



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103226007 A

(43) 申请公布日 2013. 07. 31

(21) 申请号 201310137996. 6

(22) 申请日 2013. 04. 19

(71) 申请人 天津大学

地址 300072 天津市南开区南开区卫津路
92 号

(72) 发明人 刘庆钢 刘超 樊志国 刘士毅
陈良泽 梁君

(74) 专利代理机构 天津才智专利商标代理有限
公司 12108

代理人 王颢

(51) Int. Cl.

G01B 11/06 (2006. 01)

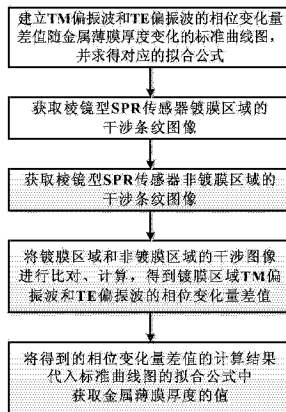
权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54) 发明名称

用于测量纳米级金属薄膜厚度的 SPR 相位测量方法

(57) 摘要

一种用于测量纳米级金属薄膜厚度的 SPR 相位测量方法,步骤一:建立 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值随金属薄膜厚度变化的标准曲线图,并求得对应的拟合公式;步骤二:获取棱镜型 SPR 传感器镀膜区域的干涉条纹图像;步骤三:获取棱镜型 SPR 传感器非镀膜区域的干涉条纹图像;步骤四:将步骤二和步骤三获取的图像进行比对、计算,得到镀膜区域 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值;步骤五:将步骤四中的计算结果代入在步骤一所述标准曲线图的拟合公式中获取金属薄膜厚度的值。本发明的有益效果是:本发明是采用激光干涉对 TM 偏振波和 TE 偏振波进行相位调制,能够实现非接触、高精度、便于操作的测量纳米级金属薄膜厚度。



1. 一种用于测量纳米级金属薄膜厚度的 SPR 相位测量方法,其特征是:步骤如下:

步骤一:建立 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值随金属薄膜厚度变化的标准曲线图,并求得对应的拟合公式;

步骤二:获取棱镜型 SPR 传感器镀膜区域的镀膜干涉条纹图像;

步骤三:获取棱镜型 SPR 传感器非镀膜区域的干涉条纹图像;

步骤四:将步骤二和步骤三获取的图像进行比对、计算,得到镀膜区域 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值;

步骤五:将步骤四中的计算结果代入在步骤一所述标准曲线图的拟合公式中获取金属薄膜厚度的值。

2. 根据权利要求 1 所述的用于测量纳米级金属薄膜厚度的 SPR 相位测量方法,其特征是:

所述步骤一建立 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值随金属薄膜厚度变化的标准曲线图参数为:

- 1) 激光器的输出波长,
- 2) 棱镜折射率,
- 3) 金属薄膜的介电常数。

所述步骤二是:将入射到棱镜型 SPR 传感器镀膜区域的反射光分为 TM 偏振波和 TE 偏振波,以反射光中的 TM 偏振波作为测量光, TE 偏振波作为参考光,而后令两束光经干涉系统和偏振片后产生干涉条纹,记录该干涉图像;

所述步骤三是:将入射到棱镜型 SPR 传感器非镀膜区域的反射光分为 TM 偏振波和 TE 偏振波,以反射光中的 TM 偏振波作为测量光, TE 偏振波作为参考光,而后令两束光经干涉系统和偏振片后产生干涉条纹,记录该干涉图像;

所述步骤四是:将步骤二和步骤三获取的两幅图像对比、计算和处理,得到两幅干涉图像中干涉条纹的偏移量和干涉图像中相邻干涉条纹的间隔量,由此计算出镀膜区域 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值;

所述步骤五是:将步骤四得到的镀膜区域 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值代入到步骤一所述的标准曲线图的拟合公式中获取金属薄膜厚度的值。

3. 根据权利要求 2 所述的用于测量纳米级金属薄膜厚度的 SPR 相位测量方法,其特征是:

所述步骤二,入射到棱镜型 SPR 传感器镀膜区域的反射光,为入射到棱镜型 SPR 传感器棱镜-金属薄膜界面的光线,入射角等于 SPR 效应的共振角。

所述步骤三,入射到棱镜型 SPR 传感器非镀膜区域的反射光,为入射到棱镜型 SPR 传感器棱镜-空气界面的光线,入射角等于步骤二中的入射角。

4. 根据权利要求 1 所述的用于测量纳米级金属薄膜厚度的 SPR 相位测量方法,其特征是:所述金属薄膜为金、银、铝或铂薄膜。

用于测量纳米级金属薄膜厚度的 SPR 相位测量方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种金属薄膜厚度的测量方法,特别涉及一种用于测量纳米级金属薄膜厚度的 SPR 相位测量方法。

背景技术

[0002] 随着薄膜技术在微电子、光电子、航空航天、生物工程、武器装备、食品科学、医疗仪器和高分子材料等领域的广泛应用,薄膜技术已成为当前科技研究和工业生产领域内的研究热点,特别是纳米级薄膜技术的迅速发展,已经直接影响到科技的发展方向和人们的生活方式。而薄膜制造技术的不断改进和迅速发展也对薄膜的各种参数提出了更高的要求,比如薄膜的折射率和厚度参数以及反射、透射、吸收特性等,其中薄膜厚度是薄膜设计和工艺制造中的关键参数之一,它对于薄膜的光学特性、力学特性和电磁特性等具有决定性的作用,因此能够精准地检测薄膜厚度已经成为一种至关重要的技术。目前常用的检测薄膜厚度的方法主要有:干涉测量法、高精密显微镜测量法、椭圆偏振法、探针测量法、电容测微法、X 射线衍射法等。测量纳米级金属薄膜厚度的主要方法则主要是高精密显微镜测量法和探针测量法等。其中,高精密显微镜测量法主要是利用扫描隧道显微镜 (STM) 和原子力显微镜 (AFM) 通过测量膜基台阶高度或者截断薄膜样品测量横断面的方法来确定金属薄膜的厚度;探针测量法则是利用台阶仪对金属薄膜样品表面进行接触式扫描,由此获得膜基台阶的高度信息从而确定金属薄膜的厚度。但高精密显微镜结构复杂、价格昂贵、不易操作,台阶仪的接触式测量会对薄膜样品造成损伤,破坏了样品的完整性。因此,研究一种非接触、高精度、结构简单、便于操作的用于测量纳米级金属薄膜厚度的检测方法便成为趋势。

发明内容

[0003] 本发明所要解决的技术问题是,提供一种具有非接触、高精度、结构简单、便于操作的测量纳米级金属薄膜厚度的方法。

[0004] 为了解决上述技术问题,本发明采用的技术方案是:一种用于测量纳米级金属薄膜厚度的 SPR 相位测量方法,步骤如下:

[0005] 步骤一:建立 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值随金属薄膜厚度变化的标准曲线图,并求得对应的拟合公式;

[0006] 步骤二:获取棱镜型 SPR 传感器镀膜区域的镀膜干涉条纹图像;

[0007] 步骤三:获取棱镜型 SPR 传感器非镀膜区域的干涉条纹图像;

[0008] 步骤四:将步骤二和步骤三获取的图像进行比对、计算,得到镀膜区域 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值;

[0009] 步骤五:将步骤四中的计算结果代入在步骤一所述标准曲线图的拟合公式中获取金属薄膜厚度的值。

[0010] 另外,所述步骤一建立 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值随金属薄膜厚度

变化的标准曲线图参数为：

[0011] 1) 激光器的输出波长，

[0012] 2) 棱镜折射率，

[0013] 3) 金属薄膜的介电常数。

[0014] 所述步骤二是：将入射到棱镜型 SPR 传感器镀膜区域的反射光分为 TM 偏振波和 TE 偏振波，以反射光中的 TM 偏振波作为测量光，TE 偏振波作为参考光，而后令两束光经干涉系统和偏振片后产生干涉条纹，记录该干涉图像；

[0015] 所述步骤三是：将入射到棱镜型 SPR 传感器非镀膜区域的反射光分为 TM 偏振波和 TE 偏振波，以反射光中的 TM 偏振波作为测量光，TE 偏振波作为参考光，而后令两束光经干涉系统和偏振片后产生干涉条纹，记录该干涉图像；

[0016] 所述步骤四是：将步骤二和步骤三获取的两幅图像对比、计算和处理，得到两幅干涉图像中干涉条纹的偏移量和干涉图像中相邻干涉条纹的间隔量，由此计算出镀膜区域 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值；

