

正入射全自动扫描反射率绝对值 光谱仪的研制

苏毅 陈良尧 马宏舟 冯星伟 周仕明 钱佑华

(复旦大学李政道物理学综合实验室, 上海 200433)

摘 要 采用M型棱镜分光束法研制了一台全自动扫描绝对反射率光谱仪, 测量光谱范围为350nm~820 nm(1.5~3.5 eV), 样品入射角为5°, 测量和数据采集处理全过程由计算机控制. 测量绝对值精度优于±1%, 测量重复性优于0.1%. 采用本谱仪对热蒸发金膜和(111)锗本征体单晶进行测量, 获得了与椭圆偏测量以及文献报道相一致的结果.

关键词 光学常数, 折射率, 反射率, 光谱, 棱镜.

1 引 言

利用绝对反射率光谱可以分析研究固体材料的微观电子态结构, 薄膜和固体表面特性及其组份等, 还可用来评估和衡量光学器件的优劣. 国外已有若干绝对反射率光谱测量法^[1~5]. 经典的方法是通过移动样品和探测器位置, 分别测量入、反射光强来测定其比值, 这要求系统的时间稳定性好, 测量速度也较慢. 改进的方法是通过测量一已知反射率标样, 采用比较法来确定被测样品值; 或采用两块反射率特性完全一致的平面反射镜来实现测量^[2]. 在反射率谱仪中存在两大系统误差: 一类是电子系统误差, 可通过改进电子系统予以减小. 另一类是光学系统误差. 这类误差由探测器的非线性和非均匀性, 参考标样的精度, 光路中光学元件的散射, 入、反射光的光程差等因素组成.

本实验设计的反射率光谱仪采用固定样品和探测器, 利用机械截光转盘, 独创性地采用M型棱镜分光束取样. 整个测量过程由计算机自动控制, 测量迅速方便, 无需任何标样, 能自我定标, 排除了任何会引起色散的光学元件. 另外, 对实验系统略加修改即可测定透射率. 同时, 本文还给出了本谱仪测得的金膜和(111)锗体单晶绝对反射率谱.

2 测量原理

由于在正入射条件下反射率与光学常数 n 、 k 有着简单的函数关系. 对大多数材料, 反射率对于偏振态不敏感. 因此, 由单色仪、辅助光学元件所引起的偏振不影响测量精度. 如果入射角接近零度, 那么s、p偏振态的反射率 R_s 、 R_p 与正入射的反射率 $R(0)$ 之差在测量误差范

围之内.

反射率定义为被测样品反射光强与入射光强之比. 由菲涅尔公式得 s、p 偏振态的反射率 R_s 、 R_p 分别为

$$R_s = |\sin(\theta - \varphi)|^2 / |\sin(\varphi + \theta)|^2, R_p = |\operatorname{tg}(\theta - \varphi)|^2 / |\operatorname{tg}(\varphi + \theta)|^2 \quad (1)$$

式中 θ 为入射角, φ 为折射角. 假定自然光的 s、p 偏振态振幅相等. 于是, 反射率 R 为:

$$R = (R_s + R_p) / 2 \quad (2)$$

由 Snell 公式:

$$\sin \theta = \bar{n} \sin \varphi \quad (3)$$

式中 \bar{n} 为材料的复折射率. 正入射时,

$$R = R_s = R_p = [(n - 1)^2 + k^2] / [(n + 1)^2 + k^2] \quad (4)$$

当小角度入射时, 可以证明:

$$R(\theta) \approx R_s(\theta) \left(1 - \frac{2n\theta^2}{(n^2 + k^2)}\right) \quad (5)$$

$$R(\theta) \approx R_p(\theta) \left(1 + \frac{2n\theta^2}{(n^2 + k^2)}\right) \quad (6)$$

当入射角 θ 为 $0^\circ \sim 10^\circ$ 之间时, 根据光学手册^[6]上各种固体材料的 n 、 k 值, 计算表明, 对绝大多数材料, $R(\theta)$ 与 $R(0)$ 的相对误差小于 0.1%.

