

双层光学薄膜参数的多入射角 椭圆分析方法

张瑞智 罗晋生 陈敏麒
(西安交通大学电子工程系)

提 要

本文讨论了多入射角椭圆测量中光学参数的误差因子以及最佳测量条件的选取。指出,当薄膜较厚时,多入射角椭圆测量可以精确确定膜系的光学常数和几何厚度,并用二例实测结果加以证实。本文的方法也适用于分析多层光学薄膜。

关键词:多入射角椭圆测量;薄膜参数;多层薄膜。

一、引 言

在用椭圆仪测量薄膜的光学常数和厚度时,通常遇到的一个比较复杂的问题是如何求解椭圆方程以及测量的精度分析。解决这个问题,至今在单层膜方面已经相当成熟^[1,2],对于双层膜特别是双层吸收膜仍有很多困难^[3]。主要原因是椭圆方程的非线性以及需要确定的薄膜参数的个数多于两个。本文给出了一种双层薄膜椭圆方程的计算方法。其基本点是把椭圆方程线性化,并利用改变入射角的办法获得多组椭圆参数。讨论了多入射角椭圆测量中薄膜参数的误差因子以及该方法的适用条件和最佳测量条件的选取。实际测量了在微电子工业中常用的生长在硅衬底上的二氧化硅-氮化硅(Si/SiO₂/Si₃N₄)和二氧化硅-多晶硅(Si|SiO₂|poly-Si)系统。

二、原 理

考虑生长在吸收衬底上的多层薄膜系统,如图1所示。假设薄膜和衬底材料都是各向同性的、均匀的。环境介质为空气,其折射率 n_0 取为1;第 j 层薄膜的厚度为 d_j ;其复折射率为 $N_j = n_j - ik_j$; $j = 1, 2, \dots, (l-1)$,第 l 层代表衬底。

当一束波长为单色光以入射角 θ_0 入射到表面为镜面的薄膜表面后,反射光中 p 偏光与 s 偏光分量的反射率分别为^[4]:

$$\left. \begin{aligned} R_p &= \frac{(m_{11}^p + m_{12}^p q_l) q_0 - (m_{21}^p + m_{22}^p q_l)}{(m_{11}^p + m_{12}^p q_l) q_0 + (m_{21}^p + m_{22}^p q_l)}, \\ R_s &= \frac{(m_{11}^s + m_{12}^s p_l) p_0 - (m_{21}^s + m_{22}^s p_l)}{(m_{11}^s + m_{12}^s p_l) p_0 + (m_{21}^s + m_{22}^s p_l)}, \end{aligned} \right\} \quad (1)$$

$$\left. \begin{aligned} \begin{bmatrix} m_{11}^p & m_{12}^p \\ m_{21}^p & m_{22}^p \end{bmatrix} &= \prod_{j=1}^{l-1} \begin{bmatrix} \cos \delta_j & \frac{i}{q_j} \sin \delta_j \\ i q_j \sin \delta_j & \cos \delta_j \end{bmatrix}, \\ \begin{bmatrix} m_{11}^s & m_{12}^s \\ m_{21}^s & m_{22}^s \end{bmatrix} &= \prod_{j=1}^{l-1} \begin{bmatrix} \cos \delta_j & \frac{i}{p_j} \sin \delta_j \\ i p_j \sin \delta_j & \cos \delta_j \end{bmatrix}, \\ q_0 &= (\cos \theta_0 / n_0), \quad q_j = (\cos \theta_j / N_j), \\ p_0 &= n_0 \cos \theta_0, \quad p_j = N_j \cos \theta_j, \\ \cos \theta_j &= \left[1 - \left(\frac{n_0}{N_j} \sin \theta_0 \right)^2 \right]^{1/2}, \quad (j=1, 2, \dots, l) \\ \delta_j &= (2\pi/\lambda) d_j N_j \cos \theta_j, \quad (j=1, 2, \dots, l-1) \end{aligned} \right\} \quad (2)$$

