

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ КОНСТАНТ МАТЕРИАЛОВ

© 2016 г. Е. Н. Котликов, доктор физ.-мат. наук

Государственный университет аэрокосмического приборостроения, Санкт-Петербург

E-mail: ekotlikov45@mail.ru

Предложена методика определения оптических констант материалов проходной оптики. Методика базируется на коррекции спектров поглощения. Поглощение A можно разделить на две части: A_T определяет вклад в спектры пропускания, A_R – в спектры отражения. Спектры A_T и A_R рассчитываются с использованием введенных функций коррекции и общего поглощения A и применяются для коррекции RT -спектров. После коррекции спектры не содержат поглощения и для определения оптических констант можно использовать известные методики нахождения показателя преломления n . Получены аналитические выражения для нахождения показателя поглощения α . Проведена оценка точности метода, которая показала, что коррекция спектров позволяет находить n с точностью до 0,0001. Апробация метода проведена на оптическом кремнии в области полосы поглощения 9 мкм.

Ключевые слова: спектры, отражение, пропускание, коррекция спектров, коэффициенты преломления, поглощение, кремний.

Коды OCIS: 300.0300.

Поступила в редакцию 02.07.2015

При проектировании и изготовлении оптических систем проходной оптики существенное значение имеют данные о дисперсионных зависимостях оптических констант – показателя преломления $n(\lambda)$ и поглощения $\alpha(\lambda)$ [1]. Большой интерес представляют их данные в области полос поглощения. Ниже описывается методика, позволяющая довольно просто и оперативно находить с высокой точностью значения $n(\lambda)$ и $\alpha(\lambda)$ во всей области прозрачности материала.

Одним из наиболее распространенных методов определения оптических констант является спектрофотометрический метод, в котором используются спектры пропускания $T(\lambda)$ и отражения $R(\lambda)$ [2–4]. Для нахождения коэффициентов преломления непоглощающей плоскопараллельной пластины ($\alpha \ll 1$) можно использовать спектр пропускания T [1]

$$T = \tau_0 / [1 - \rho_0] = (1 - \rho_0) / (1 + \rho_0) = \frac{[(n_2 + 1)^2 - (n_2 - 1)^2]}{[(n_2 + 1)^2 + (n_2 - 1)^2]}, \quad (1)$$

где ρ_0 – отражение, τ_0 – пропускание на границе раздела воздух–подложка, α – коэффици-

ент поглощения, n_2 и $n_1 = 1$ – коэффициенты преломления материала подложки и воздуха. Решение уравнения (1) относительно n_2 имеет вид

$$n_2 = \left(1 \pm \sqrt{1 - T^2}\right) / T. \quad (2)$$

Знак плюс “+” в числителе получается для $n_2 > 1$, знак минус “–” – для $n_2 < 1$. Интерес представляет первое решение.

Для нахождения коэффициента поглощения α используют приближенное уравнение [2] для спектра пропускания вида

$$T = (1 - \rho_0)^2 \exp(-\alpha d), \quad (3)$$

где d – геометрическая толщина образца.

Использование уравнения (3) для определения α дает относительную ошибку, зависящую от коэффициента преломления и поглощения, порядка ρ_0 . Как показали вычисления, для пластин из кремния и германия она может превысить 30–45%.

В работе описывается спектрофотометрический метод определения оптических констант,

во всей области прозрачности материала, включая области с поглощением. Метод базируется на коррекции спектров $R(\lambda)$, $T(\lambda)$ на поглощение с последующим определением оптических констант по спектрам, в которых отсутствует поглощение, но остается дисперсионная зависимость коэффициента преломления от длины волны.

Пропускание $T(\lambda)$, отражение $R(\lambda)$ и поглощение $A(\lambda)$ отражают закон сохранения энергии $T(\lambda) + R(\lambda) + A(\lambda) = 1$. Энергия является аддитивной величиной. В силу этого поглощение $A(\lambda)$ можно разделить на две части [5]: одна – это та часть энергии, которая теряется в пропускании ($A_T(\lambda)$), вторая ($A_R(\lambda)$) – в отражении

$$A = 1 - R(\lambda) - T(\lambda) = A_R(\lambda) + A_T(\lambda). \quad (4)$$

Уравнения, связывающие спектры отражения (или пропускания) с поглощением и спектры без поглощения в подложке (R_1 , T_1), можно записать в виде