本反射仪采用 M 型棱镜分束法(见图 1), M 型棱镜由熔石英 ($n = 1.46$) 制成, 左右对称, 固定在一个带同心圆孔和刻度的转盘上, 光阑 A、B 固定在棱镜上. 单色平行光穿过光阑 G 后由 M 型棱镜全内反射分束并分别经直径约 1 mm 的 A、B 光阑射出. 假定入射到光阑 G 截面上的光强是均匀的. 于是经 A、B 光阑出射的光强与各自的光阑面积成正比, 即:

$$I_A / I_B = S_A / S_B \quad (7)$$

设对频率为 ω 的光样品的真实反射率为 R , 以光强 I_A 和入射角 θ 入射, 反射光强为 $I_{\text{反}}$ 时, 则得:

$$R_A(\theta, \omega) = I_{\text{反}} / I_B = R(\theta, \omega) S_A / S_B \quad (8)$$

然后, 旋转棱镜 180° , 并使测量光与参考光处于同一水平面, 以确保旋转角度的准确性. 旋转后, 即以光强 I_B 入射, 则:

$$R_B(\theta, \omega) = R(\theta, \omega) S_B / S_A \quad (9)$$

由 $R_A(\theta, \omega)$ 、 $R_B(\theta, \omega)$ 可得 A、B 光阑面积之比 C :

$$C = S_B / S_A = \sqrt{R_B(\theta, \omega) / R_A(\theta, \omega)} \quad (10)$$

由此可得样品真实反射率为 $R(0, \omega) \approx R(\theta, \omega) = C R_A(\theta, \omega)$, C 可以在初次定标时按上述方法求出, 然后在计算机程序中扣除.

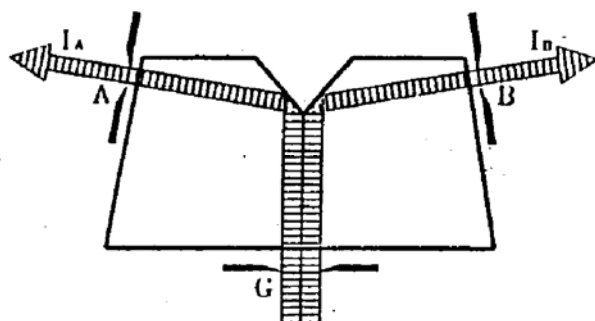


Fig. 1 Schematic diagram of light propagating through M-type prism profile

3 反射率光谱仪的研制及测量结果

图 2 为绝对反射率光谱仪示意图。采用具有较高亮度和稳定度的 100 W 溴钨灯做光源，电源由稳定度优于 10^{-4} 的恒流源提供，纹波小于 10 mV。光源出射光由光纤引导至 WDF-51 型棱镜单色仪，出射的单色光经光阑 G 入射到样品室，经 M 型棱镜全内反射分束后，由光阑 A、B 出射，其中一束作为参考光，直接入射在光电倍增管光敏窗口上；另一束射向待测样品，经反射后由光电倍增管接收，调节样品架微调旋钮，使参考光与样品反射光成像于光电倍增管光敏面的同一位置。光束在样品上的入射角为 5° 。在光电倍增管前有一带孔的截光转盘(见图 3)。测量时，计算机驱动转盘使圆孔落在不同的位置时，分别采集参考光 I_r (等效于入射光 I_i)，反射光 I_r 和背景光 I_b ，两次测量之间的时间间隔小于 1 sec。采集的信号经 12 位 A/D 转换输入计算机，数据处理后由下式求出反射率：

$$R(0, \omega) \approx R(\theta, \omega) = CR_A = CI_r/I_i = C(I_r - I_b)/(I_i - I_b) \quad (11)$$

