

# 近场显微成像法识别高功率激光镜片薄膜内部缺陷

白忠臣<sup>1</sup>, 黄兆岭<sup>1</sup>, 郝礼才<sup>2</sup>, 陆安江<sup>2</sup>, 秦水介<sup>1</sup>

<sup>1</sup>贵州大学贵州省光电子技术及应用重点实验室, 贵州 贵阳 550025;

<sup>2</sup>贵州大学大数据与信息工程学院, 贵州 贵阳 550025

**摘要** 采用近场显微成像法测量了高功率激光镜片薄膜表面裂纹和内部节瘤缺陷,并分析了它们的形成机制。100 nm 孔径的圆锥形针尖辐射的倏逝波与薄膜中预埋的缺陷相互作用,将倏逝波转化为辐射波后,由物镜收集并在远场逐点成像,同步地获得薄膜表面的原子力显微镜(AFM)图像和扫描近场光学显微镜(SNOM)图像,以便直观地识别缺陷产生的物理机制。结果表明:在倏逝波的有效作用区域内,薄膜表面裂纹与内部节瘤可以同时精确地被识别。通过对比 SNOM 与 AFM 结果,发现基底表面裂纹在镀膜过程中积累了残余应力,这导致薄膜的表面呈层状断裂,其单条最小裂纹横向剖面尺寸为 165 nm,超过了传统远场检测的实验检测精度;此外,SNOM 图中的亮斑表明,薄膜的内部有高于基底折射率的节瘤存在。

**关键词** 薄膜; 近场光学; 孔径针尖; 高功率光薄膜; 节瘤缺陷; 裂纹

中图分类号 O439

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201744.0103001

## Identifying Defects in Thin Film of High Power Laser Lens by Using Near Field Microimaging Method

Bai Zhongchen<sup>1</sup>, Huang Zhaoling<sup>1</sup>, Hao Licai<sup>2</sup>, Lu Anjiang<sup>2</sup>, Qin Shuijie<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Guizhou Province Key Laboratory for Optoelectronic Technology and Application, Guizhou University, Guiyang, Guizhou 550025, China;

<sup>2</sup>College of Big Data and Information Engineering, Guizhou University, Guiyang, Guizhou 550025, China

**Abstract** The surface flaws and internal knots in a film of high power laser lens are experimentally measured by using a near field micro-image method, and their formation mechanisms are analyzed as well. The evanescent waves radiated by a conic tip at a 100 nm diameter interact with the defects embedded in the films. After the evanescent waves are converted into radiation waves, they are collected by the objective lens and imaged point by point in the far field. Atomic force microscopy (AFM) images and scanning near-field optical microscopy (SNOM) images on the surface of the thin film are obtained synchronously, so as to visually identify the physical mechanisms of the defects formation. The results show that the surface flaw and the internal knot in thin film are accurately identified at the same time in effective interacting areas of evanescent wave. By comparing AFM result with SNOM result, we find that the surface flaw of substrate accumulates the residual stress in the processing of coating, which results in a layered cracking on the surface of film. The crosswise profile scale of single minimum flaw is 165 nm, which is beyond experimental detection precision of traditional far field detection. In addition, the high hot spot in SNOM graph shows that refractive index of knots exist in the thin film is higher than that in substrate.

**Key words** thin films; near-field optics; aperture tip; high power optical thin film; knot drawback; flaw

**OCIS codes** 310.6860; 180.4243; 310.6845; 120.4630

## 1 引 言

薄膜缺陷(如表面裂纹、节瘤、气泡等)是降低高功率光学系统输出功率的重要因素之一<sup>[1-6]</sup>,它的存在不

收稿日期: 2016-09-29; 收到修改稿日期: 2016-11-02

基金项目: 国家自然科学基金(11204046)、科技部国际科技合作专项(2014DFA00670)、贵州省国际科技合作项目(黔科合外 G 字[2011]7001 号)、贵阳市科技局项目(筑科合同[2012103]71 号)

