

分光计的调整对椭圆偏振仪测量 薄膜厚度和折射率的影响

杨昌虎, 杨力君

(长沙理工大学物理与电子科学系, 长沙 410077)

摘 要: 该文用了两个不同的薄膜样品, 在两台不同的分光计上, 用不同的入射角对薄膜的厚度和折射率进行了测量, 并通过比较实验结果, 说明了在用椭圆偏振仪测量薄膜厚度和折射率的实验中, 分光计的调整对实验结果的影响是可以忽略的。

关键词: 椭圆偏振法; 分光计; 薄膜; 厚度; 折射率

中图分类号: O484 **文献标识码:** A **文章编号:** 1002-4956(2005)11-0040-02

在我国的许多高等院校的大学物理实验和专业实验中都开设了利用椭圆偏振法测量薄膜厚度的实验, 尽管椭圆偏振法测量薄膜的理论和设备都已十分成熟, 但在实践中仍然有许多问题, 尤其是仪器的调整在实验中是一个难点。本文仅对分光计的调整对椭圆偏振仪测量薄膜厚度和折射率的影响略作探讨。

1 椭圆仪测透明膜厚度和折射率原理简介

我校购买的是浙江光学仪器制造有限公司生产的 WJZ 型椭圆仪, 仪器结构是以分光计作为平台, 再加上起偏器、检偏器、1/4 波片、小孔光栏、白屏目镜、黑色反光镜、标准样板 (K9 玻璃为基底的氧化钛薄膜)、激光电源等部件。

使一束自然光经起偏器后变成线偏振光, 再经过 1/4 波片, 使它变成椭圆偏振光入射在待测的膜上。反射时, 光的偏振状态将发生变化, 通过检测这种变化, 便可以推算出待测膜面的光学参数 (膜厚和折射率)。图 1 所示为一光学均匀和各相同性的单层介质膜, 它有两个平行的界面, 上面是折射率为 n_1 的空气, 中间是一层厚度为 d 折射率为 n_2 的介质膜, 该介质膜均匀地附在折射率为 n_3 的衬底上。当一束波长为 λ 的激光以入射角 φ_1 射到膜面上时, 在界面 1 和界面 2 上会形成多次反射和

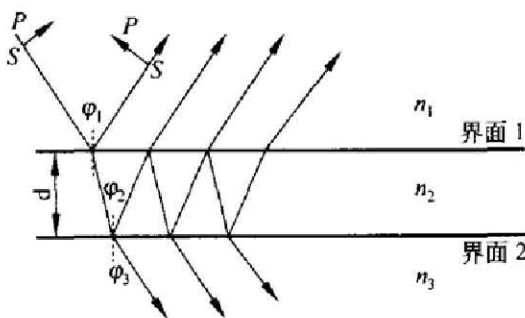


图 1 光在薄膜上的反射和折射

收稿日期: 2005-03-14

作者简介: 杨昌虎 (1964—), 男, 学士, 高级实验师。

椭圆偏振仪测量薄膜折射率及 周期厚度解的分析

陈 星, 童晟飞, 王正忆, 叶 兵

(浙江大学 物理系, 浙江 杭州 310027)

摘 要: 运用 Mathematica, 通过最优化理论开发迭代程序, 计算 SiO_2 、 ZrO 薄膜的折射率和单周期及多周期厚度, 并与其他方法的计算结果进行对比分析, 表明此方法计算结果可以达到较高的精度。通过分析椭圆偏参数和薄膜厚度的关系可知, 一定厚度的薄膜材料存在一个最佳入射角, 在该角度下测得的薄膜厚度具有最高的精度。

关键词: 椭圆偏振; 薄膜厚度; 最佳入射角

中图分类号: O484.5 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-4956(2011)06-0042-05

Measuring refractive of film by using elliptic polarimeter and analysing resolution of thickness of one or more periods

Chen Xing, Tong Shengfei, Wang Zhengyi, Ye Bing

(Department of Physics, Zhejiang University, Hangzhou 310027, China)

Abstract: An iterative programming by the best theory with Mathematica is introduced. The refractive and the thickness of the one or more periods of the SiO_2 and ZrO thin films are calculated. The results show more accurate compared with other solutions. By analyzing of the relationship between Ψ & Δ and θ_0 & d which can be obtained it is also practical to find the best incident angle when the refraction of the sample is provided. The best accuracy of thin film thickness is obtained under the incident angle.

Key words: elliptic polarization; thickness of film; the best incident angle

薄膜的光学特性和表面形态的准确测量逐渐成为薄膜研究的重要问题。椭圆偏振法由于无须测定光强的绝对值, 因而具有较高的精度和灵敏度, 测量数据可在短时间内快速采集, 可对各类薄膜的生长和工艺过程进行实时监测。

一般椭圆偏振仪(以下简称椭偏仪)的实验装置并不复杂, 但实验数据处理却比较困难, 不仅涉及到非常复杂的三角函数计算, 而且求解方程的非线性和非正定性更增加了数值计算的难度^[1-2]。由于椭圆偏参数确立的方程是超越方程, 无法直接由测量数据通过计算得到薄膜参数的解析解, 因此由椭圆偏参数求得介质薄膜参数的计算便成为椭偏仪应用中的一个重要问题。

随着纳米级反射式椭偏仪研究的深入和多种高精度椭偏仪的使用, 原始测得的椭圆偏参数(Ψ , Δ)的数据

精度越来越高, 因而后期的数据处理方法也变得非常重要。随着薄膜材料的多样化和结构的复杂化, 要求采用多种测试方法, 如多入射角法、多波长法^[3]等。本软件通过计算不同样品的薄膜折射率 n 和厚度 d 得到相对应的(Ψ , Δ), 用迭代法将其与测量值比较。当 Ψ 和 Δ 同时满足误差条件时, 输出结果, 并与国外同类仪器和文献数据对比的方法, 以验证软件求解结果的可靠性^[4-6]。此外, 本文还应用软件进行数据分析, 得出已知材料的最佳入射角与薄膜厚度的关系, 可用该厚度对应的最佳入射角进行实验从而提高实验精度。

1 基本原理

如图 1 所示, 若有一束偏振光在样品表面反射, 可以将其分解成为在二个互相垂直方向上的分量波: 振动面平行入射面的线偏振光称 p 波, 振动面垂直入射面的线偏振光称 s 波。

在界面 1 和界面 2 菲涅尔反射系数分别为:

收稿日期: 2010-08-20 修改日期: 2010-11-19

作者简介: 陈星(1962—)男, 浙江杭州, 高级实验师, 从事光学、原子结构、核物理等近代物理实验教学与研究。

$$r_{1p} = \frac{n \cos \theta_0 - n_0 \cos \theta_1}{n \cos \theta_1 + n_0 \cos \theta_0} \quad (1)$$

$$r_{1s} = \frac{n_0 \cos \theta_0 - n \cos \theta_1}{n_0 \cos \theta_1 + n \cos \theta_0} \quad (2)$$

$$r_{2p} = \frac{n_s \cos \theta_1 - n \cos \theta_2}{n_s \cos \theta_1 + n \cos \theta_2} \quad (3)$$

$$r_{2s} = \frac{n \cos \theta_1 - n_s \cos \theta_2}{n \cos \theta_1 + n_s \cos \theta_2} \quad (4)$$