式中， I_i 和 I_r 为理想情况下的样品入、反射光强信号， I_r 和 I_r' 为探测器实际探测到的样品入、反射光强信号， I_b 为样品暗箱中的背景光信号。

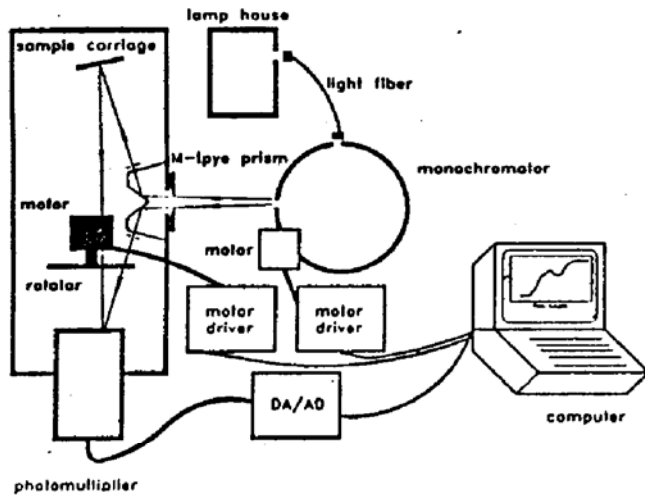


Fig. 2 Schematic diagram of the reflectometer

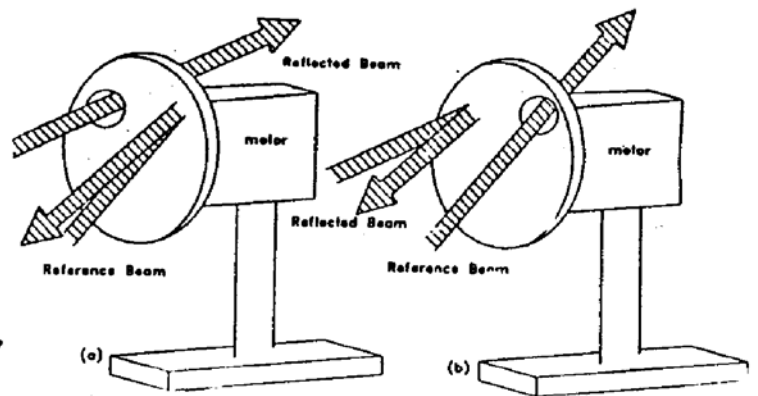


Fig. 3 Schematic diagram of the circular hole chopper rotator

把样品固定在转盘的圆孔上，可测量样品的透射率。

由于本系统中光学元件仅是一个起分束作用，结构对称的 M 型棱镜，并且不采用标样以及参考光与反射光的光程差小 (<30 cm)。因而，光学系统误差已减小到了最低限度。本研制过程主要在于减小非电子系统误差。研制中发现，外界电磁场、光斑在探测器光敏感面上的位置及光电倍增管的线性都会影响测量精度。如：对应于截光转盘的不同锁定位置，因步进马达中电流状态的不同，由此而产生的电磁场将影响光电倍增管中的电磁场分布，从而影响测量结果。当在光电倍增管外采用坡莫合金屏蔽后便消除了此影响；光电倍增管光敏面随位置响应的不均匀性严重地影响着测量精度，通过调节样品架使参考光与样品反射光光斑入射于光电倍增管光敏面的相同位置上，从而减小因光敏面对信号的不均匀性而导致的测量误差。光电倍增管的非线性对测量结果的影响表现为：当光电倍增管的高压从 600 V 增大到 1300 V 时，测量结果约有 1% 的误差，通过改变 A/D 卡的增益，并考虑其精度的情况下，控制光电倍增管的输出电压在 0.15~0.35 V 之间，减少了光电倍增管的阳极电流 (在 1.5~4.

5 μA 范围), 同时保持阳极电流和电回路联电流的比值小于 10^{-2} . 使探测讯号落在其线性区内, 提高了探测精度.