$$A_R(\lambda) = R_1 - R = f_R A, \quad (5)$$

$$A_T(\lambda) = T_1 - T = f_T A, \quad (6)$$

где $R = R(\lambda)$ и $T = T(\lambda)$ – спектры отражения и пропускания подложки с поглощением, R_1 и T_1 – спектры отражения и пропускания подложки без поглощения, f_R и f_T – функции коррекции спектров, которые определяют долю поглощения в отражении или пропускании. Уравнения (5) и (6) позволяют найти скорректированные на поглощение спектры R_1 и T_1 .

Все введенные параметры могут быть получены с использованием модели поглощающей подложки. Рассмотрим плоскопараллельную пластину толщиной d с коэффициентом преломления n_2 . Коэффициент преломления пластины n_2 , так же как и коэффициент экстинкции k (или коэффициент поглощения α), в общем случае зависят от длины волны λ . Окружающая среда – воздух, коэффициент преломления которого $n_1 = 1$.

Для нахождения T , R , $A_T(\lambda)$ и $A_R(\lambda)$ использовался рекуррентный метод. Интерференцией света, отраженного от поверхностей пластины, пренебрегаем. Суммирование прошедших и отраженных пучков с учетом поглощения дает [6]

$$T = \left[\tau_0^2 \exp(-\alpha d) \right] / \left[1 - \rho_0^2 \exp(-2\alpha d) \right], \quad (7)$$

$$R = \rho_0 + \left[\tau_0^2 \rho_0 \exp(-\alpha d) \right] / \left[1 - \rho_0^2 \exp(-2\alpha d) \right]. \quad (8)$$

Приближенные решения этих уравнений приведены в работе [2]. В дальнейшем будем анализировать решения уравнений (7), (8) численными и аналитическими методами. Численные расчеты RT -спектров, спектров поглощения A , $A_T(\lambda)$ и $A_R(\lambda)$, функций коррекции f_R и f_T проводились с помощью программы Film Manager [7], в которой предусмотрен расчет спектров подложки конечной толщины и заданных значений коэффициента экстинкции k (или поглощения α) и n_2 .

Для оценки точности и возможности предложенного метода использовалась модель подложки с полосой поглощения в области $\lambda = 9$ мкм и коэффициентом преломления $n_2 = 3,42$, близким к коэффициенту преломления кремния [8, 9]. Коэффициент преломления n_2 в области полосы поглощения имел дополнительную дисперсионную зависимость, показанную на рис. 2. Также использовалась модель подложки с $\alpha = k = 0$ и такой же дисперсионной зависимостью коэффициента преломления. Толщина подложки бралась равной 400 мкм, что соответствует толщине широко распространенных в оптическом приборостроении пластин монокристаллического кремния.

На рис. 1 (кривая 1) приведены рассчитанные с помощью программы Film Manager [7] значения полного поглощения A для выбранной модели в зависимости от коэффициента экстинкции k . Длина волны максимума поглощения принималась равной 9 мкм. При небольших значениях поглощения A ход кривых для различных значений коэффициента преломления пленки n_2 практически одинаков. С ростом k (или α) ход кривых A определяется отражением от одной поверхности ρ_0 , т.е. $A = 1 - \rho_0$.

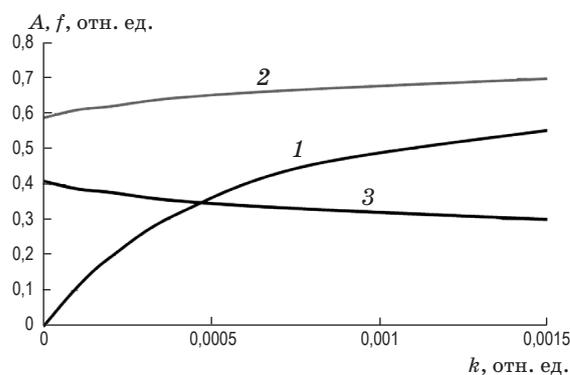


Рис. 1. Зависимость поглощения A (кривая 1) и функций коррекции f_T (кривая 2) и f_R (кривая 3) от коэффициента экстинкции k подложки.

Это связано с тем, что все падающее излучение поглощается в пластине и отражается только от ее передней стороны.