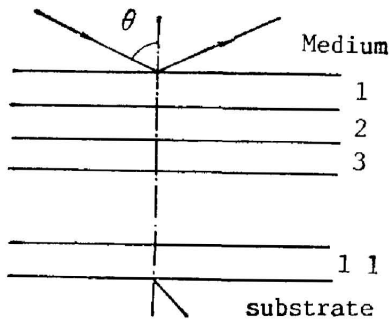


Fig. 1 Schematic diagram of multilayer films on a substrate

膜系的椭圆参数 ψ 和 Δ 由下式定义^[5]:

$$\operatorname{tg} \psi \exp(i\Delta) = (R_p/R_s), \quad (3)$$

式中 ψ 和 Δ 可以由椭圆仪直接测量得到。显然, ψ 和 Δ 是薄膜复折射率 N_j , 厚度 d_j , 入射角 θ_0 , 波长 λ 和衬底复折射率 N_l 的函数, 即

$$\left. \begin{aligned} \psi &= \psi(\lambda, \theta_0, N_1, d_1, \dots, N_l), \\ \Delta &= \Delta(\lambda, \theta_0, N_1, d_1, \dots, N_l), \end{aligned} \right\} \quad (4)$$

设 λ , θ_0 , N_l 为已知, 需要确定的是薄膜的复折射率及厚度。对于多层薄膜系统, 因要确定的薄膜参数的个数较多, 必须提供更多的约束条件方程, 薄膜参数才能由(1)

式唯一确定, 最为常用的方法是通过改变入射角进行测量。

此外, 由于椭圆方程的非线性, 不可能把膜系的参数表达成关于 ψ 和 Δ 的显函数, 因此只能通过数学反演的方法求解, 假设在 N 个不同的入射角 θ_k ($k=1, 2, \dots, N$) 下测量到 N 组椭圆参数 ψ'_k 和 Δ'_k , 选取下述表达式为目标求解函数

$$S = \sum_{k=1}^N \left[\left(\frac{\psi_k - \psi'_k}{\delta\psi_k} \right)^2 + \left(\frac{\Delta_k - \Delta'_k}{\delta\Delta_k} \right)^2 \right], \quad (2)$$

式中 ψ_k 和 Δ_k 为入射角 θ_k 时椭圆参数的理论值; $\delta\psi_k$ 和 $\delta\Delta_k$ 分别为 ψ'_k 和 Δ'_k 的标准偏差。

为了便于分析, 令 b_1, b_2, \dots, b_m 代表待求量 $n_1, k_1, d_1, \dots, n_{l-1}, k_{l-1}, d_{l-1}$ 。假设系统的真值为 $b_{01}, b_{02}, \dots, b_{0m}$, 把(1)式在真值附近展成台劳级数。

$$\left. \begin{aligned} \psi_k(b_1, b_2, \dots, b_m) &= \psi_{0k} + \sum_{i=1}^m \frac{\partial \psi_k}{\partial b_i} (b_i - b_{0i}), \\ \Delta_k(b_1, b_2, \dots, b_m) &= \Delta_{0k} + \sum_{i=1}^m \frac{\partial \Delta_k}{\partial b_i} (b_i - b_{0i}), \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

式中 $\psi_{0k} = \psi(b_{01}, b_{02}, \dots, b_{0m})$, $\Delta_{0k} = \Delta(b_{01}, b_{02}, \dots, b_{0m})$, 将一阶偏导数取 $(b_{01}, b_{02}, \dots, b_{0m})$ 点的值, 把(3)式代入(2)式, 并求使 S 为最小的一组 b 值。为此令 $\frac{\partial S}{\partial b_1} = \frac{\partial S}{\partial b_2} = \dots = \frac{\partial S}{\partial b_m} = 0$, 则得到

$$\sum_{i=1}^m H_{ji} (b_i - b_{0i}) = 0, \quad (4)$$

$$\left. \begin{aligned} H_{ij} &= \sum_{k=1}^N \left[\frac{1}{(\delta\psi_k)^2} \frac{\partial\psi_k}{\partial b_i} \frac{\partial\psi_k}{\partial b_j} + \frac{1}{(\delta\Delta_k)^2} \frac{\partial\Delta_k}{\partial b_i} \frac{\partial\Delta_k}{\partial b_j} \right], \\ C_j &= \sum_{k=1}^N \left[\frac{\psi_{0k} - \psi'_k}{(\delta\psi_k)^2} \frac{\partial\psi_k}{\partial b_j} - \frac{\Delta_{0k} - \Delta'_k}{(\delta\Delta_k)^2} \frac{\partial\Delta_k}{\partial b_j} \right], \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