[0017] 所述步骤五是：将步骤四得到的镀膜区域 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值代入到步骤一所述的标准曲线图的拟合公式中获取金属薄膜厚度的值。

[0018] 另外，所述步骤二，入射到棱镜型 SPR 传感器镀膜区域的反射光，为入射到棱镜型 SPR 传感器棱镜 - 金属薄膜界面的光线，入射角等于 SPR 效应的共振角。

[0019] 所述步骤三，入射到棱镜型 SPR 传感器非镀膜区域的反射光，为入射到棱镜型 SPR 传感器棱镜 - 空气界面的光线，入射角等于步骤二中的入射角。

[0020] 另外，所述金属薄膜为金、银、铝或铂薄膜。

[0021] 本发明的有益效果是：本发明是基于棱镜型 SPR 传感器和相位调制方法，采用激光干涉对 TM 偏振波和 TE 偏振波进行相位调制，能够实现非接触、高精度、便于操作的测量纳米级金属薄膜厚度。

附图说明

[0022] 图 1 是棱镜型 SPR 传感器的基本结构示意图，

[0023] 图 2 是 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值随金膜厚度变化的标准曲线图，

[0024] 图 3 是用于测量纳米级金属薄膜厚度的 SPR 相位测量方法的实施步骤流程图，

[0025] 图 4 是基于 SPR 相位检测方法测量金属薄膜厚度的实验装置示意图，

[0026] 图 5 是棱镜型 SPR 传感器放置在 XYZ 三维平移导轨和转角平台上的示意图，

[0027] 图 6 是干涉图像中干涉条纹强度的一维空间位置示意图。

具体实施方式

[0028] 下面结合附图和具体实施方式对本发明作进一步详细说明：

[0029] 表面等离子体共振 (Surface Plasmon Resonance, SPR) 效应是一种特殊的物理光学现象。利用光波在介质与金属交界面上发生全反射时所产生的倏逝波，可以引发金属表面自由电子的集体振荡，从而形成表面等离子体波 (Surface Plasmon Wave, SPW)，它的磁场矢量方向平行于介质与金属的交界面，磁场强度在交界面处达到最大值且在两种介质中呈现指数型衰减趋势，当入射光波矢等于表面等离子体波波矢时，即可激发 SPR 效应。目

前, SPR 传感技术的调制类型主要有角度型、光谱型和相位型, 其中相位型 SPR 传感技术拥有更高的灵敏度, 具有明显优势。基于 SPR 技术建立的棱镜型和光纤型 SPR 传感器的应用领域主要集中在化学和生命科学方面, 最主要的是用于测量溶液折射率, 还可以进一步测量一些物质的结构、特性及其相互作用等。在利用棱镜型 SPR 传感器测量溶液折射率的应用中发现, SPR 传感器所镀金属薄膜的厚度对反射光的反射率和相位变化有直接影响, 因此, 本发明利用 SPR 传感器的这一特点结合相位调制方法来测量金属薄膜的厚度, 为测量纳米级金属薄膜厚度提供一种新思路。

[0030] 如图 1 所示为棱镜型 SPR 传感器的基本结构示意图, 入射光 E 以 SPR 效应共振角入射到棱镜型 SPR 传感器 5 的棱镜 501- 金属薄膜 502 界面激发 SPR 效应后, 反射光 E' 中 TM 偏振波的相位会随金属薄膜的厚度发生剧烈变化, 而 TE 偏振波的相位变化程度则不明显, 二者差异很大, 因此将 TM 偏振波作为测量光, TE 偏振波作为参考光, 利用这两种偏振波的相位变化量差值随金属薄膜厚度的变化规律, 即可获得所镀金属薄膜厚度的信息。

[0031] 根据菲涅耳公式, 图 1 所示棱镜型 SPR 传感器的反射系数为

$$[0032] \quad r = \frac{r_{12} + r_{23}e^{2i\beta}}{1 + r_{12}r_{23}e^{2i\beta}}$$

