

偏振光反射法测量薄膜参数

周进朝 余文芳 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 根据偏振光反射原理和多角度测量的多点拟合算法,研究了薄膜材料的厚度、实际测量中的噪声、特殊入射角三个因素对薄膜参数测量精度的影响。对 SiO₂ 薄膜样品进行数值模拟分析,结果表明,薄膜厚度大于 150 nm 时的反演误差较小,50 nm 以下的薄膜反演误差较大;噪声越小测量精度越高;SiO₂ 薄膜存在特殊的入射角,该角选为初始入射角将出现较大误差甚至错误,测量时应避开。若初始入射角的选取偏离特殊角 $\pm 2^\circ$,即可消除特殊点所带来的影响。

关键词 测量;薄膜;折射率;偏振光;反射

中图分类号 O436

文献标识码 A

doi: 10.3788/LOP49.121201

Polarized Light Reflection Method for Measuring Thin Film Parameters

Zhou Jinzhao Yu Wenfang 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 principle of reflection of polarized light and measurement of multi-angle multi-fitting algorithm, the influences of the film thickness of the material, the noise factor in actual measurement and the special angle of incidence on the measurement accuracy of film parameters are studied. Numerical simulation of SiO₂ thin film sample analysis shows that the inversion error is smaller when the film thickness is greater than 150 nm, while it is large for film thickness below 50 nm; the smaller the noise the higher the measurement accuracy; there is a special angle of incidence for SiO₂ films large error even wrong result will be generated if the initial angle of incidence is set at this special value. Selecting the initial angle of incidence to deviate from the special angle by $\pm 2^\circ$ can eliminate the impact of special points.

Key words measurement; thin film; refraction index; polarized light; reflection

OCIS codes 120.5700; 310.2790; 310.0310; 120.5710

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,光学方法则是应用最为广泛的方法之一。基于光学的测量方法又有多种,如椭圆偏振测量法^[1,2]、干涉测量法^[3]、阿贝勒(Abeles)方法^[4]、棱镜耦合法^[5~9]、偏振光反射法^[10~17]等。其中反射率法可以根据3个不同入射角的反射率求解出薄膜参数。同常规三点反射法相比^[11],通过多角度测量反射率并采用拟合算法可提高实验精确度;然而在用偏振光反射法测量薄膜参数时,薄膜本身的厚度、实验仪器本身和待测样品表面一些性质所产生的波动噪声以及入射点的选择对测量都会有一定的影响。本文以偏振光反射法为研究对象,对这3方面

收稿日期: 2012-08-08; 收到修改稿日期: 2012-08-27; 网络出版日期: 2012-10-19

基金项目: 广东省科技计划(C60109, 2006B12901020)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、薄膜测量技术及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,教授,主要从事光信息处理、光电技术与系统、椭圆偏振测量技术、相位物体成像及声光光谱技术等方面的研究。E-mail: zuohuah@163.com(通信联系人)

因素做具体分析,结果可为薄膜参数的精确测量提供一定参考。

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,令 n_0, n_1, n_2, d_1 分别为空气、薄膜、衬底的折射率及薄膜的厚度。反射光路原理如图 1 所示。

根据折射定律以及菲涅耳反射公式,若 $2\beta_1$ 为相邻反射光束间的相位差,则薄膜样品反射系数为

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

式中

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

在第一界面和第二界面处, s 偏振光的复振幅反射系数分别为 r_{01s} 和 r_{12s} :

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

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

在薄膜界面处反射率为

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

综合以上几式,可得

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

对于(6)式,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 即可求得 n_1, d_1 [11]。

2.2 多角度测量法

本文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,求出若干组 (n_1, d_1) 解,据此计算出相应角度范围内薄膜的反射率 $R'(\theta_{0j})$ 。根据

