

DDI 法测薄膜光学常数

谷晋骐 郑永星

(天津大学应用物理系, 天津 300072)

提要 双光束双波长激光干涉(DDI)法采用自行设计的可调双波长氦氖激光器作光源,可在同一光路中通过两次测量获得薄膜样品两个波长(0.633 μm, 3.39 μm)下的光学常数,即折射率、消光系数和厚度。论述了测量原理、测量装置和测量结果。

关键词 DDI, 薄膜, 光学常数

1 引言

薄膜技术的发展和日益广泛应用,要求提供更加有效和简捷的方法测量薄膜的光学常数,即薄膜的折射率 n , 消光系数 k 和厚度 h 。文献[1,2]所报道的双光束激光干涉(DI)法,作者虽称可以一次测量得到薄膜的三个光学常数,但由于 n, k, h 不是互相独立的^[3],而且厚度所引起的光波相位的变化是准周期性的,因而会导致测量结果的多值性^[4]。为克服此缺点,我们设计了双光束双波长激光干涉(DDI)法。该方法可在同一光路中通过两次测量确定薄膜在红外(3.39 μm)和可见(0.633 μm)两个波长下的光学常数值。利用两个波长下厚度测量结果的自治性,可以有效地排除多值性,确定真值。

2 测量原理

图 1 中, E_1 和 E_4 为一束平面单色光的 TE 波分为两束相干光的电矢量,相应的透射光、反射光以及它们之间的干涉光的电矢量符号如图 1 所示。设图 1 中区域 1,3,4 为无吸收的各向同性介质,区域 2 为待测薄膜层。若 E_1, E_4 的入射角为 θ_1 和 θ_4 ,相应的光学导纳为

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

若 r_i 和 t_i 代表样品的复反射系数和复透射系数,由图 1 可见

$$E_{11} = r_1 E_1 = |r_1| \exp(i\varphi_1) E_1 \quad (2)$$

$$E_{13} = t_1 E_1 = |t_1| \exp(ix_1) E_1 \quad (3)$$

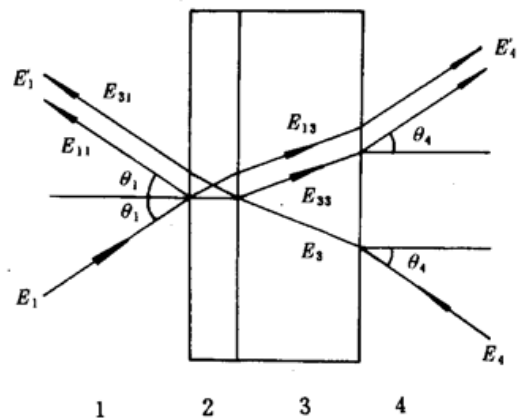


Fig. 1 Measured sample and measuring beams

$$E_{33} = r_3 E_3 = |r_3| \exp(i\varphi_3) E_3 \tag{4}$$

$$E_{31} \Rightarrow t_3 E_3 = |t_3| \exp(i\alpha_3) E_3 \tag{5}$$

式中 E_1 和 E_3 的电矢量总可有如下关系

$$E_3 = \zeta \exp(i\phi) E_1 \tag{6}$$

式中 ζ 和 ϕ 为实数, 光波的能流密度为

$$I = \frac{P}{2c\mu_0} |E|^2 \tag{7}$$

其中 c 为光速, μ_0 为真空磁导率. 此方法的实测量为 I_4 和 I_1 , 由 Fresnel 公式可知

$$I_4 = \frac{4P_3 P_4}{(P_3 + P_4)^2} I_3 = D_0 I_3 \tag{8}$$

经推导可得

$$I_1 = x_0 + A_x \cos(\varphi_x + \phi) \tag{9}$$

$$I_4 = y_0 + A_y \cos(\varphi_y + \phi) \tag{10}$$

式中

$$x_0 = \frac{P_1}{2c\mu_0} [|r_1|^2 + |t_3|^2 \zeta^2] |E_1|^2 \quad y_0 = \frac{D_0 P_3}{2c\mu_0} [|r_3|^2 \zeta^2 + |t_1|^2] |E_1|^2$$

$$A_x = \frac{P_1}{2c\mu_0} 2\zeta |r_1| |t_3| |E_1|^2 \quad A_y = \frac{D_0 P_3}{2c\mu_0} 2\zeta |r_3| |t_1| |E_1|^2$$

$$\varphi_x = \alpha_3 - \varphi_1 \quad \varphi_y = -\alpha_1 + \varphi_3$$

如果使 ϕ 作周期性变化, 则(9), (10) 两式即是椭圆的参数方程, 将两个光电接收器检测的光电信号输入到 x - y 记录仪, 即可画出一个椭圆, 如图 2 所示。

