

文章编号 1004-924X(2014)01-0069-07

基于受抑全反射的碱金属气室镀膜厚度测量

全伟^{1,2}, 刘阳^{1,2*}, 陈瑶^{1,2}

(1. 北京航空航天大学 惯性技术重点实验室, 北京 100191;

2. 北京航空航天大学 新型惯性仪表与导航技术国防重点学科实验室, 北京 100191)

摘要: 针对原子自旋器件的碱金属气室镀膜层厚度的精确测量, 提出了一种基于受抑全反射的膜层厚度测量方法。根据该方法搭建了膜厚测量系统, 并进行了实验测试。分析了受抑全反射的基本理论和基于受抑全反射的膜厚测量原理, 介绍了基于该方法的膜厚测量系统的构成及工作原理并分析了影响系统测量精度的主要因素和解决方案。通过分析和仿真激光器波长的波动、入射角变化以及折射率参数的不准确等对膜厚测量结果的影响评价了系统的性能。最后, 利用该系统对镀膜样品进行了测量实验, 并利用薄膜分析仪做了对比试验。实验结果表明: 该方法的测量结果存在一个 2.6 nm 左右的常值偏差, 对其补偿后能够较为准确地对镀膜层厚度进行测量, 测量精度接近 1 nm, 基本满足碱金属气室镀膜质量检测的需求, 且具有较高的稳定性和可靠性。

关键词: 碱金属气室; 受抑全反射; 膜厚测量; 激光测量法

中图分类号: O484.5 **文献标识码:** A **doi:** 10.3788/OPE.20142201.0069

Accurate measurement of coating thickness for alkali vapor cells based on frustrated total internal reflection

QUAN Wei^{1,2}, LIU Yang^{1,2*}, CHEN Yao^{1,2}

(1. *Science and Technology on Inertial Laboratory, Beihang University, Beijing 100191, China;*

2. *Fundamental Science on Novel Inertial Instrument & Navigation System Technology Laboratory, Beihang University, Beijing 100191, China)*

** Corresponding author, E-mail: liuyang_1989210@163.com*

Abstract: For the accurate measurement of coating thicknesses for alkali vapor cells in atomic spinning devices, a measurement method based on Frustrated Total Internal Reflection (FTIR) was proposed. A coating thickness measuring system was established and experimental tests were performed. The phenomenon of FTIR and the principle of coating thickness measurement based on the FTIR were analyzed. And the main factors impacting the measuring accuracy of the system were analyzed and several solutions were given. Furthermore, the performance of the system was evaluated by analyzing and simulating the effects of the wavelength fluctuation, change of laser incident angle, and other inaccurate refractive indexes on the measured results. Finally, the thickness measuring experiment using the system and a check experiment using a film analyzer were carried out for the coating sample. Experimental results indicate that data from the FTIR system generally have a deviation about 2.6 nm. But

收稿日期: 2013-08-09; 修订日期: 2013-09-17.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (No. 61227902); 上海航天科技创新基金资助项目

the system can measure coating thickness exactly with a precision about 1 nm after the deviation compensated, which can satisfy the requirement of evaluation of coating qualities for alkali vapor cells under high stability and reliability.

Key words: alkali vapor cell; Frustrated Total Internal Reflection(FTIR); coating thickness measurement; laser measuring method

1 引言

原子磁强计、原子陀螺仪等原子自旋器件利用原子自旋效应来进行物理参数的测量,是近年来快速发展的一类新型器件。装载碱金属原子的碱金属气室作为原子自旋器件的敏感表头,其性能的高低从本质上决定了原子自旋器件能达到的灵敏度极限。影响碱金属气室性能的重要因素之一是碱金属原子与气室内壁的碰撞弛豫,在碱金属气室内壁上镀膜可以防止碱金属原子与气室内壁发生直接碰撞而引起的去极化问题,从而提高碱金属气室的抗弛豫特性^[1]。由于用于极化碱金属原子的泵浦激光和用于能态信号检测的检测激光的光路都要通过碱金属气室,为了减少镀膜对碱金属气室透光性的影响,一般都要求碱金属气室内壁镀膜层的厚度非常小,但又不能降低镀膜层的抗弛豫性能,例如抗弛豫效果较好的高温膜OTS的厚度一般只有 300 nm 左右。因此,需要研究其特殊的镀膜工艺和要求,以及能够随时检测镀膜厚度、粗糙度等信息的检测方法。由于镀膜技术的不成熟,直接针对其镀膜会造成不必要的浪费,而且气室一般是封闭的,直接针对其内壁的镀膜进行检测也不方便。因此,前期对于平面镀膜及其质量检测的研究是十分必要的。

