

文章编号 : 0258-7025(2001)10-0937-04

高反射硅镜弱吸收的研究*

王英剑 胡海洋 李庆国 范正修

(中国科学院上海光机所 上海 201800)

提要 运用表面热透镜技术精确测量 1315 nm 高反射硅镜的弱吸收,并结合原子力显微镜所显示的薄膜表面情况判断引起吸收的原因,为工艺上减少吸收降低损耗提供测量保证。

关键词 表面热透镜技术 原子力显微镜 弱吸收

中图分类号 O 484.4⁺1 文献标识码 A

Study of Weak Absorption of the Thin Films Coated on the Si Plates

WANG Ying-jian HU Han-yang LI Qing-guo FAN Zhen-xiu

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800)

Abstract In order to reduce the absorption and loss in the process of coating thin films, the weak absorption of the thin films coated on the Si plates at 1315 nm and their surface feature were measured by using surface thermal lensing method and atomic force microscopy, respectively. The factors that induce absorption are briefly discussed.

Key words surface thermal lensing, atomic force microscopy, weak absorption

1 引 言

对于高反射薄膜来说,吸收损耗是影响薄膜性能的重要因素。受沉积工艺的影响,薄膜的吸收损耗往往比相应的块状材料要高,为了把吸收控制在一个很低水平,对介质高反射膜硅镜的吸收进行精密的测量是非常重要的。

我们用光热透镜技术对用于化学氧碘激光器的 TiO₂/SiO₂ 高反射薄膜的吸收进行了测量,研究了薄膜的吸收和反射率及破坏阈值的关系,为了便于实现,选用连续 YAG 激光器作为抽运光源。由于化学氧碘激光器的激光波长(1315 nm)与 YAG 激光波长(1060 nm)比较接近, TiO₂ 和 SiO₂ 两种材料在这段波长区间内有相同的变化规律,所以,测量结果可以准确地反映出薄膜的吸收、反射率以及破坏阈值之间的对应关系,实验结果也充分证明了这一点。

测量弱吸收的方法有很多,在光热法中主要有两种灵敏度比较高的测量方法,光热偏转技术和表面热透镜

技术。光热偏转技术具有高的灵敏度^[1,2],可达 0.1×10^{-6} ^[3],但因为探测光光束直径小($< \phi 100$ nm),调试比较困难,易受干扰,从而出现较大的偏差。表面热透镜技术则保持了灵敏度高的特性^[4,5],而且由于探测光束直径($\phi 500$ nm)大于抽运光束直径($\phi 100$ nm),易于操作,重复性好,抗干扰能力强,有巨大的应用潜力。

2 测量原理及方法

图 1(a)为光热偏转技术示意图,图 1(b)为表面热透镜技术示意图。它们的测试原理是:

对于光热偏转技术来说,用抽运光加热样品表面,试样吸收,将光能变成热,会在样品表面产生一个热包区域,这时利用一束高度聚焦的激光探测该热包区域,表面热包会使探测光的反射光发生偏转,偏转量由四像限探测器测量,测得的信号与样品表面热包的斜率成正比。对于表面热透镜技术,使用大光斑的探测光照射整个样品的表面热包区域,表面热包使探测光的反射光波前产生相干,干涉的反射光强度分布可由 CCD 或针孔光电探测器扫描获得。如果将反射光线围绕样品表面作镜像反转,则反射光可以看成是带有位相相干的透射光,该位相相干是由样品表面热包引入,这样表面热包

* 国家“863-410”计划资助项目。

收稿日期 2000-07-11;收到修改稿日期 2000-08-25

在虚拟光路中的作用如同一个“透镜”，这就是我们称之为表面热透镜的原因。

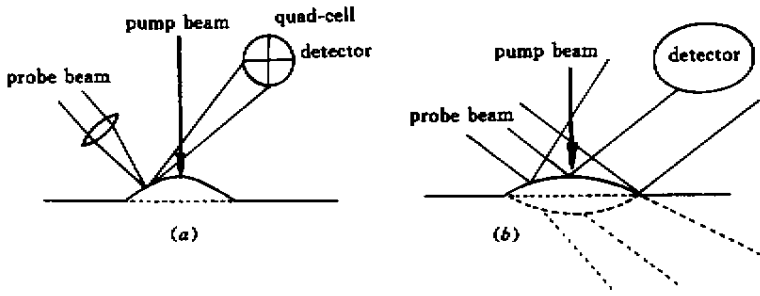


图 1 光热偏转技术 (a) 和表面热透镜技术 (b) 示意图

Fig.1 Schematic depiction of the photothermal deformation method (PTD) (a) and the surface thermal lensing method (STL) (b)