若令 Δ 代表两个干涉信号的相位差, 则由图 2 可测出

$$\Delta = \sin^{-1} \frac{Y'}{A_y} \tag{11}$$

引入无量纲参量

$$S = \frac{y_0}{x_0} = \frac{D_0 P_3}{P_1} \frac{|r_3|^2 \zeta^2 + |t_1|^2}{|r_1|^2 + |t_3|^2 \zeta^2} \tag{12}$$

$$W = \frac{A_y}{A_x} = \frac{D_0 P_3}{P_1} \frac{|r_3| |t_1|}{|r_1| |t_3|} = D_0 \frac{|r_3|}{|r_1|} = D_0 \left(\frac{R_3}{R_1} \right)^{1/2} \tag{13}$$

$$P = \frac{|r_3|^2}{|t_1|^2} = \frac{P_3}{P_1} \frac{R_3}{T} \tag{14}$$

$$Q = \frac{|r_1|^2}{|t_3|^2} = \frac{P_1}{P_3} \frac{R_1}{T} \tag{15}$$

测量时, 通过两种波长记录所得到的 Δ , S , W 值, 从(11), (12), (13) 三个方程即可确定待测薄膜的光学参数. P , Q 可以直接测出. 由(13), (14), (15) 式可知

$$S = \frac{D_0 P_1}{P_3} \cdot \frac{P \zeta^2 + 1}{Q + \zeta^2} \tag{16}$$

$$W = \frac{D_0 P_1}{P_3} \left(\frac{P}{Q} \right)^{1/2} \tag{17}$$

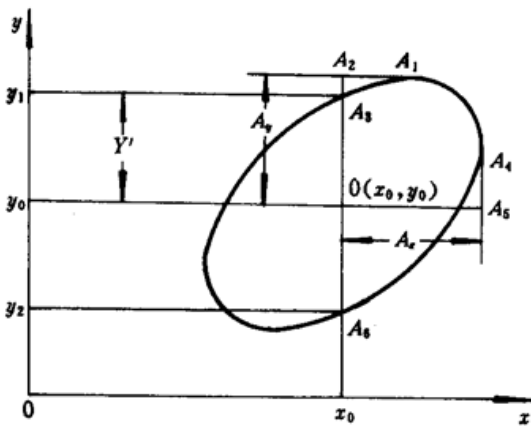


Fig. 2 Ellipse figure

由(16)式可知,如果 $E_1 = 0$,即只有 E_4 入射时,相当于 $\zeta \rightarrow \infty$,则

$$P = \frac{P_3}{D_0 P_1} S(\zeta \rightarrow \infty)$$

如果 $E_4 = 0, E_1 \neq 0$,即是 $\zeta \rightarrow 0$,则

$$Q^{-1} = \frac{P_3}{D_0 P_1} S(\zeta \rightarrow 0)$$

将实测所得 P, Q 值与记录所得 W 值代入(17)式,如果相符,则证明测量数据无误,然后输入计算机即可求得光学常数值。

3 测量装置

测量装置框图如图 3 所示。

光源为带布儒斯特窗的可调双波长氦氖激光器,通过透镜变换使高斯光束的光腰成像于样品,偏振方向垂直于入射面的输出激光经平面镜 M_1 反射后,通过调制器 ST,再经平面镜 M_2 反射,通过透镜 L 到分光镜 BS。BS 将光波分为两束。反射光束射到压电陶瓷 PZT 端面上的平面镜 M_3 ,反射后再透过 BS 入射到样品 SA 上,此即 E_1 。透射光经平面镜 M_4, M_5 反射后由 SA 的衬底入射,此即 E_4 。若在 PZT 上加超低频锯齿波电压,则薄膜两侧入射光束间存在一个按锯齿波频率变化的相位差。当电压使 PZT 的伸缩幅度足以产生大于 2π 的相位差时,光电接收器 D_x, D_y 接收的干涉信号输入到 $x-y$ 记录仪后即可得到图 2 所示的椭圆。测量中,首先取得 $0.633 \mu\text{m}$ 可见光下的数据,然后调节激光器放电电流,使输出 $3.39 \mu\text{m}$ 红外激光,即可取得红外光下的数据。

