文章编号:1001-5078(2019)06-0747-04　　·光学技术·

# 精确拟合两种薄膜的光学常数及其应用

王松林[1],张建付[1],米高园[1],李　缘[2],王颖辉[1],杨崇民[1],刘青龙[1]
(1. 西安应用光学研究所,陕西 西安 710065;2. 西安飞机工业(集团)有限责任公司,陕西 西安 710089)

**摘　要:**研究了一种新的研究薄膜光学参数的方法,在同一基片上沉积两种薄膜,可以同时对这两种薄膜材料进行参数拟合。通过材料实验与光谱测试,基于柯西公式拟合得到了两种薄膜在可见与近红外波段的光学参数。将获得的薄膜参数应用到透 450 ~ 600、反 650 ~ 800 滤光膜的设计与制备中,结果表明,用该方法获取的薄膜材料参数具有较高的准确性。

**关键词:**光学薄膜,薄膜常数拟合,滤光膜
**中图分类号:**O484　　**文献标识码:**A　　**DOI:**10.3969/j.issn.1001-5078.2019.06.020

# A new method and application for achieving two layers parameters

WANG Song-lin[1], ZHANG Jian-fu[1], MI Gao-yuan[1], LI Yuan[2], WANG Ying-hui[1],
YANG Chong-min[1], LIU Qing-long[1]
(1. Xi′an Institute of Applied Optics, Xi′an 710065, China;
2. AVIC Xi′an Aircraft Industry(Group) Co., Ltd., Xi′an 710089, China)

**Abstract:** A new method for study layer optical parameters has been put forward in the paper. Two layers were deposited on the same substrate, and the optical parameters were fitted at the same time. Through material experiments and spectrum measurement, the layers optical parameters have been fitted with Cauchy expression in visible and near-infrared. The obtained film parameters were applied to the design and preparation of filter films. The results show that the film material parameters obtained by this method are of high accuracy.

**Key words:** optical layer; optical parameters fitting; filter

## 1　引　言

光学薄膜的复折射率 $N = n + ik$ 和厚度 $d$ 作为膜层的主要光学参数[1],其精确度对于设计与镀制多层光学干涉薄膜是非常重要的。近些年来,国内外在研究薄膜光学参数方面的文献已经很多了,大多数是通过测试单层薄膜的光谱透射率 $T(\lambda)$ 和反射率 $R(\lambda)$,采用透射率(或反射率)极值法、包络线法、椭偏法来计算,再利用一些色散模型来拟合单层薄膜的折射率 $n(\lambda)$ 和消光系数 $k(\lambda)$ [2-10]。这些方法固然有自己的特点,使用起来也比较方便,但在实际的薄膜研制过程中,一些分光膜或滤光膜的光谱特性对于薄膜参数的误差非常敏感,因此,需要研究更加精确的薄膜参数获取方法。

本文提出了一种可以同时获取两种薄膜材料参数的方法。在同一片基底上沉积两种薄膜材料,通过同时对基底、两种单层膜以及两层膜光谱的测试,基于柯西公式拟合薄膜参数,并将获取的薄膜参数应用到薄膜制备中进行验证。这种方法可以有效地减小薄膜参数的误差。

## 2　薄膜参数拟合

在弱吸收基底上沉积单层光学薄膜,测得基底的单面反射率为 $R$,镀膜之后测得单面反射率为

作者简介:王松林(1988 - ),男,硕士,工程师,主要从事光学薄膜技术方面的研究。E-mail:wangsr5527@163.com
收稿日期:2018-10-27;修订日期:2018-11-22

$R_a$，假设不考虑膜层折射率的非均匀性，则基底折射率 $n_s : n_s = \dfrac{1+\sqrt{R}}{1-\sqrt{R}}$。

利用改进的单纯形法[11]拟合单层薄膜的透过率光谱曲线，获得薄膜厚度、折射率和消光系数。该方法只需要简单地测量样片透过率曲线，可以测试各种薄膜的光学常数（$n(\lambda)$、$k(\lambda)$ 和 $d$）。

