



中华人民共和国国家标准

GB/T 40293—2021

红外硫系光学薄膜折射率测试方法

Test method for refractive index of infrared optical chalcogenide films

2021-08-20 发布

2022-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国光学和光子学标准化技术委员会(SAC/TC 103)归口。

本标准起草单位：宁波大学、湖北新华光信息材料有限公司、中国科学院上海光学精密机械研究所、中国建筑材料科学研究总院、凤凰光学股份有限公司、苏州晶鼎鑫光电科技有限公司、道明光学股份有限公司。

本标准主要起草人：宋宝安、戴世勋、沈祥、徐光以、胡向平、唐雪琼、张龙、祖成奎、何晓虎、周东平、王宏。



红外硫系光学薄膜折射率测试方法

1 范围

本标准描述了红外硫系光学薄膜(以下简称“薄膜”)折射率的测试原理、测试条件、仪器设备、样品、测试步骤、数据处理与折射率计算、计算精度和测试报告。

本标准适用于红外硫系光学薄膜折射率的测试,其他光学薄膜折射率的测试可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 33826—2017 玻璃衬底上纳米薄膜厚度测量 触针式轮廓仪法

GB/T 36969—2018 纳米技术 原子力显微术测定纳米薄膜厚度的方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

折射率 refractive index

n

光在真空中的传播速率与在介质中的传播速率之比。

注:改写 GB/T 26332.1—2018,定义 2.2.6。

3.2

光谱透射率 spectral transmittance

$T(\lambda)$

透过的与入射的辐射能通量或光通量的光谱密集度之比。

注:以百分比表示。

4 原理

原理如图 1 所示。首先,将样品分别放置于分光光度计和傅里叶红外光谱仪测试台上,使得测试光垂直通过样品;其次,设置光谱测试范围,测得样品的光谱透射率 $T(\lambda)$,再结合多光束干涉原理得到公式(1)~公式(3):

$$T_M = T(n, d, a) \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$T_m = T(n, d, a) \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$2nd = m\lambda \quad \dots\dots\dots (3)$$

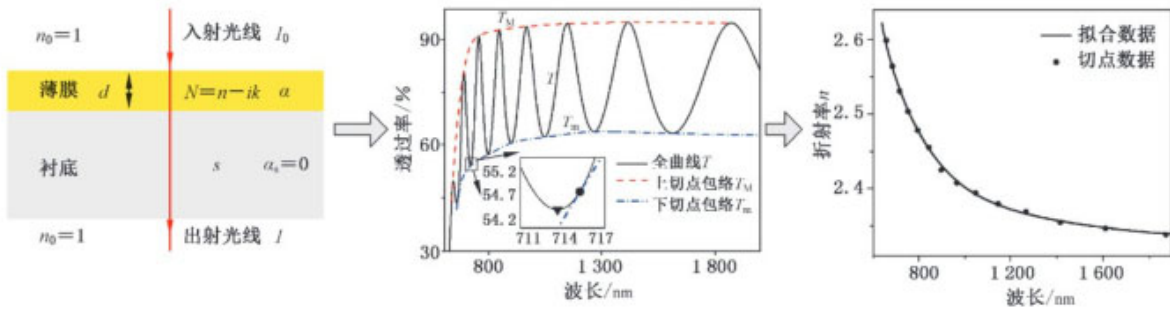
式中:

T_M ——透射率曲线的上包络线;

T_m ——透射率曲线的下包络线;

- n —— 薄膜折射率；
- D —— 薄膜厚度；
- α —— 薄膜吸收系数；
- λ —— 测试光波长；
- m —— 干涉级次(取整数或半整数)。

最后,联立公式(1)~公式(3)求解得到薄膜的三个未知数 n 、 d 、 α 。



说明:

- N —— 薄膜的复折射率；
- n —— 薄膜折射率；
- k —— 薄膜消光系数；
- n_0 —— 空气折射率,其值为 1；
- d —— 薄膜厚度；
- s —— 衬底折射率；
- α —— 薄膜吸收系数；
- α_s —— 衬底吸收系数,其值为 0；
- I_0 —— 入射光线光强；
- I —— 出射光线光强。