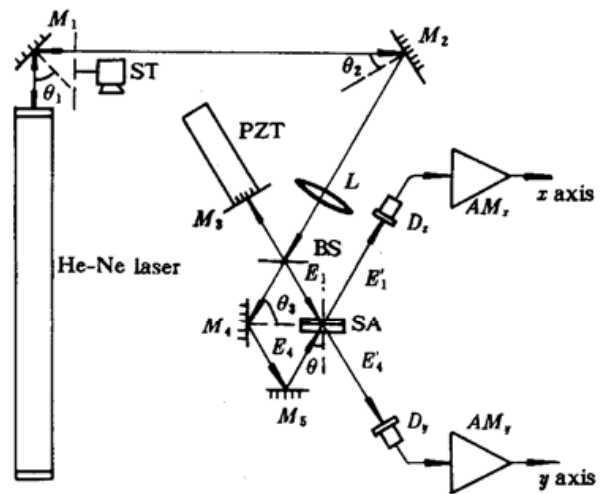


Fig. 3 Schematic diagram of the DDI system

可调双波长氦氖激光器是本装置的关键部件,众所周知, $3.39 \mu\text{m}$ 和 $0.633 \mu\text{m}$ 激光振荡的上能级均为 $3S_2$,这就决定它们之间存在着剧烈的竞争效应。设它们的小信号增益系数为

$$g(\nu) = \left(N_1 - \frac{g_2}{g_1} N_2 \right) \frac{A_{21} c^2}{8\pi n^2 \nu_0^2} f(\nu)$$

并设两条谱线的线形函数 $f(\nu)$ 均为高斯型。粗略地估算即可导出 $g(\nu) \propto \lambda^3$ 。式中 λ 为波长,显然 $3.39 \mu\text{m}$ 比 $0.663 \mu\text{m}$ 振荡增益要高得多。所以,激光器参数稍有不当地, $0.633 \mu\text{m}$ 根本无法起振^[5],以往调谐输出波长的办法,均较复杂,不便使用。

最理想的办法是仅仅调节放电电流即可调谐输出波长。为此,我们在理论估算的基础上,做了 10 支用低膨石英管支撑腔镜的激光器,就放电条件与两种波长输出特性的关系进行了实验研究,并设计出特殊膜系的反射镜,兼容双波长振荡反射率的要求,最终研制成功这种新型可调双波长氦氖激光器。激光器放电电流在 $3 \sim 4 \text{ mA}$ 范围内,仅输出 $0.633 \mu\text{m}$ 激光,最大输出 3.13 mW ;大于 13 mA 时,仅输出 $3.39 \mu\text{m}$ 激光,最大输出 2.80 mW ,完全满足 DDI 方法的要求。

4 实验结果和讨论

利用 DDI 方法,我们测试了多种石英衬底的薄膜样品,均获满意结果,下面给出一例太阳能电池研制中用到的石英玻璃上镀金属铂的测试结果,样品由中国科学院有色金属研究院提供,测量曲线和测量结果见图 4 和表 1。测量波长图 4(a) 为 $0.633 \mu\text{m}$, (b) 为 $3.39 \mu\text{m}$ 。