作者简介: 白忠臣(1979—),男,博士,副教授,主要从事光学材料及光学检测方面的研究。E-mail: yufengvc@163.com

仅仅影响薄膜的光学性质,还会导致薄膜的激光破坏阈值进一步降低,严重影响光学元件的使用寿命,也是薄膜加工和使用过程中应尽量避免的重要因素之一。一般地,薄膜表面裂纹的测量方法很多,也相对容易识别,但是,通过表面裂纹精确地判断其成因是很困难的。另外,对薄膜内部的节瘤的超衍射极限分辨率的无损检测也是不容易实现的,是当前科学研究中的前沿问题之一<sup>[1,7-8]</sup>。

光学薄膜缺陷的危害是 1969 年 Movchan 等<sup>[9]</sup>在研究不同衬底温度下采用电子束热蒸发方法制备  $\text{Al}_2\text{O}_3$  和  $\text{ZrO}_2$  等单层膜时发现的。随后,1974 年 Spalvins 等<sup>[10]</sup>利用扫描电子显微镜(SEM)对溅射法生长的厚 Mo、Ag 等金属薄膜中的缺陷进行研究,发现缺陷处是薄膜最薄的地方,断裂和腐蚀大都首先从此处发生,其研究结果使人们开始认识到缺陷对薄膜性能的危害。此后,随着高功率激光系统和薄膜技术的发展,缺陷对光学薄膜的影响才逐渐被人们重视,并将其作为限制薄膜破坏阈值的最突出因素进行研究<sup>[11-14]</sup>。

1985 年,Johnson 等<sup>[15]</sup>在研究( $\text{SiN}/\text{SiO}_2$ )多层膜的缺陷破坏时,发现激光强度受薄膜内部节瘤等缺陷的限制。1995 年,美国利弗莫尔国家实验室(LLNL)的 Sawicki 等<sup>[16]</sup>采用 AMOS 以及 COSMOS/M 算法对  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  结构多层膜的驻波场、温度场等进行模拟,并揭示了节瘤缺陷导致薄膜破坏阈值降低的原因。这些研究为高功率激光薄膜缺陷的理论和实验研究提供了重要的研究基础。而对薄膜中缺陷的检测是分析其危害的重要环节,特别是对缺陷的高精度、无损检测更是检测技术中的焦点问题,也是提升高功率负载激光系统的重要基础<sup>[17-20]</sup>。

测量光学薄膜缺陷的方法有很多<sup>[21-23]</sup>,但这些方法各有其优缺点,如 SEM、透射电子显微镜(TEM)等方法虽能获得更高的分辨率,但是这两种方法需要破坏薄膜的结构,无法做到无损检测。原子力显微镜(AFM)方法虽然也能获得高的检测精度,但是只适用于检测薄膜的表面缺陷。光热法、光声法等无损检测方法虽已被广泛应用,但是分辨率方面无法令人满意。目前,虽然许多方法都能够识别薄膜缺陷,但是,检测精度一般都受限于光学衍射极限。近场光学的蓬勃发展,为超衍射极限分辨率的检测提供了重要的方向<sup>[24]</sup>。

本文采用 100 nm 孔径的扫描近场光学显微镜(SNOM)针尖辐射的倏逝波与高功率激光薄膜中的缺陷相互作用,使倏逝波转化为远场的传播波,增加光学系统的光通量,进而减小了光学成像系统的艾里斑半径,提高了光学接收系统的分辨率,实现了薄膜缺陷的高精度检测和对缺陷产生原因的直观识别。

## 2 测量原理

以高功率激光输出镜片表面薄膜中的节瘤缺陷和表面裂纹为测量对象,测量原理如图 1 所示。

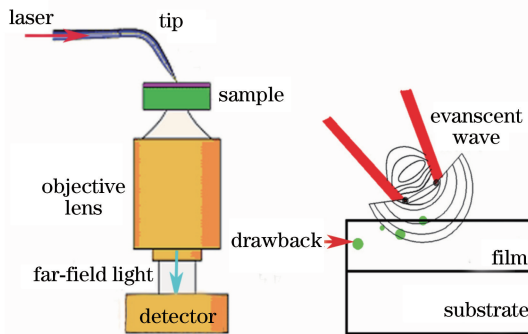


图 1 纳米孔径针尖测量薄膜中缺陷的实验原理

Fig. 1 Experimental principle of the measurement of detects in thin films by using nano aperture tip