其中, n_0 为空气折射率($n_0 = 1.0$), n 为膜折射率, n_s 为衬底折射率(可以是复数折射率), θ_0 为入射角, r_{1p} 、 r_{1s} 是界面 1 上的 p 光和 s 光的反射系数, r_{2p} 、 r_{2s} 是界面 2 上的 p 光和 s 光的反射系数。

薄膜的反射率为:

$$r_p = \frac{r_{1p} + r_{2p} e^{-2j\delta}}{1 + r_{1p} r_{2p} e^{-2j\delta}} \quad (5)$$

$$r_s = \frac{r_{1s} + r_{2s} e^{-2j\delta}}{1 + r_{1s} r_{2s} e^{-2j\delta}} \quad (6)$$

其中, $\delta = \frac{2\pi}{\lambda} d \sqrt{n^2 - n_0^2 \sin^2 \theta_0}$ 。

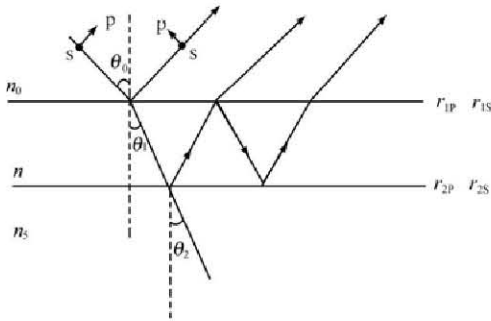


图 1 光波在单层薄膜中的传播示意图

为方便计算, 定义椭圆参数 Ψ 和 Δ 使之满足下列关系^[2]:

$$\tan \Psi \cdot e^{j\Delta} = \frac{r_p}{r_s} \quad (7)$$

所以理论上只要确定 Ψ 、 Δ 后, 就可以解出 n 和 d 。

2 计算算法分析

先作 (Ψ, Δ) 关于 (n, d) 的变化图, 找到图上表现为尖锐的峰, 说明 (Ψ, Δ) 随 (n, d) 的变化较快, 在图上大致确定 (n, d) 的范围^[7]。为此编写了一个比较简单的求解程序。基本思路是: 将 n 从 0.01 到 5.00、 d 从 1 nm 到 500 nm 的数值逐一代入方程, 求出相应的 Ψ 和 Δ , 然后与输入值(实验测量值)进行比对, 当计算精度小于指定范围 ε 时, 就将这一组 n 和 d 输出。程序使用的是固定步长, 这种方法思路简单, 但计算量偏大。实际上对于绝大多数 n 和 d , 对应的 Ψ 和 Δ 都与输入值相去甚远, 只有在接近方程组的解时, Ψ 和 Δ 才会接近输入值。所以我们编写的程序使用可变步长来进行 n 和 d 的循环。

2.1 第 1 步循环

第 1 步循环如图 2 所示。

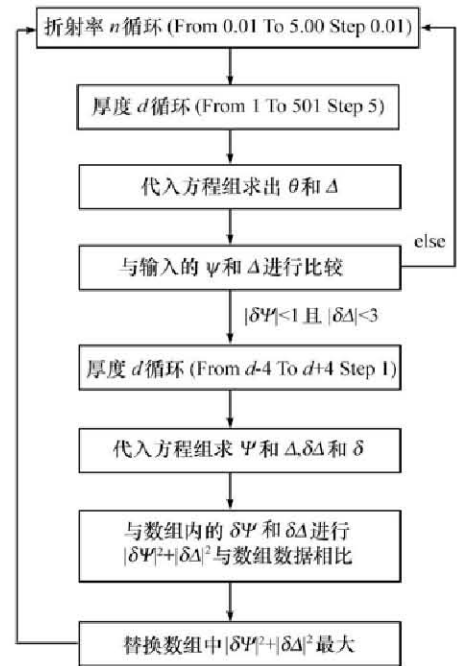


图 2 第 1 步循环图

具体方法是: n 从 0.01 到 5.00 以步长 0.01 循环, d 从 1 到 501 以 5 为步长进行循环, 当 $|\delta\Psi| < 1$ 且 $|\delta\Delta| < 3$ 时, 以 1 为步长对 $d-4$ 到 $d+4$ 范围内的 d 进行逐一计算。计算完成后步长恢复为 5。

建立一个存放 10 组解的数组存放 n 和 d , 还有计算出的 Ψ 和 Δ 与输入数据的偏差 $\delta\Psi$ 与 $\delta\Delta$ 的平方和。每计算一组 n 和 d , 将相应的 $\delta\Psi$ 与 $\delta\Delta$ 的平方和与数组中 10 组解对应项分别进行比较。如果计算得到的解的偏差小于已存放的偏差最大解, 则偏差小的解替换偏差最大的这组解。这样, 在完成循环时, 存放在数组中的解就是 $\delta\Psi$ 与 $\delta\Delta$ 相对最小的解。

2.2 第 2 步循环

在进行第一次循环之后, 得到了 10 组近似解。这些解的精度还是不够的, 需要进行更精确的计算。实际上, 第 1 次循环得到的 10 组解并不是孤立的, 这些解的折射率 n 值通常都集中在 2 个数值附近(有时也会都集中在 1 个值附近)。通过编写一个函数可以将这些解归纳起来, 得到 2 组近似解, 并使每组解中的厚度 d 为相近的 n 值对应的所有 d 值中最小的。

对这 2 组解分别再进行一次循环, 其中 n 的循环从 $(n-0.01)$ 开始到 $(n+0.01)$ 终止, 步长为 0.001; 对应的 d 的循环从 $(d-2)$ 到 $(d+2)$, 步长为 0.1。建立一个数组, 只存放一组解, 对解的筛选方法和前面相似, 只是这次只保留偏差最小的解。这样的循环可以使 n 精确到小数点后 3 位, d 精确到小数点后 1 位, 从

而达到精确度的要求。第 2 步循环见图 3。

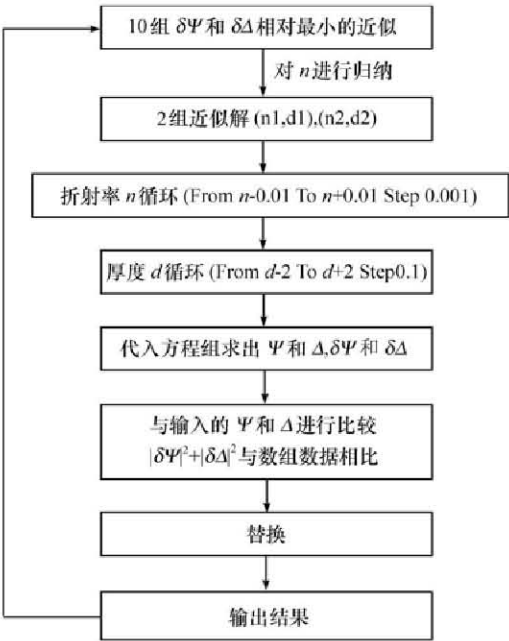


图 3 第 2 步循环图

3 实验测量及数据处理

将 $\lambda, \theta, n_s, n_s$ 和 d 设为初始变量, 根据式(1)一式(4)写出 r_{1p}, r_{1s}, r_{2p} 和 r_{2s} 的表达式, 根据式(5)一式(7)即可求出 Ψ 和 Δ 关于 $\lambda, \theta, n_s, n_s$ 和 d 的函数。