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

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 透明衬底薄膜样品模拟

对透明膜($n_1 = 1.53, d_1 = 1000$ nm),石英衬底($n_2 = 1.46$)薄膜进行模拟实验。s 偏振光,采用 2° 的间隔,共取 25 个点的反射率值,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 $(R_{s1} = 0.31435, \theta_{01} = 20^\circ), (R_{s2} = 0.43081, \theta_{02} = 40^\circ)$ 两点, m 为 $1 \sim 5$,图 2 为折射率和薄膜厚度的对应关系图(实线是 70° ,虚线是 60°),二者交叉点(图中箭头标示)所对应的厚度和折射率的值即为求出的解,具体解由表 1 给

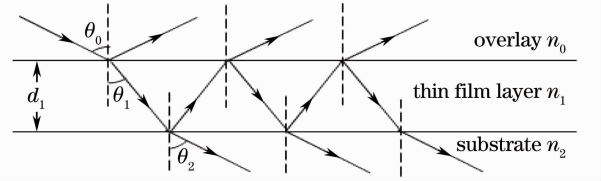


图 1 偏振光反射原理

Fig. 1 Principle of polarized light reflection

出。通过三点拟合得出薄膜参数为 $d_1 = 1031.14$ nm、 $n_1 = 1.515$ ；经过多点拟合得出薄膜参数 $d_1 = 997.6202$ 、 $n_1 = 1.5310$ 。三点拟合误差为 d_1 (3.1%)、 n_1 (3.4%)，多点拟合误差为 d_1 (0.34%)、 n_1 (0.06%)。由数据对比可见，对于透明衬底薄膜样品，多点拟合算法有更高的测量精度。

表1 测量交点值

Table 1 Intersection values

m	1	2	3	4	5
n_1	1.398	1.705	1.464	1.515	1.398
d_1 /nm	365.82	656.25	792.13	1031.14	1301.07

3.2 厚度和测量噪声对测量的分析

对不同厚度的薄膜样品，波长 λ 不变，高斯白噪声强度分别取 1%、0.1%、0.01%，以硅 ($n_2 = 3.858 - 0.018i$) 为衬底， SiO_2 薄膜 ($n_1 = 1.460$) 为样品，薄膜厚度范围为 0~300 nm (每间隔 10 nm 取一组薄膜参数)，入射角度范围取 $20^\circ \sim 70^\circ$ ，每间隔 2° 取反射率值，进行多点拟合模拟。误差变化情况如图 3、图 4 所示：1) 当薄膜厚度小于 50 nm 时， n_1 、 d_1 的误差都较大。2) 当厚度大于 50 nm 时，若反射率附加误差为 1%，则最大厚度误差为 6%，最大折射率误差为 4.2%；若反射率附加误差为 0.1%，则厚度误差最大为 2.2%，折射率误差最大为 2.1%；若反射率附加误差为 0.01%，则模拟厚度和折射率误差最大误差为 1.4%。

