

Определение комплексного показателя преломления эталона для измерения коэффициента отражения

В.И. Шкалето, Г.И. Копац, Р.В. Зайцев

Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт»,
ул. Фрунзе, 21, 61002 Харьков, Украина

(Получено 09.02.2014; опубликовано online 20.06.2014)

В работе предложены методы определения комплексного показателя преломления непрозрачных объектов по результатам измерения коэффициентов отражения при двух различных углах падения. Приведены оптические схемы приставок к спектрофотометру СФ-46 для измерения коэффициента отражения абсолютным и относительным методами. Обоснован выбор материала эталона при измерениях коэффициента отражения относительным методом. Дан алгоритм программы «Back Task Optic» для определения комплексного показателя преломления по результатам оптических измерений. Представлены результаты измерений коэффициента пропускания приставок для определения параметров зеркал эталона и их показателя преломления.

Ключевые слова: Комплексный показатель преломления, Спектрофотометр, Обратная задача оптики.

PACS numbers: 78.20.Ci, 42.79.Fm

1. ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время оптические исследования относятся к важнейшим методам определения ряда физических параметров различных материалов. Решение обратной задачи оптики тонких пленок позволяет определять толщину и комплексный показатель преломления (комплексную диэлектрическую проницаемость) по результатам измерений коэффициентов отражения и пропускания исследуемых объектов. Для этого необходимо выполнить как минимум три различных измерения для системы пленка – подложка: коэффициентов отражения R при нескольких углах падения и/или коэффициента пропускания T . В случае массивных объектов или непрозрачных пленок для определения комплексного показателя преломления достаточно выполнить измерения коэффициентов отражения R_ϕ при двух различных углах падения ϕ .

2. ПРИСТАВКА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ОТРАЖЕНИЯ МЕТОДОМ СРАВНЕНИЯ

Спектрофотометр СФ-46 изначально не предназначался для измерения коэффициентов отражения [1], поскольку фотоприемник неподвижно расположен за выходным окном кюветного отделения спектрофотометра. Для измерения коэффициентов отражения при помощи спектрофотометра СФ-46 разработан макет приставки, которая позволяет перенаправить световой поток, отразившийся от образца, на фотоэлемент фотоприемника спектрофотометра.

Спектральный диапазон спектрофотометра СФ-46 лежит в диапазоне от 200 нм до 1100 нм. В ультрафиолетовой части этого диапазона стеклянные призмы сильно поглощают световой поток. Поэтому, чтобы исключить эти потери, необходимо систему поворота светового пучка после отражения от образца выполнить на зеркалах, выполненных из материалов, имеющих приближающийся к единице коэффициент отражения.

На рис. 1 приведены схемы приставок для измерения методом сравнения коэффициентов отражения

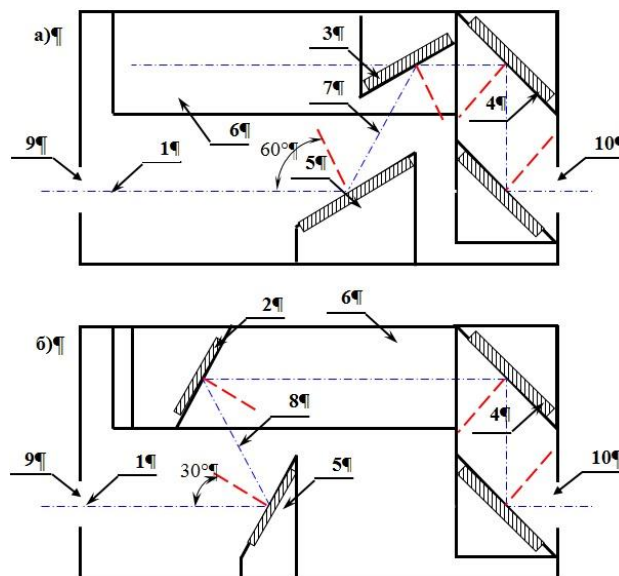


Рис. 1 – Схемы приставок для измерения методом сравнения коэффициентов отражения при падении света на образец под углами а) 60° и б) 30° (вертикальное сечение кюветного отделения спектрофотометра СФ-46). 1 – падающий луч; 2 – отражатель на 30°; 3 – отражатель на 60°; 4 – базовый отражатель; 5 – держатель образцов и эталона; 6 – боковая опора; 7 – луч, отраженный от образца под углом 60°; 8 – луч, отраженный от образца под углом 30°; 9 – входное окно кюветного отделения; 10 – выходное окно кюветного отделения

при падении света на образец под углами 30° и 60°. Падающий луч 1 последовательно попадает при измерениях на эталон или на образец 5, которые перемещаются кареткой кюветного отделения спектрофотометра в горизонтальной плоскости.