3.1 分析单周期厚度解

用开发软件对在单晶硅衬底上经过热氧化形成的 SiO_2/Si 薄面 1#、2# 样品进行分析, 用不同的数据处理方法进行比较。选定相关参数如下: 基底材料为 Si , 折射率 $n_s = 3.85 - i0.02$; 入射角 $\theta_0 = 70^\circ$; 入射光波长 635 nm 。采用上述 2 步迭代循环逼近计算, 可得材料折射率 n 和厚度 d 的值。1# 样品的最后结果界面见图 4。表 1 为本软件与国外仪器软件及国内其他软件的比较。本文算法计算的折射率和厚度已分别精确到第 5 位和第 4 位的稳定收敛点, 表明只要实验测得的 (Ψ, Δ) 足够精确, 就能够得到足够精确的 n 和 d 值。

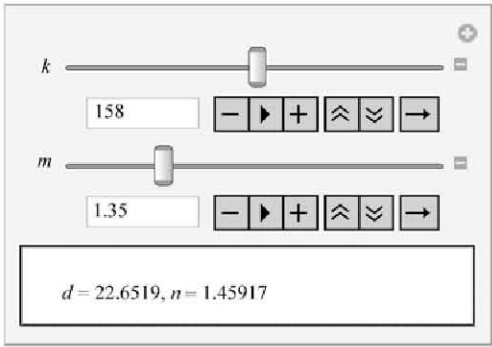


图 4 1# 样品的最后结果界面图

表 1 SiO_2/Si 3 种计算结果比较数据

样品	$\Psi(^{\circ})$	$\Delta(^{\circ})$	美国 L115G-1139-A 软件 ^[8]		国内软件 ^[11]		本开发软件求解	
			n	d	n	d	n	d
1#	14.24	125.6	1.46	22.6	1.46	22.9	1.45917	22.6519
2#	39.98	78.67	1.47	97.2	1.47	97.1	1.46610	97.5053

3.2 分析多周期厚度解

入射角相差不大时膜的厚度几乎相等, 为了找出在误差范围内折射率基本相等的解, 选择入射角相关不大的 2 组数据。且认为 2 次测量在同一周期数厚度内, 可算出周期数, 并得到薄膜的厚度。用开发软件对 Rudolph Research 生产的 Th in Film Ellipsometer (Type 436032-200E) 实测 3# 和 4# 样品并进行分析, 3#、4# 和 5# 样品上的薄膜为 K9 玻璃($n = 1.515$) 上的 ZrO 薄膜, 1# 和 2# 样品是在晶硅衬底($n = 3.85 - i0.02$) 上镀的 SiO_2 薄膜。入射光波波长为 632.8 nm 。要测量膜厚过 1 个周期的厚度, 可采用改变入射角的方法。从表 2 可以看出: 3# 和 5# 薄膜在 2 个不同的入射角测量下, 2 组测量的厚度基本相等, 薄膜

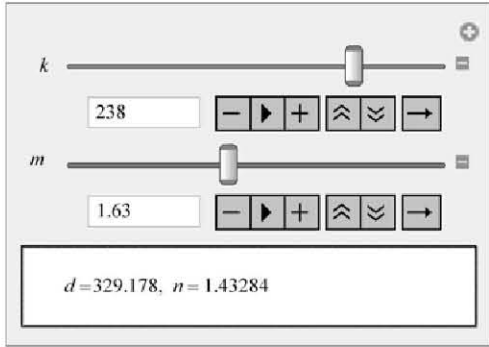
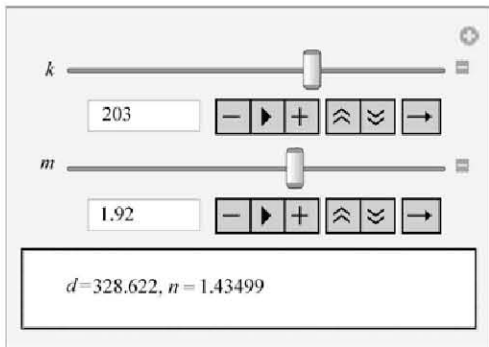
的厚度相差 0.594 nm 、 0.2737 nm , 相应的周期厚度相差 4.791 nm 、 1.173 nm , 薄膜的真实厚度应该在一个周期厚度以内。4# 样品薄膜在 2 个不同的入射角测量下厚度明显不相等, 薄膜厚度相差 7.4586 nm , 相应周期厚度相差 4.871 nm 。因为膜的厚度在物理上是唯一的, 所以一定叠加周期厚度, 由

$$d = D_0 M + d_1 = D_0 M + d_2$$

式中, D_0 为膜厚周期, M 为周期数, 因入射角相差不大, 可认为真实厚度在同一周期内, 可解得膜的真实厚度, 也可增大计算精度, 得到多组输出结果, 在二组入射角、各多组输出结果中找出厚度基本相等的解, 如图 5 和图 6 所示, 即得膜的真实厚度。图中 k 和 m 分别为 d 和 n 的步长。

表 2 3 种 ZrO 薄膜计算结果比较数据

样品	入射角	$\Psi(^{\circ})$	$\Delta(^{\circ})$	其他软件求解 ^[9]		本开发软件求解				
				n	d	n	d_i	D_0	M	d
3 [#]	50 $^{\circ}$	22.28	173.47	1.952	105.4	1.952 06	105.397	176.221	1	105.694 0
	60 $^{\circ}$	10.44	164.17	1.951	106.0	1.950 72	105.991	181.012		
4 [#]	65 $^{\circ}$	22.82	123.61	1.432	44.1	1.432 84	44.078 6	285.099	1	329.900 0
	70 $^{\circ}$	18.37	108.06	1.434	36.9	1.440 00	36.620 0	289.970		
5 [#]	68 $^{\circ}$	7.98	336.63			1.794 66	78.104 9	205.910	1	78.241 8
	70 $^{\circ}$	11.12	343.64			1.793 73	78.378 6	207.083		

图 5 4[#] 样品在入射角 65 $^{\circ}$ 真实厚度解图 6 4[#] 样品在入射角 70 $^{\circ}$ 真实厚度解

4 最佳入射角分析

一般, λ 是确定的, 衬底材料的 n_s 也是确定的, 实验材料折射率可以查出, 故 n 也可确定, 由式(1)一式(7)可知, 此时自由变量仅剩 θ 和 d 。对式(1)一式(7)分析可知, 对不同厚度的材料, 一般存在一个最佳入射角 θ_0 , 使得一定 Ψ 和 Δ 的误差引起的厚度 d 的误差域最小。

本文考虑 5[#] 样品(ZrO)的薄膜, 选择 K9 玻璃 $n_s = 1.515$, 以测得折射率 $n = 1.793 74$ 为例。求最佳入射角。 $\lambda = 632.8 \text{ nm}$ 。 Ψ 和 Δ 的方程组

$$\begin{cases} \Psi = \Psi(n, d, \theta_0, n_s, \lambda) \\ \Delta = \Delta(n, d, \theta_0, n_s, \lambda) \end{cases} \quad (8)$$

