

## 薄膜折射率非均匀性的测试 (II)

吴 启 宏

(浙江大学光仪系)

### 提 要

本文提出了根据多个周期的 $\Delta, \Psi$ 轨迹来判别薄膜折射率非均匀性的原则。实验结果表明  $\text{CeF}_3$ 、 $\text{LaF}_3$ 、 $\text{NdF}_3$  薄膜基本上是均匀的。而热基板沉淀的  $\text{ZnS}$  不但具有两侧表面层, 还具有折射率渐增的中心层。文中还分析了用常规椭圆法测量  $\text{ZnS}$  等薄膜时误差的分布和大小。

关键词: 椭圆偏振法; 薄膜光学。

### 一、引 言

光学薄膜的折射率非均匀性是光学薄膜的重要性质。在原来工作的基础上<sup>[1]</sup>, 我们对实验仪器作了较大改进, 提高了测量精度和处理数据的能力。在本文中给出新近的实验结果。

### 二、实验仪器的改进

1. 用旋转  $1/4$  波片式椭圆仪代替了原来的旋转检偏器式的椭圆仪。在这两种椭圆仪中, 起偏器和检偏器的方位相同, 分别调整在  $45^\circ$  和  $0^\circ$ , 仅旋转元件的种类不同。旋转检偏器式椭圆仪是一种不完全的椭圆仪, 它有两个主要缺陷。第一, 不能测定偏振参数  $\Delta$  的正负。在  $\Delta, \Psi$  轨迹的测量中, 必须根据厚度增加时  $\Delta$  符号变化的规律来判别  $\Delta$  的正负。因此在  $\Delta$  等于  $0^\circ$  和  $180^\circ$  的邻域内, 常常难以判定  $\Delta$  的符号。第二, 在  $\Delta$  等于  $0^\circ$  和  $180^\circ$  的邻域内测量精度急剧下降, 造成该段轨迹有较大的离散性, 不能进行精确分析。旋转  $1/4$  波片式椭圆仪是一种完全的椭圆仪, 它克服了上述两个缺点, 不但  $\Delta$  的符号能唯一决定, 而且  $\Delta$  的精度不随  $\Delta$  的值变化。

2. 用 Apple-II 微型计算机代替 Z-80 单板机控制仪器和计算数据。Z-80 单板机能实时记录  $\Delta, \Psi$  数据, 但是不便于实时显示  $\Delta, \Psi$  值。采用 Apple-II 后能方便地在屏幕上实时显示每次测量得到的  $\Delta, \Psi$  值。这样根据  $\Delta, \Psi$  变化的快慢, 随时调整蒸发电流大小, 使每组  $\Delta, \Psi$  之间保持适当的间距, 以便获得一条分布均匀、间隔适当的轨迹。特别重要的是这样能保证得到周期始末区的轨迹细节, 而这些细节对分析薄膜非均匀性极为重要。

3. 在计算机后配备了数控绘图仪, 用它来代替人工绘制和拟合轨迹, 大大提高了精度和效率。我们记录和分析的轨迹点数从原来的 30 点扩展到 180 点, 区间从单个周期扩展到 3~4 个周期, 相应的厚度从  $\lambda/2$  扩展到  $2\lambda$ 。

经过上述改进,记录得到的轨迹周期多,布点均匀,离散性小,提供了较多的折射率特性的信息。

### 三、薄膜非均匀性的判别原则

从一条长达几个周期,疏密均匀的完整轨迹中,依据以下几条原则很容易对薄膜的非均匀性作出定性判别,然后利用计算机和绘图仪可以进行精确的折射率轮廓拟合。

1. 从薄膜光学的基本理论可知,折射率均匀的膜层在厚度增加时,光学特性会呈现出周期性变化的特点,非均匀膜则没有这种特点。由此,在分析非均匀性时,首先要判别轨迹中是否有周期性重复的特点。如果有重复的轨迹段,这就表明实际薄膜中应有相应的一层较厚的折射率均匀膜层。

