

调相激光干涉仪测量吸收 薄膜参数的研究

魏志渊 严樟根 伍仲信

(清华大学)

提要: 本文介绍了调相激光干涉仪测量薄膜 n , k , d 的工作原理, 探讨了单层吸收膜的测量参量 P 、 Q 、 Δ 与 n , k , d 的关系; 相位差 Δ 的取值; 测量参量的自校准以及 P 、 Q 和修正因子 F 的实验检验问题, 给出了数据处理方法和程序框图。

本文还对三种薄膜样品(一种弱吸收膜, 两种强吸收膜)的 n 、 k 、 d 进行了测量和计算, 并将其结果与椭圆偏振仪的测定结果进行了比较。

Measurement of parameters of absorbing thin film with phase-modulation laser interferometer

Wei Zhiyuan, Yan Zhanggen, Wu Zhongxin

(Qinghua University)

Abstract: In this paper, basic theory on the measurement of refractive index n , absorption coefficient k and thickness d of absorbing thin films using a phase-modulated laser interferometer is presented. Relationships between n , k , d and the measured parameters P , Q , Δ are introduced. The experimental methods determining P , Q , and Δ as well as their self-correction are given. The evaluation of the phase difference Δ is discussed in detail, also discussed is the experimental investigation of correctoin factor F .

Three types of thin films (one weakly absorbing film and two absorbing films) are studied. The results are compared with those measured by an ellipsometer.

一、引言

随着薄膜技术和薄膜材料在近代科学和生产中日益广泛地应用, 薄膜材料的各种参数(其中包括光学常数 n 、 k 及膜厚 d) 的测试

更显得日趋重要。目前用光学方法测定单一波长下薄膜的 n 、 k 、 d 主要是采用椭偏法^[1~3]。近几年来, 国外出现了激光干涉法^[4~6], 由于此法可以通过一次测量来确定透明衬底上的单层膜的 n 、 k 、 d , 同时其测量

收稿日期: 1984年1月23日。

读数可以自校准, 因而它是一种测量薄膜 n 、 k 、 d 的有效办法。

但目前的国外资料只对弱吸收膜(其 k 值一般为 10^{-3} 量级^[4])进行测定, 而且对薄膜 n 、 k 、 d 的求解、相位差 Δ 的取值, 数据处理等一系列问题, 都没有予以说明。我们在应用调相激光干涉仪测定强吸收膜的 n 、 k 、 d 的过程中, 探讨了上述问题。

二、仪器装置和测试原理

1. 仪器装置

图 1 为调相激光干涉仪的示意图。整个仪器分为三部分: (1) 光源: 产生偏振光的 He-Ne 激光器 ($\lambda=6328 \text{ \AA}$)。 (2) 光路系统: ③ 介质膜堆反射镜 M_1 、 M_2 、 M_3 、 M_4 、 M_5 。 ④ 薄凸透镜 L 。 ⑤ 分光镜 BS 。 ⑥ 压电陶瓷 PZT (外接超低频信号发生器)。 ⑦ 样品 S (衬底为 $d=5 \text{ mm}$ 厚的 K9 玻璃)。 (3) 检测系统: ⑧ 带有孔径光阑的光电接收器 D_x 、 D_y 。 ⑨ X - Y 记录仪输入端 X 轴、 Y 轴。

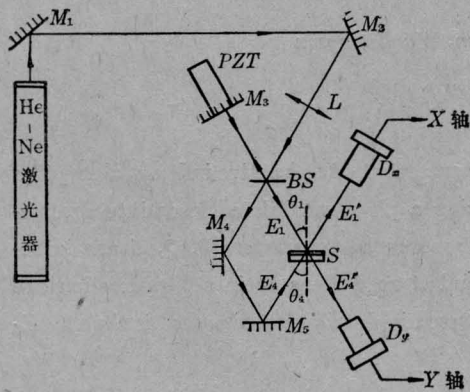
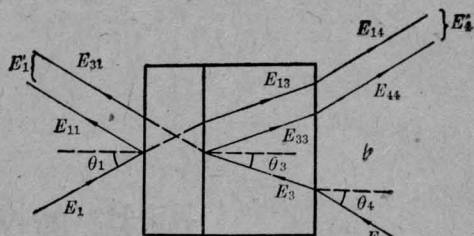