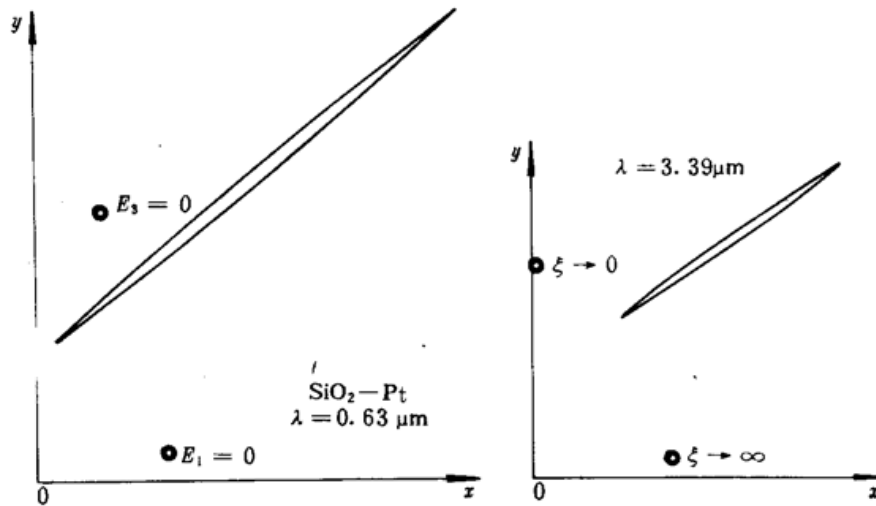


Fig. 4 Pt film measurement ellipse

Table 1 Measurement results of Pt film optical constants

Film sample	Wavelength (μm)	Optical constant		
		n	$k(\times 10^{-3})$	h (nm)
Pt	0.633	1.94	652.7	25.6
	3.39	3.94	852.8	24.6

由于测试是在同一光路下进行的,所以表 1 中两种波长下折射率和消光系数的不同,反映了材料的色散性质。几何厚度相差 1 nm ,是在误差范围之内,恰好说明 DDI 方法几何厚度测量结果的自洽性。

椭偏光仪一次测量只能确定薄膜在一种波长下三个光学常数中的两个。此外,椭偏光仪对消光系数的变化是不敏感的。由理论计算可知,当薄膜的消光系数从 2×10^{-3} 变到 4×10^{-3} ,对椭偏光仪而言,测量数据 Δ 值变化为 0.1° , ψ 值变化为 0.01° ,对 DDI 法而言,干涉信号的位相差 Δ 则成倍变化,这一点对提高测量准确度是十分有利的。我们曾对不同光学常数的 ZrO_2 , MgF_2 , SiO_2 , ZnS 四种薄膜的测试误差进行理论分析和模拟分析,结果表明,DDI 法对 n , k 和 h 测量不确定度分别不大于 0.01 , 5×10^{-4} 和 2 nm 。

5 结 论

综上所述,DDI 法主要有以下优点:(1) 两次测量可得到样品两种波长下的光学常数值;(2) 所有的测量数据均为相对值,不必进行绝对测量;(3) 测量结果是自校准的,双波长几何厚度的自洽性排除了伪解;(4) 对消光系数变化的高度敏感性;(5) 可提供样品的色散信息。

参 考 文 献

- 1 J. Shamir. Double-beam interferometers for analysis of films. *Opt. Eng.*, 1980, 6 : 801
- 2 J. Shamir. Optical parameters of partially transmitting thin films. *Appl. Opt.*, 1976, 19(1) : 120
- 3 M. 玻恩, E. 沃耳夫. 光学原理. 北京: 科学出版社, 1978. 836~842
- 4 R. A. Soliand, H. H. Soonpaa. Evaluation of the Shamir-Graff method for measuring optical constants of thin films. *Appl. Opt.*, 1979, 18(20) : 3379
- 5 A. Dienes. Polarization-dependent gain saturation and nonlinearity-induced anisotropy in the 3.39 μm He-Ne laser amplifier. *IEEE J. Quant. Electr.*, 1969, QE-3 : 162

DDI Method for Measuring Optical Constants of Thin Films

Gu Jinqi Zheng Yongxing

(Department of Applied Physics, Tianjin University, Tianjin 300072)

Abstract By a double-beam and double-wave interferometric (DDI) method, the optical constants of thin films, i. e. refractive index, extinction coefficient and thickness may be determined in infrared (3.39 μm) and visible (0.633 μm) ranges at the same optical path with a tunable double wave He-Ne laser designed by ourselves. The measuring principle and the device are described.

Key words DDI, thin film, optical constant