[0033] 式中 $\beta = \frac{2\pi}{\lambda}dn_2 \cos \theta_2$, λ 为入射光波长, d 为金属薄膜厚度, n_2 为金属薄膜的复折射率, θ_2 为入射光在棱镜和金属薄膜界面处的折射角, r_{12} 为棱镜和金属膜交界面的反射系数, r_{23} 为金属膜和空气交界面的反射系数,

$$[0034] \quad r_{12} = \frac{p_1 - p_2}{p_1 + p_2}, r_{23} = \frac{p_2 - p_3}{p_2 + p_3}$$

[0035] 式中, 对于 TE 偏振波有 $p_i = n_i \cos \theta_i$ ($i=1, 2, 3$), 对于 TM 偏振波有 $p_i = \cos \theta_i / n_i$ ($i=1, 2, 3$), 且根据斯涅耳定律有 $n_1 \cos \theta_1 = n_2 \cos \theta_2 = n_3 \cos \theta_3$ 。由于反射系数 r 具有复数形式, 因此可以求得相位变化量 δ_r ,

$$[0036] \quad \delta_r = \arg(r) = \tan^{-1} \left(\frac{r_{23}(1 - r_{12}^2) \sin 2\beta}{r_{12}(1 + r_{23}^2) + r_{23}(1 + r_{12}^2) \cos 2\beta} \right)$$

[0037] 本发明的实施例中采用输出波长为 632.8nm 的氦氖激光器, 棱镜材质为 BK7 玻璃, 折射率为 1.515, 金属薄膜采用介电常数为 $-10.6 + 0.8i$ 的金膜。对于 TM 偏振波和 TE 偏振波可以根据以上公式分别求得其相位变化量随金膜厚度的变化关系, 两者相减即可求得 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值随金膜厚度变化的标准曲线, 如图 2 所示, 并求得该曲线对应的拟合公式, 这样就可以通过实验中获取的镀膜区域 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值来计算金膜厚度的值。

[0038] 本发明的实施步骤如图 3 所示: 步骤一: 建立 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值随金属薄膜厚度变化的标准曲线图, 并求得对应的拟合公式; 步骤二: 获取棱镜型 SPR 传感器镀膜区域的干涉条纹图像; 步骤三: 获取棱镜型 SPR 传感器非镀膜区域的干涉条纹图像; 步骤四: 将步骤二和步骤三获取的图像进行比对、计算, 得到镀膜区域 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值; 步骤五: 将步骤四中的计算结果代入在步骤一所述的标准曲线图的拟合公式中获取金属薄膜厚度的值。

[0039] 如图 4、图 5 所示,本发明的实施例是由测量激光器 1,准直透镜 2,偏振片 3,平面反射镜 6,XYZ 三维平移导轨 401 和转角平台 4,棱镜型 SPR 传感器 5,干涉系统 7,偏振片 8,CCD 镜头 9 和计算机系统 10 构成的。棱镜型 SPR 传感器 5 通过底部带 XYZ 三维平移导轨 401 的转角平台 4 能够在 X、Y、Z 方向任意调整以及在 XY 平面内做 360° 旋转。

[0040] 实施例的具体测量过程如下:由激光器 1 发出的激光经过准直透镜 2 和偏振片 3 后调整为偏振方向和入射面呈 45° 夹角的偏振光,再入射到放置在 XYZ 三维平移导轨 401 和转角平台 4 上的棱镜型 SPR 传感器 5 斜边面的镀膜区域,调整 XYZ 三维平移导轨 401 和转角平台 4 使入射光以 SPR 效应共振角入射到棱镜 501 与金属薄膜 502 界面上,反射光经过平面反射镜 6 校正方向,入射到干涉系统 7 中,偏振分光镜 701 先将反射光分为 TM 偏振波和 TE 偏振波,而后分别沿等光程路径传播,经平面反射镜 702、703 反射后在偏振分光镜 704 处汇聚,然后经过偏振方向和 TM 偏振波振动方向呈 45° 夹角的偏振片 8 使 TM 偏振波和 TE 偏振波产生干涉效应,由 CCD 镜头 9 接收干涉图像,再由计算机系统 10 记录获得的干涉图像。记录镀膜区域图像后,调整 XYZ 三维平移导轨 401 和转角平台 4 中的 Z 方向导轨,使入射光入射到棱镜型 SPR 传感器 5 斜边面的非镀膜区域,观察干涉图像条纹的偏移,并由计算机系统 10 记录新的干涉图像。