当一束激光经  $\lambda/2$  的波片后,被物镜耦合进入单模光纤中,并传导进入纳米孔径 SNOM 针尖,如图 1 所示。单模光纤中传播的激光经过尖端的纳米孔径透射出去。由于孔径对激光的限制,从孔辐射出的激光包括各向同性传播的传播波和各向异性的倏逝波两部分,它们的波矢  $z$  分量  $k_z$  分别表示为

$$k_z = \begin{cases} \sqrt{k_0^2 - k_{\parallel}^2}, & k_{\parallel} \leq k_0, \\ i\sqrt{k_{\parallel}^2 - k_0^2}, & k_{\parallel} > k_0. \end{cases} \quad (1)$$

式中  $k_0$  表示光波在介质中传播的波矢,在真空中  $k_0 = \frac{2\pi}{\lambda}$ ; 而  $k_{\parallel}$  为与针尖孔径的尺寸有关的量,称为横向波

矢量。若孔内只存在一个驻波,其条件为  $k_{\parallel} = \frac{2\pi}{a}$ 。 $k_z$  表示波传播的纵向波矢量,可以是实数,也可以是虚数,实数表示传播波部分,而虚数表示倏逝波部分,其强度与离孔表面的距离呈指数衰减关系,且只在波长距离内有效。当  $a < \lambda$  时,从孔径尖端  $z$  方向透射的电磁波中,倏逝波起主导作用,这也是实现高分辨率的主要原因。

为了理解孔径针尖发出的倏逝波与薄膜中的节瘤、裂纹等缺陷相互作用后,辐射的远场中包含倏逝波近场的信息,设沿  $x$  方向极化的激光从针尖辐射的传播波与倏逝波分别与薄膜中的缺陷相互作用后,倏逝波被光学薄膜中的缺陷所调制,转化为远场信息,由探测器接收到的远场强度  $E(r)$  可以写为

$$E(r) = E^0(r) + E^d(r), \quad (2)$$

式中  $E^0(r)$  表示在  $r$  处各向同性的传播波与薄膜中的缺陷相互作用后到达检测器的电场,而  $E^d(r)$  表示从针尖孔径辐射出的各向异性的倏逝波与薄膜中的缺陷相互作用后到达检测器的电场强度。在通常的远场检测方法中,只能测量到  $E^0(r)$  的强度,而丢失了  $E^d(r)$  的相关成分。另外,点物衍射成像的横向艾里斑半径公式可表示为

$$\Delta r_{\parallel} = 0.6098 \frac{M\lambda}{NA}, \quad (3)$$

式中  $M$  表示光学系统的放大倍率, $\lambda$  为入射光的波长, $NA$  表示接收光学系统的数值孔径。

(3)式中,在光学系统与激光波长均不变的情况下, $M\lambda$  保持不变,增大光学系统的数值孔径能够减小光斑的横向艾里斑半径,提升检测光学分辨率。由(2)式可知,由于孔径针尖辐射的倏逝波与薄膜中的节瘤、裂纹等缺陷相互作用后,倏逝波信息有一部分可以转化为远场信息而被探测器接收。相比传统的远场检测而言,这相当于增大了远场检测的光通量,即提高了(3)式中的数值孔径,因此,引入倏逝波与薄膜中的缺陷相互作用以实现超远场检测分辨率的测量,为直观地识别缺陷的成因打下基础。

### 3 材料与方法

高功率激光薄膜是可见/近红外高功率激光器中的激光输出镜片。为了研究基底缺陷和薄膜内部节瘤等在制备过程中的演化,采用在石英基底表面预埋节瘤和裂纹,并逐层测量的方法来获得节瘤增长和裂纹破坏的规律。研究中测量的高功率激光薄膜制备方法为:首先在熔融石英基底上预埋高折射率节瘤和表面裂纹,再采用离子束溅射方法镀一层  $\text{SiO}_2$  薄膜(层厚约 185 nm)。