图 1 调相激光干涉仪示意图

2. 测试原理

参看图 1, 由光源产生的 TE 波(亦可是 TM 波)经 M_1 、 M_2 、 L 到 BS 时分为两束, 透过 BS 的一束 E_4 光经 M_4 、 M_5 反射, 从 S 的衬底入射; 经 BS 反射的一束 E_1 光再经 M_3 反射后, 透过 BS 从样品 S 的膜面入射。图 2 简示了 E_1 和 E_4 光经样品 S 反射和透



区域	1	2	3	4
材料	空气	薄膜	玻璃	空气
光学参数	$n_1=1$	$n_2=n_2-jk_2$	$n_3=1.5613$	$n_4=1$
		d_2		

图 2

射后再合成为 E'_1 及 E'_4 的情形。令各区域相应的光学导纳为 p_i ($i=1, 2, 3, 4$)。对 TE 波

$$p_i = n_i \cos \theta_i \quad (1)$$

(对 TM 波, 有

$$p_i = n_i / \cos \theta_i)$$

根据文献[6], 最后可得:

$$\begin{cases} I'_1 = X_0 + A_x \cos(\varphi + \varphi_x) \\ I'_4 = Y_0 + A_y \cos(\varphi + \varphi_y) \end{cases} \quad (2)$$

$$(3)$$

其中:

$$I_i = \frac{p_i}{2c\mu_0} |E_i|^2 \quad (c \text{ 为光速, } \mu_0 \text{ 为导磁率}) \quad (4)$$

$$\begin{aligned} X_0 &= \frac{n_1}{2c\mu_0} \\ &\cdot \cos \theta_1 (|r_1|^2 + \eta^2 |t_3|^2) \\ &\cdot |E_1|^2 \end{aligned} \quad (5)$$

$$\begin{aligned} Y_0 &= \frac{n_3}{2c\mu_0} \cos \theta_3 \\ &\times D_0 (|t_3|^2 + \eta^2 \cdot |r_1|^2) \cdot |E_1|^2 \end{aligned} \quad (6)$$

$$A_x = \frac{n_1 \cos \theta_1}{2c\mu_0} \eta |r_1| \cdot |t_3| \cdot |E_1|^2 \quad (7)$$

$$\begin{aligned} A_y &= \frac{n_3 \cos \theta_3}{2c\mu_0} D_0 \cdot \eta |t_1| \\ &\cdot |r_3| \cdot |E_1|^2 \end{aligned} \quad (8)$$

$$\varphi_x = \varphi_3 - \chi_1,$$

$$\varphi_y = \chi_3 - \varphi_1,$$

$$\varphi_3 = \varphi_1 = \varphi_t$$

而

$$\hat{r}_1 = \frac{E_{11}}{E_1} = |r_1| e^{j\chi_1},$$

$$\hat{t}_1 = \frac{E_{13}}{E_1} = |t_1| e^{j\varphi_1}$$

$$\hat{r}_3 = \frac{E_{33}}{E_3} = |r_3| e^{j\varphi_3}$$

$$\hat{t}_3 = \frac{E_{31}}{E_3} = |t_3| e^{j\varphi_3}$$

$$E_3 = \eta \times e^{j\varphi} \times E_1,$$

$$I_4 = \frac{4p_1 p_3}{(p_1 + p_3)^2} I_3' = D_0 \times I_3'$$

(2)、(3)两式表示一组以 φ 为参变量的椭圆方程, 且 $X_0 \geq A_x$, $Y_0 \geq A_y$ 。若将 I_1' , I_4' 分别输入到 $X-Y$ 记录仪的 X 轴和 Y 轴上, 则可在 $X-Y$ 记录仪上记录下一个完整的椭圆(见图 3)。