[0041] 根据光的干涉原理,当入射光照射到非镀膜区域时,经干涉系统和偏振片产生干涉效应后,其干涉光强度 $I(0)$ 可表示为

$$[0042] \quad I(0)=I_1(0)+I_2(0)+2\sqrt{I_1(0)I_2(0)}\cos(kx+\Delta\delta_r(0))$$

[0043] 式中, $I_1(0)$ 、 $I_2(0)$ 表示经非镀膜区域反射后两束干涉光的光强, k 表示条纹的空间变化频率, $\Delta\delta_r(0)$ 表示经非镀膜区域反射后 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值,同理,当入射光照射到镀膜区域时,经干涉系统和偏振片产生干涉效应后,其干涉光强度 $I(d)$ 可表示为

$$[0044] \quad I(d)=I_1(d)+I_2(d)+2\sqrt{I_1(d)I_2(d)}\cos(kx+\Delta\delta_r(d))$$

[0045] 式中, $I_1(d)$ 、 $I_2(d)$ 表示经镀膜区域反射后两束干涉光的光强, k 表示条纹的空间变化频率, $\Delta\delta_r(d)$ 表示经镀膜区域反射后 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值。

[0046] 根据上述公式可以绘制如图 6 所示的干涉光强度的一维空间位置示意图,图中 x_1 和 x_3 分别表示入射光照射非镀膜区域时两个相邻的亮条纹中心所处的位置, x_2 表示入射光照射镀膜区域时亮条纹中心所处的位置。根据上述两个公式和图 6 可推导得到如下关系式

$$[0047] \quad kx_1+\Delta\delta_r(0)=kx_2+\Delta\delta_r(d)=kx_3+\Delta\delta_r(0)-2\pi$$

[0048] 设 $\Delta h_1=x_2-x_1$ 表示两幅干涉图像中干涉条纹的偏移量, $\Delta h_2=x_3-x_1$ 表示干涉图像中相邻干涉条纹的间隔量,则上式可表示为

$$[0049] \quad \frac{\Delta h_1}{\Delta h_2}=\frac{\Delta\delta_r(d)-\Delta\delta_r(0)}{2\pi}$$

[0050] Δh_1 和 Δh_2 的值可以由两幅干涉图像经过计算机系统处理得出,由实施例中已知的激光器输出波长 632.8nm、BK7 棱镜折射率 1.515、金属薄膜介电常数 $-10.6+0.8i$,可计算出经非镀膜区域反射后 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值 $\Delta\delta_r(0)$ 为 -0.62rad ,这样就可以获得经镀膜区域反射后 TM 偏振波和 TE 偏振波的相位变化量差值 $\Delta\delta_r(d)$,再由图 2 所示标准曲线的拟合公式求得金膜厚度的值。

[0051] 本发明所述方法并不仅限于测量金膜的厚度,可以测量的金属类型包括金、银、铝、铂等,测量厚度不超过 100nm,优选为 30-80nm,测量精度较高,可以达到 0.1nm。该方法属于非接触测量方法,测量过程中不会对金属薄膜造成损伤。