Отраженный от исследуемого образца или эталона луч 7 или 8 системой зеркал (отражателями 2 или 3, а также базовым отражателем 4) перенаправляется на один из фотоэлементов фотоприемника спектрофотометра.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ОТРАЖЕНИЯ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ИЗМЕРЕНИЙ

Величина светового потока $\Phi_{обр}$ или $\Phi_{эт}$, падающего на фотоэлемент регистрирующей системы СФ-46, определяется величиной светового потока, выходящего из монохроматора Φ_0 , шириной щели $d_{обр}$ или $d_{эт}$ на выходе монохроматора, коэффициентом отражения образца $R_{обр}$ или эталона $R_{эт}$, а также потерями $K_{потерь}$ на отражения в зеркалах поворотной системы приставки на отражение:

$$\begin{cases} \Phi_{обр} = \Phi_0 d_{обр} R_{обр} K_{потерь} \\ \Phi_{эт} = \Phi_0 d_{эт} R_{эт} K_{потерь} \end{cases}$$

Учитывая, что напряжения $U_{обр}$, и $U_{эт}$, измеряемые вольтметром системы регистрации спектрофотометра СФ-46, пропорциональны величине светового потока, попавшего на фотоэлемент $\Phi_{обр}$ или $\Phi_{эт}$, соответственно, а напряжение U_m соответствует темновому току, получим:

$$\begin{cases} U_{обр} = K\Phi_{обр} + U_m = \Phi_0 d_{обр} R_{обр} K_{потерь} + U_m \\ U_{эт} = K\Phi_{эт} + U_m = \Phi_0 d_{эт} R_{эт} K_{потерь} + U_m \end{cases}$$

Следовательно, программа регистрации измерений оптических характеристик (коэффициентов отражения) в результате работы должна выдавать в файл величины: $U_{обр}$, $U_{эт}$ и U_m .

Зная эти величины, можно определить коэффициент отражения, пользуясь системой уравнений:

$$\begin{cases} U_{обр} - U_m = \Phi_0 d_{обр} R_{обр} K_{потерь} \\ U_{эт} - U_m = \Phi_0 d_{эт} R_{эт} K_{потерь} \end{cases}$$

откуда

$$\begin{cases} R_{обр} = \frac{U_{обр} - U_m}{\Phi_0 d_{обр} K_{потерь}} \\ \Phi_0 K_{потерь} = \frac{U_{эт} - U_m}{R_{эт} d_{эт}} \end{cases} \quad (1)$$

Используя полученное соотношение (1), для измеряемого экспрессным методом коэффициента отражения получим:

$$R_{обр} = \frac{U_{обр} - U_m}{U_{эт} - U_m} \frac{d_{эт}}{d_{обр}} R_{эт} \quad (2)$$

4. ВЫБОР МАТЕРИАЛА ДЛЯ ЭТАЛОНА

Предлагаемый метод измерения коэффициента отражения требует знания оптических свойств материала эталона ($R_{эт}$), относительно которого проводятся измерения.

На рис. 2 приведены спектральные зависимости действительной и мнимой частей комплексного показателя преломления для ряда металлов [2], которые использовались при расчете спектральных зависимостей коэффициента отражения для тех же металлов. Результаты численного моделирования представлены на рис. 3.

