[J]. *Phys. Rev. B*, 1988, **38**(3): 1865~1874
- 14 L. G. Parratt. Surface studies of solids by total reflection of X-rays[J]. *Phys. Rev.*, 1954, **95**(2): 359~369
- 15 S. Phadke, J. D. Sorge, S. Hachtmann *et al.*. Broad band optical characterization of sol-gel TiO<sub>2</sub> thin film microstructure evolution with temperature [J]. *Thin Solid Films*, 2010, **518**(19): 5467~5470
- 16 D. Davazoglou. Optical absorption threshold of low pressure chemically vapor deposited silicon oxynitride films from SiCl<sub>2</sub>H<sub>2</sub>-NH<sub>3</sub>-N<sub>2</sub>O mixtures [J]. *Thin Solid Films*, 2003, **437** (1): 266~271
- 17 D. Davazoglou. Optical properties of SnO<sub>2</sub> thin films grown by atmospheric pressure chemical vapour deposition oxidizing SnCl<sub>4</sub> [J]. *Thin Solid Films*, 1997, **302**(1): 204~213
- 18 C. L. Mak, B. Lai, K. H. Wong *et al.*. Spectroellipsometric study of sol-gel derived potassium sodium strontium barium niobate films[J]. *J. Appl. Phys.*, 2001, **89**(8): 4491~4496
- 19 O. Stenzel. The Physics of Thin Film Optical Spectra: An Introduction [M]. Berlin: Springer, 2005. 125~140
- 20 D. Davazoglou. Determination of optical dispersion and film thickness of semiconducting disordered layers by transmission measurements; application for chemically vapor deposited Si and SnO<sub>2</sub> film[J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1997, **70**(2): 246~248
- 21 Shen Weidong, Liu Xu, Zhu Yong *et al.*. Determination of optical constants and thickness of semiconductor thin films by transmission measurement[J]. *Chinese J. Semiconductors*, 2005, **26**(2): 335~340  
沈伟东, 刘 旭, 朱 勇 等. 用透射率测试曲线确定半导体薄膜的光学常数和厚度[J]. *半导体学报*, 2005, **26**(2): 335~340
- 22 S. Dourdain, J.-F. Bardeau, M. Colas *et al.*. Determination by X-ray reflectivity and small angle X-ray scattering of the porous properties of mesoporous silica thin films [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2005, **86**(11): 113108
- 23 M. J. Henderson, K. Zimny, J. L. Blin *et al.*. TiO<sub>2</sub> thin films self-assembled with a partly fluorinated surfactant template[J]. *Langmuir*, 2010, **26**(2): 1124~1129
- 24 S. Vives, C. Meunier. Densification of amorphous sol-gel TiO<sub>2</sub> films: an X-ray reflectometry study[J]. *Thin Solid Films*, 2010, **518**(14): 3748~3753
- 25 N. Martin, C. Rousselot, D. Rondot *et al.*. Microstructure modification of amorphous titanium oxide thin films during annealing treatment[J]. *Thin Solid Films*, 1997, **300**(1-2): 113~121
- 26 T. Giannakopoulou, N. Todorova, P. Osiceanu *et al.*. Description of TiO<sub>2</sub> thin films treated in NH<sub>3</sub> atmosphere by optical dispersion models[J]. *Thin Solid Films*, 2009, **517**(24): 6694~6699
- 27 Yu Bo, Li Chun, Jin Chunshui. Diffusion coefficient measurement by grazing incidence X-ray reflection in a Mo/Si multilayer[J]. *Chinese J. Lasers*, 2011, **38**(11): 1107002  
喻 波, 李 春, 金春水. 基于掠入射 X 射线反射谱的 Mo/Si 多层膜扩散系数测量[J]. *中国激光*, 2011, **38**(11): 1107002

栏目编辑: 韩 峰