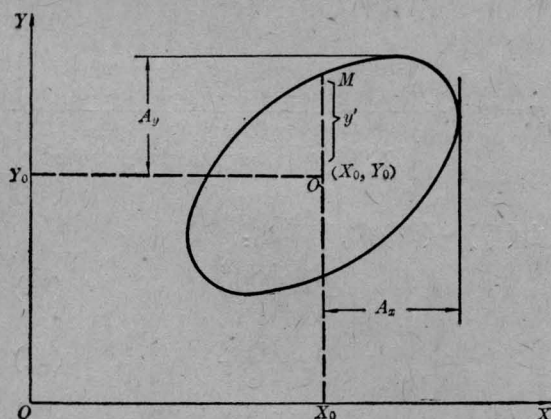


图 3

定义三个可测量量 P 、 Q 、 Δ :

$$P = \frac{p_3}{p_1} \frac{R_3}{T} \quad (9)$$

$$Q = \frac{p_1}{p_3} \frac{R_1}{T} \quad (10)$$

$$\Delta = \chi_1 + \chi_2 - 2\varphi_t \quad (11)$$

并有

$$\frac{A_y}{A_x} = D_0 \left(\frac{R_3}{R_1} \right)^{1/2} \quad (12)$$

$$\frac{Y_0}{X_0} = D_0 \frac{p_1}{p_3} \frac{1 + \eta^2 P}{\eta^2 + Q} \quad (13)$$

其中:

$$R_3 = |r_3|^2,$$

$$R_1 = |r_1|^2,$$

$$\eta = \left| \frac{E_3}{E_1} \right|,$$

$$T = \frac{p_3}{p_1} |t_1|^2 = \frac{p_1}{p_3} |t_3|^2.$$

在测量时, 可在 $X-Y$ 记录仪上求得两个记录点: 若挡住 E_1 光(即 $\eta \rightarrow \infty$), 有:

$$P = \frac{p_3}{p_1 D_0} \frac{Y_0}{X_0} \Big|_{\eta \rightarrow \infty} \quad (14)$$

若挡住 E_3 光(即 $\eta = 0$)有:

$$Q = \frac{D_0 p_1}{p_3} \frac{X_0}{Y_0} \Big|_{\eta = 0} \quad (15)$$

由图 3, 有:

$$|\sin \Delta| = \frac{y'}{A_y} \quad (0 \leq \Delta \leq 360^\circ) \quad (16)$$

由于 P 、 Q 、 Δ 与 \hat{r}_1 , \hat{r}_3 , \hat{t}_1 及 \hat{t}_3 有关, 后者又是 n , k , d 的函数, 当薄膜的 P 、 Q 、 Δ 测定后, 可以反演寻优计算出薄膜的 n 、 k 、 d 来。

测试装置及测试原理中的几点说明: (1) 薄膜后表面(即衬底前表面)的多次反射用等效菲涅耳法予以考虑。因 K9 玻璃衬底厚度为 $d=5\text{mm}$, 故其后表面的反射光束已偏离衬底前表面反射光束 1mm 以上, 它不会参与主反射光束的迭加, 并被 D_x , D_y 前面的孔径光阑所遮挡而不被 D_x , D_y 接收。(2) 入射角度 θ 从原则上讲可为: $0 < \theta < 90^\circ$, 但根据 [6], θ 小一些, 对同样的 K 值, Δ 值会大一些; 同时适当选择 θ 值, 可保证衬底后表面的反射光束不进入 D_x 、 D_y 前的光阑孔。故本实验固定 $\theta=30^\circ$ 。(3) 光路系统中的 $M_1 \dots M_5$ 反射镜及 BS 分光镜均由我校光学薄膜实验室研制并专门提供的, 系采用电子束蒸发介质膜堆构成。由于各膜系是平面层化、线性及各向同性, 可保证光束反射(透射)时不改变偏振态。当然镀膜工艺的零散及光束本身偏振度的好坏会带来一定的影响。前者通过精心挑选和检测反射镜, 后者通过在实验中严格测定和保证最好的偏振度来减少反射镜对偏振状态的影响。故可认为光束通过反射镜及分光镜时, 不改变偏振态。