是超越方程组, 无法解。给定 n 、 λ 和 n_s 值, 则

$$\begin{cases} \Psi = \Psi(d, \theta_0) \\ \Delta = \Delta(d, \theta_0) \end{cases} \quad (9)$$

限定 d 的误差为 Δd , 中心值为 d_0 ; Ψ 和 Δ 的误差分别为 $\Delta\Psi$ 和 $\Delta\Delta$, 中心值为 Ψ_0 和 Δ_0 。则 d 的范围可表示成:

$$d \in [d_0 - \Delta d, d_0 + \Delta d] \quad (10)$$

当 d 取如上定义域时, 可求得 Ψ 和 Δ 的值域, 分别设为 $[\Psi_{\min}, \Psi_{\max}]$ 和 $[\Delta_{\min}, \Delta_{\max}]$, 则 $\Psi_0 = (\Psi_{\min} + \Psi_{\max})/2$, $\Delta_0 = (\Delta_{\min} + \Delta_{\max})/2$ 。

且令:

$$\begin{cases} \delta\Psi = \Psi_{\max} - \Psi_0 \\ \delta\Delta = \Delta_{\max} - \Delta_0 \end{cases} \quad (11)$$

可得, 当 $D \in [d_0 - \Delta d, d_0 + \Delta d]$ 时, 满足:

$$\begin{cases} \Psi \in [\Psi_0 - \delta\Psi, \Psi_0 + \delta\Psi] \\ \Delta \in [\Delta_0 - \delta\Delta, \Delta_0 + \delta\Delta] \end{cases} \quad (12)$$

可求出 $\delta\Psi \geq \Delta\Psi$ 时的入射角范围 $[\theta_0, \theta_1]$; $\delta\Delta \geq \Delta\Delta$ 时的入射角范围 $[\theta_0, \theta_1]$ 。设 $[\theta_0, \theta_1] = [\theta_0, \theta_1] \cap [\theta_0, \theta_1]$, 则当 Ψ 、 Δ 的最小误差分别为 $\Delta\Psi$ 和 $\Delta\Delta$ 时, 满足 d_0 的误差在允许的 $[d_0 - \Delta d, d_0 + \Delta d]$ 范围内的入射角的可取范围, $[\theta_0, \theta_1]$ 即为最佳入射角的可取范围。

当 Δd 足够小时, 可取:

$$\begin{cases} \delta\Psi = |\partial\Psi/\partial d| \cdot \Delta d \\ \delta\Delta = |\partial\Delta/\partial d| \cdot \Delta d \end{cases} \quad (13)$$

可假设实验中满足: $\Delta\Psi = 0.001^{\circ}$, $\Delta\Delta = 0.001^{\circ}$, 故有如下关系:

$$\begin{cases} \delta\Psi = |\partial\Psi/\partial d|_{d_0} \cdot \Delta d \geq 0.001 \\ \delta\Delta = |\partial\Delta/\partial d|_{d_0} \cdot \Delta d \geq 0.001 \end{cases} \quad (14)$$

当 $|\partial\Psi/\partial d|_{d_0}$ 和 $|\partial\Delta/\partial d|_{d_0}$ 取极大值时, 由(14)式可求出分别对 $\delta\Psi$ 和 $\delta\Delta$ 而言 Δd 的最小值, 即相应条件下 d 的最高精度的点。然而, 要考虑到(14)式中 2 个不等式均需满足, 若记 $\xi = \min\{|\partial\Psi/\partial d|_{d_0}, |\partial\Delta/\partial d|_{d_0}\}$, 则应取 ξ 最大值处的角度值作为最佳入射位置。

以 $d = 50 \text{ nm}$ 为例, 作 $|\partial\Psi/\partial d|_{d_0 = 50}$ 、 $|\partial\Delta/\partial d|_{d_0 = 50}$ 与入射角 θ 的关系如图 7 所示, 同时满足不等式(14)的 ξ 与入射角 θ 的关系则如图 8 所示。从图中可求得 ξ 最大值处的入射角为 $1.1815 5 \text{ rad}$, 即 67.9° 。 67.9° 就是厚

度为 50 nm 时的最佳入射角。

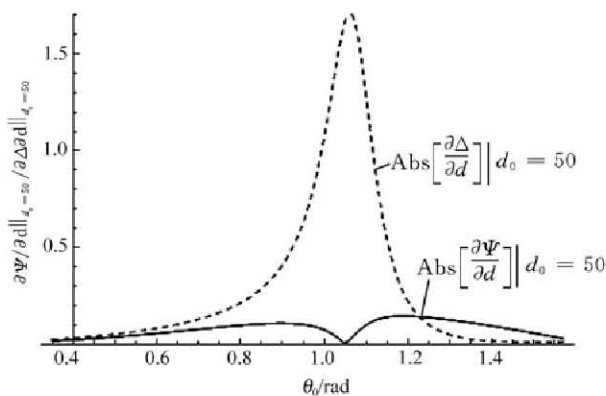


图 7 $|\partial\Psi/\partial d|_{d_0=50}$ 和 $|\partial\Delta/\partial d|_{d_0=50}$ 与入射角 θ_0 关系图

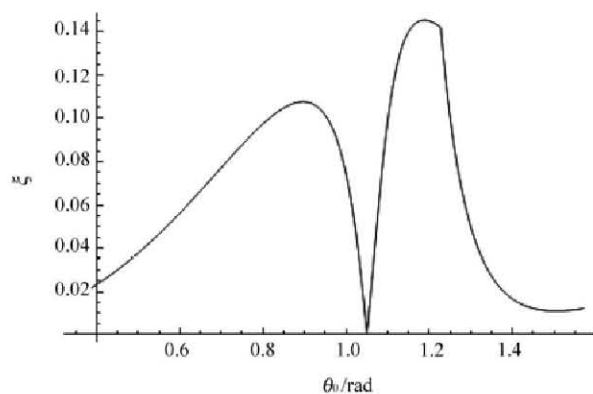


图 8 ξ 与入射角 θ_0 关系图

对于每个厚度, 均可用上述方法求得相应的最佳入射角, 图 9 为 5[#] 样品(ZrO) 的最佳入射角随厚度 d 的变化关系。从图中可知: 薄膜厚度在 40~130 nm 之间, 最佳入射角在 65°~69° 之间, 这与一般实验取 70° 较为接近。故若用其他方法(台阶仪等)确定膜厚, 则理论上均可用对应该厚度的最佳入射角进行实验, 从而提高实验精度。此外, 由(14)式, $\Delta d \geq 0.001/\xi$ 即 $\Delta d_{\min} = 0.001/\xi$ 为理论上的膜厚精度上限。图 10 显示的是精度上限随厚度的变化关系, 即在此厚度和最佳入射角下理论误差的上限。只要在最佳入射角下测量, 理论上测量误差都不会超过此值。

对于 5[#] 样品, 厚度为 78.378 6 nm 时, 经上述计算可得最佳入射角为 $\theta_0 = 65.226 5^\circ$ 。

5 结束语

本文通过与已有数据处理软件的处理结果比较, 验证了开发软件的 2 步迭代循环逼近计算处理结果的合理性, 并用两种方法确定了多周期真实厚度。此外, 本文还提出了应用已知材料的折射率测量薄膜厚度最佳入射角的方法, 并且在得到最佳入射角的同时还可得出椭偏仪测膜厚时对应于一定薄膜厚度的膜厚精度上限。本程序运算速度快、精度较高、适应性好, 对各

