

09;15

## **Измерение показателя экстинкции диэлектрических пленок на основе спектроскопии нарушенного полного внутреннего отражения**

© V.B. Nguyen, Л.А. Губанова

Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: thulavang@gmail.com

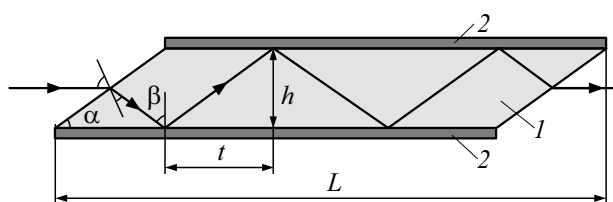
Поступило в Редакцию 16 января 2018 г.

Рассмотрены различные методы измерения показателя ослабления излучения в оптических покрытиях. Показана возможность измерения безразмерного показателя ослабления излучения для покрытий, формирующихся из слабопоглощающих пленкообразующих материалов, с помощью приставки в виде призмы-параллелепипеда. Параметры данной приставки рассчитаны так, чтобы ее можно было разместить в стандартных спектрофотометрах.

DOI: 10.21883/PJTF.2018.16.46481.17212

В настоящее время в состав ряда оптических покрытий входит более ста слоев, суммарные потери излучения в которых могут существенно повлиять на их спектральную характеристику даже при весьма незначительной потере излучения в каждом слое. Потери излучения в диэлектрических слоях выражаются коэффициентом экстинкции, или коэффициентом ослабления, который является суммой коэффициентов рассеяния и поглощения [1–3]. Во многих справочниках коэффициенты экстинкции диэлектрических материалов, из которых изготавливаются слои, отсутствуют (их приравнивают к нулю). Поэтому для прецизионных расчетов необходимо проводить измерения этого параметра пленкообразующего материала.

Коэффициент экстинкции сильнопоглощающих слоев можно легко измерить фотометрическими [4–6] и эллипсометрическими методами [7], которые дают довольно точные результаты. Но приборы, принцип



**Рис. 1.** Схема приставки для измерения коэффициента экстинкции диэлектрической пленки. 1 — призма-параллелепипед, 2 — измеряемое покрытие.

действия которых основан на этих методах, не чувствительны к малым потерям излучения в диэлектрических слоях, так как их толщина часто меньше  $1\ \mu\text{m}$ . Спектроскопия нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) является достаточно эффективным методом для решения этой задачи. Спектроскопия НПВО основана на явлении полного внутреннего отражения (ПВО), которое реализуется, когда излучение падает из среды оптически более плотной на границу раздела с оптически менее плотной средой. Если оптически менее плотная среда имеет небольшое поглощение, то явление ПВО нарушается, и потери коэффициента отражения в этом случае можно измерить с высокой точностью. В настоящее время спектроскопия НПВО применяется для определения спектров поглощения различных материалов [8]. Далее рассмотрим возможность использования данного метода для измерения коэффициента экстинкции диэлектрических интерференционных слоев.

Условие осуществления НПВО может быть реализовано с помощью создания специальной приставки в виде призмы-параллелепипеда, изготовленной из оптически прозрачного материала. Диэлектрический слой, коэффициент экстинкции пленкообразующего материала которого нужно измерить, наносят на две противоположные поверхности этой приставки (рис. 1). Форма и размер данной приставки рассчитываются так, чтобы ее можно было поместить в стандартные спектрофотометры.

Призма 1 изготовлена из материала с показателем преломления  $n$ , а нанесенное на ее грани измеряемое покрытие 2, состоящее из одного слоя, изготовлено из диэлектрика с показателем преломления  $n_0$ . На рис. 1 обозначены следующие величины:  $\alpha$  — острый угол призмы,  $\beta$  — угол падения излучения на границу раздела призма–пленка,

$h$  — высота призмы,  $t$  — расстояние между двумя последовательными отражениями,  $L$  — длина призмы.

Угол падения излучения на границу раздела призма–пленка может быть определен с помощью следующего выражения:

$$\beta = \alpha + \arcsin(n^{-1} \cos \alpha). \quad (1)$$

В реальности материал, из которого изготовлена пленка, всегда имеет некое поглощение, и его показатель преломления представляет собой комплексное число:  $N = n_0 - ik$ , где  $k$  — безразмерный показатель экстинкции, определение которого является задачей данной работы. Поскольку пленка имеет очень маленькую толщину (часто меньше длины волны падающего излучения), явление ПВО не происходит (или нарушается) на границе призма–пленка даже при угле падения излучения, большем предельного угла ПВО [9]. В этом случае предельный угол ПВО определяется соотношением показателей преломления материала, из которого изготовлена призма, и воздуха.