Также на рис. 1 приведены значения функций коррекции f_T (кривая 2) и f_R (кривая 3) от k , рассчитанные по уравнениям (4), (5). Функции коррекции спектров f_R и f_T слабо зависят от значения k , но меняются при изменении коэффициента преломления подложки. В дальнейшем при обработке спектров брались табулированные значения функций коррекции для заданного значения коэффициентов преломления и поглощения.

Из рис. 1 следует, что использование упрощенного уравнения (3) при поглощении 30% дает ошибку при определении α по пропусканию порядка 35%.

На рис. 2 приведены спектры пропускания (кривая 1) и отражения (кривая 2) модели, в которой отсутствует поглощение. Здесь же приведены спектры пропускания (кривая 3), отраже-

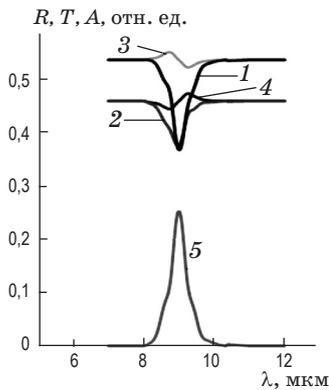


Рис. 2. Спектры используемых моделей. 1 – спектр пропускания T , 2 – отражения R модели без поглощения, 3 – спектр пропускания T_1 , 4 – отражения R_1 , 5 – поглощения A модели с поглощением.

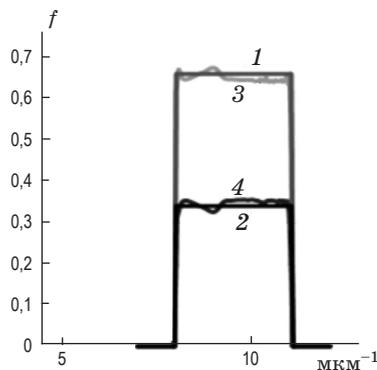


Рис. 3. Функции коррекции на разных этапах. 1 – f_T , 2 – f_R на первом этапе, 3 – f_R , 4 – f_R на втором этапе.

ния (кривая 4) и поглощения (кривая 5) модели, обладающей полосой поглощения. Спектры пропускания и поглощения, скорректированные на поглощение по методике, описанной ниже, на рисунке совпадают со спектрами непоглощающей подложки, т.е. с кривыми 1 и 2.

Рассмотрим предлагаемую методику. Коррекция спектров на поглощение проводилась в два этапа. На первом этапе проводится коррекция спектров с использованием постоянного значения функции коррекции, которая определялась из уравнений (4), (5) (см. рис. 1). Функции коррекции для первого этапа приведены на рис. 3 (кривые 1 и 2). Их значения для поглощения $A \leq 0,3$ соответствуют $f_R = 0,34$ и $f_T = 0,66$. При расчете брались средние значения коэффициента преломления кремния, равные 3,45. Из уравнений (2), (3) находились спектры без поглощения после первой коррекции –

$$R_1 = A_R(\lambda) + R = f_R A + R, \quad (9a)$$

$$T_1 = A_T(\lambda) + T = f_T A + T. \quad (9б)$$

На рис. 2 приведены спектры пропускания и отражения, скорректированные на поглощение на первом этапе (кривые 1 и 2). Из-за выбранного масштаба они накладываются на спектры пластины без поглощения. С точностью до 0,002 скорректированные спектры на первом этапе совпадают со спектрами без поглощения. Таким образом, ошибка в спектрах после первой коррекции не превышает 0,002 и сравнима с погрешностями измерения самих спектров.

Для определения погрешностей метода значения Δ_R и Δ_T рассчитываются как разность скорректированного и исходного спектров, т.е.

$$\Delta_R = R_1 - (A_R(\lambda) + R), \quad (10a)$$

$$\Delta_T = T_1 - (A_T(\lambda) + T). \quad (10б)$$

Значения Δ_R и Δ_T после первой коррекции не превышали 0,002. Данным методом определяется зависимость n_2 от λ . Погрешность метода корректировки на первом этапе сравнима с погрешностью измерения спектров. Значения n_2 при первой коррекции RT спектров отличаются от исходных n_2 на $\pm 0,002$.