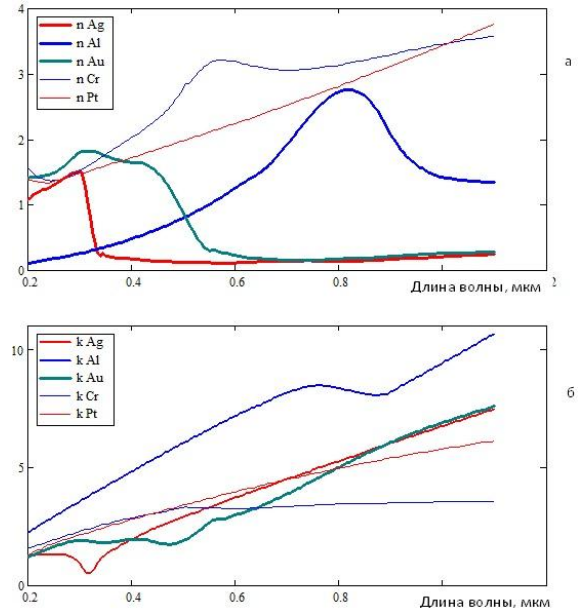


Рис. 2 – Спектральные зависимости действительной (n) и мнимой (k) частей комплексного показателя преломления ряда металлов. а – действительная часть показателя преломления; б – мнимая часть

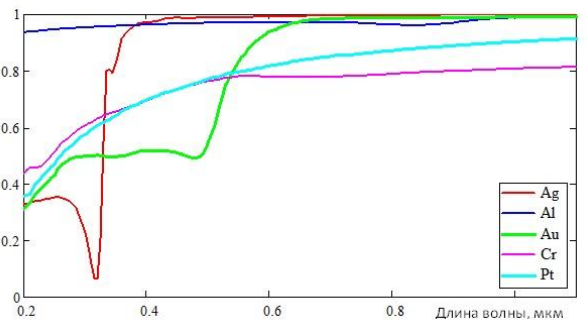


Рис. 3 – Результаты численного моделирования спектральных зависимостей коэффициента отражения ряда металлов (неполяризованное излучение; угол падения 0°)

Из приведенных зависимостей следует, что во всем рассматриваемом спектральном диапазоне коэффициент отражения алюминия практически постоянен и достаточно высок. Предельные значения коэффициента отражения алюминия в спектральном диапазоне 0,2-1,1 мкм для угла падения 30° составляют 0,937 и 0,989, а при угле падения 60° – 0,956 и 0,994. Поэтому в качестве материала зеркал эталона следует использовать алюминий.

Известно [3], что на воздухе Al покрывается естественной оксидной пленкой корунда $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, толщина которой может достигать 3-10 нм. При таких толщинах оксидных пленок интерференция в оксидной пленке не наблюдается, однако коэффициент отражения зеркала из алюминия с оксидом Al_2O_3 становится меньше, чем у зеркала без оксида, практически во всем рассматриваемом спектральном интервале от 200 до 1100 нм, что показано на рис. 4. При толщинах оксида порядка 100 нм и больше на теоретических спектральных зависимостях коэффициента отражения появляются экстремумы, обусловленные интерференцией света в оксидной пленке.

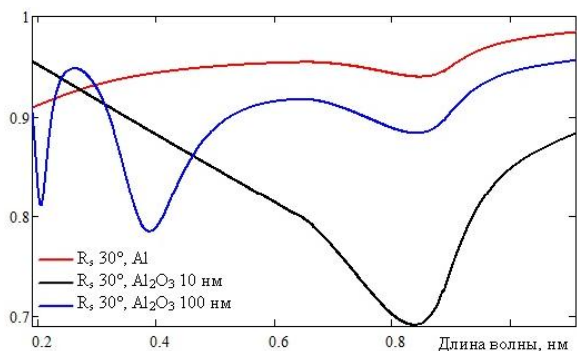


Рис. 4 – Результаты моделирования спектральных зависимостей коэффициента отражения s-поляризованного света системы алюминий – оксидная пленка при различных толщинах пленки Al₂O₃. Угол падения света 30°

Экспериментально осцилляции коэффициента отражения на спектральных зависимостях системы прозрачная пленка – подложка могут не наблюдаться по ряду причин:

- Свет на выходе из монохроматора не идеально монохроматичен.
- Падающий на образец световой пучок, как правило, не представляет собой плоскую волну (расходящийся световой пучок в СФ-46).
- В большинстве случаев существуют небольшие локальные вариации толщины подложки (пленки). Это приводит к заметному усреднению спектральных зависимостей коэффициентов отражения.

Чтобы не учитывать интерференцию в оксидной пленке, для работы в видимой части спектра можно использовать зеркала из серебра, обладающие в этой области спектра высоким значением коэффициента отражения (см. рис. 3).

