

基于偏振光反射多点法测量薄膜参数

周进朝 宋亚杰 曾宪佑 王泽斌 黄佐华

(华南师范大学物理与电信工程学院量子信息技术实验室, 广东 广州 510006)

摘要 依据偏振光反射原理和多角度测量的多点拟合算法, 实现了对薄膜材料折射率和厚度的精确测量。将高准直半导体激光入射到薄膜样品与空气分界面上, 逐步旋转样品或改变样品表面的入射角, 得到待测样品的反射率随入射角变化曲线。在曲线上取不同入射角处所对应的反射率, 根据计算公式求解出多组薄膜厚度和折射率。利用已测量的多组反射率与求解出的薄膜参数相应反射率拟合后可确定出薄膜参数最优解。在求出的薄膜参数附近拓展一定范围再次拟合, 可求出更精确的薄膜参数。基于此方法测量了 SiO_2 薄膜的折射率和厚度, 测量折射率误差不超过 0.3%, 厚度误差不超过 0.07%。

关键词 薄膜; 折射率; 厚度; 偏振光; 反射

中图分类号 O436 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/CJL201239.1207002

Thin Film Parameters Based on Polarized Light Reflected from the Multi-Point Measurement

Zhou Jinzhao Song Yajie Zeng Xianyou Wang Zebin Huang Zuohua

(Laboratory of Quantum Information Technology, School of Physics and Telecommunication Engineering, South China Normal University, Guangzhou, Guangdong 510006, China)

Abstract Based on the reflection principle of polarized light and measurement of multi-angle multi-fitting algorithm, the accurate measurements of the refractive indexes and thicknesses for the film materials are achieved. When highly collimated diode laser incidents on the interface between thin films and air, the curve of reflectivity varying with the incident angle is obtained by gradually rotating the sample or changing the incident angle of the sample surface. Multiple solutions of film thicknesses and refractive indexes can be solved by using reflectivities from the different angles in this curve based on calculation formula. Its optimal solution can be determined by fitting measuring and corresponding computational reflectivities. By multiple expanding the scope of the film parameters and then fitting them, more accurate film parameters can be found out. The refractive index and thickness of the SiO_2 film are measured using this method, of which error of refractive index is less than 0.3% and thickness error is less than 0.07%.

Key words thin films; index of refraction; thickness; polarized light; reflection

OCIS codes 310.6860; 120.5700; 120.1880; 080.1753

1 引言

薄膜厚度及其折射率的精确测量在工业生产和实验研究中具有重要意义, 其测量方法众多, 光学方法的应用广泛。基于光学的测量方法又存在多种, 如椭圆偏振测量法^[1,2]、干涉测量法^[3]、Abeles 方

法^[4]、棱镜耦合法^[5~10]、偏振光反射法^[11~15]等。其中反射率法可以根据三个不同入射角的反射率求解薄膜参数。

同常规三点反射法相比^[11], 本文进行了多角度测量反射率, 并采用拟合算法提高了实验精确度。

收稿日期: 2012-07-25; **收到修改稿日期**: 2012-08-18

基金项目: 广东省科技计划项目(C60109, 2006B12901020)和教育部高等学校博士学科点专项科研基金资助课题。

作者简介: 周进朝(1984—), 男, 硕士研究生, 主要从事光电技术与系统、薄膜测量技术和光波导等方面的研究。

E-mail: zzzhoujinzhao@126.com

导师简介: 黄佐华(1961—), 男, 硕士, 硕士生导师, 教授, 主要从事光信息处理、光电技术与系统和近代物理实验教学、椭圆偏振测量技术、位相物体成像及光声光谱技术等方面的研究。E-mail: zuohuah@163.com(通信联系人)

模拟实验结果表明,此方法可有效提高测量精度,并可为薄膜参数的精确测量提供一定的参考。

2 实验测量原理

2.1 偏振光反射法基本原理及三点拟合算法

以 s 偏振光入射到各向同性的待测薄膜样品上,其中 n_0, n_1, n_2, d_1 分别为空气、薄膜、衬底的折射率和薄膜的厚度,反射光路原理图如图 1 所示。