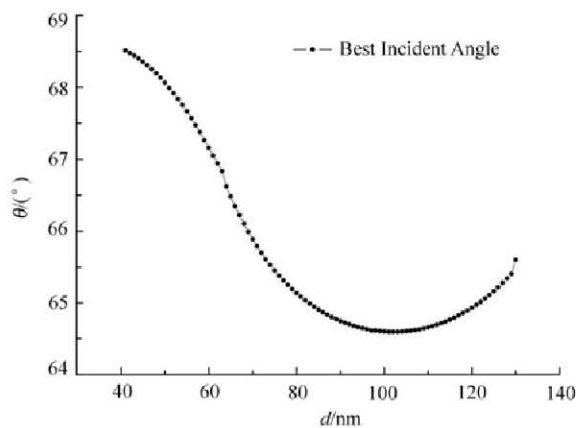


图 9 最佳入射角与薄膜厚度 d 的关系图

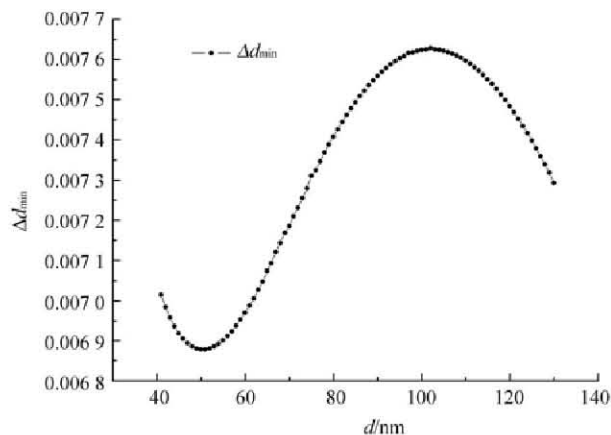


图 10 膜厚精度上限与薄膜厚度 d 的关系图

类薄膜的生长和工艺过程进行实时监测^[10]。

参考文献(References)

- [1] 黄佐华, 吴雪忠, 何振江, 等. 椭圆偏振法数据处理软件设计[J]. 大学物理, 2004, 23(9): 41-45.
- [2] Azzam R M A, Bashara N M. Ellipsometry and polarized light[M]. New York: North-Holland Publishing Co. Amsterdam, 1977: 269.
- [3] Dobrowolski J, Ho C, Waldorf A. Determination of optical constants of thin film coating materials base on inverse synthesis[J]. Applied Optics, 1983, 22(20): 3191-3200.
- [4] Bruce M L, Hyuk K P. Ellipsometric imaging of surface drops[J]. J Opt Soc Am A, 1996, 13(2): 379-384.
- [5] 王党社, 张建科, 徐均琪. 薄膜光学常数的粒子群算法[J]. 计算物理, 2008, 25(2): 208-212.
- [6] 沈沪江, 王林军, 方志军, 等. 金刚石薄膜的红外椭圆偏振光谱研究[J]. 物理学报, 2004, 53(6): 683-687.
- [7] 廖清君, 王植恒, 王磊模, 等. 拟退火法在吸收薄膜的椭偏反演算法中的应用[J]. 光学学报, 2002, 22(6): 683-687.
- [8] Leutheuser V, Lederer F U, Trutschel Nonlinear ellipsometry: a first approach[J]. J Opt Soc Am A, 1993, 10(4): 707-712.
- [9] 王洪涛. 椭圆偏振法测量薄膜参数的数据处理[J]. 物理实验, 2000, 21(7): 8-12.
- [10] 潘永强, 吴振森. 椭圆光散射分析类金刚石薄膜的散射特性[J]. 强激光与粒子束, 2008, 20(6): 885-890.

椭圆偏振仪测量薄膜厚度和折射率

马逊, 刘祖明, 陈庭金, 廖华

(云南师范大学太阳能研究所, 云南省农村能源工程重点实验室, 昆明, 650092)

摘 要: 本文通过对椭圆偏振仪测量原理的分析给出了四区平均消光状态下的计算公式, 利用该公式计算在一个周期内的薄膜厚度和折射率结果较好; 同时给出了膜厚大于一个周期时的计算方法。

关键词: 椭圆偏振测量, 薄膜厚度, 折射率

中图分类号: TK51

文献标识码: A

0. 引言

在太阳能电池的制作工艺中, 常需在发射区表面制作钝化膜和减反膜。且太阳能电池制作中其薄膜的厚度需严格控制。因而薄膜厚度的测量在太阳能电池工艺中也显得尤为重要。由于采用椭圆偏振法测量高吸收衬底上的介电薄膜厚度, 其测量精度比干涉法高一个数量级以上, 是目前已有的厚度测量方法中最精确的方法之一。

本文重点分析椭圆偏振仪的测量原理, 并给出了通过四区平均后新的计算薄膜厚度和折射率的公式。同时给出了超过一个周期的薄膜计算公式。

1. 测试原理

椭圆偏振法的装置包括 He-Ne 激光器 ($\lambda = 6328 \text{ \AA}$)、起偏器、 $\frac{\lambda}{4}$ 波片以及在反射光路上的检偏器和光电倍增管。如图 1 所示。He-Ne 激光器发出的单色光, 经起偏器后变成线偏光, 线偏光再经 $\frac{1}{4}$ 波片后产生 90° 的位相差, 变成椭圆偏振光。对一定厚度的某种膜, s 分量和 p 分量之间出现相移之差, 当入射光为椭圆偏振光时, 通过薄膜以后反射光为线偏振光。由此可见, 由起偏器的方位角 P 可确定偏振光的 p 分量和 s 分量的相移之差 Δ 。经样品反射后由于 s 波与 p 波不存在位相差, 可合成特定方向的线偏振光。它的偏振方向由 s 分量和 p 分量的反射系数 R_s 和 R_p 确定。转动检偏器的方位, 当检偏器的方位角 A 与反射光线的偏振方向垂直时, 光束不能通过, 出现消光状态。

因此, 在椭圆偏振法中采用 Δ 和 ϕ 来描述反射光偏振状态的变化^[1]。

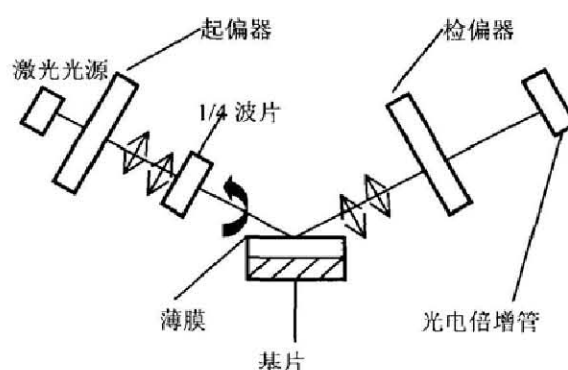


图1 椭圆偏振仪测试系统基本光路原理图

$$\Delta = \Delta_p - \Delta_s = \text{相移之差} \quad (1)$$

$$\phi = \tan^{-1} \left| \frac{R_p}{R_s} \right| \quad (2)$$

(1) 式中的 Δ_p 、 Δ_s 是反射时各自引起的相移。

(2) 式中的 R_s 、 R_p 分别为 s 和 p 分量各自的反射系数。因为反射光的 s 和 p 分量因相移不同出现位相差 $\Delta_p - \Delta_s$, 为了重新让它变成线偏振光, 必须用附加光学元件引入一个相移补偿这个位相差。用实验测定附加光学元件引入的相移量便可以确定 $\Delta = \Delta_p - \Delta_s$ 。