图 1 薄膜折射率测试原理示意图

5 测试条件

除另有规定,应在下列环境条件下进行试验:

- a) 温度范围:15℃~25℃；
- b) 相对湿度:≤60%。

6 仪器设备

6.1 厚度测量仪器

6.1.1 触针式轮廓仪:水平测量范围为 50 μm ~55 mm,垂直测量范围为 5 nm~250 μm ,垂直分辨力为 0.1 nm~0.6 nm。

6.1.2 原子力显微镜:最大水平扫描长度为 50 μm ,垂直扫描范围大于 3 μm 。

6.2 透射率测量仪器

6.2.1 傅里叶红外光谱仪:分辨率优于 10 cm^{-1} ,光谱范围覆盖 800 cm^{-1} ~4 000 cm^{-1} (2.5 μm ~

12.5 μm)。

6.2.2 分光光度计:光谱范围覆盖 4 000 cm⁻¹~50 000 cm⁻¹(0.2 μm~2.5 μm)。

7 样品

样品制备及要求如下:

- a) 采用热蒸发或磁控溅射方法将相应的靶材蒸镀或溅射到双面抛光的二氧化硅或硅等能够测试薄膜透射率的衬底上,制备得到测试样品;
- b) 用洗耳球吹扫样品表面,再用乙醇溶剂擦拭干净被测样品,确保样品表面干净平整,无肉眼可见的灰尘、杂物等可能影响测试结果的外来杂质,放置在第 5 章规定的测试条件下,待被测样品表面干燥后,放入干燥皿中待测。

8 测试步骤

8.1 薄膜厚度测量

利用触针式轮廓仪按照 GB/T 33826—2017 测试样品上薄膜厚度,或利用原子力显微镜按照 GB/T 36969—2018 测试样品上薄膜厚度。

8.2 样品透射率测量

样品透射率测量步骤如下:

- a) 打开傅里叶红外光谱仪和分光光度计,预热 30 min;
- b) 将被测样品从干燥皿中取出,放置于傅里叶红外光谱仪的样品台上,设置光谱范围为 800 cm⁻¹~4 000 cm⁻¹,测量样品在中红外区域的光谱透射率 $T(\lambda)$;
- c) 将被测样品从傅里叶红外光谱仪的样品台上取出,放置于分光光度计的测试台上,设置光谱范围为 4 000 cm⁻¹~50 000 cm⁻¹,测量样品在近红外和可见光区域的光谱透射率 $T(\lambda)$;
- d) 将样品取下放入干燥皿。

9 数据处理与折射率计算

9.1 样品分类

根据样品透射率的实际测量结果与理论计算结果的关系将样品分为均匀样品、非均匀样品两大类。具体方法如下:

- a) 按公式(4)计算得到样品的理论最大透射率 T_{\max} ;

$$T_{\max} = \frac{2s}{s^2 + 1} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

T_{\max} —— 样品中衬底的透射率,即样品的理论最大透射率;

s —— 样品中衬底折射率。

- b) 根据测量的不同波长处的光谱透射率 $T(\lambda)$ 获得其最大值 T_{\max} ;
- c) 按公式(5)计算比值 R ;

$$R = \frac{|T_{\max} - T_{\max}|}{T_{\max}} \quad \dots\dots\dots (5)$$

d) 当 $R \leq 1\%$ 时,样品为均匀类型;当 $R > 1\%$ 时,样品为非均匀类型。

9.2 样品透射谱滤波

采取分段滤波的方法对样品透射率曲线(以下简称“透射谱”)进行滤波,具体步骤如下:

- a) 以透射谱中各个波峰和波谷半高宽为界限进行分段;
- b) 利用公式(6)分别对波峰和波谷数据进行分段拟合:

$$T = a \cos\left(\frac{n}{\lambda}\right) + b \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