三、测量中的几个问题的探讨

1. 吸收薄膜 $P=P(n, k, d)$, $Q=Q(n, k, d)$, $\Delta=\Delta(n, k, d)$ 函数关系的建立

假定待测薄膜是均匀、线性和各向同性的单层膜。则可建立起如图 4 所示的物理模型。

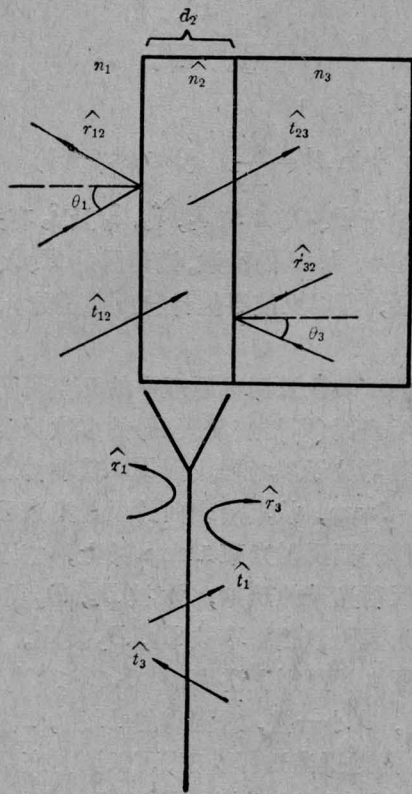


图 4

令薄膜的等效菲涅耳反射系数和透射系数分别为 $\hat{r}_1, \hat{r}_3, \hat{t}_1, \hat{t}_3$ 。且令

$$\hat{\beta} = \frac{2\pi d_2}{\lambda} \hat{n}_2 \cos \theta_2 = \mu - j\nu$$

及 $\hat{n} \cos \theta = u_3 - j\nu$

(参看 [7]) 经过数学推导, 有

$$|r_1|^2 = \frac{\left\{ \begin{array}{l} |r_{12}|^2 e^{2\nu} + |r_{12}|^2 e^{-2\nu} \\ -2|r_{12}| \cdot |r_{32}| \cos(2\mu + \chi_{12} - \chi_{32}) \end{array} \right\}}{\left\{ \begin{array}{l} e^{2\nu} + |r_{12}|^2 \cdot |r_{32}|^2 e^{-2\nu} \\ -2|r_{12}| \cdot |r_{32}| \cos(2\mu - \chi_{12} - \chi_{32}) \end{array} \right\}} \quad (17)$$

$$|r_3|^2 = \frac{\left\{ \begin{array}{l} |r_{32}|^2 e^{2\nu} + |r_{12}|^2 e^{-2\nu} \\ -2|r_{12}| \cdot |r_{32}| \cos(2\mu + \chi_{32} - \chi_{12}) \end{array} \right\}}{\left\{ \begin{array}{l} e^{2\nu} + |r_{12}|^2 \cdot |r_{32}|^2 e^{-2\nu} \\ -2|r_{12}| \cdot |r_{32}| \cos(2\mu - \chi_{32} - \chi_{12}) \end{array} \right\}} \quad (18)$$

$$|t_1|^2 = \frac{|t_{12}|^2 \cdot |t_{23}|^2}{\left\{ \begin{array}{l} e^{2\nu} + |r_{12}|^2 \cdot |r_{32}|^2 e^{-2\nu} \\ -2|r_{12}| \cdot |r_{32}| \cos(2\mu - \chi_{32} - \chi_{12}) \end{array} \right\}} \quad (19)$$

$$\chi_1 = \text{tg}^{-1} \frac{\left\{ \begin{array}{l} |r_{12}| \cdot (e^{2\nu} - |r_{32}|^2 e^{-2\nu}) \sin \chi_{12} \\ -|r_{32}| \cdot (|r_{12}|^2 - 1) \sin(2\mu - \chi_{32}) \end{array} \right\}}{\left\{ \begin{array}{l} |r_{12}| \cdot (e^{2\nu} + |r_{32}|^2 e^{-2\nu}) \cos \chi_{12} \\ -|r_{32}| \cdot (|r_{12}|^2 + 1) \cos(2\mu - \chi_{32}) \end{array} \right\}} \quad (20)$$