将 K9 基底遮掩一半，另一半上沉积一层高折射率的 $Ta_2O_5$，如图 1(a)所示；然后将实验片旋转 90°，遮掩一半，另一半上沉积一层低折射率的 $SiO_2$，如图 1(b)所示。这样可以使同一实验片上同时拥有 K9 基底、单层 $Ta_2O_5$ 膜层、单层 $SiO_2$ 膜层以及 Sub/Ta2$O_5$/$SiO_2$ 双层膜的区域，通过对各个区域反射或透射光谱拟合，可以同时精确地获得 $Ta_2O_5$ 和 $SiO_2$ 膜层的参数。

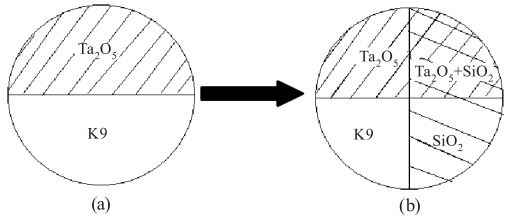



图 1 K9 基底上镀制 $Ta_2O_5$ 和 $SiO_2$ 薄膜样片示意图

Fig. 1 Depositing $Ta_2O_5$ and $SiO_2$ single layer on K9 substrate

## 2.1 基于 Forouhi-Bloomer 模型拟合 $n(\lambda)$、$d$

由测试得到的透过率曲线，确定薄膜的光学常数和厚度是一个反演工程，由已知薄膜系统的响应来确定系统的参数。首先选定一组初始的 $n(\infty)$，$E_g$，$A_i$，$B_i$，$C_i$ 的值，由 Forouhi-Bloomer 色散关系[11-13]可以得到薄膜的初始迭代 $n$ 和 $k$，代入薄膜传播矩阵后，就可以计算各个波长处的透过率 $T(\lambda_i)_{calc}$，最小化理论计算值与分光光度计测试得到的透过率值之差，就可以获得薄膜的复折射率和物理厚度。将目标函数设为：

$$\text{Metric} = \sum_{\lambda_j}\left(\frac{T(\lambda_i)_{exp} - T(\lambda_i,d,E_g,n(\infty),A_i,B_i,C_i,\cdots)_{calc}}{\sigma(\lambda_i)}\right) + \phi \tag{1}$$

其中，$T(\lambda_i)_{exp}$ 是分光光度计测试得到的透过率；$T(\lambda_i,d,E_g,n(\infty),A_i,B_i,C_i,\cdots)_{calc}$ 是理论计算得到的数值；$\sigma(\lambda_i)$ 是分光光度计的测量误差值，取为 1%。最小化目标函数 Metric，就是优化色散模型中的各个参数，在 F－B 模型中，这些参数就是 $n(\infty)$，$E_g$，$A_i$，$B_i$，$C_i$ 等。式(1)中 $\phi$ 定义为：

$$\phi = \begin{cases} 0 & \text{有物理意义} \\ M & \text{没有物理意义} \end{cases} \tag{2}$$

对于没有物理意义的参数 $\phi = M$，$M$ 是一个极大的数，一般为定值，是一个惩罚函数，使优化过程中自动远离那些没有物理意义的值，这样就把一个约束优化问题变成一个无约束优化问题。

## 2.2 单纯型法优化目标函数

F-B 色散模型中的参数都有一个范围，如 $n(\infty)=(1\sim5)$ 等，而光学薄膜的物理厚度一般为 10～3000 nm，因此在优化目标函数的过程中，作为变量的物理厚度和色散模型中各个参数之间数值有很大的差别，应对他们作一些修正，进行归一化处理：

$$v_x' = (v_x - v_x^1)\frac{d_x^2 - d_x^1}{v_x^2 - v_x^1} + d_x^1 \tag{3}$$

式中，$v_x$ 表示色散模型的参数变量；$d_x$ 表示薄膜的厚度变量，这样在 $[v_x^1, v_x^2]$ 中均匀分布的色散变量就转化成 $[d_x^1, d_x^2]$ 中均匀分布的变量，给单纯形提供了一个良好的搜索空间。应用该方法可以方便地从单个透射光谱的测试求出薄膜的 $n(\lambda)$ 和 $k(\lambda)$。

## 3 实验过程

如上所述，采用 ZZSX-1100M 型真空镀膜机，以 IC/5 晶控仪控制膜层厚度，在厚度 2 mm、直径 53 的两面抛光 K9 基底上制备图 1(b)中的实验样片，采用电子束蒸发、霍尔源辅助方式沉积薄膜，实验参数如表 1 所示。