5. СХЕМА ПРИСТАВКИ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ КОЭФФИЦИЕНТА ОТРАЖЕНИЯ АБСОЛЮТНЫМ МЕТОДОМ

В большинстве экспериментов достаточно проводить относительные измерения коэффициента отражения исследуемого образца, когда при обработке результатов измерений используется коэффициент отражения эталона (2).

Для необходимого спектрального диапазона у эталона должны быть известны или коэффициенты отражения при нужных углах падения, или оптические постоянные, с помощью которых можно рассчитать коэффициент отражения для любого угла падения.

При длительной эксплуатации эталона возникает необходимость изготавливать новый эталон и каждый раз определять его комплексный показатель преломления. Это приводит к необходимости определять показатель преломления эталона по результатам измерения коэффициента отражения абсолютным методом.

Оптическая схема приставки к спектрофотометру СФ-46 для измерения коэффициента отражения абсолютным методом приведена на рис. 5.

Эталон 4 и поворотная система зеркал 5 приставки изготавливались в одном испарительном цикле термической конденсации в вакууме серебра чистотой 99,999 % на ситалловую подложку при комнатной

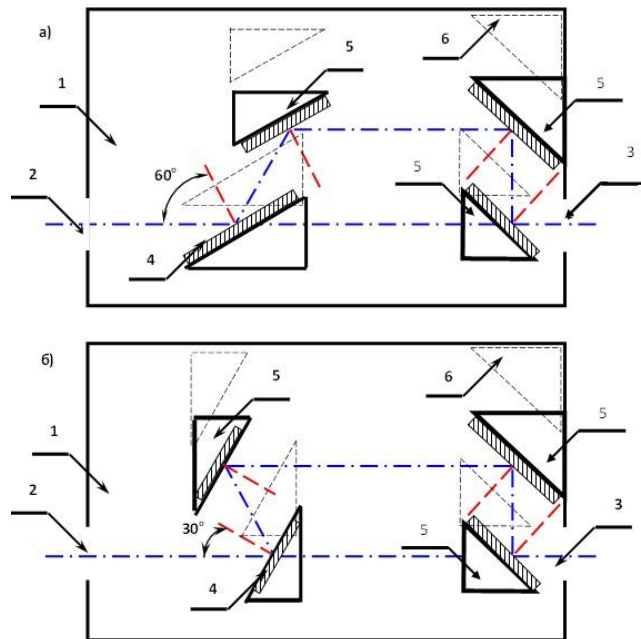


Рис. 5 – Оптическая схема приставок для измерения коэффициента отражения абсолютным методом (горизонтальное сечение кюветного отделения спектрофотометра СФ-46). Угол падения света на эталон: а) – 60°; б) – 30°. 1 – Кюветное отделение спектрофотометра СФ-46; 2, 3 – входное и выходное окна кюветного отделения; 4 – зеркало – эталон; 5 – поворотная система зеркал; 6 – положение зеркал при измерениях относительно первичного светового пучка

температуре. После извлечения из вакуумной камеры зеркало на ситалловой подложке разрезалось алмазным стеклорезом на четыре части и вставлялись в держатели зеркал 4 и 5 (см. рис. 5). Измерение спектральных зависимостей коэффициента отражения эталона при двух различных углах падения θ_0 (30° и 60°) производились относительно первичного светового пучка с помощью приставок к спектрофотометру СФ-46, сопряженного с ПЭВМ [4].

Поскольку все зеркала приставок для измерения коэффициента отражения были получены одновременной конденсацией и находились при этом на одинаковом расстоянии от испарителя, то при обработке результатов измерений предполагалось, что оптические свойства пленок серебра на всех зеркальных поверхностях одинаковы.

При обработке результатов проведенных измерений предполагалось, что измеренный коэффициент отражения от эталона и системы зеркал можно представить в виде произведения коэффициентов отражения от каждой зеркальной поверхности:

$$R = R_\theta \cdot (R_\theta \cdot R_{45^\circ}^2), \tag{3}$$

где R_θ – коэффициент отражения от эталона; $(R_\theta \cdot R_{45^\circ}^2)$ – коэффициент пропускания поворотной системы зеркал.

Для определения комплексного показателя преломления эталона использовалось соотношение (3) при двух различных углах падения θ – 30° и 60°. При этом решалась нелинейная система уравнений.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

С целью определения комплексного показателя преломления по результатам измерения коэффициента отражения при двух различных углах падения авторами были разработаны алгоритм и программа «Back Task Optic».