$$\chi_3 = \text{tg}^{-1} \frac{\left\{ \begin{array}{l} |r_{32}| \cdot (e^{2\nu} - |r_{12}|^2 e^{-2\nu}) \sin \chi_{32} \\ -|r_{12}| \cdot (|r_{32}|^2 - 1) \sin(2\mu - \chi_{12}) \end{array} \right\}}{\left\{ \begin{array}{l} |r_{32}| \cdot (e^{2\nu} + |r_{12}|^2 e^{-2\nu}) \cos \chi_{32} \\ -|r_{12}| \cdot (|r_{32}|^2 + 1) \cos(2\mu - \chi_{12}) \end{array} \right\}} \quad (21)$$

$$\varphi = \text{tg}^{-1} \frac{\left\{ \begin{array}{l} \sin(\mu - \varphi_{12} - \varphi_{23}) + |r_{12}| \cdot |r_{32}| e^{-2\nu} \\ \times \sin(\mu - \chi_{12} - \chi_{32} + \varphi_{12} + \varphi_{23}) \end{array} \right\}}{\left\{ \begin{array}{l} \cos(\mu - \varphi_{12} - \varphi_{23}) - |r_{12}| \cdot |r_{32}| e^{-2\nu} \\ \times \cos(\mu - \chi_{12} - \chi_{32} + \varphi_{12} + \varphi_{23}) \end{array} \right\}} \quad (22)$$

由(17)~(22)式, 可算出:

$$P = \frac{|r_3|^2}{|t_1|^2} \quad (23)$$

$$Q = \frac{|r_1|^2}{|t_3|^2} \quad (24)$$

$$\Delta = \chi_1 + \chi_3 - 2\varphi \quad (25)$$

2. 相位差 Δ 的取值

(16)式给出, $|\sin \Delta| = \frac{y'}{A_y}$, 但不知 Δ 的

取值范围。若在图 3 上, 取 M 点值来确定 Δ , Δ 又应取在第几象限? 这些问题 [4~6] 均没有说明。

考虑到 $X-Y$ 记录仪上所记录的椭圆, 其 I_x, I_y 的相位差 Δ 是以 2π 为周期的两个同频率简谐振动 (即 $X = A_x \cos[\varphi(t) + \varphi_x]$, $Y = A_y \cos[\varphi(t) + \varphi_y]$) 的相位差, 根据李沙育图形原理, 它的取值范围应该是 $[0, 2\pi]$, 显然, Δ 取值 $[0, \frac{\pi}{2}]$ 是不全面的。

(1) Δ 值所处象限的确定

可以根据李沙育椭圆图形的形状与旋向

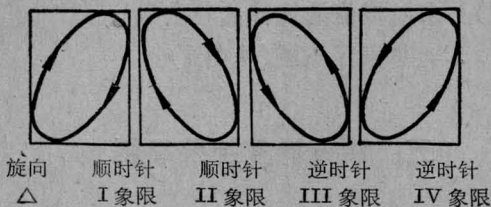


图 5

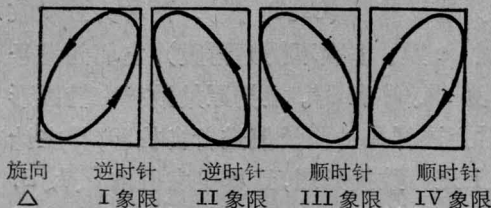


图 6

来判断相位差 $\Delta = \varphi_y - \varphi_x$ 所处的象限^[8]。

a) 当 $\varphi(t)$ 是随时间而增加时, 则 Δ 的象限由图 5 所示来判断。

b) 当 $\varphi(t)$ 是随时间而减少时, 则 Δ 的象限由图 6 所示来判断。

当 Δ 的象限确定后, 若要在图 3 上取 M 点来确定 Δ , 先令 $\delta = \sin^{-1} \frac{Y(X_0) - Y_0}{A_y}$, 则 Δ 的取值由表 1 来确定。