При исследовании макроскопических свойств веществ требуется более точное значение коэффициента преломления. В этом случае необходимо проводить измерения RT -спектров с большей точностью. Кроме того, необходимо провести вторую коррекцию спектров на поглощение.

Для второй коррекции рассчитываются f_R и f_T с учетом найденного при первом приближении коэффициента преломления. Спектры f_R и f_T при второй коррекции приведены на рис. 3 (кривые 3 и 4). Они незначительно ($\pm 0,02$) отличаются от функций первой коррекции. Затем, так же как и в первом приближении, находится коэффициент преломления, а после – показатель поглощения. Оценка погрешности для второй коррекции спектров по формулам (10) показывает, что погрешности расчета коэффициента преломления не превышают 10^{-4} .

Явный вид аналитического решения для поглощения $A = 1 - RT$ можно получить из уравнений (8), но решение достаточно громоздкое для анализа. Более простой и наглядный путь – найти численно зависимость α от A с использованием программы Film Manager. Результаты расчета приведены на рис. 1. Из результатов численного расчета можно найти значение k как функции A .

Для нахождения значений α можно использовать только уравнение (7), поскольку спектры пропускания определяются с большей точностью, чем спектры отражения. Аналитическое решение для α как функции от пропускания T имеет вид

$$\alpha = \frac{-\ln \left[\left\{ -\tau_0^2 + \sqrt{(\tau_0^4 + \rho_0^2 T^2)} \right\} / (2\rho_0^2 T) \right]}{d}. \quad (11)$$

Решение уравнения (11) позволяет с точностью, определяемой погрешностью измерения спектров, найти α или k . Связь между коэффициентом поглощения α и коэффициентом экстинкции k имеет вид [1]

$$k = \alpha \lambda / 4d\pi n_2, \quad (12)$$

где λ – длина волны в вакууме.

Апробация методики проводилась на пластине оптического кремния марки SiCz. Спектры пропускания и отражения снимались на фурье-спектрометре ФСМ-1201 с приставкой зеркального отражения ПЗО-10. Погрешность измерения и разброс спектров составили 0,2%. Спектры регистрировались в диапазоне 800–3000 см^{-1} , где в диапазоне 8–11 $\mu\text{м}$ имеется полоса поглощения, связанная с наличием оксидов кремния [6, 7].

На рис. 4 приведены спектры отражения (кривая 1), пропускания (кривая 2) и поглощения (кривая 5) пластины кремния. На этом же рисунке приведены спектры пропускания (кри-

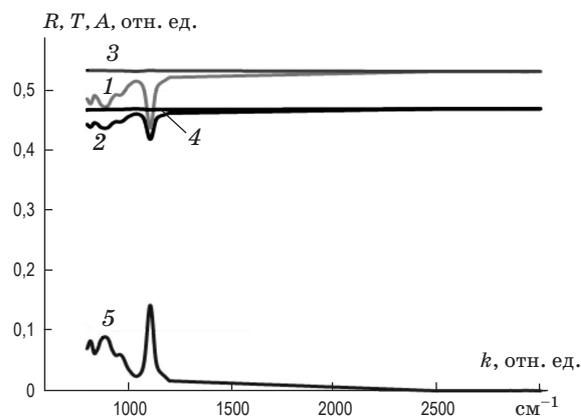


Рис. 4. Спектры пропускания, отражения и поглощения кремния. 1 – спектры пропускания; 2 – отражения и 5 – поглощения пластины кремния SiCz; 3, 4 – скорректированные спектры пропускания и отражения этой подложки.

вая 3) и отражения (кривая 4) после коррекции. Коррекция спектров проводилась по изложенному выше методу в один этап.

Полученные спектры после коррекции использовались для нахождения коэффициентов преломления и поглощения по формулам (2) и (11). В области 1500–3000 см^{-1} значения коэффициента преломления исследуемого образца кремния практически одинаковы и равны $3,45 \pm 0,03$. Коэффициент поглощения – менее 1 см^{-1} . Результаты расчетов n и α для области 800–1200 см^{-1} приведены на рис. 5. Из рис. 5а следует, что в области полосы поглощения кремния 900 см^{-1} хорошо видна дисперсионная зависимость коэффициента преломления.