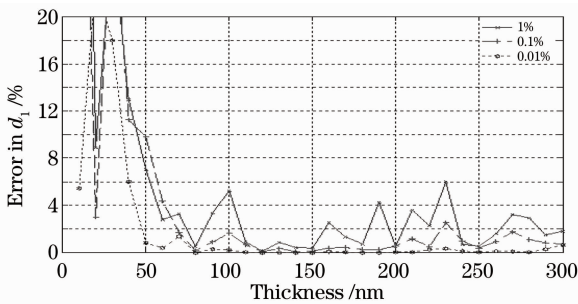


图3 厚度误差

Fig. 3 Error in thickness

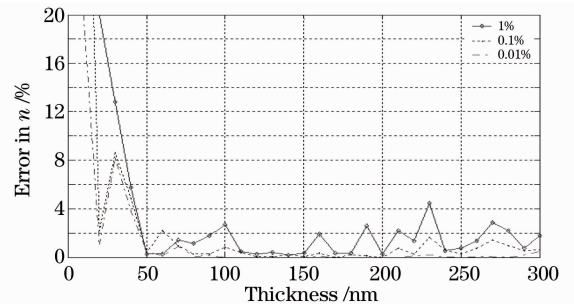


图4 折射率误差

Fig. 4 Error in refractive index

薄膜厚度在 100~1000 nm 范围内，每间隔 2° 取反射率的值，加 0.1% 的高斯白噪声，得到图 5 所示 SiO_2 薄膜参数误差分析曲线图。从图中数据可以看出，随着薄膜厚度的增加薄膜参数误差减小，可见反射法测量薄膜参数在薄膜厚度较大时误差较小，薄膜参数在 150 nm 以下误差较大，厚度在 100 nm 以下则出现错误，厚度在 150 nm 以上可以测量出较准确的薄膜参数。

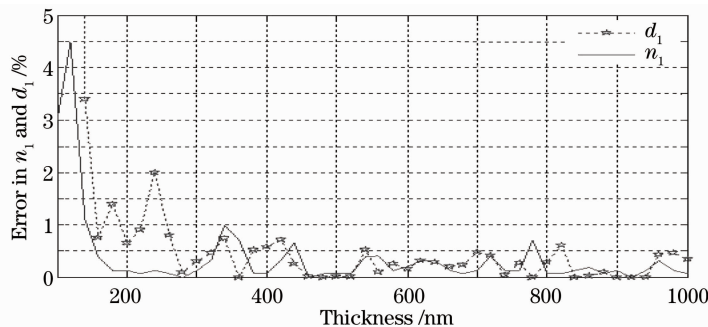


图5 薄膜参数误差分析

Fig. 5 Error analysis of thin film parameters

3.3 入射角度对测量的影响

如果入射角度取值刚好为

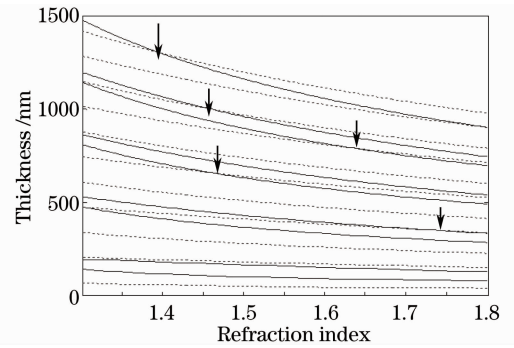


图2 薄膜参数模拟分析

Fig. 2 Simulation analysis of film parameter

$$2\beta_1 = \frac{4\pi}{\lambda}d_1(n_1^2 - n_0^2 \sin^2 \theta_{0a})^{1/2} = 2m\pi, \quad (8)$$

则(1)式变为

$$r_s = \frac{r_{01s} + r_{12s}}{1 + r_{01s}r_{12s}} = \frac{n_0 \cos \theta_0 - n_2 \cos \theta_2}{n_0 \cos \theta_0 + n_2 \cos \theta_2}. \quad (9)$$

(9)式中已不再含有 d_1 。若入射光为 s 偏振光,波长 $\lambda=650 \text{ nm}$,对于 SiO_2 薄膜($n_1=1.46, d_1=260 \text{ nm}$)样品, Si 衬底($n_2=3.858-0.018i$),反射率曲线(图 6 中的实线)和 $|r_{02s}|$ (图 6 中的虚线),相切于 $x=54^\circ, y=0.5335$,在 54° 处出现较大的计算误差,故要减小误差,选角要尽量远离 54° 。

4 实验装置及测量结果

4.1 实验光路及装置

如图 7 所示,测试系统主要由光路系统、控制与采集系统和计算机 3 部分组成。采用带准直器的半导体激光光源($\lambda=650 \text{ nm}$,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,在屏幕上得到扫描曲线,测量软件界面横坐标表示角度,纵坐标表示反射光强。在程序中根据反射光最强位置判断起始点,给出的测量的角度都相对于此自准点。根据转动方向与测量角计算即可得出实际的入射角。