表 1

Δ 所处的象限	I	II	III	IV
Δ 的取值	δ	$\pi - \delta$	$\pi + \delta$	$2\pi - \delta$

(2) $\varphi(t)$ 随时间的增减性的判断

上述 $\varphi(t)$ 即两入射相干光的相位差 φ_0 。

现 $\hat{E}_1 = |E_1| e^{j(\omega t - \frac{2\pi l_1}{\lambda})}$,
 $\hat{E}_3 = |E_3| e^{j(\omega t - \frac{2\pi l_3}{\lambda})}$, (26)

因此, $\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} (l_1 - l_3)$ 。由图 1 可知, l_1 为经分光镜 BS 反射后的 E_1 光光程, 它随压电陶瓷 PZT 的电致伸缩而变化, l_3 为 E_3 光光程, 它是固定不变的。在调制讯号为正锯齿波时, 若 PZT 是电致伸长, 则 l_1 随时间变化而减少, 使 $\varphi(t)$ 随时间而减少; 反之, $\varphi(t)$ 随时间变化而增加。实验判明, 本仪器所采用的压电陶瓷 PZT 是电致伸长的, 故测量时可按

图 6 的图形来判断 Δ 的象限。

3. 测量参量的自校准

(9) ~ (13) 式给出了五个测量参量关系式, 其中只有三个是独立的, 其他两个可以作为自校准关系式, 即测量结果必须同时满足这两个关系式, 这样通过测量值的自校准以减少仪器的系统误差和测量误差。

由 (9) ~ (15) 式, 最后可推导出两个自校准关系式:

$$\begin{cases} \frac{A_y}{A_x} = \left(\frac{Y_0}{X_0} \Big|_{\eta \rightarrow \infty} \cdot \frac{Y_0}{X_0} \Big|_{\eta=0} \right)^{1/2} & \text{记以(I)} \\ \frac{Y_0}{X_0} = D_0 \frac{p_1}{p_3} \cdot \frac{1 + \eta^2 P}{\eta^2 + Q} & \text{记以(II)} \end{cases}$$

4. 修正因子 F 及 P 、 Q 的实验检验

定义修正因子 $F = \frac{F_X}{F_Y}$, 其中:

$$F_X = \frac{X}{I_1}, \quad F_Y = \frac{Y}{I_1}$$

可以通过实验直接测得 F 。用不同的光电接收器 D_X 、 D_Y 来检测同一束强度为 I 且随时间作周期性变化的光束, 测得它在 X - Y 记录仪上的 X 轴输入及 Y 轴输入上的响应幅度分别为 X_F 、 Y_F :

$$X_F = F_X I, \quad Y_F = F_Y I,$$

则 $F = \frac{X_F}{Y_F} = \frac{F_X}{F_Y}$ (27)

于是 $P = \frac{p_3}{D_0 p_1} \cdot \frac{Y_0}{X_0} \Big|_{\eta \rightarrow \infty} \cdot F$ (28)

$$Q = \frac{D_0 p_1}{p_3} \cdot \frac{X_0}{Y_0} \Big|_{\eta=0} \cdot \frac{1}{F}$$
 (29)

$$\frac{Y_0}{X_0} \cdot F = D_0 \frac{p_1}{p_3} \cdot \frac{1 + \eta^2 P}{\eta^2 + Q}$$
 (30)

由 (9)、(10) 两式可知, P 、 Q 与反射率 R_1 、 R_3 及透过率 T 有关, 只要在实验时测得反透比 $\frac{R_3}{T}$ 及 $\frac{R_1}{T}$, 则可根据 (9)、(10) 二式对 P 、 Q 进行实验检验。

四、数据处理和程序框图

1. 数据处理

由 n 、 k 、 d 求 P 、 Q 、 Δ 为解析计算, 反过

来由 P 、 Q 、 Δ 求 n 、 k 、 d 为非解析计算, 一般需要假设 n 、 k 、 d 值在计算机上进行累试计算。若设评价函数为 F_V ,

$$F_V = \frac{1}{3} [c_1(P_s - P_m)^2 + c_2(Q_s - Q_m)^2 + c_3(\Delta_s - \Delta_m)^2]^{1/3} \quad (31)$$