Исследования различных образцов кремния показали, что коэффициент преломления различных образцов материала в инфракрасной области спектра 2–15 $\mu\text{м}$ меняется от 3,40 до 3,48. В работах [8, 9] для материалов проходной оптики приводится значение коэффициента преломления кремния, равное 3,42, что соответствует среднему значению всех исследованных нами образцов.

Предложен спектрофотометрический метод определения оптических констант для материалов проходной оптики. Для реализации этого метода спектры пропускания и отражения корректируются на поглощение, что позволяет в дальнейшем использовать любые известные методики нахождения показателей преломления. Получены аналитические выражения для $n(\lambda)$ и $\alpha(\lambda)$ материала пластины. Проведена оценка точности метода с использованием модели с показателями поглощения и преломле-

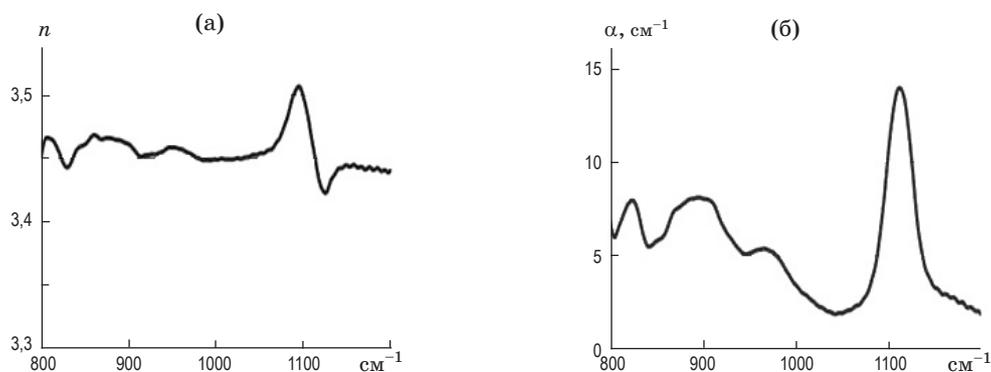


Рис. 5. Спектры n (а) и α (б) кремния.

ния, соответствующими образцу исследуемого материала из кремния. На модели показано, что коррекция спектров позволяет находить n с точностью выше 0,0001 при соответствующей точности нахождения значений спектров. Апробация метода проведена на оптическом

кремнии в области полосы поглощения 9 мкм. Приведены значения коэффициентов преломления и поглощения кремния марки SiCz в диапазоне 800–1200 см^{-1} .

Работа выполнена при финансовой поддержке МОиН в рамках государственного задания.

* * * * *

ЛИТЕРАТУРА

1. Борн М., Вольф Э. Основы оптики. М.: Наука, 1970. 856 с.
2. Нагибина И.М., Москалев В.А., Полушкина В.Л., Рудин В.Л. Прикладная физическая оптика. М.: Высшая школа, 2002. 565 с.
3. Poelman D., Smet P.F. Methods for the determination of the optical constants of thin films from single transmission measurements: a critical review // J. Phys. D: Appl. Phys. 2003. V. 36. P. 1850–1857.
4. Gao L., Lemarchand F., Lequime M. Comparison of different dispersion models for single layer optical thin film index determination // Thin Solid Films. 2011. № 520. P. 501–509.
5. Котликов Е.Н., Новикова Ю.А. Исследование оптических пленок $\text{Ba}_x\text{Mg}_{1-x}\text{F}_2$ // Оптика и спектроскопия. 2014. Т. 117. № 3. С. 48–52.
6. Kotlikov E.N., Ivanov V.A., Tropin A.N. Film's forming materials for THz spectral range purposes // Progress In Electromagnetics. Research Symposium PIERS. 2010. Cambridge, USA, 5–8 July, 2010. Draft abstracts. P. 88.
7. Котликов Е.Н., Новикова Ю.А., Коваленко И.И. Программа синтеза и анализа интерференционных покрытий Film Manager // Информационно-управляющие системы. 2015. № 3 (76). С. 41–48.
8. Marvin J. Weber. Handbook of optical materials. NY: CRC Press, 2003. 499 p.
9. Астафьев Н.И., Несмелова И.М., Несмелов Е.А. Особенности полупроводниковых материалов как оптических сред для инфракрасной области спектра // Оптический журнал. 2008. Т. 75. № 9. С. 90–93.