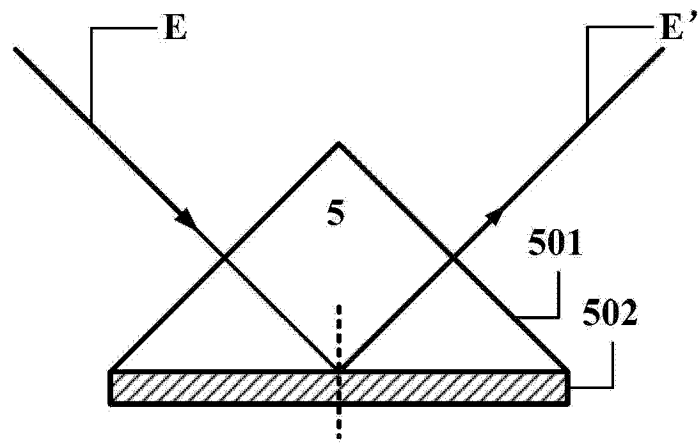


图 1

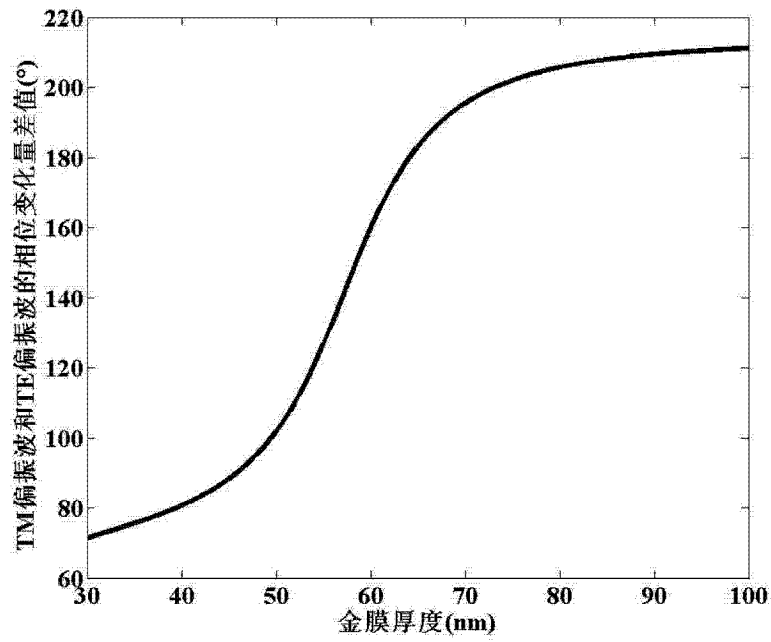


图 2

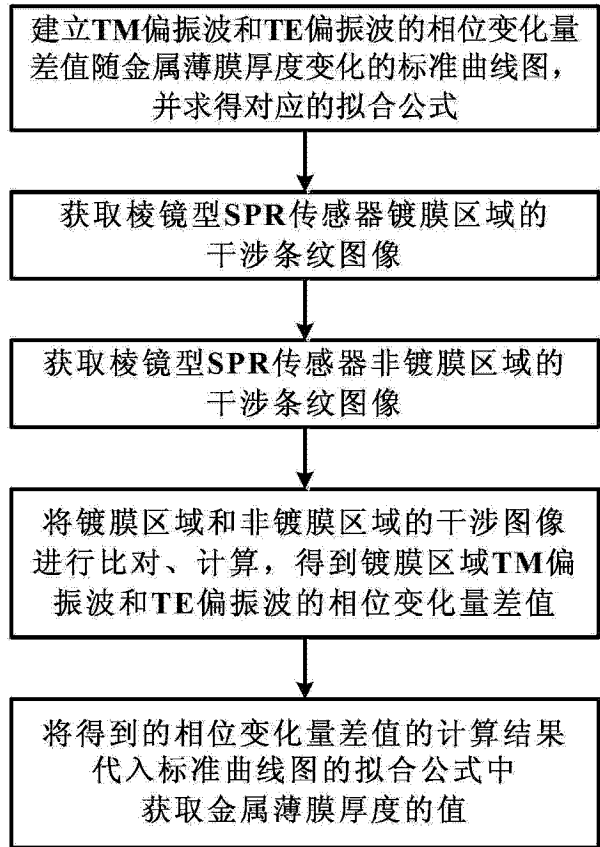


图 3