4.2 测量结果及误差分析

取一块衬底 $\text{Si}(n=3.858-0.018i)$, SiO_2 薄膜样品,用进口 L116S300 型椭偏仪测量其折射率及厚度分别为 $n_1=1.46$ 及 $d_1=710 \text{ nm}$ 。采用 s 偏振光入射,在 $0^\circ \sim 90^\circ$ 范围内,逐步旋转样品或改变样品的入射角,测量得到反射率随入射角变化曲线,如图 8 所示。图中实线为实验测量薄膜的反射率 R_s ,虚线表示计算值 $|r_{02s}|$,相切点为 θ_{0a} ,经计算可求解出特殊入射角 $\theta_{0a}=37^\circ$ 。对特殊角 θ_{0a} 引入误差分析,如表 2、表 3 所示,表中 θ 为分别取测量曲线上的 2 个不同点处对应的入射角度。

表 2 初始角为特殊角时误差分析

Table 2 Error analysis for the initial angle set at the special angle

Measurement times	1	2	3	4
$\theta / (^\circ)$	37/45	37/50	37/55	37/60
d_1 / nm	777.50	830.21	701.59	705.21
Error in $d_1 / \%$	9.5	16.9	1.2	0.7
n_1	1.72	1.64	1.72	1.60
Error in $n_1 / \%$	17.8	12.3	17.8	9.6

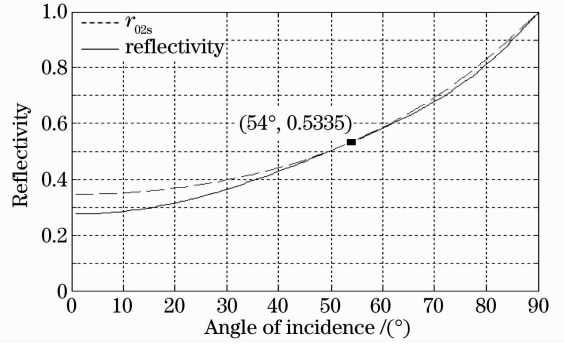


图 6 模拟中测量特殊点

Fig. 6 Measuring the specific points in simulation

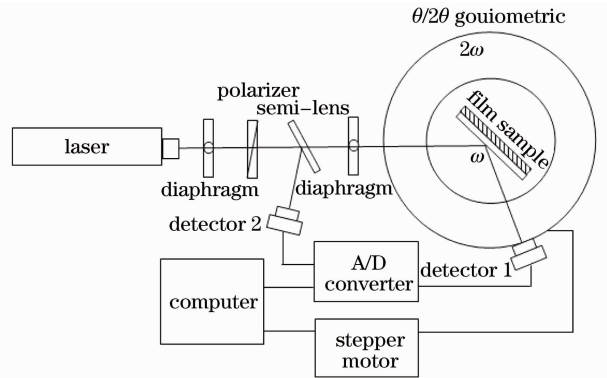


图 7 实验装置

Fig. 7 Experimental setup

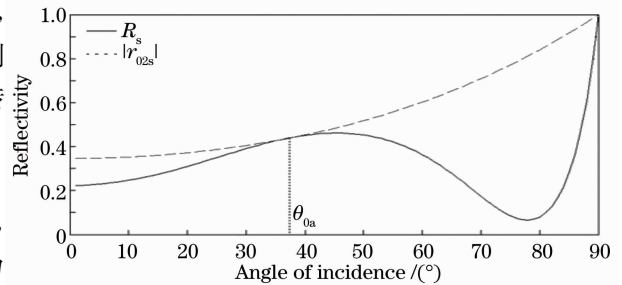


图 8 实验测量特殊点

Fig. 8 Measuring the specific points in experiment

表 3 初始角偏离特殊角时误差分析

Table 3 Error analysis for the initial angle deviating from the special angle

Measurement times	1	2	3	4
$\theta / (^\circ)$	37/60	39/60	41/60	43/60
d_1 / nm	701.59	709.96	710.70	710.04
Error in $d_1 / \%$	1.2	0	0.1	0
n_1	1.72	1.45	1.46	1.46
Error in $n_1 / \%$	17.8	0.7	0	0