2. 非均匀膜轨迹的特点是各周期之间不重复。对于折射率正变和负变的薄膜,两者的轨迹随厚度增加有相反的变化趋势。当  $\int n \cos \theta dD$  接近  $\lambda/2$  时, ( $\theta$  为折射角)与均匀膜相比,前者等效于附加一个高折射率层,使得周期末尾的轨迹偏向于  $\Delta$ - $\Psi$  图上  $\Psi$  值较小的高折射率区(图 1)。而后者则等效于附加了一层低折射率层,周期末尾的轨迹将偏向于  $\Psi$  较大的低折射率区。

上述两个判据,即对重复性的判别和对轨迹在周期末尾与原始出发点之间偏差的判别是辨别非均匀性的主要依据。

3. 影响薄膜折射率均匀性的另一个因素是表面层(或过渡层)。这些表面层可以因结构改变或受外界环境影响造成成份改变,引起折射率发生变化。它们的厚度较薄,在  $100 \text{ \AA} \sim 200 \text{ \AA}$  左右。从  $\Delta$ - $\Psi$  轨迹上看,小厚度时的轨迹,也即轨迹的起始段,主要决定于基底测表面层的参数。当该层折射率较低时,轨迹的初始段也较低,反之则较高。空气侧表面层的影响较复杂。它不仅对小厚度区域,而且对整个轨迹都有影响。从整体上看,常见的低折射率的上表面层使曲线向  $\Delta$  值增大方向平移,使曲线不再保持对  $\Psi$  轴对称的特点。

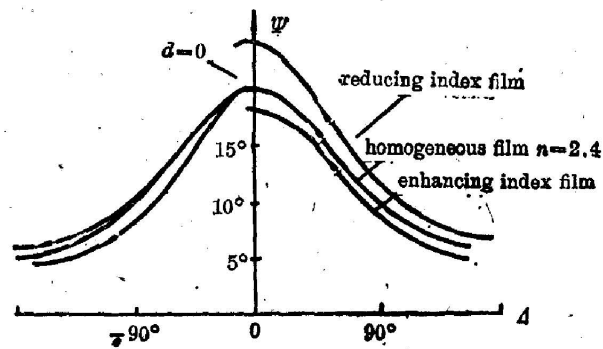


Fig. 1  $\Delta$ - $\Psi$  traces of the inhomogeneous films

实际的薄膜折射率轮廓是上述几种因素的复杂组合。于是薄膜的折射率非均匀性可以用薄膜中心层的特性加上两侧表面层的折射率特性表示。

### 四、实验结果

本文对  $\text{ZnS}$ 、 $\text{ZnSe}$ 、 $\text{CeF}_3$ 、 $\text{LaF}_3$ 、 $\text{NdF}_3$  等常用的热蒸发材料的折射率进行了测定。