实验装置如图 2 所示。

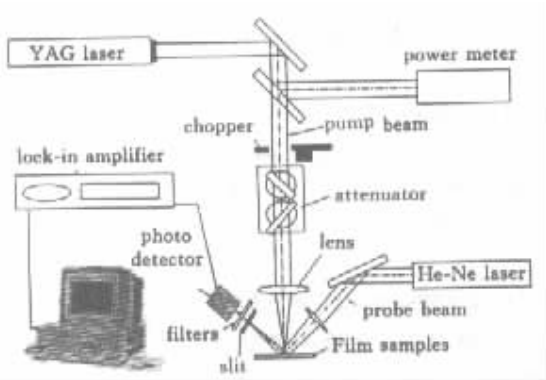


图 2 测量表面热透镜的实验装置

Fig.2 Experimental arrangement of the surface thermal lensing technique

2.1 测量方法

在一定的功率范围内，光热信号与样品所吸收的光能成正比。样品吸收的光能直接取决于抽运光的能量或功率以及样品本身的吸收。因而可以通过定标的方法来得到被测样品的吸收。这有一个前提，样品本身是弱吸收的，即样品的几何厚度远远小于样品的光吸收长度，即光薄近似。

在如图 2 所示的实验装置上，首先放置定标样品（定标样品为大吸收率的钼镜），用斩波器固定抽运光频率（ $f = 560 \text{ Hz}$ ），再调节抽运光（YAG 连续激光器，功率 1.2 W）和探测光（He-Ne 连续激光器，功率 30 mW），使锁相放大器上的光热信号 S 为最大，并且位相角恒定，频率恒定，表明实验装置已经调好，进入正常工作状态。换下定标样品，放置被测样品，从锁相放大器上读取 S 即可。为保证准确性，读取 5 次，取平均值。本实验中

的数据已经过处理。

2.2 计算方法

在这里，需要测出几个数据： A_c 为定标样品的吸收，可由分光光度计或量热计等测得； R_c 为定标样品在 632.8 nm 的反射率（45°测量）； R_s 为被测样品在 632.8 nm 的反射率（45°测量）； T_{pc} 为定标样品在抽运光路中的透过率，本实验中为 9%； T_{tc} 为定标样品在探测光路中的透过率，本实验中为 1； T_{ps} 为被测样品在抽运光路中的透过率，本实验中为 1； T_{ts} 为被测样品在探测光路中的透过率，本实验中为 1； S_c 为定标样品光热信号； S_s 为被测样品光热信号。计算被测样品的吸收 A_s 的公式如下^[6]

$$A_s = A_c \frac{T_{pc} \cdot T_{tc} \cdot R_c \cdot S_s}{T_{ps} \cdot T_{ts} \cdot R_s \cdot S_c} \quad (1)$$

首先测得定标样品的光热信号 S_c ，然后在完全相同的实验条件下测得被测样品的信号 S_s ，再分别测量定标样品和被测样品在 632.8 nm 的反射率（45°测量），代入 (1) 式，即可得到被测样品的吸收。

3 实 验

本实验所用被测样品的基本情况如表 1 所示。

表中被测样品是在不同工艺条件下制备的，反射率是用透反仪精确测量得到的绝对反射率，损伤阈值的实验是在大连化物所进行的。

定标样品为具有大吸收率的钼镜，它在 1060 nm 处的吸收率 A_0 是 61.04%，在 632.8 nm 处的反射率（45°）是 23.13%，它在抽运光路中的透过率 $T_{pc} = 9\%$ ，其他均为 1。

本实验所测数据如表 2。

表 1 被测样品的基本情况

Table 1 Basic feature of the measured samples

No.	Base material	Coating design	$R_{1315}(45^\circ)$	Damage threshold/ $\text{kW}\cdot\text{cm}^{-2}$
1	Si	TiO ₂ /SiO ₂	99.75%	25
2	Si	TiO ₂ /SiO ₂	98.90%	-
3	K9	TiO ₂ /SiO ₂	99.78%	28
4	Si	TiO ₂ /SiO ₂	99.82%	30
5	Si	TiO ₂ /SiO ₂	99.87%	40
6	Si	TiO ₂ /SiO ₂	99.80%	30
7	Si	TiO ₂ /SiO ₂	99.84%	35
8	Si	TiO ₂ /SiO ₂	99.80%	30