根据折射定律以及菲涅耳反射公式,薄膜样品反射系数为

$$r_s = \frac{r_{01s} + r_{12s} \exp(-2i\beta_1)}{1 + r_{01s} r_{12s} \exp(-2i\beta_1)}, \quad (1)$$

$$2\beta_1 = \frac{4\pi}{\lambda} d_1 (n_1^2 - n_0^2 \sin^2 \theta_0)^{1/2}, \quad (2)$$

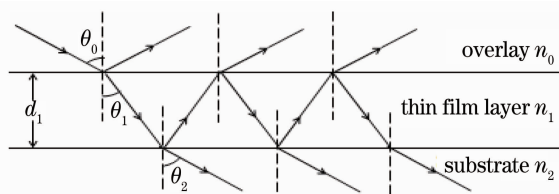


图 1 偏振光反射原理

Fig. 1 Polarized light reflection principle

式中 $2\beta_1$ 为相邻反射光束间相位差,第一界面和第二界面复振幅反射率分别为

$$r_{01s} = \frac{n_0 \cos \theta_0 - n_1 \cos \theta_1}{n_0 \cos \theta_0 + n_1 \cos \theta_1}, \quad (3)$$

$$r_{12s} = \frac{n_1 \cos \theta_1 - n_2 \cos \theta_2}{n_1 \cos \theta_1 + n_2 \cos \theta_2}. \quad (4)$$

薄膜界面反射率为

$$R_s = |r_s|^2, \quad (5)$$

$$d_1 = \frac{\lambda [F_s(n_0, n_1, n_2, \theta_{01}, \lambda) \pm \cos^{-1} G_s(n_0, n_1, n_2, \theta_{01}, \lambda, R_{s1}) + 2m_1 \pi]}{4\pi(n_1^2 - n_0^2 \sin^2 \theta_{01})^{1/2}} = \frac{\lambda [F_s(n_0, n_1, n_2, \theta_{02}, \lambda) \pm \cos^{-1} G_s(n_0, n_1, n_2, \theta_{02}, \lambda, R_{s2}) + 2m_2 \pi]}{4\pi(n_1^2 - n_0^2 \sin^2 \theta_{02})^{1/2}}. \quad (6)$$

膜序数取为 $m_1, m_2 = 0, 1, 2, 3 \dots$; n_0, n_2 为已知,先取两个角 θ_{01}, θ_{02} ,测得两个反射率 R_{s1}, R_{s2} 代入(6)式,通过不断修正 m_1, m_2 ^[11] 可求得 n_1, d_1 。

2.2 多角度测量法原理

基于三点法提出多角度测量方法:1)在一定角度范围内测量多组待测样品的反射率 $R(\theta_{0j})$ (j 为入射角度序号);2)任取两组 $R(\theta_{0j})$,把参量 $(\lambda, n_0, n_2, m, \theta_{01}, R_s)$ 、 $(\lambda, n_0, n_2, m, \theta_{02}, R_s)$ 分别代入(6)式,联立解方程组。膜厚度 d_1 范围未知,可设定膜序数范围为 $0, 1, 2, 3, \dots$,根据不同的 m 值,可求出若干组 (n_1, d_1) 解,据此可计算出相应角度范围内薄膜的反射率 $R'(\theta_{0j})$ 。利用

$$x^2 = \frac{1}{J^2} \sum_{j=1}^J [R'(\theta_{0j}) - R(\theta_{0j})]^2, \quad j = 1, 2, 3 \dots (7)$$

式中 J 为 j 的最大值。将测量反射率与计算反射率 $R'(\theta_{0j})$ 拟合,使得 x^2 取最小值的一组 (n_1, d_1) 即为最佳解;3)如设 n_1 步进步长为 $0.001, d_1$ 步进步长为 0.01 nm,拓展 (n_1, d_1) 范围为 $(n_1 - \Delta n_1 \sim n_1 + \Delta n_1, d_1 - \Delta d_1 \sim d_1 + \Delta d_1)$,逼近拟合,即可得出精确的 (n_1, d_1) 值。