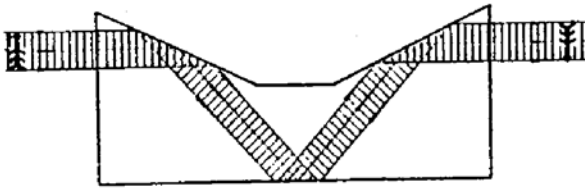


Fig. 4 Schematic diagram of light propagating through prism profile

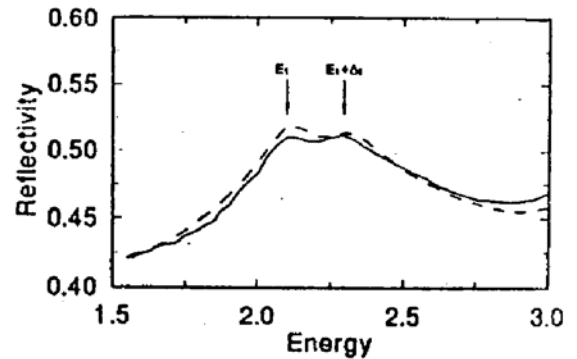


Fig. 5 The reflectance of intrinsic (111) Ge crystal from 1.5 eV to 3.0 eV photon energy range. Solid line is measured by reflectometer, dottedline measured by ellipsometer

本测量曾假设入射到样品室光阑 G 截面上的光强是均匀的. 采用 V 型棱镜(如图 4)进行检测, 此棱镜具有使通过光束截面分布反演的功能, 即使通过棱镜前后的光束截面上下或左右两半互换的功能. 因此, 如若光强在光阑 G 截面上不均匀, 则通过此棱镜便可检查出来. 经检验, 由常数 C 所反映的光阑 G 截面上光强的不均匀性对测量结果的影响在 1% 以内.

图 5 为(111)Ge 本征体单晶经反射率及椭偏光谱仪的测量结果. 本实验采用抛光(111)Ge 单晶, 样品经 1% Br_2 甲醇溶液漂洗, 在缓冲氢氟酸溶液中剥离自然氧化层, 去离子水冲洗, N_2 气吹干, 然后进行测量. 图中可见, 二种不同方法所测得两个吸收峰的位置相同, 但反射率数值略有差别. 两吸收峰分别对应于 Ge 能量位置为 2.1 eV (590 nm) 的 E_1 峰和因自旋轨道分裂产生的 2.3 eV (539 nm) 的 $E_1 + A_1$ 峰. 此结果与文献[7]报道相一致. 影响光谱测量结果有以下二方面因素, 其一是样品表面的自然氧化层, 它对椭偏结果有着显著的影响, 而对反射率谱仪的测量影响不大. 其二是样品表面的粗糙度. 由于剥离氧化层会引起样品表面粗糙, 而测量表面的粗糙度对光将产生散射, 致使反射率谱仪的测量结果偏小. 由于椭偏仪是通过测量椭偏角 ψ 、 A , 算出介电函数, 然后求出折射率的实部 n 和虚部 k , 由此获得反射率. 而介电函数定义为固体表面单位体积中的极化率. 在长波区域, 由于光在样品表面的渗透深度大, 表面粗糙层所占比例小, 因此对椭偏结果影响不大; 而在短波区域, 因光的渗透深度小, 表面粗糙层所占比例相应地增加, 对椭偏结果的影响就变得显著. 因此, 在短波区域, 由椭偏仪测出的数值比反射率谱仪的数值偏小, 而在长波区域则相反. 由图可知, 二种不同方法所得的测量精度约为 1%.