(i, j=1, 2, \dots, m)

(4)式是一个关于 $(b_i - b_{0i})$ 的线性方程组。应用阻尼最小二乘法求解。所求参数 b_1 的标准偏差^[6]

$$\delta b_i = \sqrt{D_{ii}}, \quad \sum_{i=1}^m D_{ii} H_{ij} = \delta_{ij}, \quad (6)$$

式中 D_{ii} 为矩阵 H 之逆阵的对角元素。

三、样品的制备和测量

样品的制备是在硅表面热氧化生长一层 SiO_2 膜;用PECVD法在 SiO_2 膜上淀积 Si_3N_4 膜,多晶硅膜用LPCVD法生长,然后在 900°C 下 N_2 气氛中退火30分钟。多晶硅薄膜测量前,用HF溶液漂几秒钟,以除去表面天然氧化膜的影响。

测量是在我们自制的一台旋转检偏器式激光自动椭圆偏仪上进行的。激光波长为 6328\AA 。硅衬底复折射率 $N=3.864-0.02i$;入射角选择在 50° 到 80° ,每隔 5° 测量一次。椭圆偏仪的测量精度 ψ 为 0.05° , Δ 为 0.1° 。

四、实验结果及分析

在测量前,首先分析多入射角椭圆偏测量中待定薄膜参数的测量精度,并以此为依据分析多入射角椭圆偏测量的灵敏度,选取最佳的测量条件和测量结构。

薄膜参数的测量精度不仅与椭圆偏参数的测量精度有关,而且也与参数本身以及入射角的选取、膜系的结构有关。以 $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{poly-Si}$ 系统为例。利用公式(6)计算了待定参数的标准偏差随膜厚的变化曲线。图2给出了计算结果。图中 n_1, k_1, d_1 分别代表多晶硅膜的折射率,消光系数和几何厚度; n_2 和 d_2 分别为 SiO_2 膜的折射率和厚度。结果表明,误差强烈地依赖于膜厚,当膜非常薄时,误差急剧增大,表明这时待定参数的测量精度降低,多入射角椭圆偏分析不能精确确定薄膜参数。对于 $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{poly-Si}$ 系统,为了精确确定膜系参数,薄膜厚度 d_1 和 d_2 应大于 500\AA 。因此(6)式实际上是一个测量的灵敏度因子。当待测薄膜材料确定后,可以根据标准偏差随厚度的变化关系,选取最佳的膜厚范围,以便精确地确定薄膜的光学常数和厚度。

待定膜系数参数的误差因子也是入射角的函数,选取合适的入射角也可以提高测量的精度。最佳入射角的选择需要考虑以下几个因素。

首先要保证能够唯一地确定待定膜系参数。假设有 k 个待定参数,选择在 m 个不同的入射角下测量,那么必须满足 $2m \geq k$ 这一条件才有可能唯一地确定膜系参数;

其次要考虑精度的要求。假设在 m 个不同角度测量时待定参数的标准偏差为 δ_m ,当再增加一次测量时,其标准偏差为 δ_{m+1} ,若 δ_{m+1} 与 δ_m 相比较没有很明显的减少,说明采用 m 个不同角度进行测量就比较合适;