实验中 100 nm 孔径的 SNOM 针尖示意图如图 1 所示,为以色列 Nanonics 公司生产的商用化孔径针尖,其由单模光纤制成,呈圆锥形状,表面镀有 Cr/Au 双层膜(用于增加强度、限制激光和集中激光能量)。激光器使用中心波长为 514.5 nm 的连续激光作为光源(Modu-Laser, 514.5 nm/50 mW)。测量平台为型号为 Nanonics MV4000 的 SNOM。接收物镜为奥林巴斯 50 倍高数值孔径物镜。

样品扫描模式为:保持针尖不动,即保持从针尖辐射的光源点位置固定,而样品台以 AFM 轻敲扫描模式接近样品,逐点扫描,经 50 倍物镜接收后,由探测器(PMT)接收远场强度逐点成像。

### 4 结果与讨论

#### 4.1 表面裂纹成因分析

在  $30 \mu\text{m} \times 30 \mu\text{m}$  的测量区域内,AFM 与 SNOM 同时测量结果如图 2 所示。图 2(a)为所测量薄膜表面的 AFM 图,从图中可以明显看出,薄膜表面有一条裂纹,其中心宽度为  $1.8 \mu\text{m}$ [图 2(c)],在图 2(a)中可以看出产生裂纹的两部分均向上翘曲,且一部分高,一部分低。这说明薄膜是由于应力拉伸而断裂的,但无法判断具体何种原因产生的应力。图 2(b)为图 2(a)的 SNOM 图,是由 100 nm 孔径针尖辐射的倏逝波与薄膜表面相互作用,将近场的倏逝波信息转化为远场信息,并逐点成像得到的。测量与图 2(a)所示相同位置处的剖面图,如图 2(d)所示,在图 2(d)中可以明显地看出,SNOM 中的剖面图有两个峰值和两个低谷。分析认为,两个峰值和两个低谷的产生是由层状的裂纹引起的,且层状裂纹并不均匀,有微米级的位移。由于薄膜只有一层,层状的断裂只能说明薄膜下面的基底也有裂纹。其原因是由于熔融石英基底在镀膜之前就存在裂纹(这与预埋前的情况一致),在成膜后冷却或固化后冷却过程中,裂纹中的应力释放导致薄膜被拉断