3 数值模拟及数据分析

3.1 可行性验证实验

为验证上述方法的可行性,采用 s 偏振光(入射

光), SiO_2 薄膜 ($n_1 = 1.460, d_1 = 260$ nm) 硅衬底 ($n_2 = 3.858 - 0.018i$),进行模拟实验,模拟 $20^\circ \sim 70^\circ$ 范围内,每间隔 20° 取 25 点反射率的值。考虑到实际测量中存在波噪,对反射率添加 0.1% 的高斯白噪声。取 $(R_{s1} = 0.31435, \theta_{01} = 20^\circ)$ 和 $(R_{s2} = 0.43081, \theta_{02} = 40^\circ)$ 两点, m 为 $0 \sim 4$,图 2 为折射率和薄膜厚度的对应关系图(实线为 70° ,虚线为 60°),3 个交叉点(图中箭头标示),所对应的厚度和折射率的值即为求出的解,具体如表 1 所示。根据

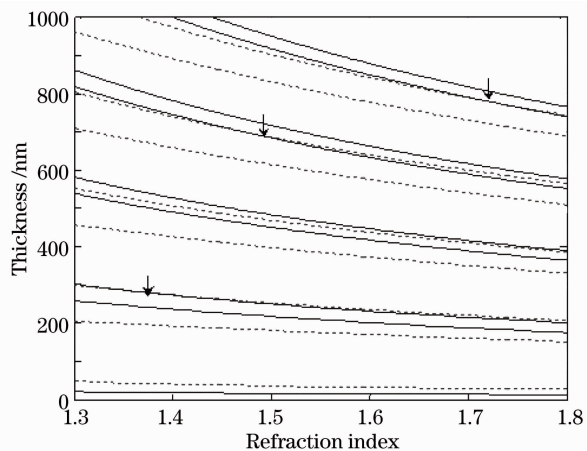


图 2 折射率和薄膜厚度对应关系

Fig. 2 Relation between refractive index and film thickness

表 1 中的数据,通过拟合确定出最接近正确值的膜参数值 $n_1=1.371$,误差为 6.16%, $d_1=280.6119$ nm,误差为 7.92%。

表 1 测量交点值
Table 1 Measured intersection value

m	n_1	d_1/nm
1	1.3710	280.61
3	1.4750	698.36
4	1.7180	780.10

拓展 n_1 取值 1.1710~1.5710,步长为 0.002, d_1 取值为 260.61~300.61 nm,步长为 0.2 nm,求出相应的反射率 $R_{sj}(\theta_{0j})$ 。代入(7)式拟合,得出 $n_1=1.4591$,误差为 0.062%; $d_1=260.61$ nm,误差为 0.23%。而对光学参数为 $n_1=1.460$, $d_1=$

260 nm 的薄膜,三点法测量误差在 2% 左右^[11],可见多点拟合算法有效地提高了测量精度。

3.2 不同厚度薄膜模拟实验

为了验证多点拟合法对不同范围薄膜是否适用,薄膜厚度范围为 0~100 nm 时,加 0.1% 的高斯白噪声,图 3(a)为三点拟合和多点拟合厚度误差对比,图 3(b)为折射率误差对比,可见多点拟合法能有效地降低折射率和厚度的误差。

取薄膜厚度在较大厚度范围 0~1000 nm。图 4(a)为加 0.1% 的高斯白噪声时折射率的误差对比,图 4(b)为厚度误差对比,通过数据分析在 0~1000 nm 范围内多点拟合法能有效的降低误差。