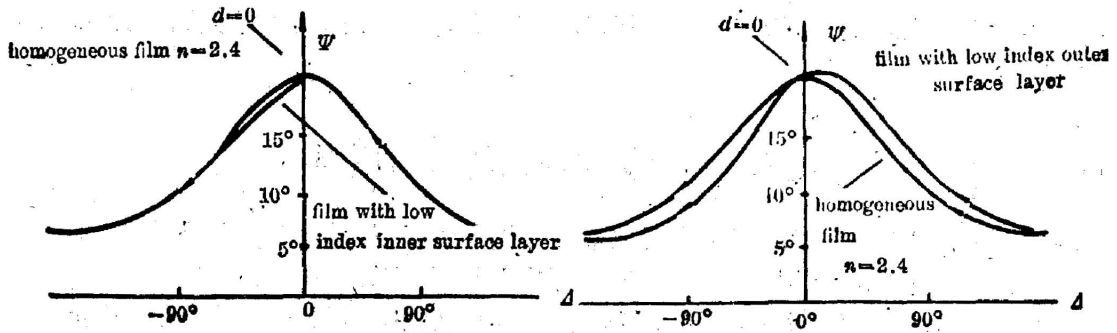


Fig. 2 Influence of surface layers on  $\Delta$ - $\Psi$  traces

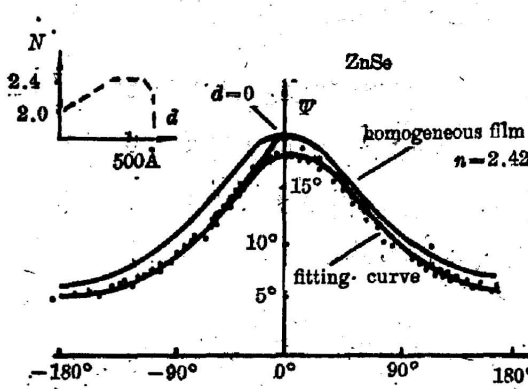


Fig. 3 Trace of ZnS on heat substrate

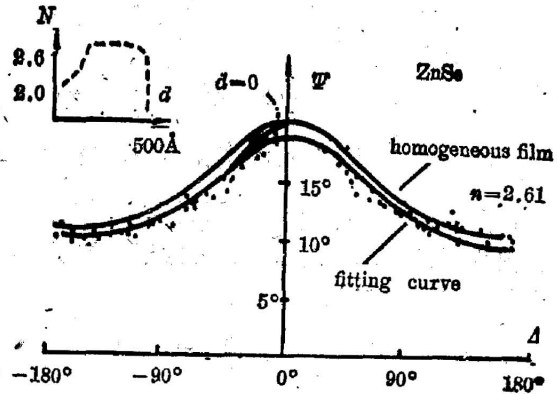


Fig. 4 Trace of ZnSe

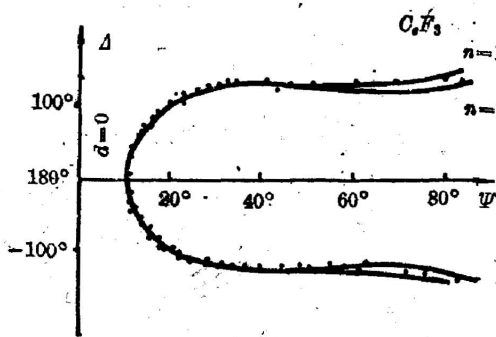


Fig. 5 Trace of  $CeF_3$

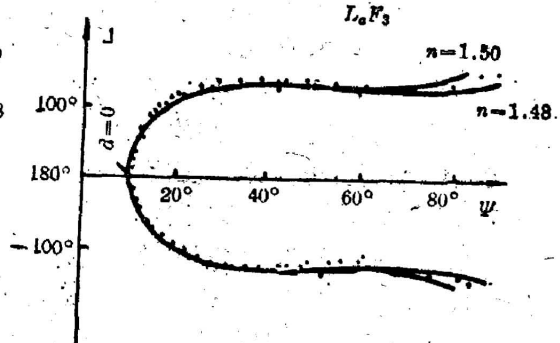


Fig. 6 Trace of  $LaF_3$

室温基板上的 ZnS 薄膜,其轨迹的第二、第三周期与第一周期完全重合。这表明,厚度增加时,两侧表面层没有变化,只是文献[1]中提到的中心层的厚度在增加。轨迹图从略。

然而热基板上沉淀的 ZnS 薄膜的轨迹与室温基板上的轨迹在周期始末区有显著差别。热基板上 ZnS 的第二、第三周期轨迹相互完全重复,它们的周期始末端均偏向于  $\Psi$  较小的一侧,但是与第一周期不重合。这表明在厚度小于  $\lambda/2$  时,薄膜的中心层折射率逐渐升高,而厚度超过  $\lambda/2$  时(对于第二、三周期),折射率趋于平稳。于是在室温基板折射率轮廓的基础上,我们把中心层的开始段修改为折射率渐增的膜层,得到热基板上 ZnS 的折射率轮廓。计算机拟合的一种较好的结果为该段变折射率层厚度为  $200\text{\AA}$ , 折射率从 2.2 起渐增至中