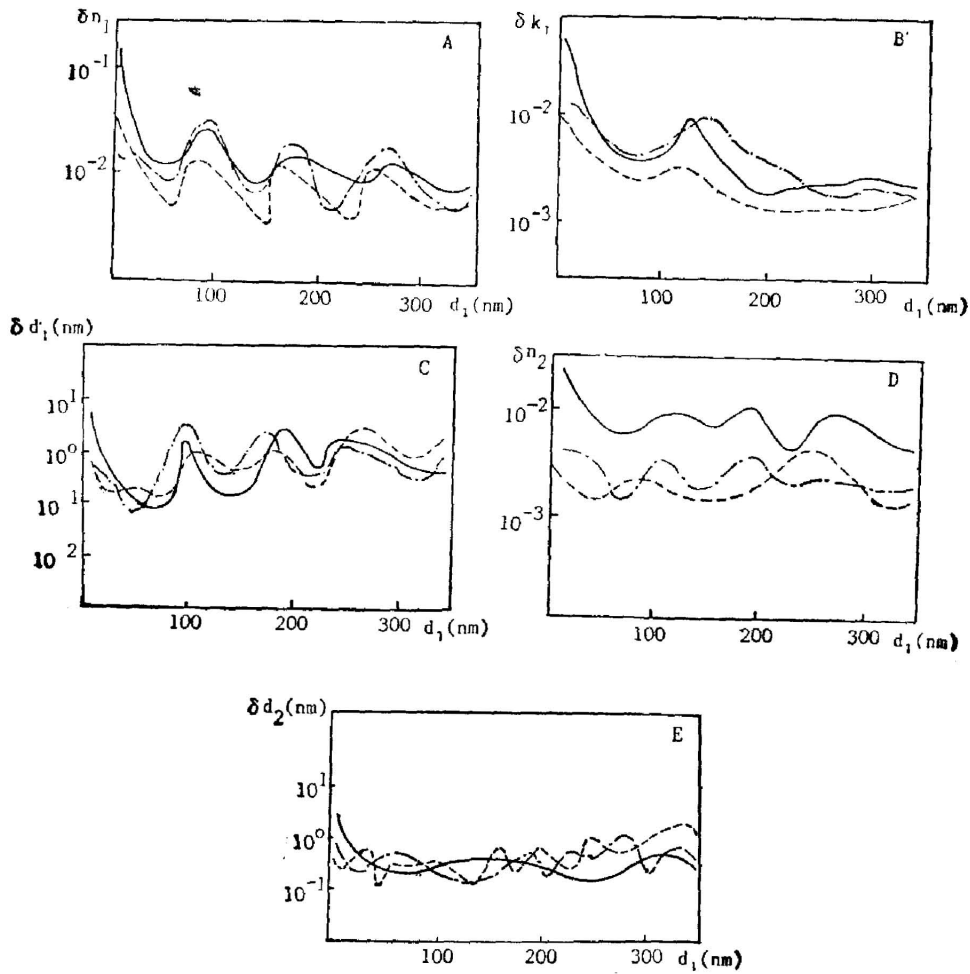


Fig. 2 The dependence of standard deviation of $A, n_1; B, W; C, d_1; D, n_2; E, d_2$ on the thickness d_1 for Si/SiO₂/poly-Si system angle of incidence are 50°, 55°, 60°, 65°, 70°, 75°, 80°.

— $d_2=50$ nm; - - - $d_2=100$ nm; $d_2=150$ nm
 $\delta\psi=0.05, \delta A=0.1, n_1=4.04, k_1=0.04, n_2=1.46$

第三还必须考虑所谓的角度相关问题。这是指在 m 个不同的角度测量不能提供 m 个线性独立的椭圆方程而使求解失败。当发生角度相关时, (4) 式中 H 矩阵的逆矩阵 D 的对角元素 D_{ii} 为负值, 因此可根据 D_{ii} 的符号判断是否发生角度相关。

表 1 和表 2 分别是 Si/SiO₂/Si₃N₄ 和 Si/SiO₂/poly-Si 膜系的测量结果。表中还给出了所求参数的标准偏差(置信度 68%) 为了比较, 还用台阶测厚仪测量了多晶硅的厚度, 其结果在表 2 中用 d_a 表示。可以看出, 两者符合得较好。椭圆仪与台阶测厚仪相比不仅可以确定膜厚, 还可以同时确定出其复折射率。

应指出的是, 由于椭圆方程的非线性, 实际的求解过程比较复杂, 对迭代初值的选取也比较苛刻。当初值偏离真值太大时, 方法不收敛。但是与其它光学方法相比, 具有极高的