T —— 样品透射谱;
 a, b —— 拟合参数。

薄膜在 λ 处的折射率按公式(7)计算:

$$n = \frac{c}{\lambda^2} + \frac{f}{\lambda^4} + e \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

c, f, e —— 拟合参数。

利用公式(8)求拟合残差:

$$\theta' = \sum_j^{N-j} (T'_j - T_j)^2 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

θ' —— 拟合残差;
 T'_j —— 拟合后的数据;
 T_j —— 带有噪声的原始数据;
 j —— 分段起始处的波数;
 N —— 分段结束处的波数。

- c) 设置残差阈值为 0.1,若所求的拟合残差大于等于残差阈值,则重复 a)、b)两个过程,循环处理直到每一段的拟合残差都小于残差阈值;
- d) 将每一段的拟合曲线拼接在一起,获得光滑的样品透射谱 T 。

9.3 折射率计算

9.3.1 均匀样品

计算步骤如下:

- a) 按照 9.2 对样品透射谱进行滤波使其光滑,在此基础上获得样品透射谱 T 的上包络线 T_M 、下包络线 T_m ,根据公式(9)计算得到薄膜折射率 n :

$$n = \sqrt{2s \frac{T_M - T_m}{T_M T_m} + \frac{s^2 + 1}{2}} + \sqrt{\left(2s \frac{T_M - T_m}{T_M T_m} + \frac{s^2 + 1}{2}\right)^2 - s^2} \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

s —— 样品中衬底折射率。

- b) 根据公式(10)可计算得到各个切点位置处的薄膜厚度,并求平均值:

$$d_1 = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2(\lambda_1 n_2 - \lambda_2 n_1)} \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

d_1 —— λ_1 处的薄膜厚度;

λ_1, λ_2 ——透射谱 T 与上包络线 T_M 或下包络线 T_m 相切的两个相邻切点处对应的光波长；
 n_1 ——薄膜在波长 λ_1 处对应的折射率；
 n_2 ——薄膜在波长 λ_2 处对应的折射率。

- c) 将计算得到的平均厚度和切点位置处对应的折射率 n_0 与波长 λ 代入公式(3)中得到各个切点位置处对应的干涉级次 m 。当切点位于波峰附近时,取 m 值为离其最近的整数;当切点位于波谷附近时,取 m 值为离其最近的半整数。
- d) 将各个切点位置处对应的 m, n_0 和 λ 代入公式(3)中,又一次得到各个切点位置处对应的薄膜厚度值 d_2 , 并求其平均值 d 。
- e) 将 d 和 m 以及各个切点位置对应的波长 λ 代入公式(3)中再次得到各个切点位置处对应的薄膜折射率值 n , 此时获得的 n 就是波长 λ 处薄膜折射率。

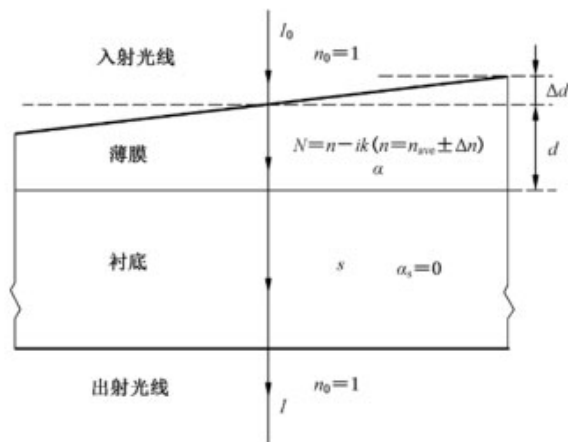
9.3.2 非均匀样品

非均匀样品透射率的测试如图 2 所示,薄膜复折射率 $N = n - ik$ 。样品不均匀主要是由薄膜厚度或折射率不均匀造成,其透射谱 T 根据公式(11)计算:

$$T = \frac{1}{\varphi_2 - \varphi_1} \int_{\varphi_1}^{\varphi_2} \frac{16n^2s}{(n+1)^3(n+s^2) - 2(n^2-1)(n^2-s^2)e^{-\alpha d} \cos\varphi + (n-1)^3(n-s^2)} d\varphi \dots\dots(11)$$