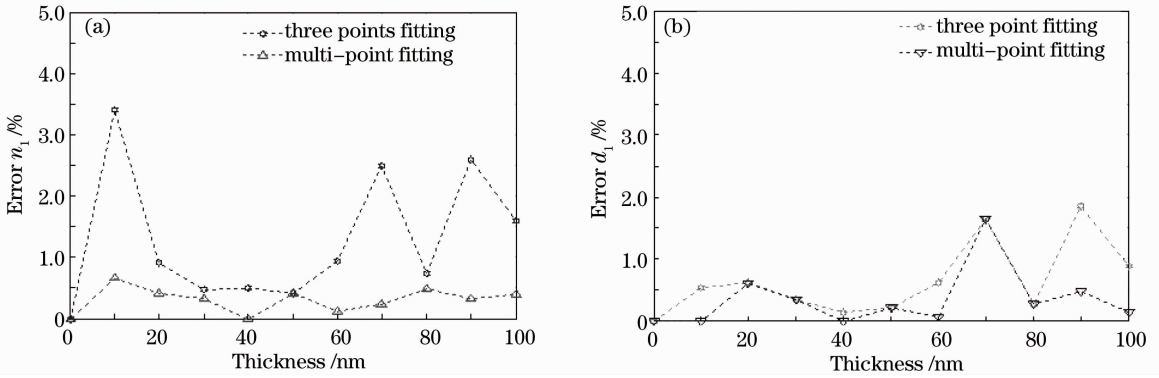


图 3 薄膜厚度范围为 0~100 nm 时(a)折射率误差和(b)厚度误差

Fig. 3 (a) Error of the refractive index and (b) error of the thickness when the range of film thickness is 0~100 nm

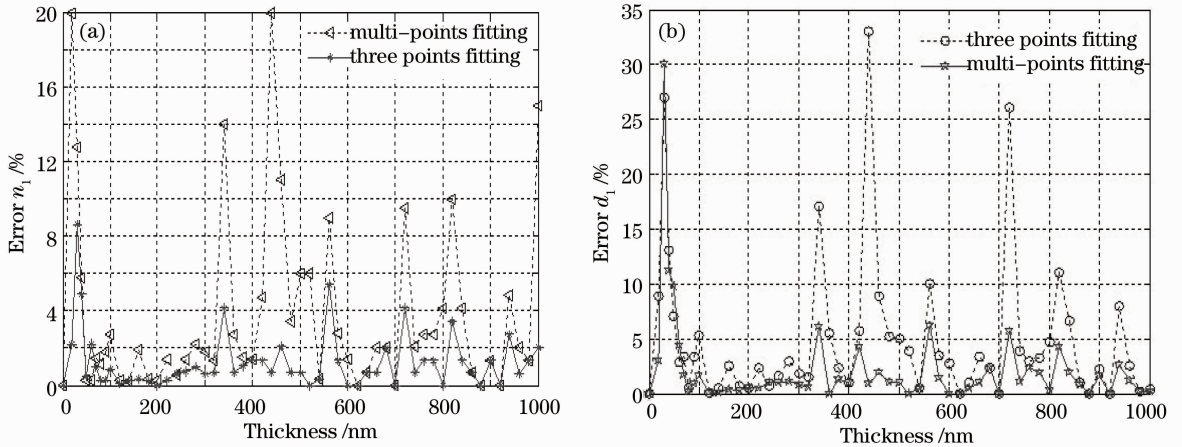


图 4 薄膜厚度范围为 0~1000 nm 时(a)折射率误差和(b)厚度误差

Fig. 4 (a) Error of the refractive index and (b) error of the thickness when the range of the film thickness is 0~1000 nm

4 实验装置及测量结果

4.1 实验光路及装置

图 5 为实验装置图,测试系统主要由光路系统,控制与采集系统和计算机三部分组成,光源为带准

直器的半导体激光光束($\lambda=650$ nm,发散度小于 1 mrad),通过小孔滤除边缘光束,经过起偏器后变成偏振光(选 TE 模或 TM 模),然后经过半反半透镜,再经过小孔射向样品表面,样品放在 $\theta/2\theta$ 仪上,

样品每转动 θ 角, 反射光线转动 2θ 角, 探测器 1 与外转盘相连, 能够保证探测器时刻跟踪反射光, 探测器 2 用来测量经透镜反射回来的光强, 起到光强补偿作用。由计算机控制的步进电机驱动样品的扫描, 探测器接收的光强信号放大处理后经过模/数 (A/D) 转换卡进入计算机, X 方向表示角度, Y 方向表示反射光强, 在屏幕上得到扫描曲线, 由软定位出自准点作为起始相对点, 然后根据转动方向与测量角运算即可得出实际的入射角。

4.2 测量结果及误差分析

入射光为 s 偏振光, $\lambda = 650 \text{ nm}$; 利用美国 7109-L374 椭偏仪测量 SiO_2 薄膜样品的厚度和折射率分别为 710.000 nm 和 1.4700 , 衬底 $\text{Si}(n_2 = 3.858 - 0.018i)$;