当线偏振光入射到带有薄膜的样品上, 在空气与薄膜的界面处, p 分量和 s 分量的反射系数为:

$$r_{1p} = \frac{n \cos \theta_1 - n_0 \cos \theta_2}{n \cos \theta_1 + n_0 \cos \theta_2} \quad (3)$$

$$r_{1s} = \frac{n_0 \cos \theta_1 - n \cos \theta_2}{n_0 \cos \theta_1 + n \cos \theta_2} \quad (4)$$

在薄膜与衬底的界面处 p 分量和 s 分量的反射系数为:

$$r_{2p} = \frac{n_s \cos \theta_2 - n \cos \theta_3}{n_s \cos \theta_2 + n \cos \theta_3} \quad (5)$$

$$r_{2s} = \frac{n \cos \theta_2 - n_s \cos \theta_3}{n \cos \theta_2 + n_s \cos \theta_3} \quad (6)$$

式中 n_0 、 n 和 n_s 分别为空气、薄膜和衬底的折射率; θ_1 、 θ_2 、 θ_3 分别为空气到薄膜的入射角, 光线在薄膜中的折射角, 薄膜入射到衬底的折射角。它们之间的存在:

$$n_0 \sin \theta_1 = n \sin \theta_2 = n_s \sin \theta_3 \quad (7)$$

当光束入射到薄膜, 将在薄膜内产生多次反射, 并且从薄膜的两表面有一系列的相互平行的光束射出, 如图 2 所示, 计算这些光束的干涉便可以了解薄膜的一些性质。通过有一定厚度的薄膜时, 相邻两相干光的位相差

$$2\delta = \frac{4\pi}{\lambda} n d \cos \theta_2 \quad (8)$$

式中 n 为薄膜的折射率, d 为薄膜的厚度, θ_2 是折射角。

总反射光是许多反射光束干涉的结果, 用多光束干涉公式总的反射系数为^[2]:

$$R_p = \frac{r_{1p} + r_{2p} e^{-i2\delta}}{1 + r_{1p} r_{2p} e^{-i2\delta}} \quad (9)$$

$$R_s = \frac{r_{1s} + r_{2s} e^{-i2\delta}}{1 + r_{1s} r_{2s} e^{-i2\delta}} \quad (10)$$

考虑到 R_p 、 R_s 之间存在位相差, 两者之间关系可表示为:

$$\frac{R_p}{R_s} = \tan \phi \cdot e^{i\Delta} \quad (11)$$

在波长、入射角、衬底等参数一定的条件下, ϕ 和 Δ 是膜厚 d 和折射率 n 的函数, 即:

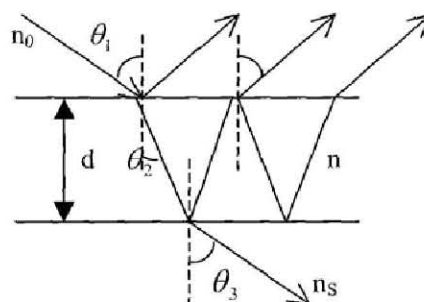


图 2 光束在薄膜中的传播示意图

$\phi = \phi(d, n)$, $\Delta = \Delta(d, n)$ 。因此反射光与入射光的偏振状态不同, 这种变化与膜厚和折射率有关。

由于 p 波和 s 波的位相差是由 1/4 波片产生的, 当 1/4 波片与光轴成 $+45^\circ$ 时, 通过 1/4 波片后 P 波与 S 波的位相差 $\Delta' = -90^\circ + 2P$ 。当椭圆偏振光通过薄膜反射后变成了线偏振光, 因此 $\Delta + \Delta' = m\pi$ (m 为 0、1、2、3) 可得到:

$$\Delta = m\pi + 90^\circ - 2P \quad (12)$$

当 1/4 波片与光轴成 -45° 时, 通过 1/4 波片后 P 波与 S 波的位相差 $\Delta' = 90^\circ - 2P$, 相应可得到:

$$\Delta = m\pi - 90^\circ + 2P \quad (13)$$

在测量中为了更好的消除误差我们采用四区平均消光法, 即当 1/4 波片与光轴成 α 角为 $+45^\circ$ 时, 测量两组 A 值与 P 值 (A_1 、 P_1)、(A_2 、 P_2); 当 1/4 波片与光轴成 α 角为 -45° 时, 再测量两组 A 值与 P 值 (A_3 、 P_3)、(A_4 、 P_4)。根据 (2)、(12)、(13) 式可以得到:

当 $\alpha = 45^\circ$:

1) $A > 0$ 时, $\Phi = A$, $m = 1、3$

$$\Delta = 270^\circ - 2P \quad (0^\circ \leq P < 135^\circ)$$

$$\Delta = 630^\circ - 2P \quad (135^\circ \leq P < 180^\circ)$$

2) $A < 0$ 时, $\Phi = -A$, $m = 0、2$

$$\Delta = 90^\circ - 2P \quad (0^\circ \leq P < 90^\circ)$$

$$\Delta = 450^\circ - 2P \quad (90^\circ \leq P < 180^\circ)$$

当 $\alpha = -45^\circ$:

3) $A > 0$ 时, $\Phi = A$, $m = 1, 3$

$$\Delta = 2P + 90^\circ \quad (0^\circ \leq P < 135^\circ)$$

$$\Delta = 2P + 450^\circ \quad (135^\circ \leq P < 180^\circ)$$

4) $A < 0$ 时, $\Phi = -A$, $m = 0, 2$

$$\Delta = 2P - 90^\circ \quad (0^\circ \leq P < 90^\circ)$$

$$\Delta = 2P - 270^\circ \quad (90^\circ \leq P < 180^\circ)$$

四区平均法首先是将 $\alpha = 45^\circ$ 时 (A_2, P_2) 转换在 (A_1, P_1) 区间做平均从而得到一组 (Δ_+, Φ_+) ; 其次将 $\alpha = -45^\circ$ 时的 (A_3, P_3) 转换在 (A_4, P_4) 区间做平均从而得到一组 (Δ_-, Φ_-) ; 最后将 $\alpha = -45^\circ$ 时得到的 (Δ_-, Φ_-) 转换在 $\alpha = 45^\circ$ 的情况下与 (Δ_+, Φ_+) 进行平均, 从而得到最终的 (Δ, Φ) 值, 因此可得:

$$\Phi = \frac{|A_1| + |A_2| + |A_3| + |A_4|}{4} \quad (14)$$

由 $1/4$ 波片的光轴与快轴的夹角可以看出应该把 $\alpha = -45^\circ$ 时并且 $A < 0$ 时的 Δ 与 $\alpha = 45^\circ$ 且 $A > 0$ 时的 Δ 进行平均, 因此可得:

$$\Delta = P_- - P_+ + 90^\circ \quad (0^\circ < P_- < 90^\circ)$$

$$\Delta = P_- - P_+ \quad (90^\circ < P_- < 135^\circ)$$

$$\Delta = P_- - P_+ + 180^\circ \quad (135^\circ < P_- < 180^\circ)$$

(15)