心层的折射率 2.42。其余上下两个表面层的参数与室温基板情况相近。上表面层厚度为 50 Å, 折射率从 2.42 下降至 2.2, 下表面层厚度为 100 Å, 折射率从 2.2 下降至 2.0。

ZnSe 的轨迹, 不论是热基板还是室温基板, 其特征均与热基板上的 ZnS 类似。即第二、第三周期的始末端与起始点不重合。这表明薄膜的中心层有正变的非均匀层。具体计算结果为上、下两侧表面层厚度均为 50 Å, 薄膜中心层折射率为 2.61, 中心层在 150 Å 厚度内折射率由 2.1 上升至 2.61。下表面层折射率为 2.0, 上表面层折射率为 2.5。

低折射率材料镀在玻璃上, 其轨迹范围比 ZnS 等高折射率材料要小得多。我们换用硅片作基板后, 把  $\Psi$  的变化范围扩大到  $10^\circ \sim 80^\circ$ ,  $\Delta$  的范围扩大到  $200^\circ$ , 总的范围要大于 ZnS 的范围。我们对上述三种低折射率材料的折射率进行实时测量。实验曲线表明, 它们的轨迹在测量精度内基本上是重复的, 各周期的末尾端与出发点重合。这就表明它们的薄膜中心层非均匀性不明显, 两侧表面层即使有, 其折射率也没有很大差别。

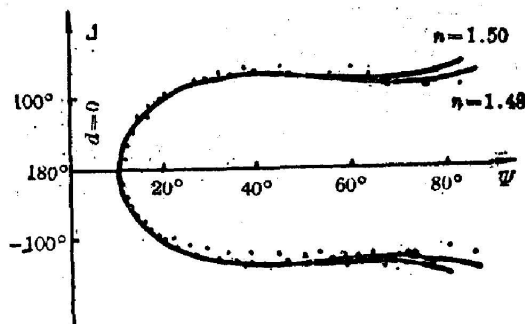


Fig. 7 Trace of  $\text{NdF}_3$ .

## 五、实验结果的讨论

ZnS 的非均匀性已有许多文献报道。Neittfield<sup>[2]</sup> 用光度法测出 ZnS 在小厚度时, 折射率逐渐增加。Pukler<sup>[3]</sup> 从聚集密度出发也得到类似的结果。King<sup>[4]</sup> 用偏振法检测出上下低折射率表面层的存在。根据我们的实验结果, ZnS 薄膜沉淀在热基板上时, 膜层中同时存在正变的非均匀层和上下低折射率的表面层。所以上述两种结论都只是揭示了局部的特性。产生这种情况的原因是测量方案和技术上的限制。用光度法测量时, 由于表面层对反射率的影响极小, 所以只能探测出薄膜中心层的非均匀性, 无法辨别有否表面层。而 King 用偏振法测量时, 采用厚度不同的分立样品测量, 由于样品较少 (<10 点) 轨迹上的点的间距很大。特别是在周期的始末区域一组实验数据也没有, 但恰恰是在这个区域中薄膜的非均匀性表现得最明显, 所以 King 没有能观察到薄膜的非均匀性。

## 六、薄膜非均匀性对常规椭偏法测量的影响

常规椭偏法是指测量  $\Delta$ ,  $\Psi$  值后, 按单层透明均匀膜模型反演折射率和几何厚度。对许多薄膜来说, 与光度法测量相比, 椭偏法的测量往往误差较大, 其主要原因是非均匀性的影响。在了解薄膜非均匀性的特点后, 我们就能够分析该项误差的大小和分布。

根据上述实验结果, 三种低折射率薄膜的非均匀性不明显, 所以用常规椭偏法测量时折射率和厚度误差应较小。

ZnS 的非均匀性引起的  $n$ ,  $d$  测量误差分布图表明: 折射率和厚度误差最大处是在周期的始末区域。当  $K_0$  用玻璃作基板, 测量入射角为  $70^\circ$  时, 该区域为  $[\Psi; 17^\circ \sim 20.3^\circ, \Delta;$