初始入射角为特殊入射角 37° 时,如表 2 所示,由实验结果可以看出此时误差较大,甚至发生错误;初始角度偏离特殊角 60° 时的误差情况如表 3 所示,由表 3 可以看出,入射角选取偏离特殊角度 2° 时,误差基本可以消去,即初始计算值中角度选取需要在特殊角的 $\pm 2^\circ$ 范围以外。需要说明的是,并不是所有的膜都有与之对应的特殊角,如果特殊角 θ_{0a} 不存在,则入射角的选择就不受限制。

5 结 论

以偏振光反射原理和多角度测量的多点拟合算法为基础,对测量影响因素做了深入探讨。在用偏振光反射法测薄膜参数时,薄膜本身的厚度、实验本身仪器和测量样品表面性质所产生的波动噪声以及入射角度的选取对测量的精度都有一定的影响,其中入射角选取的影响只需偏离特殊角一定的角度就可以消除。

参 考 文 献

- 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**(9):432~434
- 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
- M. Chiu, J. Lee, D. Su. Complex refractive-index measurement based on Fresnel's equations and the use of heterodyne interferometry[J]. *Appl. Opt.*, 1999, **38**(13): 2936~2939
- 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]. *J. Opt.*, 1977, **8**(3): 201~205
- H. Nodera, I. Awai, J. I. Lkenoue. Refractive index measurement of bulk materials: prism coupling method[J]. *Appl. Opt.*, 1983, **22**(8): 1944~1947
- P. K. Tien, R. Ulrich. Theory of prism-film coupler and thin-film light guides[J]. *J. Opt. Soc. Am.*, 1970, **60**(10): 1325~1337
- Zhao Xiaoxiang, Xu Zhengquan. Measurement of refractive index of substrate materials[J]. *Chinese J. Lasers*, 1992, **A19**(6): 426~429
赵孝祥,许政权.利用棱镜耦合器测量光波导衬底的折射率[J].中国激光,1992,**A19**(6):426~429
- Fang Junxin, Cao Zhuangqi, Yang Fuzi. Waveguide Technology Physical Basis [M]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University Press, 1987. 204~224
方俊鑫,曹庄琪,杨傅子.光波导技术物理基础[M].上海:上海交通大学出版社,1987.204~224
- 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
- Allan Rosencwaig, Jon Opsal, D. L. Willenborg *et al.*. Beam profile reflectometry: a new technique for dielectric film measurements[J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1992, **60**(11): 1301~1303
- Tami Kihara, Kiyoshi Yokomori. Simultaneous measurement of refractive index and thickness of thin film by polarized reflectances[J]. *Appl. Opt.*, 1990, **29**(34): 5069~5073
- L. Wood, J. W. Fleming. Computerized refractive index measurement for bulk materials at UV, visible, and IR wavelengths[J]. *Rev. Sci. Instrum.*, 1982, **53**(1): 43~47
- Yang Yuchuan, Jing Feng, Li Fuquan *et al.*. Design of 90° tiling off-axis parabolic mirror based on focusing terminal of high-power solid-state laser[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2010, **47**(12): 121201
杨雨川,景峰,李富全等.高功率固体激光装置聚焦终端的 90° 拼接离轴抛物面镜设计[J].激光与光电子学进展,2010,**47**(12):121201
- Wang Jiaxian, Li Junjie, Wu Wenguang *et al.*. Coupled-mode characteristics of coupled-microdisks and single microdisk cavity with an output waveguide[J]. *Acta Optica Sinica*, 2011, **31**(1): 0106006
王加贤,李俊杰,吴文广等.耦合微盘及带输出波导的单微盘腔的耦合模式特性[J].光学学报,2011,**31**(1):0106006
- Zhang Jianing, Han Xiyou, 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
- 16 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
- 17 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