Table 1 Values and standard deviations of the optical parameters for SiO₂/Si₃N₄ double-layer systems

sample	SiO ₂		Si ₃ N ₄	
	$d(\text{nm})$	n	$d(\text{nm})$	δ
	$\delta d(\text{nm})$	δn	$d(\text{nm})$	δn
1	55.48	1.451	101.03	1.806
	0.62	0.014	0.91	0.003
2	92.83	1.463	95.03	1.805
	0.38	0.003	0.70	0.003
3	115.54	1.461	104.97	1.804
	0.28	0.003	0.46	0.003
4	92.35	1.459	113.72	1.864
	0.30	0.003	0.50	0.002

Table 2 Values and standard deviations of the optical parameters for SiO₂/Poly-Si double-layer systems

sample	SiO ₂		Poly-Si			
	n	$d(\text{nm})$	n	k	$d(\text{nm})$	$d_a(\text{nm})$
	δn	$\delta d(\text{nm})$	δn	δk	$\delta d(\text{nm})$	
1	1.462	92.30	4.031	0.037	239.50	230.0
	0.003	0.44	0.003	0.002	1.88	
2	1.461	85.40	4.060	0.041	130.20	135.0
	0.005	0.35	0.009	0.002	0.40	
3	1.460	62.80	4.065	0.035	135.30	135.0
	0.006	0.30	0.006	0.001	0.25	
4	1.456	176.20	4.050	0.029	158.70	165.0
	0.004	0.70	0.004	0.009	1.94	

灵敏度,而且是非破坏性测量。因此,对于哪些无法确定膜系参数范围的样品,椭圆仪必须与其它方法结合起来,以便更精确确定膜系参数。

五、结 论

本文给出了双层薄膜多入射角椭圆分析方法;讨论了多入射角椭圆测量中薄膜参数的误差因子;利用误差因子,讨论了最佳测量条件的选取,其结论为,当薄膜较厚时,多入射角椭圆测量可以精确确定膜系的光学常数和厚度;而当薄膜非常薄时,该方法无法确定膜系的参数。利用本文的方法,可方便地确定任意薄膜参数的椭圆测量精度,并选取最佳测量条件。Si/SiO₂/Si₃N₄和Si/SiO₂/poly-Si膜系的实际测量结果证明了本法是正确的。本文的方法也可适用于分析多层薄膜系统。

参 考 文 献

- [1] Yutaka Yorium; *J. O. S. A.*, 1983, **73**, No. 7 (Jul), 888~891.
[2] 范正修等;《光学学报》, 1985, **5**, No. 10 (Oct), 939~945.
[3] Samuel S. So; *Surface Sci.*, 1976, **56**, No. 1 (Jun), 97~108.
[4] M. Born, E. Wolf; *Principle of Optics*, (6th ed) (Pergamon press, 1980), 52~66.
[5] R. M. A. Azzam, N. M. Bashara; *Ellipsometry and polarizer light*, (North-Holland, Amsterdam, 1977).
[6] D. H. Loescher *et al.*; *J. O. S. A.*, 1971, **61**, No. 9 (Sep), 1230~1236.

A Method for multiple angle of incidence ellipsometric analysis in determination of double-layer optical thin film parameters

ZHANG RUIZHI LUO JINSHEN CHEN MIQI

(Department of Electronic Engineering, Xi'an Jiaotong Univ.)

(Received 15 January 1988; revised 12 May 1988)

Abstract

A method for multiple angle of incidence (MAI) ellipsometric analysis in determination of double-layer optical thin film parameters is described. The error factors and the choice of the optimal measurement conditions of optical thin film parameters in MAI ellipsometric analysis are discussed. It is showed that the method enables the determination of all the optical parameters and thickness of double-layer film system with a high accuracy if the systems are of sufficient thickness. This fact is illustrated with the samples of Si/SiO₂/Si₃N₄ and Si/SiO₂/poly-Si systems. The method can be extended to analyzing the multilayer optical thin film systems.

Key words: multiple-angle ellipsometry, film parameter, double layer films.