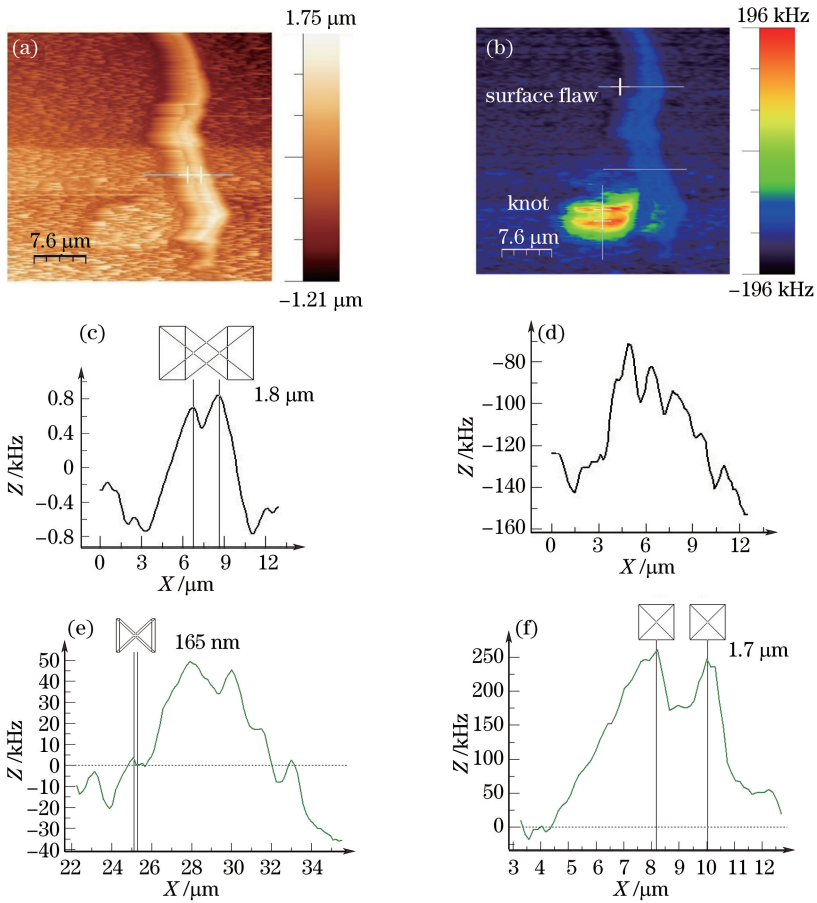


图 2 AFM 和 SNOM 同时测量的结果。(a) AFM 图;(b) SNOM 图;(c) AFM 图中裂纹的剖面图及宽度;(d) SNOM 图中的裂纹剖面图;(e) SNOM 图中裂纹剖面图及一个最小裂纹的宽度;(f) SNOM 图中两个线状节瘤剖面图及它们之间的距离

Fig. 2 Measurement results of AFM and SNOM at the same time. (a) AFM graph; (b) SNOM graph; (c) profile graph and width of the flaw in AFM graph; (d) profile graph of the flaw in SNOW graph; (e) profile graph and a minimum width of the crack in SNOM graph; (f) profile graph of two line knots and their distance in SNOM graph

而形成裂纹,裂纹断裂处一边高、另一边低导致基底与膜的裂纹有微米级的位移。

图 2(e)为在 SNOM 图中裂纹上部测量裂纹的剖面图,测量其中最小的一个裂纹宽度约为 165 nm,这远远超过了光学衍射极限的分辨率。另外,由于针尖发出的倏逝波与薄膜相互作用,这也说明 100 nm 孔径针尖透射的倏逝波与薄膜缺陷相互作用能够将针尖孔径辐射的近场信息转化为远场信息,提升了远场系统的数值孔径,减小了成像的横向艾里斑半径,提高了光学分辨率,且与(2)式和(3)式所描述的理论一致。

#### 4.2 节瘤特征识别和多节瘤的衍射条纹检测

图 2(b)中可以明显地观察到两个线状的亮斑,而在图 2(a)的 AFM 图中没有观察到,说明亮斑是在薄膜内部产生的。测量两个亮斑的剖面图,如图 2(f)所示,可以观察到两个线状亮斑的强度相对较高,且中心亮,向外逐渐变暗,相当于一个凸透镜对光的会聚效果,这是具有高于薄膜折射率的节瘤的典型特征。测量两个节瘤中心之间的距离为 1.7  $\mu\text{m}$ ,且清晰可分辨。

一般来说,两个节瘤之间的距离决定它的远场光学图样,如图 2(b)所示的中心相距 1.7  $\mu\text{m}$  的两个可分辨的节瘤。但是当有多个节瘤同时存在,且距离较近时,远场衍射图样变得复杂。图 3(b)为测量薄膜内部多个节瘤缺陷的实验结果(箭头所示区域)。图 3(b)中形成了条纹状的线,分析认为,这是由于薄膜内部存在的多个节瘤之间的散射场相互干涉形成的。在图中可以看出,亮斑的方向杂乱而不统一,且各有各的亮度中心,这是多节瘤衍射相互作用的结果。



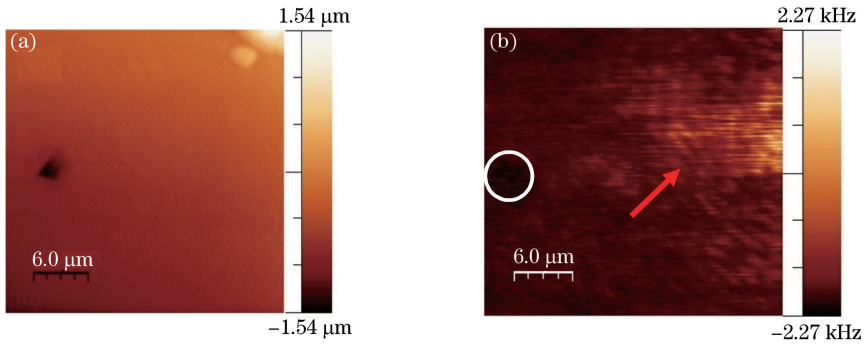


图 3 薄膜表面微孔与内部多节瘤同时测量的(a)AFM图和(b)SNOM图

Fig. 3 (a) AFM and (b) SNOM graphs of surface microhole and internal multi-knots on the thin film surfaces of simultaneous measurement