$-50^\circ \sim +50^\circ$ 。在这个区域中,由于非均匀薄膜的  $\Delta, \Psi$  轨迹偏于  $\Psi$  较小的一侧,使得测量得到的折射率大大低于实际值。折射率的误差又引起厚度周期的误差,这样在厚度较大时(第二、三周期),测量得到的厚度值远离真实厚度(可达  $500 \text{ \AA}$  或更多),几乎没有参考价值。在实际测量中应尽量避免这个区域。

在其它区域中,随厚度的增加,折射率呈周期性起伏的特征,其起伏幅度在  $0.2 \sim 0.4$  之间。对于热基板上的 ZnS, 测量得到的折射率始终小于实际薄膜中心层的折射率。对于室温基板上的 ZnS, 测量得到的折射率逐渐增加,可能高于实际薄膜中心层的折射率。

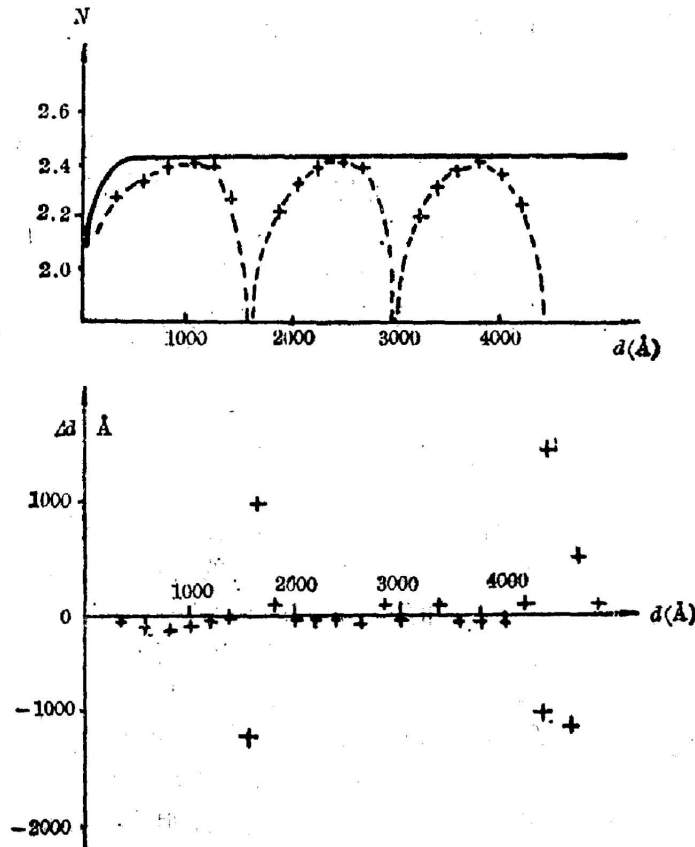


Fig. 8 Measured errors of the index and thickness of ZnS film on heat substrate by conventional ellipsometry

厚度误差在第一、二、三周期内,大多数为偏小,幅度在  $100 \text{ \AA}$  之内,也有周期性变化的特点。

ZnSe 的误差分布与热基板上的 ZnS 的情况相象,此处从略。

在常规测量中,一般是对一块特定的样品,而不是对一系列厚度不同的样品进行检测。因此如何利用一块样品判别它的非均匀特性是很有意义的。在椭偏法中,最容易的是改变测量入射角。表 1 是中心层折射率为 2.42 而厚度不同的一组 ZnS 薄膜,在不同入射角下按常规椭偏法测量计算得到的  $n, d$  理论值。从中可以知道,当入射角改变时,除了在各个不同入射角下测量得到的折射率和厚度的差值不超过