В основу работы алгоритма и программы положен принцип минимизации целевой функции $\Psi(N, \varphi)$, которая представляет собой сумму квадратов разностей экспериментально измеренных $R_{\text{эксп}}$ и рассчитанных теоретически $R_{\text{теор}}$ коэффициентов отражения и зависит от комплексного показателя преломления N и угла падения φ :

$$\Psi(N, \varphi) = \sum_{\varphi} (R_{\text{эксп}}^2 - R_{\text{теор}}^2(N, \varphi)), \quad (4)$$

Поиск минимума целевой функции методом наименьших квадратов приводит к необходимости решения нелинейной системы уравнений. Решение нелинейной системы уравнений осуществлялось симплексным методом Нелдера-Мида [5] в замкнутой области плоскости значений комплексного показателя преломления.

В случае, когда поиск решения выводит за границы области поиска, программа позволяет построить карту целевой функции, показанную на рис. 6.

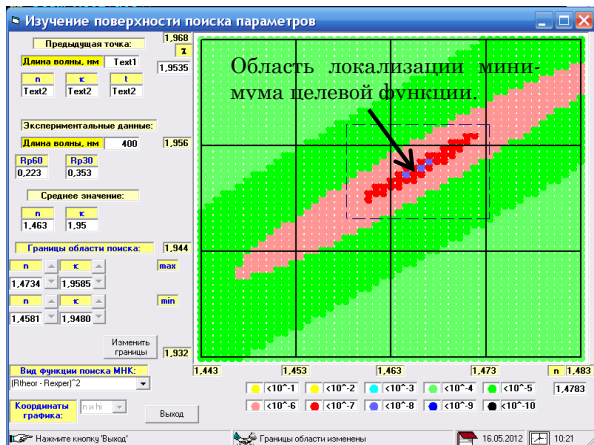


Рис. 6 – Карта целевой функции в координатах n (действительная) и χ (мнимая) части комплексного показателя преломления

С помощью этой карты можно выбрать область локализации минимума искомой функции. Дальнейший поиск минимума в выбранной области продолжается в автоматическом режиме.

В результате работы программы создается файл со значениями комплексного показателя преломления материала эталона. Эти данные затем используются для расчета коэффициента отражения эталона при измерениях относительным методом.

7. РЕЗУЛЬТАТЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОМПЛЕКСНОГО ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ N ДЛЯ СИСТЕМЫ Ag ЗЕРКАЛ

Результаты экспериментальных измерений спектральных зависимостей коэффициента прохождения s-поляризованного света через приставки (3) для определения комплексного показателя преломления N для системы Ag зеркал приведены на рис. 7.

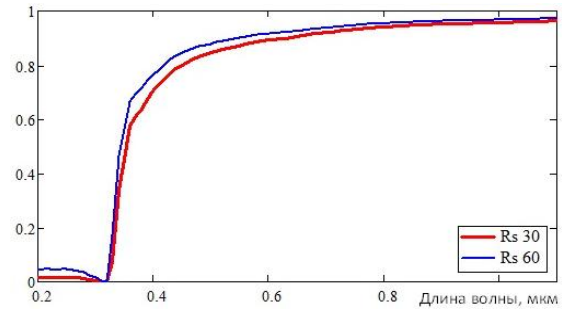


Рис. 7 – Спектральные зависимости коэффициента пропускания приставок при двух различных углах падения $\theta - 30^\circ$ и 60°

В результате обработки результатов эксперимента с помощью описанных выше алгоритма и программы был определен комплексный показатель преломления эталона N_{film} .

Рис. 8 позволяет сравнить значения комплексного показателя преломления эталона, полученные в результате обработки результатов оптических экспериментов и данные для массивного серебра [2]. Принципиальных отличий на приведенных спектральных зависимостях не наблюдается.