### 4.3 表面微孔检测

从图 3(a)的 AFM 结果中可以清楚地观察到轮廓清晰的微米孔。在图 3(b)的 SNOM 测量结果中也观察到微孔相应的一个暗斑,相比 AFM 结果而言,虽然轮廓不清楚,但是细节部分更加清楚,它的中心由两个更小的亮斑构成,这是由于孔径针尖的倏逝波与微米孔相互作用,仅有很少的一部分光转化为远场信息,且在孔的中心呈黑色最暗斑,在此位置处,倏逝波在有效作用范围内未与孔发生相互作用,因此基本没有远场信息被接收到。

## 5 结 论

利用 100 nm 孔径的针尖传导 514.5 nm 的连续激光,并在尖端形成倏逝波主导的光场,在倏逝波存在的区域内与高功率激光负载镜片薄膜表面裂纹和节瘤缺陷相互作用后,将非辐射的倏逝波转化为辐射的远场信息,测量并分析了薄膜表面裂纹和内部节瘤形成的机制。结果表明:在孔径针尖端点处的倏逝波的有效作用区域内,通过远场逐点扫描成像的方法,精确地识别了薄膜表面裂纹与内部节瘤,并分析得到它们形成的机制。通过 SNOM 与 AFM 结果对比发现,表面裂纹具有层状断裂的特征,且均向外凸起,一边高,另一边低,这是由于薄膜基底表面裂纹收缩时的残余应力导致的。测量得到了薄膜表面单条裂纹尺寸为 165 nm,该数值超过了传统远场检测的实验检测精度。同时,分析认为薄膜内部的亮斑是由高于基底折射率的节瘤杂质产生的,节瘤在薄膜内部类似一个凸透镜的作用;另外,多个节瘤同时存在时,衍射亮斑呈不规则分布。对于薄膜表面的微米孔而言,只能观察到清晰的边界结构,在超过倏逝波作用区域内,无法测量到远场光信息。

## 参 考 文 献

- [1] Zheng Wanguo. Damage resistance and physical problems of high power laser facilities [M]. Beijing: Science Press, 2014.  
郑万国. 高功率激光装置的负载能力及其相关物理问题 [M]. 北京: 科学出版社, 2014.
- [2] Wang H, Hsieh S J, Singh B. Detection of pinhole defects in optical film using thermography and artificial neural network [C]. SPIE, 2015, 9485: 94850J.
- [3] Saravanan K, Krishnan R, Hsieh S H, *et al.* Effect of defects and film thickness on the optical properties of ZnO-Au hybrid films [J]. RSC Advances, 2015, 5(51): 40813-40819.
- [4] Tang J, Chai J, Huang J, *et al.* ZnO nanorods with low intrinsic defects and high optical performance grown by facile microwave-assisted solution method [J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2015, 7(8): 4737-4743.
- [5] Hao C, Shirolkar M M, Li J, *et al.* Defects generated by MF magnetron sputtering and their influences on the electrical and optical properties of Al doped ZnO thin films [J]. Applied Surface Science, 2015, 351: 392-400.
- [6] Zhou Lidan, Su Jingqin, Li Ping, *et al.* Quantitative relation between "defects" distribution on optics and near-field quality in high power solid-state laser system [J]. Acta Physica Sinica, 2011, 60(2): 253-259.  
周丽丹, 粟敬钦, 李平, 等. 高功率固体激光装置光学元件“缺陷”分布与光束近场质量的定量关系研究 [J]. 物理学报, 2011, 60(2): 253-259.