当前对于镀膜层质量的检测方法主要分两大类,一类是根据光学原理进行检测,另一类是根据非光学原理进行检测。依据光学原理的检测方法是利用一些特殊的光学现象,如反射、折射、透射、衍射、干涉等与膜层性能参数的定性、定量关系实现对这些参数的测量^[2-5]。这类方法虽然原理简单,实现起来较容易,但是检测精度和分辨率普遍不高。依据非光学原理也可以有效地检测玻璃镀膜层质量^[6-7]。例如原子力显微镜(Atomic Force Microscope, AFM)等。这类非光学检测方法虽然具有较高的检测精度和分辨率,但较为复杂,且成本较高。

受抑全反射现象历史悠久,自 17 世纪被发现以来得到了广泛的研究和应用,包括很多近场光学仪器、光学调制器、光学器件等的设计,都是基于受抑全反射的基本原理^[8-10]。本文将受抑全反射应用于平面镀膜厚度的测量,建立了镀膜厚度测量系统,讨论了一些基本参数对膜厚测量精度的影响,分析了该方法的理论检测精度。实验证明,这种基于受抑全反射的镀膜厚度检测方法,可对具有探测波长范围厚度的薄膜进行有效检测,具有较高的检测精度,且实现起来简单可靠,成本较低。

2 镀膜厚度测量原理及系统构成

2.1 基于受抑全反射的膜厚测量原理

当光线从光密介质向光疏介质入射时,若入射角大于某个临界角,入射光会全部被反射回光密介质,这就是我们所熟知的全反射现象。虽然如此,光疏媒质中的电磁场并未消失,只是不再有能量流过界面。实际上,在发生全反射时,折射波在 X 方向(沿界面)仍具有行波的形式,但沿 Z 方向(纵深方向)按指数律急剧衰减,光波场在光疏介质中的有效穿透深度可定义为:

$$d_z = \frac{\lambda_1}{2\pi} \frac{1}{\sqrt{\sin^2 \theta_0 - \sin^2 \theta_c}}, \quad (1)$$

其中: λ_1 为入射光在光密介质中的波长, θ_0 为入射角, θ_c 为发生全反射时的临界角。一般把 d_z 大小为波长数量级的这样一种波称为隐失波或倏逝波。

倏逝波的出现说明不能简单地认为发生全反射时,光疏介质内完全不存在波场,实际上在界面附近波长数量级的厚度内仍然有场。如果光疏介质的厚度很小,此时以第三种介质(折射率大于光疏介质)靠近光疏介质,有一部分入射光就会发生透射,全反射受到破坏,即发生了受抑全反射(Frustrated Total Internal Reflection, FTIR)。根据光的这种特性,提出了一种镀膜厚度的测量

方法,基本测量原理如图 1 所示。

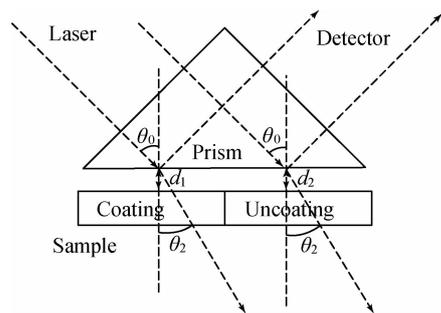


图 1 基于受抑全反射的镀膜厚度测量原理图

Fig. 1 Schematic of coating thickness measurement based on frustrated total internal reflection

当棱镜下表面与玻璃样品表面的距离较大时,入射光在满足临界条件的情况下会发生全反射,即全部入射光都以反射的形式传播出去;当棱镜下表面与玻璃样品表面的距离在探测波长范围内时,全反射会受到破坏,发生受抑全反射,即一部分光发生透射,一部分光发生反射。根据受抑全反射的基本理论,发生受抑全反射时的反射率 R_s 与棱镜跟玻璃样品表面之间的距离 d 存在以下定量关系:

设入射角为 θ_0 , 出射角为 θ_2 , 棱镜、空气、镀膜玻璃样品的折射率分别为 n_0, n_1, n_2 , 入射激光波长为 λ 。对于 s 波, 反射率:

$$R_s = \frac{(1 - b_s)^2 ch^2 \delta + (c_s - d_s)^2 sh^2 \delta}{(1 + b_s)^2 ch^2 \delta + (c_s + d_s)^2 sh^2 \delta}, \quad (2)$$

其中: $b_s = \frac{n_2 \cos \theta_2}{n_1 \cos \theta_0}$, $c_s = -\frac{n_2 \cos \theta_2}{D}$, $d_s = \frac{D}{n_0 \cos \theta_0}$,

$$D = \sqrt{n_0^2 \sin^2 \theta_0 - n_1^2}, \delta = 2\pi d D / \lambda。$$

由于 $sh\delta = \frac{e^\delta - e^{-\delta}}{2}$, $ch\delta = \frac{e^\delta + e^{-\delta}}{2}$, 可推导出

d 的表达式:

$$d = \frac{\lambda}{4\pi D} \ln \left| \frac{m+n}{m-n} \right|, \quad (3)$$

其中, $m = \sqrt{|R_s(1+b_s)^2 - (1-b_s)^2|}$,

$$n = \sqrt{|(c_s - d_s)^2 - R_s(c_s + d_s)^2|}。$$

通过求出有镀膜层时的距离 d_1 和无镀膜层时的距离 d_2 , 可得镀膜层厚度为:

$$d_c = d_1 - d_2. \quad (4)$$

2.2 测量系统的构成及工作原理

基于受抑全反射的镀膜厚度测量系统如图 2 所示,探测光源为激光,波长为 852 nm。检测原理要求光源为 s 偏振的线偏振光,因此,激光首先

需要经过起偏器变成线偏振光,然后再分别通过 2 片半波片和 2 个偏振分光棱镜 PBS 得到 2 束光强相同的 s 偏振光去探测样品;从第二个分光棱镜透射的光为与 s 光光强相同的 p 偏振光。通过调节半波片,同时用功率计进行实时测量,可较为精确地调整 PBS 分束出的 s 光和 p 光的功率比。

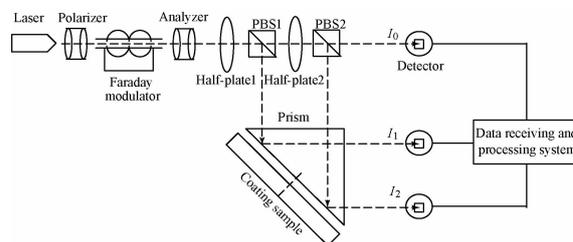


图 2 基于受抑全反射的镀膜厚度测量系统

Fig. 2 Block diagram of coating thickness measurement system based on frustrated total internal reflection

I_0, I_1, I_2 分别为光电探测器检测到的 3 束光的光强信息,光强与光电探测器转换后的电信号成正比,可由后续电路测得。由于三棱镜两个直角端面会造成一定程度的光能损失,因此在对样品测量前,需要对 3 束光进行标定,即不加镀膜样品,调节半波片,使 3 束光的光强一致。设样品镀膜部分的光束反射率为 R_1 ,未镀膜部分的光束反射率为 R_2 ,根据式(2)、(3)有:

$$R_1 = f(d_1) = I_1/I_0, \quad (5)$$

$$R_2 = f(d_2) = I_2/I_0. \quad (6)$$

根据式(5)、(6)计算出棱镜底面到样品表面的距离 d_1 和 d_2 , 即可根据式(4)计算出镀膜样品所镀薄膜的厚度。根据式(4)计算时还需要考虑三棱镜下底面、镀膜基底上表面的粗糙度以及形变等因素。为提高测量系统精度,需对三棱镜下表面和基底上表面进行抛光处理,提高其表面精度。