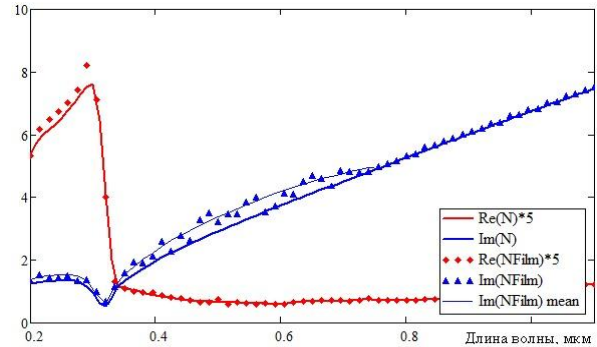


Рис. 8 – Сравнение результатов определения комплексного показателя преломления серебра для эталона – (N_{film}) с литературными данными [2] – (N)

Как видно из приведенных зависимостей мнимая часть показателя преломления эталона $\text{Im}(N_{\text{film}})$ во всем спектральном диапазоне превышает значения для массивного образца $\text{Im}(N)$. Это обусловлено тем, что в процессе конденсации при термическом испарении серебра в пленках зеркал образовалось множество дефектов, как точечных (вакансии, примесные атомы, пары масла, остаточные газы и т.п.), так и объемных. Разброс значений действительной и мнимой частей показателя преломления относительно некоторой средней зависимости обусловлен погрешностями эксперимента и погрешностями округления при решении обратной задачи оптики численными методами.

Для использования эталона, при определении коэффициента отражения исследуемого образца относительным методом (5), для различных углов падения выполнено численное моделирование коэффициента отражения эталона $R_{\text{эт}}$ с использованием найденных спектральных зависимостей показателя преломления N_{film} . Результаты моделирования использовались при проведении измерений с помощью спектрофотометра СФ-46 коэффициента отражения исследуемых образцов экспрессным относительным методом.

Визначення комплексного показника заломлення еталона для вимірювання коефіцієнта відбиття

В.И. Шкалето, Г.И. Копач, Р.В. Зайцев

*Національний технічний університет "Харківський політехнічний інститут",
вул. Фрунзе, 21, 61002 Харків, Україна*

У роботі описані методи визначення комплексного показника заломлення непрозорих об'єктів за результатами виміру коефіцієнтів відбиття при двох різних кутах падіння. Наведено оптичні схеми приставок до спектрофотометра СФ-46 для виміру коефіцієнта відбиття абсолютним і відносним методами. Обґрунтовано вибір матеріалу еталона для вимірів відбиття відносним методом. Дано алгоритм програми «Back Task Optic» для визначення комплексного показника заломлення за результатами оптичних вимірів. Наведено результати вимірів коефіцієнтів проходження світла крізь приставки для визначення параметрів дзеркал еталона і його показника заломлення.

Ключові слова: Комплексний показник заломлення, Спектрофотометр, Зворотна задача оптики.

Definition of the Complex Refractive Index of an Etalon for Measuring the Reflection Coefficient

V.I. Shkalet, G.I. Kopach, R.V. Zaitsev

National technical University "Kharkov Polytechnic Institute", 21, Frunze Str., 61002 Kharkov, Ukraine

The paper describes methods for determination of the complex refractive index of opaque objects by the measurement results of the reflection coefficients at two different angles of incidence. Optical schemes of attachments to the spectrophotometer SF-46 for measuring the reflection coefficient by absolute and relative methods are represented. The choice of the material of etalon for measurements of the reflection by relative method is validated. The algorithm of the program "Back Task Optic" to determine the complex refractive index by the results of optical measurements is given. The measurement results of the light-transmission coefficients through attachments to define the parameters of etalon mirrors and its refractive index are presented.

Keywords: Complex refractive index, Spectrophotometer, Inverse problem of optics.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. СПЕКТРОФОТОМЕТР СФ-46. Техническое описание и инструкция по эксплуатации Ю-34.11.629ТО (Ленинград: ЛОМО: 1986).
2. E.D. Palik, *Handbook of optical constants of solids* (N.-Y.: Academic Press: 1985).
3. Van Gils et al., *J Appl. Phys.* **98**, 083505 (2005).
4. В.И. Шкалето, Г.И.Копач, С.Н. Карасев, Н.М. Харченко, *Інформаційні технології: наука, техніка, технологія, освіта, здоров'я. XII Міжнародна науково-практична конференція Харків, 20 – 21 травня. Анотації доповідей.* 783 (Харьків: 2004).
5. Б. Банди, *Методы оптимизации. Вводный курс* (М.: «Радио и связь»: 1988).