- [7] Fan Zhengxiu. Optics film and its application[M]. Shanghai: Shanghai Jiaotong University Press, 2014.  
范正修. 光学薄膜及其应用[M]. 上海: 上海交通大学出版社, 2014.
- [8] Tang Jinfu. Modern optical thin film technology[M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 2006.  
唐晋发. 现代光学薄膜技术[M]. 杭州: 浙江大学出版社, 2006.
- [9] Movchan B A, Demchishin A V. Investigation of the structure and properties of thick vacuum-deposited films of nickel, titanium, tungsten, alumina and zirconium dioxide[J]. Phys Met Metallogr, 1969, 28(83): 653-660.
- [10] Spalvins T, Brainard W A. Nodular growth in thick-sputtered metallic coatings[J]. Journal of Vacuum Science & Technology, 1974, 11(6): 1186-1192.
- [11] Trumpy G, Gschwind R. Optical detection of dust and scratches on photographic film[J]. Journal on Computing and Cultural Heritage, 2015, 8(2): 1-19.
- [12] Reedy Jr E D. Tensile cracking of a brittle conformal coating on a rough substrate[J]. International Journal of Fracture, 2016, 199(2): 245-250.
- [13] Bloembergen N. Role of cracks, pores, and absorbing inclusions on laser induced damage threshold at surfaces of transparent dielectrics[J]. Applied Optics, 1973, 12(4): 661-664.
- [14] Demos S G, Negres R A, Raman R N, *et al.* Material response during nanosecond laser induced breakdown inside of the exit surface of fused silica[J]. Laser & Photonics Reviews, 2013, 7(3): 444-452.
- [15] Johnson L F, Ashley E J, Donovan T M, *et al.* Scanning electron microscopy studies of laser damage initiating defects in ZnSe/ThF<sub>4</sub> and SiH/SiO<sub>2</sub> multilayer coatings[C]//1985 Los Angeles Technical Symposium. International Society for Optics and Photonics, 1985: 127-139.
- [16] Sawicki R H, Shang C C, Swatloski T L. Failure characterization of nodular defects in multilayer dielectric coatings [C]//Laser-Induced Damage in Optical Materials: 1994. International Society for Optics and Photonics, 1995: 333-343.
- [17] You Kewei, Zhang Yanli, Zhang Xuejie, *et al.* Analysis of near-field modulations caused by defects in high power laser system[J]. Chinese J lasers, 2016, 43(3): 0302002.  
尤科伟, 张艳丽, 张雪洁, 等. 高功率激光系统中缺陷引起的近场调制分析[J]. 中国激光, 2016, 43(3): 0302002.
- [18] Moses E I, Lindl J D, Spaeth M L, *et al.* Overview: development of the national ignition facility and the transition to a user facility for the ignition campaign and high energy density scientific research[J]. Fusion Science and Technology, 2016, 69(1): 1-24.
- [19] Shaw M, House R. Laser performance operations model (LPOM): the computational system that automates the setup and performance analysis of the National Ignition Facility[C]. SPIE, 2015, 9345: 93450E.
- [20] Baisden P A, Atherton L J, Hawley R A, *et al.* Large optics for the national ignition facility[J]. Fusion Science and Technology, 2016, 69(1): 614-620.
- [21] Wu Xiaoye, Zhang Lichao, Shi Guang. Optical-thermal and optical-acoustics detecting techniques applied for the characterizations of high performance optical thin films[J]. Chinese Optics, 2014, 4(5): 701-711.  
武潇野, 张立超, 时光. 应用于高性能光学薄膜表征的光热光声检测技术[J]. 中国光学, 2014, 4(5): 701-711.
- [22] Qin Yuwei. Study on defect detection of optical thin film using optical coherence tomography [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2015, 52(7): 71202.  
秦玉伟. 光学薄膜缺陷的光学相干层析检测方法研究[J]. 激光与光电子学进展, 2015, 52(7): 71202.
- [23] Tan Hengying, Liu Pengcheng, Shi Baixuan. Non destructive testing of laser induced damage in optical thin films by laser photothermal deflection image[J]. Acta Photonica Sinica, 2005, 34(1): 158-160.  
谈恒英, 刘鹏程, 施柏煊. 激光光热偏转成像法无损检测光学薄膜的激光损伤[J]. 光子学报, 2005, 34(1): 158-160.
- [24] Mauser N, Hartschuh A. Tip-enhanced near-field optical microscopy[J]. Chemical Society Reviews, 2014, 43(4): 1248-1262.