表 1 两种薄膜材料沉积工艺参数

Tab. 1 Deposition parameters of two layers

| Material \ Parameter | Deposition Way | Temperature of Substrate /℃ | Deposition Rate /(Å·s$^{-1}$) | $O_2$ Flaw (SCCM) | Assistant Ion Source | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | Anode Voltage/V | Anode Current/A | Cathode Voltage/V | Cathode Current/A | Ar Flow (SCCM) |
| $SiO_2$ | E | 200 | 8 | 18 | 80 | 7.5 | 19.5 | 45 | 22 |
| $Ta_2O_5$ | E | 200 | 2 | 26 | 80 | 7.5 | 19.5 | 45 | 22 |

用 Lambda 900 分光光度计测试实验片的透射率光谱如图 2 所示。

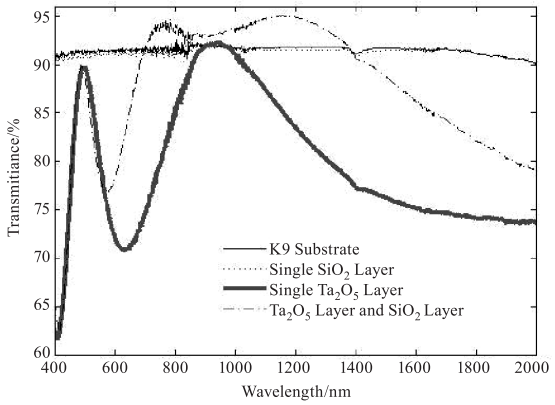



图 2 K9 基底上沉积 $SiO_2$ 和 $Ta_2O_5$ 薄膜实测曲线

Fig. 2 Measured spectrums of $SiO_2$ and $Ta_2O_5$ layers on K9 substrate

$Ta_2O_5$ 和 $K_9$ 玻璃基底的折射率差别距较大，很容易得出曲线中的极大值和极小值；而 $SiO_2$ 和 $K_9$ 玻璃基底的折射率接近，几乎看不出有极大值和极小值；$Ta_2O_5$ + $SiO_2$ 的曲线极大值和极小值也很分明，但是其极大值和极小值的分布并不像 $Ta_2O_5$ 那样有统一的趋势。

首先，基于柯西公式 $n(\lambda) = A_0 + \frac{A_1}{\lambda^2} + \frac{A_2}{\lambda^4}$，分别计算单层 $Ta_2O_5$ 薄膜和单层 $SiO_2$ 薄膜的光学常数，如图 3 所示。

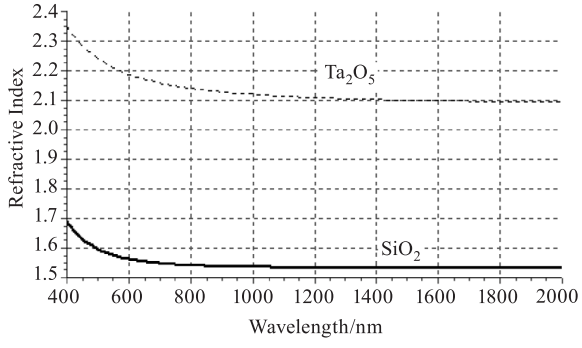



图 3 利用单层膜光谱拟合得到的薄膜参数

Fig. 3 Optical parameters of two layers fitted with single layer

从单层 $SiO_2$ 曲线计算出的材料折射率比实际的 $SiO_2$ 薄膜折射率高。因此我们利用了 OptiLayer 软件中的 OptiRe 模块反演 $Ta_2O_5 + SiO_2$ 曲线来间接获取 $SiO_2$ 的参数，修正（Indices Correction）之后的最终结果如图 4 所示。