在 $0^\circ \sim 90^\circ$ 范围内, 逐步旋转样品或改变样品的入射角, 得到反射率随入射角变化曲线如图 6 所示。

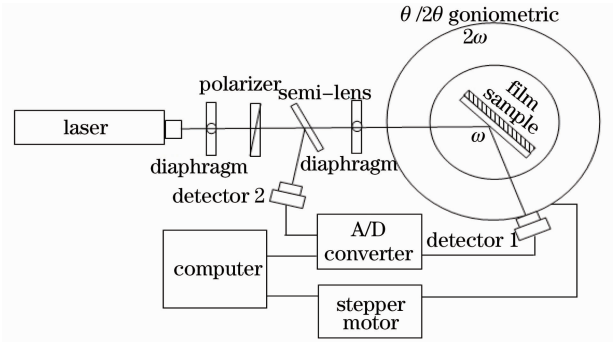


图 5 实验装置

Fig. 5 Experimental device

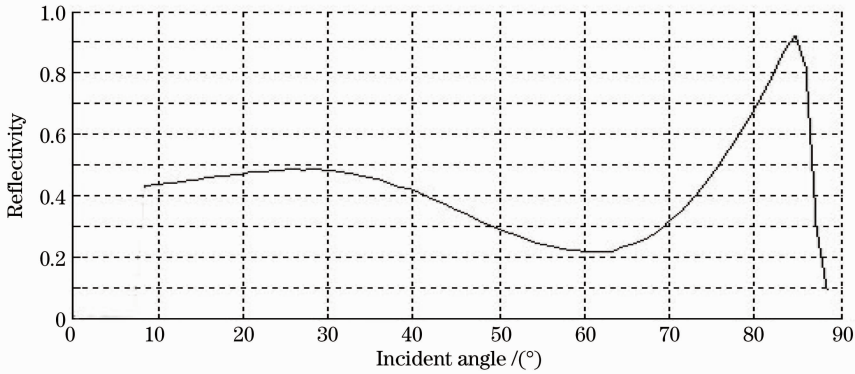


图 6 测量样品反射率曲线

Fig. 6 Reflectance curve of the measuring sample

选取在 $30^\circ \sim 70^\circ$ 内多个入射角, 其中角度和光强反射率可直接由软件快速定位读取, 测量在小范围内进行拓展多点拟合, 设 n_1 步进步长为 0.001 , d_1 步进

步长为 0.01 nm , 拓展 (n_1, d_1) 范围为 $(n_1 - \Delta n_1 \sim n_1 + \Delta n_1, d_1 - \Delta d_1 \sim d_1 + \Delta d_1)$, 逼近拟合, 即可得出精确的 (n_1, d_1) 值, 处理结果如表 2 所示。

表 2 样品的测量结果

Table 2 Measurements of film samples

Measurement times	1	2	3	4	5	Average	Standard deviation
$\theta / (^\circ)$	30.2173	40.4132	50.5752	60.0231	70.7738		
n	1.4762	1.4747	1.4746	1.4756	1.4752	1.4755	0.00062
d_1 / nm	711.99	709.39	710.77	710.67	709.97	710.56	0.97699

测量 SiO_2 薄膜的折射率和厚度如表 2 所示, 其中 θ 为测量角, d_1 为薄膜厚度, 由标准差计算式

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{N(N-1)}}$$

在 $n = 1.4755 \pm 0.00062$, 厚度测量值与平均值的偏差在 $d_1 = (710.56 \pm 0.97699) \text{ nm}$, 测量值与标准值之间的折射率误差不超过 0.3% , 厚度误差不超过 0.07% ; 由于激光的性质与测量薄膜表面情况的影响, 测量反射曲线上会有一定噪声, 对测量谱线的

平滑度有较大的影响, 因此所用光源质量将直接影响折射率的测量精度, 本实验采用的是带准直器的半导体激光光束, $\lambda = 650 \text{ nm}$ 、发散度小于 1 mrad 、稳定性为 0.17% 。

5 结 论

依据偏振光反射原理和多角度测量的多点拟合算法, 实现了对 SiO_2 薄膜材料的折射率和厚度的精确测量。在三点法的基础上对偏振光反射测量法进

行了改进,提出了精确计算方法,与 Kihara 等^[11]的测量结果相比有效降低了实验误差;模拟实验结果证明此方法可有效提高测量精度,有助于薄膜参数的精确测量。