表 2 定标样品和被测样品的测量数据

Table 2 Data of calibration sample and the measured samples

No.	S	$R_{632.8}(45^\circ)$	ϕ	f/Hz	A
0	1.0440	23.14%	-69.00	203	61.04%
1	0.02958	91.50%	-28.90	207	394.40×10^{-6}
2	0.13752	31.98%	-45.60	206	5246.23×10^{-6}
3	0.01488	85.93%	-73.46	204	211.30×10^{-6}
4	0.00694	84.00%	-38.12	204	100.80×10^{-6}
5	0.00336	81.49%	110.27	205	50.30×10^{-6}
6	0.01028	76.83%	-29.00	205	163.00×10^{-6}
7	0.00412	81.95%	-20.30	206	61.33×10^{-6}
8	0.03604	81.10%	147.50	206	542.00×10^{-6}

S 为样品的光热信号; $R_{632.8}(45^\circ)$ 为样品在 632.8 nm 处的反射率; ϕ 为样品的位相角; f 为光信号的频率; A 为样品的吸收。其中 0# 为定标样品, 其余均为被测样品, 表的最后一栏为按 (1) 式计算所得, 其他数据在实验中测得。

在测完上述 9 块样品的吸收后, 又测量了这些薄膜样品的表面结构, 测量设备是 Park Scientific Instruments Co. 生产的型号为 AUTOPROBE CP 的原子力显微镜

(Atomic force microscopy, AMF), 可精确到原子量级。

4 结果与讨论

把表中被测样品的反射率、吸收率和损伤阈值相互对照, 作图表示, 参见图 3。

从图 3 可以看出, 上述样品点是随机排列的, 但是却很完美地遵循一定的规律, 样品的吸收小, 反射率就

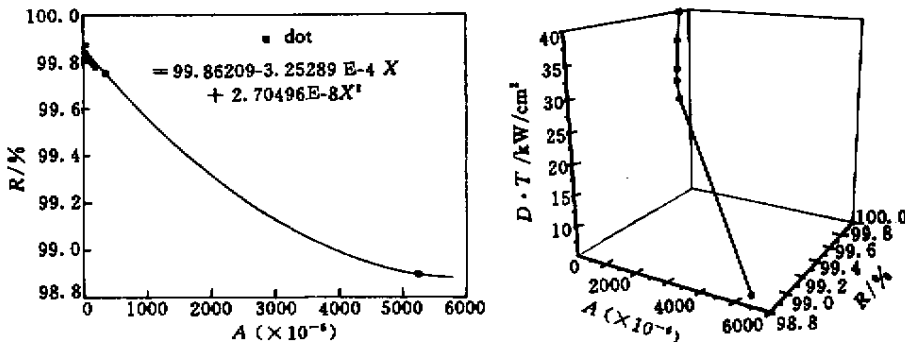


图 3 被测样品的吸收-反射与损伤阈值曲线图

Fig.3 Diagrams of the curves of absorption-reflection and damage threshold of the samples measured

高 对应的激光损伤阈值也大。表明了反射率、吸收和损伤阈值之间的对应关系 在一定的范围内 降低吸收, 可以提高反射率, 并能提高损伤阈值, 吸收的大小与损伤阈值关系更密切。

所测薄膜表面的结构如图 4 所示。图 4 (a) (c) , (e) (g) 所对应的分别是 1# 2# 5# 7# 样品的立体图, (b) (d) (f) (h) 则是它们的平面图, 比较有代表性 (高吸收和小吸收), 以利于比较。

测量范围为 $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ 放大 16000 倍。平面图中颜色深的表示位置高, 颜色浅的表示位置低。

从薄膜的表面结构图中可以发现 薄膜表面尖峰细

长又多 峰谷差值大 散射大 反射率就比较低 2# 样品就是这样 薄膜表面尖峰少而且较粗 颗粒比较饱满 相对平坦 反射率就比较高 吸收也较小 5# 和 7# 样品属于这种情况。1# 样品的膜面虽然比较平坦, 但有很深的几道沟, 具有明显的缺陷, 导致吸收也比较大。在这里需要说明的是 2# 样品的吸收最大, 主要是因为 在蒸镀过程中 TiO_2 自身的不完全氧化所致。另外还发现, 用电子枪蒸镀的这些薄膜, 它们的表面起伏都比较大 结合测量所得的反射率数据, 可以得出散射损耗是导致反射率不能明显提高的主要原因 (达到 3 个 9, 即 99.90% 以上)