理采用“求总极值的统计试验法”^[9]。

2. 计算程序框图(见图 7)

五、测试计算结果举例

进行了三种薄膜样品的测试计算, 其中一种为弱吸收膜(Cr_2O_3 膜), 两种为强吸收膜(黑 Cr 膜、渗碳不锈钢薄膜), 它们的编号分别为 1#、6# 和 9#。根据原始数据和椭圆形状, 对上述样品的测量值进行自校准, 并在计算机上进行数据处理, 计算出它们的 n 、 k 、 d , 然后将测试计算结果与椭圆仪的测定结果进行比较, 其结果见表 2。

结果表明, 两种方法测定薄膜的 n 、 k 、 d 结果基本一致。对弱吸收膜来说, 吻合得更好一些, 最大偏差 $< 5\%$, 而对强吸收膜, 其最大偏差约为 15% 。

参 考 文 献

- [1] P. S. Hauge et al.; *IBM J. Res. Develop.*, 1974, **17**, 472.
- [2] 吴启宏;《北京光学》, 1981, No. 2-3, 5.
- [3] 严樟根等;《中国真空学会第二届年会论文集》, 1983, **2**, 246.
- [4] J. Shamir et al.; *Appl. Opt.*, 1975, **14**, 5053.
- [5] J. Shamir; *Appl. Opt.*, 1976, **15**, No. 1, 120.
- [6] Y. Demnour et al.; *Appl. Opt.*, 1978, **17**, No. 23, 3738.
- [7] M. 玻恩, E. 沃耳夫;《光学原理》, 1975 年版。
- [8] 北京大学物理系;《光学》, 1977 年再版。
- [9] 郑权等;《应用数学学报》, 1978, **1**, No. 2, 161.

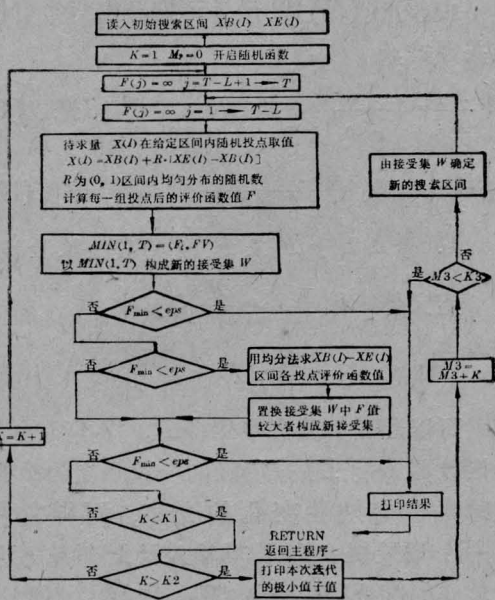


图 7 求总极值的统计试验法程序流程图

T —统计指标; L — W 集最少子集数; K_1 —投点数下限; K_2 —投点数上限; K_3 —总投点数上限

其中: P_m 、 Q_m 、 Δ_m 为测量值, P_s 、 Q_s 、 Δ_s 为假设计算值, c_1 、 c_2 、 c_3 为加权因子。则求解 n 、 k 、 d 问题归结为求 F_V 最小值问题。数据处

表 2

薄膜样品			自校准误差		测试计算结果						
编号	衬底材料	薄膜材料	式(I)	式(II)	测试方法	n	k	$d(\text{Å})$	偏差		
1#	玻璃	Cr_2O_3	1.0%	0.3%	干涉法	2.20	0.05	512	n	k	d
					椭偏法	2.20	0.05	530	0%	0%	3.4%
6#	玻璃	黑 Cr	1.2%	0.4%	干涉法	2.88	1.57	560	n	k	d
					椭偏法	2.69	1.85	560	7.1%	15.1%	0%
9#	玻璃	渗碳 不锈钢	2.1%	0.0%	干涉法	2.69	1.11	637	n	k	d
					椭偏法	2.51	1.29	590	7.2%	14.0%	6.8%