式中:

φ_1 ——负光程引起的相位,单位为弧度(rad);
 φ_2 ——正光程引起的相位,单位为弧度(rad)。



说明:

- | | |
|----------------------------|----------------------------|
| n ——薄膜折射率; | n_0 ——空气折射率,其值为 1; |
| Δn ——薄膜折射率波动; | d ——薄膜厚度; |
| k ——薄膜消光系数; | Δd ——薄膜的厚度与其均值的差值; |
| s ——衬底折射率; | I_0 ——入射光线光强; |
| α ——薄膜的吸收系数; | I ——出射光线光强。 |
| α_s ——衬底吸收系数,其值为 0; | |

图 2 非均匀样品透射率测试示意图

当薄膜表面厚度起伏时, $\alpha = 0$, 上切线包络 T_M 和下切线包络 T_m 表示为公式(12)、公式(13):

$$T_M = \frac{\lambda}{2\pi n \Delta d} \frac{16n^2 s}{\sqrt{[(n+1)^3(n+s^2) + (n-1)^3(n-s^2)]^2 - [2(n^2-1)(n^2-s^2)]^2}} \times \tan^{-1} \left[\sqrt{\frac{(n+1)^3(n+s^2) + (n-1)^3(n-s^2) + 2(n^2-1)(n^2-s^2)}{(n+1)^3(n+s^2) + (n-1)^3(n-s^2) - 2(n^2-1)(n^2-s^2)}} \tan\left(\frac{2\pi n \Delta d}{\lambda}\right) \right] \quad \dots\dots(12)$$

$$T_m = \frac{\lambda}{2\pi n \Delta d} \frac{16n^2 s}{\sqrt{[(n+1)^3(n+s^2) + (n-1)^3(n-s^2)]^2 - [2(n^2-1)(n^2-s^2)]^2}} \times \tan^{-1} \left[\sqrt{\frac{(n+1)^3(n+s^2) + (n-1)^3(n-s^2) - 2(n^2-1)(n^2-s^2)}{(n+1)^3(n+s^2) + (n-1)^3(n-s^2) + 2(n^2-1)(n^2-s^2)}} \tan\left(\frac{2\pi n \Delta d}{\lambda}\right) \right] \quad \dots\dots(13)$$

式中：

Δd ——薄膜的厚度与其均值的差值。

Δd 使用触针式轮廓仪或原子力显微镜获得。在 $0 < \Delta d < \frac{\lambda}{4n}$ 的约束条件下，数值求解两个超越方程公式(12)和公式(13)，进一步利用 9.3.1 中的步骤 b)~e) 获得非均匀薄膜的折射率 n 和厚度 d 。当计算得到的薄膜厚度与试验测得厚度相差大于 1 nm 时，对透射谱向上平移校准薄膜的透射率，进而重复计算薄膜厚度，使其值与实测值之差小于 1 nm，此时计算得到的折射率 n 为薄膜的最终折射率。

10 计算精度

在样品上薄膜厚度的测试精度优于 1 nm，样品透射率的测试精度优于 0.2% 的情况下，使用本标准规定的方法所测薄膜折射率精度优于 0.5%。

11 测试报告

测试报告至少应包含以下内容：

- a) 测试单位名称和联系信息；
- b) 测试方法和测试设备；
- c) 委托单位；
- d) 样品名称、样品种类、样品规格；
- e) 测试环境，包括环境温度、环境湿度；
- f) 样品厚度；
- g) 测试波长及对应的透射率、折射率；
- h) 测试日期、测试单位；
- i) 测试者。

参 考 文 献

- [1] GB/T 26332.1—2018 光学和光子学 光学薄膜 第1部分:定义
-