检测过程中会有各种环境光干扰、器件振动、热噪声等噪声存在,为了减少噪声,提高系统测量精度,本系统采用了法拉第调制技术。首先利用法拉第调制器对激光光强进行正弦波调制,即在正弦激励信号的同频交变磁场作用下,调制器中的磁光晶体产生法拉第磁致旋光效应,该效应会使线偏振光的偏振方向发生偏转^[11-12],再通过检偏器实现光强调制,最后在数据处理系统中设计相敏检波器对光强信号进行解调。

3 器件非理想化对测量结果的影响

根据受抑全反射现象发生的条件,第二介质气隙的厚度与膜厚度量级相同,因此可以根据气隙厚度的变化率反映膜厚的测量分辨率。系统中用到的三棱镜为 K9 直角棱镜,折射率为 1.516;第二介质为空气;所测镀膜样品为 TiO_2 膜,折射率为 2.454,镀膜基底为石英片;入射角为 45° ;激光器中心波长为 852 nm。根据此条件进行计算机仿真,得到气隙厚度随反射率的变化曲线如图 3 所示。

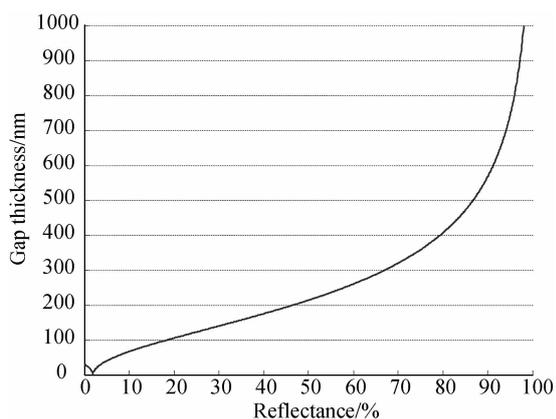


图 3 理想条件下气隙厚度随反射率的变化曲线

Fig. 3 Variation of thickness of air gap with reflection ideally

根据式(1)计算得到的倏逝波有效穿透深度约为 351 nm,气隙厚度在这个范围内会发生受抑全反射。从图 3 可看出,这个范围内的曲线可近似为线性,模拟出此线性曲线的方程如下:

$$d = 470.32R + 9.99, \quad (7)$$

由此可得:

$$\Delta d = 470.32\Delta R, \quad (8)$$

其中: Δd 为气隙厚度变化率,其大小可反映膜厚的测量精度, ΔR 为反射率的检测分辨率。

由式(8)可知,当反射率的检测分辨率小于 0.2% 时,该方法的膜厚的测量精度可优于 1 nm。另外,虽然曲线近似为线性,由图 3 可看出气隙厚度在中间范围随反射率的变化率较小,由于反射率的大小取决于气隙厚度,因此在实际检测时,适当控制三棱镜底面与样品之间的距离可提高膜厚的测量精度。

由以上分析可知,在激光器、三棱镜以及样品

等固定且器件皆为理想的情况下,膜厚的测量精度仅取决于反射率的检测分辨率和气隙厚度的大小,且最佳理论精度可小于 1 nm。然而实际上激光器以及实验中用到的一些光学元件并非理想化的,下面将分析器件非理想化对膜厚测量精度的影响。

3.1 激光器波长波动对测量结果的影响

激光器的输出波长与工作电流和温度有关。一般情况下,半导体激光器在温度相对稳定时,其工作电流每变化 1 mA,相应的输出波长约变化 0.3 nm;温度每变化 1°C ,波长将改变 0.3~0.4 nm。实验中发现,激光器的工作电流最多会有 0.1 mA 的变化,温度最多会有 0.1°C 的变化,因此激光器的波长最多约有 0.07 nm 的波动^[13]。假设激光器波长的波动范围是 ± 0.1 nm,进行计算机仿真,结果如图 4 所示。