将椭圆仪测得 (A_1, P_1) 、 (A_2, P_2) 、 (A_3, P_3) 和 (A_4, P_4) 通过带入 (14)、(15) 式可以计算得出 (Δ, Φ) 值。再把 (Δ, Φ) 值带入 (3) 到 (11) 式中, 或者通过查表计算可以得出相应的 (n, d) 值。

对于等于一个周期的薄膜, 由 (8) 式知 $2\delta = 2\pi$, 相应可得到一个周期薄膜的光学厚度

$$nD = \frac{\lambda}{2 \cos \theta_2} = \frac{\lambda}{2 \sqrt{1^2 - \sin^2 \theta_1}} \quad \text{在本文的实验}$$

中 θ_1 取为 70° , λ 为 $6328 \text{ \AA}$, 因此

$$D = \frac{3164}{\sqrt{n^2 - \sin^2 70^\circ}} \quad \text{。首先要确定薄膜具有的周}$$

期数 L , 实际测量的方法为: 选择两个相差不大的入射角 θ_{11} 、 θ_{12} , 根据获得的椭圆参数 (Δ_{11}, Φ_{11}) 、 (Δ_{12}, Φ_{12}) 计算出 n_1 、 d_1 和 n_2 、 d_2 。但是在不同入射角下薄膜的光程厚度会发生一定的变化。由于同种薄膜的折射率在物理上是唯一的, 即 $n = n_1 = n_2$, 其厚度 d 也是唯一的, 因而有关系式^[3]: $d = LD + d_1 = LD + d_2$, 式中 L 为周期数, D 为一个周期的光学膜厚。应该指出由于入射角 θ_{11} 、 θ_{12} 相差不大, 相应的实测值 d_1 、 d_2 也应相差不大, 因此可以认定两次测量的周期数 L 相

$$\text{等: } L = \left\lfloor \frac{d_2 - d_1}{D_1 - D_2} \right\rfloor, \text{ 由此可以求出薄膜的绝对厚度}$$

$d = LD + d_1 = LD + d_2$ 。例如 SiO_2 薄膜 $n \approx 1.45$, 相应的一个周期的厚度是 $2865.16 \text{ \AA}$ 。

2. 实验数据及计算

在本文中采用的是在 VC 环境下编写 C 语言程序通过输入 (A_1, P_1) 、 (A_2, P_2) 、 (A_3, P_3) 和 (A_4, P_4) 来计算求出相应的 n 、 d 值。

表 1 为实验室硅片湿氧化 875°C , 60 分钟, 氧气流量为 1.5L/min 情况下生成的 SiO_2 薄膜测量结果以及工业化太阳电池表面 Si_3N_4 薄膜厚度和折射率测试结果。

表 2 为硅片湿氧化 850°C , 180 分钟, 氧气流量为 3L/min 情况下生成的 SiO_2 薄膜测量结果。

表 1 一个周期内的 SiO_2 、 Si_3N_4 薄膜折射率与厚度

	$\text{SiO}_2 (\theta_1 = 70^\circ)$	$\text{Si}_3\text{N}_4 (\theta_1 = 70^\circ)$
A_1	61.8	50.4
P_1	79.1	30.6
A_2	-60.8	-37.3
P_2	170.9	130.6
A_3	-64	-42.7
P_3	89.1	126.2
A_4	58.4	32.2
P_4	179.6	28
φ	61.25	40.65
Δ	279.35	86.5
n	1.45	2.05
$d (\text{\AA})$	1260	1480

表2 多周期的SiO₂薄膜折射率与厚度

	1 [#] ($\theta_1 = 70^\circ$)	2 [#] ($\theta_1 = 65^\circ$)
A ₁	21.4	-26.3
P ₁	10.7	170.5
A ₂	-37.5	25.7
P ₂	96.2	75.3
A ₃	41.5	17.8
P ₃	75.7	6.5
A ₄	-23.6	-30
P ₄	163.4	104
φ	31	24.95
Δ	246.1	22.4
n	1.65	1.45
D	2865	2865
d ₁ (Å)	1020	2160
L	2	2
d=LD+d ₁	6750	7890

当测量薄膜的周期超过一个周期时,所测其折射率会发生改变,但是对于同种薄膜来说折射率是不随厚度而发生变化的。因此可以通过调整入射光的角度或者改变光源波长来测量,在本文的实验中是通过改变入射光角度来测量。在实验中发现n值不会完全相等,而是约等于。在一定误差范围内可以用来计算d值。对于已知薄膜,我们可以首先确定n值,这样在计算程序中只有一个未知数d值,可以大大减小误差。将表3中的数据重新计算得到:

表3 折射率n为已知值时计算薄膜厚度

	1 [#] ($\theta_1 = 70^\circ$)	2 [#] ($\theta_1 = 65^\circ$)
A ₁	21.4	-26.3
P ₁	10.7	170.5
A ₂	-37.5	25.7
P ₂	96.2	75.3
A ₃	41.5	17.8

P ₃	75.7	6.5
A ₄	-23.6	-30
P ₄	163.4	104
φ	31	24.95
Δ	246.1	22.4
n	1.45	1.45
D	2865	2865
d ₁ (Å)	2082	2160
L	2	2
d=LD+d ₁	7812	7890

3. 结论:

本文通过分析椭圆偏振仪的测量原理,给出了采用四区平均消光状态下的数据处理公式,通过实验数据证明在一个周期内薄膜厚度和折射率的测量符合很好。对于多个周期的薄膜厚度的测量时的折射率值存在一定误差,待测薄膜为已知材料膜(折射率已知)的情况下,薄膜厚度的测量误差减少。

本文讨论的方法仅适用于已知薄膜是否为单周期或者多周期。对于未知薄膜是否超过一个周期的情况暂不作讨论。

参考文献

1. 孙以材,《半导体测试技术》,北京:冶金工业出版社,1988,p444~447.
2. 梁铨廷,《物理光学》,北京:高等教育出版社,1990,p134.
3. 邓鸿飞,“厚膜光学参数的椭圆消光法测量”[J],天津城市建设学院学报,1995; 10(3): 22~24.

Thin Film Material Thickness and Refractive Index Measurement by Elliptical Polarization Instrument

Xun Ma, Zuming Liu, Tingjin Chen, Hua Liao

(Solar Energy Research Institute, Yunnan Provincial Renewable Energy Engineering Key Laboratory, Yunnan Normal University, Kunming 650092, China)

Abstract: From analyzed measurement elliptical polarization principle the method to calculate average extinction in four areas was presented in this paper. The method calculated thin film thickness and refractive index had a good coherence in one period. The method also can measure thin film thickness over one period.