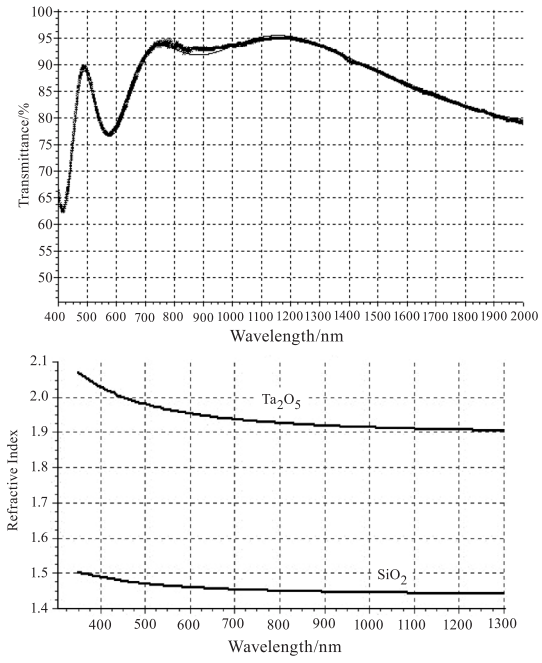



图 4 同时拟合两层薄膜得到的两种薄膜参数

Fig. 4 Parameters of two layers fitted with $Ta_2O_5 + SiO_2$

表 2 两种拟合方式计算得到的薄膜厚度

Tab. 2 Thickness of two layers fitted with two methods

| Material | PhysicsThickness(a)/nm | PhysicsThickness(b)/nm |
|---|---|---|
| $SiO_2$ | 140.671 | 135.219 |
| $Ta_2O_5$ | 221.036 | 221.055 |

表 2(a)中为 K9 上镀单层 $SiO_2$ 曲线拟合结果，表 2(b)为 K9 上镀 $Ta_2O_5 + SiO_2$ 曲线拟合修正后的结果。用拟合得到的参数设计 K9 基底透 400 ~ 580 nm、反 620 ~ 760 nm 滤光膜，膜系结构为：K9/0.372L 0.367H 0.317L 0.334H 0.337L 0.427H 0.075L 0.048H 0.377654L 0.364H 0.294L 0.328H 0.289L 0.322H 0.299L 0.356H 0.443L 0.062H 0.07L 0.375H 0.333L 0.312H 0.308L 0.315H 0.304L 0.32H 0.307L 0.323H 0.313L 0.325H 0.313L 0.324H 0.312L 0.323H 0.308L 0.321H 0.306L 0.319H 0.309L 0.314H 0.317L 0.328H 0.336L 0.271H 0.168L/Air，其中 H 和 L 分别代表光学厚度为 $\frac{1}{4}\lambda_o$ 的 $Ta_2O_5$ 和 $SiO_2$ 薄膜，$\lambda_o = 550$ nm，Air 为入射介质（空气）。

并依照表 1 中的工艺条件沉积膜层，测得实验样片的光谱曲线如图 5 所示。

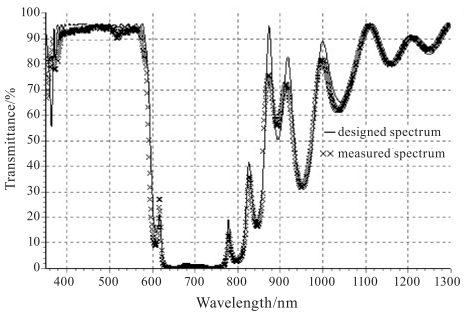



图5 K9基底透400~580 nm、反620~760 nm滤光膜实测与设计光谱对比

Fig. 5 Measured spectrum and designed spectrum of filter

从图5可以看出,采用此种方法同时拟合的$SiO_2$和$Ta_2O_5$薄膜参数所设计的滤光膜光谱曲线与实测的光谱曲线一致性良好。在短波处(即400~500 nm)实测曲线透射率较低,主要是由于膜层的吸收和散射损失造成的。这说明,拟合的消光系数在短波处还有微小误差。而从图2的实测曲线可以看出,在400~500 nm处的吸收应为$Ta_2O_5$薄膜。

## 4 结 论

在同一片K9基片上,用电子束蒸发方式沉积单层$SiO_2$和单层$Ta_2O_5$薄膜,同时测定K9基片、单层$SiO_2$、单层$Ta_2O_5$以及$Ta_2O_5$ + $SiO_2$薄膜的透射率,基于柯西公式分两步对两种薄膜的参数进行拟合。并采用拟合的参数设计了K9基底透400~580 nm、反620~760 nm滤光膜,经过与实测光谱相比较,表明了这种方法获取的薄膜材料参数具有较高的准确性。