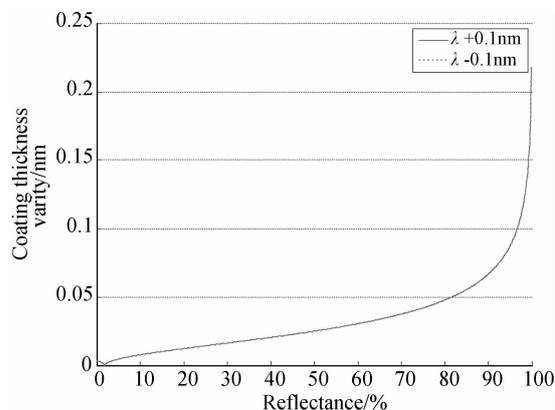


图 4 波长波动条件下膜厚变化随反射率的变化曲线

Fig. 4 Variation of thickness of the coating with reflection at wavelength changed

图 4 中,波长变大和变小的两条曲线基本重合,而且波长的波动对膜厚测量的影响并不明显,气隙厚度在倏逝波有效穿透深度范围内时测量误差不到 0.05 nm,基本上可以忽略。

3.2 入射角变化对测量结果的影响

由于激光器本身的光束指向具有不稳定性,光学器件存在的微振动也会造成光束指向的不稳定性,且光学器件表面的光洁度、面型等参数不能完全理想化,因此,探测激光的入射角会有一些的变化。实验中用到的三棱镜为直角棱镜,入射角理想情况下为 45° ,假设入射角会有 $\pm 1\%$ 的变化,根据前述条件进行计算机仿真,结果如图 5 所示。

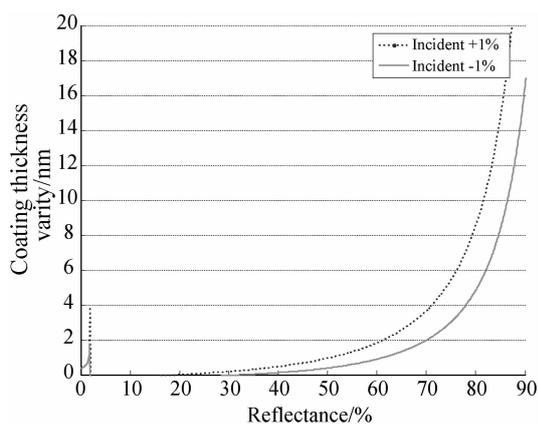


图 5 入射角变化条件下膜厚变化随反射率的变化曲线
Fig. 5 Variation of thickness of the coating with reflection at incident angle changed

由图 5 可知,入射角的变化对膜厚测量精度的影响较大,但气隙厚度在倏逝波有效穿透深度范围内膜厚测量误差不会超过 4 nm,且误差与气隙厚度有关,一般气隙厚度越小误差越小。另外,入射角减小比增大对测量结果的影响要小。

3.3 薄膜折射率的准确性对测量结果的影响

在实际的测量中,在计算膜厚时用到了三棱镜、薄膜和镀膜基底 3 个折射率。在用相关仪器对折射率进行测量时,会存在一定程度的测量误差,折射率也会随着实验条件有少量波动。因此,计算时用到的折射率参数的准确性也会对测量结果造成一定程度的影响。以薄膜折射率为例,分析其准确性对测量结果的影响。实验中用到的 TiO_2 膜折射率为 2.454,该数据是通过 DYMEK 公司的薄膜分析仪测定的,测量精度 0.001。假设薄膜的折射率会有 ± 0.001 的变化,计算机仿真结果如图 6 所示。

图 6 中,薄膜折射率变大和变小的两条曲线基本重合,可见折射率的波动对膜厚测量的影响并不明显,气隙厚度在倏逝波有效穿透深度范围内时测量误差不到 0.01 nm。进一步仿真分析可知,即使折射率不准确度为 0.1,对测量结果的影响也是非常小的。同理,分别对三棱镜和镀膜基底折射率的准确性对测量结果的影响进行分析,结论基本一致。