Key words: Elliptical polarization measurement, film material thickness, refractive index

折射,并且各反射和折射光分别产生多光束干涉。其干涉结果反映了膜的光学特性。光振动平行入射面的光波叫 p 波,垂直入射面的光波叫 s 波(如图 1)。根据电磁场的麦克斯韦方程和边界条件及菲涅耳反射系数公式,可推导出如下椭偏方程(过程略^[1]):

$$\tan\psi \cdot e^{i\Delta} = \frac{R_p}{R_s} = \frac{(r_{1p} + r_{2p}e^{-i2\delta})(1 + r_{1s}r_{2s}e^{-i2\delta})}{1 + r_{1p}r_{2p}e^{-i2\delta}(r_{1s} + r_{2s}e^{-i2\delta})}$$

(1)

其中 Ψ 和 Δ 称为椭偏参数并具有角度量值,是 $n_1, n_2, n_3, \varphi_1, \lambda$ 和 d 的函数,由于 $n_1, n_3, \lambda, \varphi_1$ 为已知量, Ψ 和 Δ 由实验中测取,采用查表法(或计算机处理)即可计算出薄膜折射率 n_2 和厚度 d 。 Δ 的物理意义是: p 波与 s 波的位相差在反射前后的变化,叫椭偏法的位相参量; $\tan\psi$ 物理意义是: p 波与 s 波的振幅比在反射前后之比,叫椭偏法的振幅参量。

2 分光计的调整对椭圆偏振仪测量薄膜厚度和折射率的影响

仪器调整的先后次序是:先调整好分光计,然后依次调整好激光电源、检偏器、起偏器、1/4波片。对分光计的调整要求用自准直法,使望远镜和平行光管共轴并与载物台平行(我们称为“精调”)。如果按照这样的要求来完成该实验项目的话,在我校规定的 3 节课时间内是不可能完成的。那么实验中必须要对分光计进行“精调”吗?

相对于“精调”而言,如果直接凭人眼来调整分光计的相关螺钉,使望远镜和平行光管共轴并与载物台平行,我们称之为“粗调”。为了说明问题,我分别用“精调”和“粗调”来进行测量,并用两个不同的样品在两台不同的分光计上用不同的入射角进行四点测量:即先将 1/4 波片快轴置于 45°,仔细调整检偏器 A 和起偏器 P,使白屏目镜内的亮点最暗,记下 A 值和 P 值,这样可以测得两组消光位置的数值,其中 A 值分别大于 90°(A_1)和小于 90°(A_2),所对应的 P 值为 P_1 和 P_2 ;然后将 1/4 波片快轴转到 - 45°(即 315°),也可以测得两组消光位置的数值,其中 A 值分别大于 90°(A_3)和小于 90°(A_4),所对应的 P 值为 P_3 和 P_4 (A 和 P 值均应该在 0—180°范围内,若出现大于 180°,则应减去 180°)。并用厂家提供的椭偏仪数据处理程序来处理数据,测量数据和计算结果如下:

表 1 样品 1、样品 2 粗调及精调测量数据

小波片方位			波片快轴 45°				波片快轴 - 45°			
检偏器方位			A > 90°		A < 90°		A > 90°		A < 90°	
			P_1	A_1	P_2	A_2	P_3	A_3	P_4	A_4
样品 1	70°入射	粗调	150.6	99.0	62.3	80.0	116.7	101.8	33.4	83.4
		精调	153.3	98.0	63.5	78.5	116.2	101.6	27.7	81.9
样品 2	60°入射	粗调	145.1	99.2	52.2	78.8	113.7	103.0	35.0	78.8
		精调	141.4	103.4	53.0	77.8	128.7	105.0	38.9	78.3

将测量的数据输入椭偏仪数据处理程序,数据处理结果为:样品 1(厂方给出的参考数据: $d = 70\text{nm}$, $n = 2.050$),粗调 $d = (66.0 \pm 0.1)\text{nm}$, $n = (1.912 \pm 0.001)^{[2]}$,精调 $d = (59.6 \pm 0.1)\text{nm}$, $n = (1.946 \pm 0.001)$;样品 2(厂方给出的参考数据: $d = 66\text{nm}$, $n = 2.000$),粗调 $d = (66.4 \pm 0.1)\text{nm}$, $n = (1.843 \pm 0.001)$,精调: $d = (77.4 \pm 0.1)\text{nm}$, $n = (1.736 \pm 0.001)$ 。

(下转第 118 页)

资源共享,促进课堂教学与实践教学的结合,使之成为第一课堂的实践基地和第二课堂的学生科技创作基地;努力促进产、学、研一体化,为经济建设和社会发展提供有用人才。

④目前,信息学院有“信息技术创新综合开放实验室”、“创新设计综合开放实验室”,承担本院(系)及全校学生课外科技活动的项目;机电学院有“创新设计开放实验室”,承担本院、建筑学院、艺术系已经开放的部份教学实验并积极开展有影响的活动;网络中心有“网络中心应用创新实验室”,承担部份教学实验并积极开展有影响的活动。

(2) 从学籍管理的角度,制订实施办法

①学生在参加各点的教学和科技活动后,经过考评和认定合格的,给予校级选修学分。目前,一些院系已经建立创新学分,作为必修学分,尚未建立本院系创新学分的,应逐步给予确定或对于参加创新学分活动的学生采取特殊政策给予必修学分。

②根据学生完成创新实验选修情况,合格的给予基本分(视情况给 1—3 学分)。

③参加创新活动作品或成果获奖的追加分如下:获省级三等奖的,给予追加 0.5 学分;获省级二等奖的,给予追加 1 学分;获省级一等奖的,给予追加 2 学分;获国家级奖的,给予追加 3 学分。

④对于获得省级奖的学生,给予确认必修学分,并且可以代替教学计划的有关必修学分课程;获得国家级奖的可以代替课程设计、实习。由各院(系)根据情况给予确认。

⑤学生参加创新活动获得学分后,颁发创新学分认定证书,并且在毕业成绩单中注明参加学校创新人才培养的创新学分选修情况。

参考文献:

- [1] 薛红艳,等.加强实验教学管理,培养高质量工程技术人才[J].实验技术与管理,2001,18(6): 69—70
- [2] 路甬祥,薛继良.现代工程教育探索[J].高等工程教育研究,1988(4): 5—7
- [3] 薛继良,王沛民.工程师的形成[M].浙江大学出版社,1989
- [4] 华侨大学教务处.推进教学改革 提高人才质量[J].福建高教研究,2003(2): 20—21

(上接第 41 页)

3 结论

从上面的测量数据和计算结果来看,分光计的调整对椭圆偏振仪测量薄膜厚度和折射率的影响是很小的。与其它因素(如消光位置的偏差、薄膜样品的表面状态、膜层的非均匀性和吸收状态、读数误差等)^[3]的影响比较,分光计的调整对椭圆偏振仪测量薄膜厚度和折射率的影响更是可以忽略,关于这一点应该可以从理论上加以证明(该题目已经作为我校物理学专业本科生的毕业论文题目),这里就不再说明了。

参考文献:

- [1] 周殿清.大学物理实验[M].武汉:武汉大学出版社,2002
- [2] 王洪涛.椭圆偏振法测量薄膜参量的数据处理[J].物理实验,21(7): 8~11
- [3] 陈 蓝,周 岩.膜厚度测量的椭偏仪法原理分析[J].大学物理实验,1999,9(10~13).