参 考 文 献

- 1 Huang Zuohua, He Zhenjiang, Yang Guanling *et al.*. The multifunctional ellipsometer [J]. *Optical Technique*, 2001, **27**(9): 432~434
黄佐华,何振江,杨冠玲等. 多功能椭圆测厚仪[J]. 光学技术, 2001, **27**(5): 432~434
- 2 Huang Zuohua, He Zhenjiang. The optical methods for measuring the thickness and refractive index of thin films[J]. *Modern Scientific Instruments*, 2003, **4**: 42~44
黄佐华,何振江. 测量薄膜厚度及其折射率的光学方法[J]. 现代科学仪器, 2003, **4**: 42~44
- 3 M. Chiu, J. Leeand, D. Su. Complex refractive-index measurement based on Fresnel's equations and the use of heterodyne interefrometry [J]. *Appl. Opt.*, 1999, **38**(13): 2936~2939
- 4 R. M. A. Azzam, A. R. M. Zaghoul. Polarization-independent reflectance matching (PRIM): a technique for the determination of the refractive index and thickness of transparent films[J]. *Optics (Paris)*, 1977, **8**(3): 201~205
- 5 H. Nodera, I. Awai, J. I. Lkenoue. Refractive index measurement of bulk materials: prism coupling method [J]. *Appl. Opt.*, 1982, **22**(8): 1944~1947
- 6 P. K. Tien, R. Ulrioh. Theory of prism-film coupler and thin-film light guides [J]. *J. Opt. Soc. Am.*, 1970, **60**(10): 1325~1337
- 7 Zhao Xiaoxiang, Xu zhengquan. Measurement of refractive index of substrate maerrials [J]. *Chinese J. Lasers*, 1992, **19**(6): 426~429
- 8 Li Honggen, Shen Qishun, Cao Zhuangqi *et al.*. Direct coupling for double metal-cladding waveguides[J]. *Acta Optica Sinica*, 2002, **22**(8): 924~926
李红根,沈启瞬,曹庄琪等. 双面金属包覆介质波导的直接耦合方法[J]. 光学学报, 2002, **22**(8): 924~926
- 9 S. Herminghaus, B. A. Smitch, J. D. Swalen. Electrooptic coefficients in electric field-poledpolymer waveguides[J]. *J. Opt. Soc. Am. B*, 1991, **18**(6): 2311~2316
- 10 R. ulrich. R. Torge. Measurement of thin film parameters with a prim coupler [J]. *Appl. Opt.*, 1973, **12**(12): 2901~2905
- 11 T. Kihara, K. Yokomori. Simultaneous measurement of refractive index and thickness of thin film by polarized reflectances [J]. *Opt. Complex Systems*, 1990, **29**(34): 5069~5073
- 12 A. Rosencwaig, J. Opsal, D. L. Willenbory *et al.*. Beam profile reflectometry: a newtechnique for dielectric film measurements [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1992, **60**(11): 4482~4487
- 13 Zhang Shaodi, Sun Honghai. High precision method of long-ranged laser spot position measurement[J]. *Chinese J. Lasers*, 2012, **39**(7): 0708003
张少迪,孙宏海. 远距离激光光斑位置高精度测量方法[J]. 中国激光, 2012, **39**(7): 0708003
- 14 Zhang Jianing, Han Xiuyou, Song Hongyan *et al.*. Study on time delay characteristics of integrated waveguide microring resonator with tunable coupler[J]. *Acta Optica Sinica*, 2010, **30**(7): 2098~2103
张佳宁,韩秀友,宋红妍等. 可调耦合器结构集成波导微环谐振腔延时特性研究[J]. 光学学报, 2010, **30**(7): 2098~2103
- 15 Cui Naidi, Liang Jingqiu, Liang Zhongzhu *et al.*. Photonic crystal single channel side-coupled waveguide with parallel resonators[J]. *Acta Optica Sinica*, 2012, **32**(2): 0223001
崔乃迪,梁静秋,梁中翥等. 并联谐振腔光子晶体单通道侧面耦合波导[J]. 光学学报, 2012, **32**(2): 0223001

栏目编辑：韩 峰