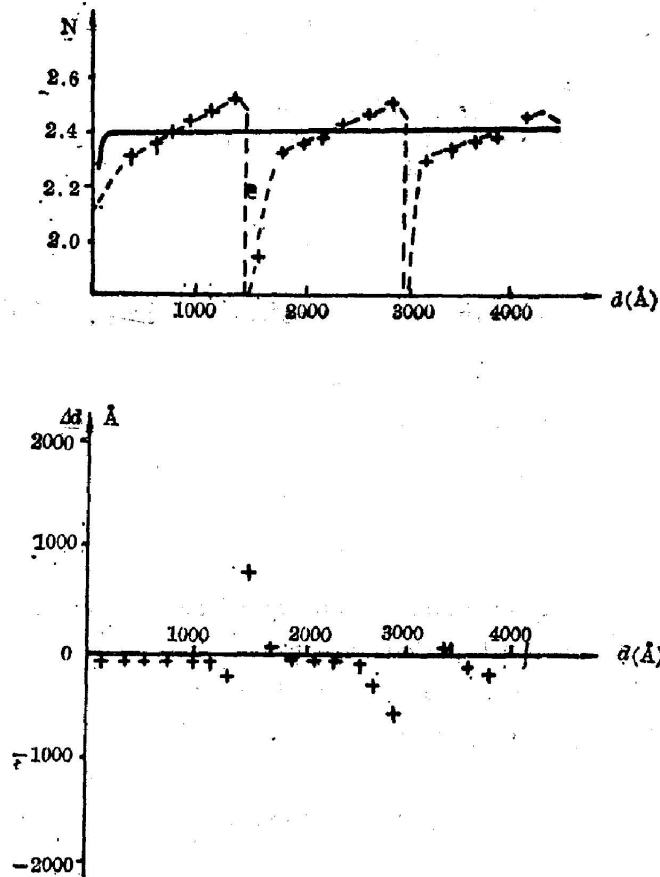


Fig. 9 Measured errors of index and thickness of ZnS film on cold substrate by conventional ellipsometry

Table 1 Influence of incident angle on error distributions of ZnS on heat substrate

incident angle	60°		70°		75°	
	index	thickness	index	thickness	index	thickness
actual thickness						
350 Å	2.18	320 Å	2.18	321 Å	2.18	321 Å
750	2.36	657 Å	2.36	660 Å	2.36	657 Å
1150	2.38	1034 Å	2.39	1031 Å	2.39	1033 Å
1550	1.59	761 Å 3144 Å	1.56	1342 Å	1.56	1611 Å
1950	2.32	1949 Å	2.31	1960 Å	2.31	1965 Å
2350	2.38	2271 Å	2.38	2273 Å	2.38	2274 Å

0.01 和 20 Å。该量与椭偏仪的测量精度相近,故无法利用不同入射角下测量得到的折射率和厚度的差别来判别其非均匀性特性。如何解决这个问题,还有待于进一步的研究。

在撰写本文时,曾与唐晋发老师进行讨论,对此表示感谢。

## 参 考 文 献

- [1] 吴启宏;《光学学报》,1985, 5, No. 2 (Feb), 157。  
[2] R. P. Netterfield; *Appl. Opt.*, 1976, 15, No. 12 (Jun), 1969.  
[3] H. K. Pulker; *Appl. Opt.*, 1979, 18, No. 12 (Jun), 1969.  
[4] R. J. King; *Opt. Acta*, 1981, 28, No. 8 (Aug), 1107.

**Measurement of inhomogeneity of refractive index of thin film (II)**

WU QIHONG

*(Department of Optical Engineering, Zhejiang University)*

(Received 29 January 1986; revised 19 June 1986)

**Abstract**

The principles for judging inhomogeneity of refractive index of thin film from 4- $\psi$  trace spreading over several periods are given. The experimental results show, that  $\text{CeF}_3$ ,  $\text{LaF}_3$ ,  $\text{NdF}_3$  films are essentially homogeneous and ZnS film deposited upon heat substrate has not only two surface layers but also a central layer with gradually enhances index. The distribution and value of errors, when measuring index and thickness of the film by normal ellipsometry, are also discussed.

**Key Words:** Ellipsometry; Thin films optics.