Расстояние между двумя последовательными отражениями определяется исходя из соотношения  $t = h \operatorname{tg} \beta$ . Длина призмы может быть определена следующим образом:

$$L = hm \operatorname{tg} \beta + h \operatorname{tg}^{-1} \alpha, \quad (2)$$

где  $m \geq 2$  — число отражений внутри призмы. Покрытие наносится на две противоположные грани призмы, поэтому  $m$  является четным числом. Для уменьшения габаритного размера приставки необходимо подобрать ее параметры так, чтобы длина  $L$  приставки была минимальной. Из (2) видно, что длина приставки  $L$  прямо пропорциональна ее высоте  $h$ , поэтому в первую очередь следует подобрать минимальное значение высоты  $h$ , которое ограничивается только размером падающего пучка излучения. Далее, если приравнять к нулю первую производную функции  $L(\alpha)$ , из (2) можно найти оптимальное значение угла призмы, при котором длина приставки минимальна:

$$\alpha = \frac{n\sqrt{m(n^2 + 1)} - n}{mn^2 + m - 1}. \quad (3)$$

В выражении (3) величина  $\alpha$  вычисляется в радианах. В настоящей работе было рассмотрено стекло СТК19 ( $n = 1.74$  при длине волны

Таблица 1. Параметры приставки

| $m$ | $\alpha, ^\circ$ | $\beta, ^\circ$ | $L, \text{mm}$ |
|-----|------------------|-----------------|----------------|
| 2   | 25.98            | 57.08           | 41.14          |
| 4   | 19.88            | 52.60           | 63.97          |
| 6   | 16.85            | 50.22           | 84.07          |
| 8   | 14.93            | 48.66           | 102.76         |

$\lambda_0 = 643 \text{ nm}$ ) как материал для изготовления приставки. Расчетные значения оптимальных параметров для различных чисел отражений  $m$ , определенные по формулам (1)–(3), приведены в табл. 1. Высота призмы  $h = 8 \text{ mm}$ .

Для того чтобы разработанную приставку можно было поместить в стандартные спектрофотометры, следует обеспечить всего четыре отражения ( $m = 4$ ) внутри приставки. Однако угол призмы  $\alpha = 19.88^\circ$  при этом является очень острым, что вызывает затруднение при ее изготовлении. Для устранения данной нетехнологичности было выбрано значение угла призмы  $\alpha = 30^\circ$ ; следовательно, параметры приставки изменились на следующие:  $\beta = 59.85^\circ$  и  $L = 68.95 \text{ mm}$ .

На начальном этапе излучение падает на левую торцевую грань призмы под углом  $\theta = 90^\circ - \alpha = 60^\circ$ . Это приводит к тому, что отраженное и прошедшее излучения становятся частично поляризованными. Излучение с различными поляризациями по-разному отражается от поверхности призмы, так как формулы Френеля для  $s$ -и  $p$ -поляризаций различаются. Потери излучения за счет френелевского отражения на двух торцевых гранях призмы для неполяризованного излучения составляют величину  $0.5R_s + 0.5R_p$ , где коэффициенты отражения для  $s$ -поляризации и  $p$ -поляризации определены по формулам Френеля [10]. Угол Брюстера на границе воздух–призма имеет значение  $\text{tg} n = 60^\circ = \theta$ , поэтому по закону Брюстера  $p$ -поляризованное излучение полностью проходит через эту границу, т.е.  $R_p = 0$ . Реальное количество излучения, поступающее на приемник, определяется коэффициентом пропускания через призму и может быть найдено из выражения:

$$T = 1 - R_s + 0.25R_s^2 - A, \quad (4)$$

где  $A$  — коэффициент потери излучения за счет поглощения и

**Таблица 2.** Минимальные значения безразмерного показателя экстинкции для измерения в спектрофотометре СФ-56

| Параметр   | Материал            |                     |                                |
|--|---------------------|---------------------|--------------------------------|
|  | MgF <sub>2</sub>    | SiO <sub>2</sub>    | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> |
| Показатель преломления                                   | 1.38                | 1.45                | 1.68                           |
| Минимальное значение безразмерного показателя экстинкции | $7.2 \cdot 10^{-6}$ | $7.6 \cdot 10^{-6}$ | $8.8 \cdot 10^{-6}$            |

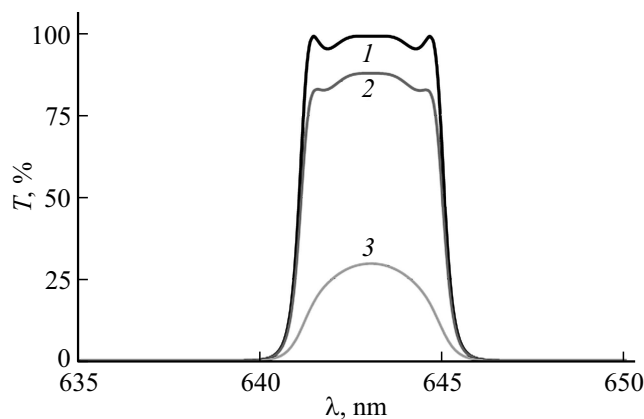
рассеяния в покрытии. Для измерения потерь, связанных с поглощением в самой призме, необходимо изготовить две одинаковые призмы, одну из которых следует оставить без покрытия, а затем провести измерения для обоих образцов и определить разность результатов измерений. Эта разность будет соответствовать поглощению:  $\Delta T = A$  означает, что разность коэффициентов пропускания в спектрофотометре для двух образцов (с покрытием и без него) прямо пропорциональна потере излучения в самом покрытии. Однако если потери достаточно малы, то спектрофотометр не способен регистрировать эту разность. Достоинство спектроскопии НПВО заключается в том, что излучение испытывает многократное отражение внутри приставки, а это значит, что потери излучения усиливаются и повышается вероятность их регистрации приемником спектрофотометра. По условиям настоящей работы излучение испытывает четыре отражения внутри приставки; следовательно, разность показаний в спектрофотометре составляет