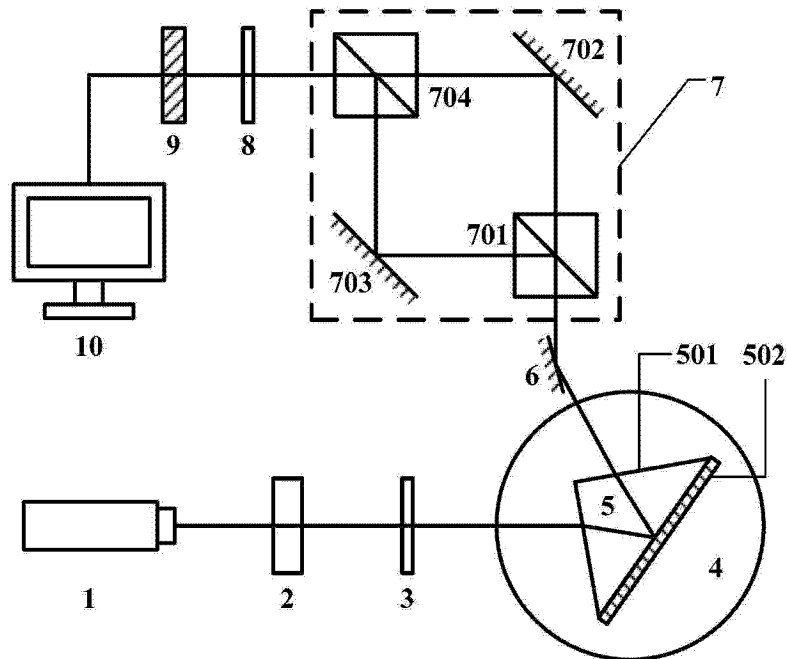


图 4

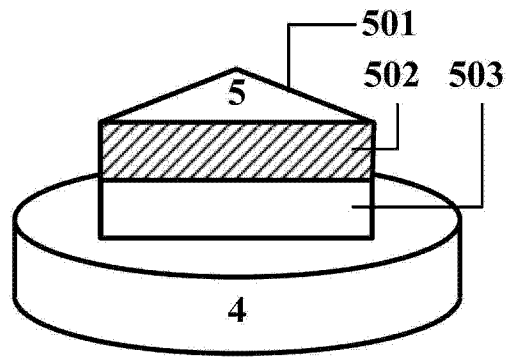


图 5

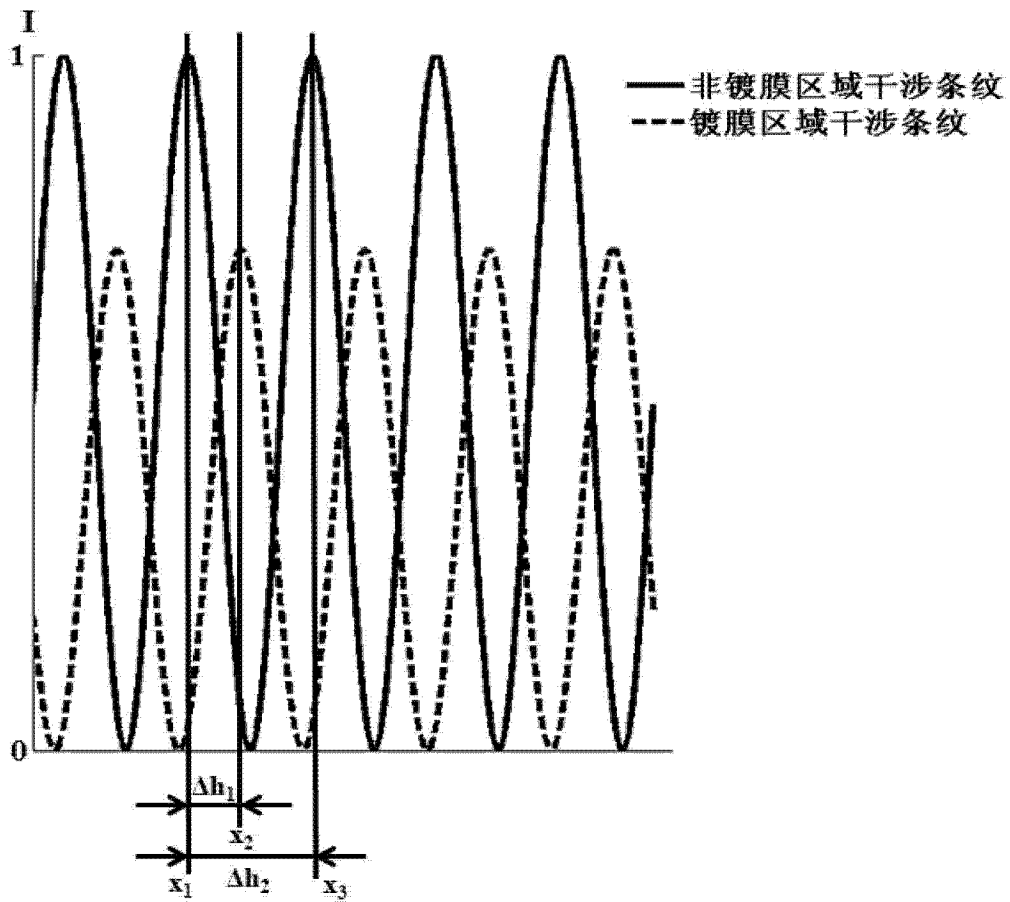


图 6