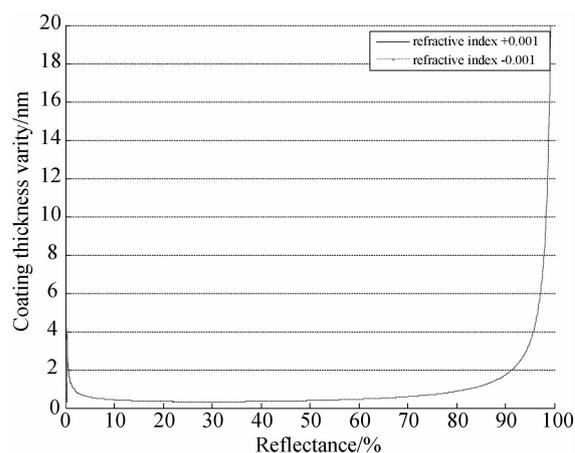


图 6 薄膜折射率变化条件下膜厚变化随反射率的变化曲线

Fig. 6 Variation of thickness of coating with reflection at coating refractive index changed

4 测量实验与结果

基本实验装置如图 7 所示,主要包括光路、电路以及上位机数据处理模块。实验准备的镀膜样品为在玻璃基底上制备的 TiO_2 薄膜。

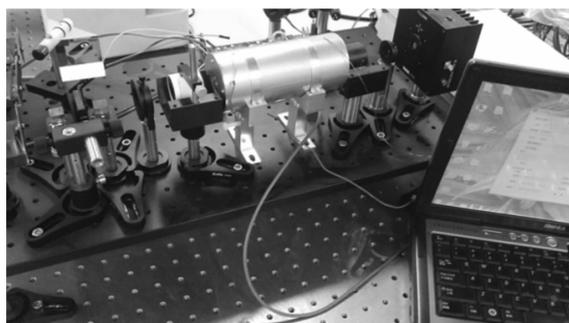


图 7 实验装置

Fig. 7 Experimental setup

利用提出的基于受抑全反射的薄膜厚度测量系统对镀膜样品厚度多点采样测量。测量时在保证受抑全反射有效发生的条件下尽量减小气隙的厚度。利用 DYMEK 公司的薄膜分析仪(测量精度 0.1 nm)对该样品进行测量分析,并加以对比,结果如表 1 所示。分析表 1 可知,本方法的膜厚测量结果比薄膜分析仪的测量结果偏小,存在 2.6 nm 的常值偏差,补偿后得到的才是比较准确的测量结果。

表 1 本方法与薄膜分析仪测量结果比较

Tab. 1 Results by using FTIR method compared with those by film analyzer (nm)

Sampling point	Measured thickness	
	FTIR method	film analyzer
1	60.1	62.8
2	60.5	63.1
3	56.4	59.3
4	59.1	61.4
5	62.5	65.2
6	61.2	63.8

表 2 本方法的单点测量结果

Tab. 2 Results for single-point measurement by using FTIR method (nm)

Sampling group	1	2	3	4	5	6
Coating thickness	63.1	63.3	64.5	63.5	66.2	66.75

参考文献:

- [1] SELTZER S J, RAMPULLA D M, CHABA Y J, *et al.*. Testing the effect surface coatings on alkali atom polarization lifetimes [J]. *Journal of Applied Physics*, 2008, 104(10): 103116-1-7.
- [2] 郭春, 李斌成. 用模拟退火法确定 MgF_2 薄膜折射率和厚度 [J]. *光学精密工程*, 2013, 21(4): 858-863.
- GUO CH, LI B CH. Determination of refractive index and thickness of MgF_2 film using simulated annealing algorithm [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2013, 21(4): 858-863. (in Chinese)
- [3] 郭春, 林大伟, 张云洞, 等. 光度法确定 LaF_3 薄膜光学常数 [J]. *光学学报*, 2011, 31(7): 0731001-1-7.
- GUO CH, LIN D W, ZHANG Y D, *et al.*. Determination of optical constants of LaF_3 films from spectrophotometric measurements [J]. *Acta Optica Sinica*, 2011, 31(7): 0731001-1-7. (in Chinese)
- [4] 薛晖, 沈伟东, 顾培夫, 等. 基于白光干涉的光学薄膜物理厚度测量方法 [J]. *光学学报*, 2009, 29(7): 1877-1880.
- XUE H, SHEN W D, GU P F, *et al.*. Thickness measurement of thin film based on white-light spec-

表 2 所示为对镀膜样品的单点进行多次测量的结果(补偿后)。分析该数据可知, 该点的厚度为 $(64.55 \pm 1.55) \text{ nm}$, 即测量误差为 1.55 nm 。