这种获取薄膜参数的方法,具有以下三个特点:(1)避免了沉积两种单层薄膜时因基底的不同而产生的参数误差;(2)同时测定基片和膜层的透射率,减小了因探测器状态变化而引起的测试误差;(3)利用$Ta_2O_5$ + $SiO_2$薄膜光谱曲线拟合$SiO_2$薄膜参数,相比于K9基底上沉积单层$SiO_2$薄膜获取的$SiO_2$折射率更为精确。

## 参考文献:


[1] O D Vol′pyan, P P Yakovlev. On the problem of calculating the optical film parameters from the measured transmission spectra[J]. Physical and Quantum Optics, 2002, 92(1):109-111.

[2] K Narasimha Rao. Influence of deposition parameters on optical properties of $TiO_2$ films[J]. Optical Engineering, 2002, 41(9):2357-2364.

[3] Zoltan Seres, Aaron Galonsky, et al. Optical transmission of Mylar and Teflon films[J]. Optical Engineering, 1994, 33(9):3031-3033.

[4] Paulo Azevedo Soave, Ronaldo André Ferreira Dau, Márcia Regina Becker, et al. Refractive index control in bicomponent polymer films for integrated thermo-optical applications [J]. Optical Engineering, 2009, 48(12):124603.

[5] T Amotchkina, M Trubetskov, A Tikhonravov, et al. Reliable optical characterization of e-beam evaporated $TiO_2$ films deposited at different substrate temperatures[J]. Applied Optics, 2014, 53(4):9-15.

[6] XU Junqi, LIU Mengxia, MI Qian. A new arithematic to ensure the optical constants of thin film[J]. Journal of Applied Optics, 2001, 22(3):25-27. (in Chinese)
徐均琪,刘梦夏,弥谦. 确定薄膜光学常数的一种新方法[J]. 应用光学,2001,22(3):25-27.

[7] WANG Songlin. YANG Chongmin, ZHANG Jianfu, et al. Effect of substrate temperature on alumina thin films prepared by electron beam evaporation[J]. Journal of Applied Optics, 2013, 34(5):764-767. (in Chinese)
王松林,杨崇民,张建付,等. 基底温度对电子束蒸发制备氧化铝薄膜的影响[J]. 应用光学,2013,34(5):764-767.

[8] XIONG Shengming, ZHANG Yundong. Ion-assisted deposition of mid-infrared thin film[J]. Laser & Infrared, 1993, 23(6):42-47. (in Chinese)
熊胜明,张云洞,中红外薄膜的离子辅助淀积[J]. 激光与红外,1993,23(6):42-47.

[9] SHANG Peng, XIONG Shengming, LI Linghui, et al. Optical constants and properties of dual-Ion-beam sputtering $Ta_2O_5/SiO_2$ thin film by spectroscopy[J]. Acta Optical Sinica, 2014, 34(5):0531002. (in Chinese)
尚鹏,熊胜明,李凌辉,等,光谱法确定离子束溅射$Ta_2O_5/SiO_2$薄膜的光学常数及其性能[J]. 光学学报,2014,34(5):0531002.

[10] SUN Yajun, ZHU Yiqing, LI Shuai, et al. Study on near infrared broadband anti-reflection film on $CaF_2$ substrate [J]. Laser & Infrared, 2016, 46(1):76-80. (in Chinese)
孙亚军,朱益清,李帅,等. $CaF_2$基底上近红外区宽带增透膜的研究[J]. 激光与红外,2016,46(1):76-80.

[11] ZHOU Hong. Application of forouhi-bloomer equation to thin film optical measurement[D]. Shanghai: Fudan University, 2010:8-9. (in Chinese)
周泓, Forouhi-Bloomer方程在薄膜光学测量中的应用研究[D]. 上海:复旦大学,2010:8-9.

[12] WANG Yinghui. Develop of ultra wide-band dichroic filter coatings[D]. Xi′an: Xi′an Technological University, 2013. (in Chinese)
王颖辉,超宽光谱粉色滤光膜的研制[D]. 西安:西安工业大学,2013.

[13] Forouhi A R. Bloomer I. Optical dispersion relations for amorphous semiconductors and amorphous dielectrics[J]. Physical Review B, 1986, 34(10):7018.