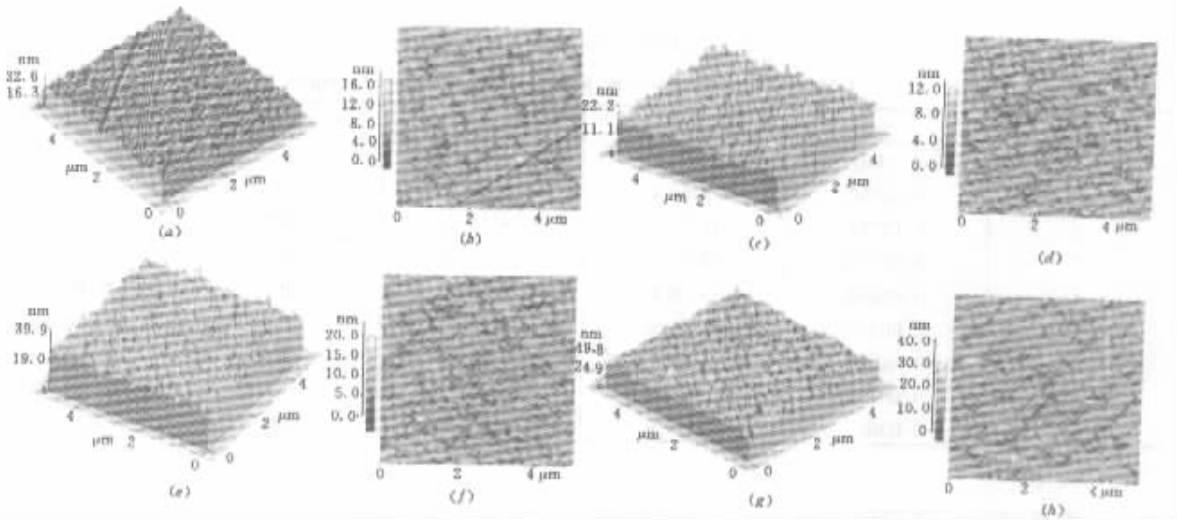


图 4 原子力显微镜下的薄膜表面结构((a) (b) 为 1# (c) (d) 为 2# (e) (f) 为 5# (g) (h) 为 7#)
Fig.4 Surface structure of thin films under AFM

由此, 可以得出以下结论:

- 1) 用表面热透镜法测量硅镜的弱吸收是十分精确的 并和实验结果相吻合: 吸收小, 损伤阈值就高, 吸收大, 损伤阈值就低;
- 2) 该样品薄膜中的高折射率材料为 TiO_2 , 它自身的吸收比较大, 如果工艺条件控制不好, 就会产生较大吸收, 如 3# 样品的高吸收就在于 TiO_2 自身的不完全氧化所致。如该批样品的最小吸收已达 50×10^{-6} , 最大达 10^{-3} 表明工艺还不十分稳定, 有待于进一步摸索;
- 3) 利用驻波场等方法改进膜系设计, 降低薄膜外表面的几层膜的吸收, 也是一种可选择的方法;
- 4) 原子力显微镜的测量结果表明, 用电子枪制备的薄膜吸收不太高, 其原因可推测为表面有较大的起伏 散射损耗是主要限制因素, 如果能把散射损耗大幅度降低, 薄膜的反射率就可上一个台阶。

参 考 文 献

- 1 M. A. Olmstead, N. M. Amer, S. Kohn *et al.*. Photothermal displacement spectroscopy: an optical probe for solids and surfaces. *Appl. Phys. A*, 1983, **33**(3):141 ~ 154
- 2 E. Welsch, D. Ristau. Photothermal measurements on optical thin films. *Appl. Opt.*, 1995, **34**(31):7239 ~ 7253
- 3 Z. L. Wu, Z. X. Fan, E. Matthias. Measurement of absorption losses in thin films by photothermal displacement technique. Proc. 3rd International Symposium on Trends and New Applications in thin films, Le Vide, Les Couches Minces-Supplement au, Strasbourg, 1991, No.259 61 ~ 65
- 4 Robert Chow, John R. Taylor, Z. L. Wu. High reflector absorptance measurements by the surface thermal lensing technique. *SPIE*, 1997, **2966** 354 ~ 361
- 5 H. Saito, M. Irikura, M. Haraguchi. New type of photothermal spectroscopic technique. *Appl. Opt.*, 1992, **31**(12) 2047 ~ 2054
- 6 Hu Haiyang, Fan Zhengxiu, Liu Ye. Measuring, weak absorptance of thin film coatings by surface thermal lensing technique. *Laser Physics*, 2000, **10**(2) 633 ~ 681