5 结 论

本文针对原子自旋器件的碱金属气室, 提出了一种基于受抑全反射的镀膜层厚度测量方法。根据该方法搭建了膜厚测量系统, 进行了实验测试。测量结果存在常值偏差, 但经补偿后可以实现对镀膜层厚度的准确测量, 且测量精度接近 1 nm , 可以满足目前对微小厚度薄膜的检测需求, 且实现起来简单可靠, 成本较低。结果的偏差为系统误差, 可能是由样品的安装误差以及棱镜和镀膜基底表面精度不理想造成的, 下一步将进一步改善实验条件, 以期得到更好的测量结果。另外, 将对系统进行进一步改进优化, 增加测量点的数量, 通过分析比较以实现薄膜平整度等表面特征的精确检测。

- tral interferometry [J]. *Acta Optica Sinica*, 2009, 29(7): 1877-1880. (in Chinese)
- [5] 陈凯, 崔明启, 郑雷, 等. nm 量级薄膜厚度测量 [J]. *强激光与粒子束*, 2008, 20(2): 234-238.
- CHEN K, CUI M Q, ZHENG L, *et al.*. Layer thickness measurement of super thin films [J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2008, 20(2): 234-238. (in Chinese)
- [6] SELTZER S J. *Developments in Alkali-metal Atomic Magnetometry* [D]. USA: Princeton University, 2008: 161-200.
- [7] FLORIAN M, BERNGARD G Z. Measurement of paint coating thickness by thermal transient method [C]. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 2009, 58(6): 1958-1966.
- [8] WILFEIED S. Gaining insight into antibubbles via frustrated total internal reflection [J]. *European Journal of Physics*, 2012, 33(2): 443-454.
- [9] CEHN Y Y, LIAO H Y, SHI J L, *et al.*. Unusual photon tunneling in the frustrated total internal reflection structure including indefinite metamaterials [J]. *Journal of Optics*, 2010, 12(4): 045105-1-2.
- [10] 贾信庭. 轴对称偏振光束特性的研究 [D]. 武汉: 华中科技大学, 2011.

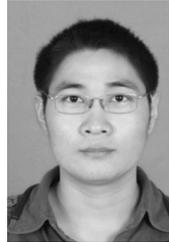
- JIA X T. *Study on Properties of Cylindrically Polarized Vector Beams* [D]. Wuhan: Huazhong University of Science & Technology, 2011. (in Chinese)
- [11] 陆卫国,吴易明,高立民,等. 利用偏振光实现空间方位角的快速测量[J]. *光学精密工程*, 2013, 21(3):539-545.
LU W G, WU Y M, GAO L M, *et al.*. Rapid measurement of spatial azimuth by using polarized light [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2013, 21(3): 539-545. (in Chinese)
- [12] 杨志勇,周召发,张志利. 基于正弦波磁光调制的空间方位失调角传递技术的改进[J]. *光学精密工程*, 2012, 20(4):692-698.
YANG ZH Y, ZHOU ZH F, ZHANG ZH L. Improvement of transmitting spatial azimuth based on sine wave magneto-optic modulation [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2012, 20(4): 692-698. (in Chinese)
- [13] 于莎莎. 基于TDLAS气体检测系统中光源波长锁定的关键技术研究[D]. 哈尔滨:哈尔滨工程大学, 2012.
YU SH SH. *The Research of Locking Wavelength of the LD of the Gas Detection System Based on TDLAS* [D]. Harbin: Harbin Engineering University, 2012. (in Chinese)

作者简介:



全伟(1977—),男,山东临沂人,副教授,硕士生导师,2008年于北京航空航天大学获得博士学位,主要从事组合导航、原子陀螺仪、原子磁强计技术方面的研究。E-mail: quanwei@buaa.edu.cn

通讯作者:



刘阳(1989—),男,山东临沂人,硕士研究生,2007年于中国地质大学(北京)获得学士学位,主要从事原子陀螺仪、镀膜质量检测方面的研究。E-mail:liuyang_1989210@163.com

(本栏目编辑:曹金)
(版权所有 未经许可 不得转载)