$$\Delta T = (1 - \exp(-8Kd))(1 - R_s + 0.25R_s^2), \quad (5)$$

где  $d$  — толщина пленки,  $K$  — коэффициент экстинкции (или коэффициент ослабления) пленкообразующего материала, который связан с безразмерным показателем экстинкции  $k$  следующим выражением:

$$K = 4\pi k / \lambda,$$

где  $\lambda$  — длина волны падающего излучения. Коэффициент экстинкции измеряется в обратных единицах измерения толщины поглощающего материала. Спектроскопия НПВО позволяет определить коэффициент



**Рис. 2.** Спектральная характеристика узкополосного фильтра с учетом разных показателей экстинкции интерференционных слоев  $k$ : 1 — 0, 2 — 0.0001, 3 — 0.001.

экстинкции и безразмерный показатель экстинкции пленкообразующего материала. Однако именно безразмерный показатель экстинкции представляет наибольший интерес в технологии тонких пленок. Безразмерный показатель экстинкции пленки может быть определен с помощью следующего соотношения:

$$k = -\frac{\lambda}{32\pi d} \ln \left( 1 - \frac{\Delta T}{1 - R_s + 0.25R_s^2} \right). \quad (6)$$

Толщина четвертьволновых пленок  $d = \lambda_0/4n_0$ , где  $\lambda_0$  — длина волны, на которой осуществляется контроль. Согласно техническим характеристикам, у некоторых спектрофотометров, например СФ-56, чувствительность регистрации изменения коэффициента пропускания излучения составляет  $\Delta T_{\min} = 0.01\%$ , систематические ошибки измерения минимизируются за счет того, что измеряется разность коэффициентов пропускания двух призм. Результаты расчета предельного значения безразмерного показателя экстинкции по выражению (6) для различных пленкообразующих материалов (фторид магния, двуокись кремния и оксид алюминия) приведены в табл. 2.

Влияние поглощения и рассеяния излучения в диэлектрических слоях на спектральную характеристику узкополосного фильтра показано на рис. 2. Фильтр, состоящий из 70 интерференционных слоев, имеет следующую конструкцию:

подложка  $|(HL)^3 HH(LH)^7 (HHH(LH)^7 HH)^2 H(LH)^7 H(LH)^3 L|$  воздух,

где подложка изготовлена из стекла К8,  $H$  и  $L$  — интерференционные слои с высоким (2.35) и низким (1.35) показателями преломления соответственно. Верхние индексы после скобок обозначают, сколько раз слои в скобках повторяются в структуре покрытия.

Приставка в виде призмы-параллелепипеда, на две противоположные грани которой нанесено покрытие, является простым и универсальным решением проблемы измерения безразмерного показателя экстинкции слабопоглощающих пленкообразующих материалов в стандартных спектрофотометрах. При этом можно измерить безразмерный показатель экстинкции пленкообразующих материалов вплоть до значения  $10^{-5}$ .

## Список литературы

- [1] Котликов Е.Н., Андреев В.М., Лавровская Н.П., Новикова Ю.А., Тропин А.Н. Оптика лазеров. СПб.: ГУАП, 2013. 123 с.
- [2] Неуен В.Б., Губанова Л.А. // Опт. журн. 2016. Т. 83. № 12. С. 31–35.
- [3] Ефимов А.М. Оптические свойства материалов и механизмы их формирования. СПб.: ИТМО, 2008. 103 с.
- [4] Borgogno J.P., Pelletier E. // Appl. Opt. 1989. V. 28. N 4. P. 2895–2901.
- [5] Djuricic A.B., Fritz T., Leo K., Li E.H. // Appl. Opt. 2000. V. 39. N 7. P. 1174–1182.
- [6] King S.W., Milosevic M. // J. Appl. Phys. 2012. V. 111. N 7. P. 073109 (1–9).
- [7] Tompkins H.G., Irene E.A. Handbook of ellipsometry. N.Y.: William Andrews, 2005. 891 p.
- [8] Харрик Н. Спектроскопия внутреннего отражения / Пер. с англ. под ред. В.А. Никитина. М.: Мир, 1976. 330 с.
- [9] Zhu S., Yu A.W., Hawley D., Roy R. // Am. J. Phys. 1986. V. 54. N 7. P. 601–606.
- [10] Путилин Э.С., Губанова Л.А. Оптические покрытия. СПб.: Лань, 2016. 268 с.