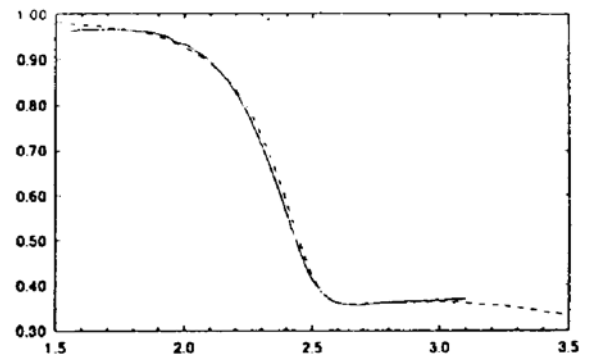


Fig. 6 The reflectance of Au film from 1.5 eV to 3.5 eV, photon energy range. Solid line is measured by reflectometer, dottedline measured by ellipsometer

图 6 为金膜经反射率光谱仪与椭圆偏振光谱仪的测量结果. 由于金在大气环境中不易氧化, 稳定性好且易于获得清洁的光学光滑表面, 因而是一种理想的比较测量材料. 金膜样品是石英抛光衬底上先热蒸发 10 nm 铬, 然后再蒸发一层厚为 300 nm 的金膜制得. 铬的作用是增加金膜的粘附性. 图中虚线为椭偏测量结果, 实线为反射率光谱仪的测得结果. 300 nm 的金膜可视为体材料. 由图可见, 两种不同测量法所得的反射率光谱曲线非常吻合, 测量精度为 0.6%. 反射率最大值为 97%, 最小值为 34%, 此结果与 Palik^[6] 的结果相一致.

4 结 论

本文采用 M 型棱镜分光束法, 研制了一台正入射全自动扫描绝对反射率光谱仪, 测量光谱范围为 350~820 nm (1.5~3.5 eV), 样品入射角为 5°, 测量绝对值精度小于 1%, 重复性优于 0.1%. 并用热蒸发金膜和 (111) 锗本征体单晶加以验证, 获得了与椭偏及文献报道相一致的结果. 本光谱仪具有光路简单, 无需参考标样及样品与探测器移位, 系统可自我定标的优点. 进一步提高测量精度和拓宽光谱范围的研究工作正在继续进行.

参 考 文 献

- [1] H. Kuhu, B. A. Wilson, Reflectivity of thin silver films and their use in interferometry. *Pro. Phys. Soc. B*, 1950, **63(B)**: 745~755
- [2] H. E. Bennett, W. F. Koehler, Precision measurement of absolute specular reflectance with minimized systematic errors. *J. Opt. Soc. Am.* 1959, **50(1)**: 1~6
- [3] U. Gerhardt, G. W. Rubloff, A normal incidence scanning reflectometer of high precision. *Appl. Opt.*, 1969, **8(2)**: 305~308
- [4] T. Huen, G. B. Irani, F. Wooten, Scanning ultrahigh vacuum reflectometer. *Appl. Opt.*, 1971, **10(3)**: 552~556
- [5] O. L. Russo, An accurate ellipsometric reflectance ratio method. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 1985, **18(9)**: 1723~1730
- [6] Edward D. Palik, *Handbook of Optical Constants of Solids*. London, Academic Press Inc., 1985, 286~303.
- [7] D. E. Aspnes, A. A. Studna, An investigation of ion-bombarded and annealed (111) surfaces Ge by spectroscopic ellipsometry. *Surface Science*, 1980, **96(1~3)**: 294~306

A New Design of Normal Incidence Scanning Reflectometer

Su Yi Chen Liangyao Ma Hongzhou Feng Xinwei
Zhou Shiming Qian Youhua

(*T. D. Lee Physics Laboratory, Fudan University, Shanghai 200433*)

(Received 2 June 1993; revised 21 July 1993)

Abstract A new type of the normal incidence scanning reflectometer, in which a M-type prism is used to split light beam, has been designed and constructed. The incident angle is about 5° and the photon energy region is from 1.5 to 3.5 eV. The measurement is controlled automatically by a computer. The measuring precision is about 0.01.

Key words optical constant, refractive index, spectrum prism.