

可变入射角波长扫描 RPA 型椭圆偏仪的研制

冯星伟 苏毅 马宏舟 陈良尧 钱佑华

(复旦大学物理系半导体实验室, 上海 200433)

摘 要 设计制作了一台用同步旋转起偏器和检偏器(转速之比为 1:2)测量方式的波长扫描型椭圆偏仪。由于附加了一个固定偏振器以消除光源的部分偏振性, 实验信号包括一个直流成分和四个交流成分, 其频率分别为 ω_0 , $2\omega_0$, $3\omega_0$ 和 $4\omega_0$, 利用四个交流成分中的任意三个便可以得到材料的复介电函数, 实验结果的自洽度优于 0.5%。并详细介绍了系统的设计、定标和校正过程, 利用该椭圆偏仪对 Au 和 CdTe 样品复介电函数的测量结果与其它报道一致。

关键词 光谱学, 椭圆偏振, 反射率。

1 引 言

固体材料的光学常数对于揭示固体的光学性质和有关的电子态跃迁的微观本质具有重要意义。椭圆偏振光谱法作为研究各种固体材料光学性质的一种的效手段, 长期以来一直受到广泛的重视, 但是由于测量技术的限制和测量结果在数学处理上的复杂性阻碍了椭圆偏仪的改进与发展。七十年代中期, 随着微型计算机技术的发展, 国外开始对椭圆偏仪的自动化进行了系统的研究和探索, 先后问世了多种不同结构、性能各异的自动化椭圆偏仪^[1~4], 其中以 Aspnes 提出的旋转检偏器型椭圆偏仪^[4]为代表, 它具有机械装置简单、测量精度高的特点, 已被广泛用于测量固体介电函数的实部和虚部, 成为近红外至紫外区内取代测量反射系数和透射系数的用于固体光谱学研究的主要定量光学测量方法。

但是, 这种测量方法又存在一些难以克服的缺点, 主要是: 1) 光强信号中的直流成分是需要测出的一个量, 但光电倍增管暗电流对直流成分的影响相当大; 2) 需要测定交流信号的位相, 从而产生附加相位; 3) 探测器非线性响应使信号失真, 带来一定的误差; 4) 系统的修正及定标^[5]非常麻烦和费时。本文介绍的同步旋转起偏器(转速之比 1:2)动态型光度式椭圆偏仪以其新颖的测量方式在一定程度上克服了旋转检偏器型椭圆偏仪存在的上述缺点。

2 基本原理

RPA 型椭圆偏仪布局如图 1 所示, 光源 L 经过单色仪产生的准单色光束被准直后, 经过偏振器 P₀ 使其成为纯线偏振态的光束, 再经起偏器 P 与待测样品 S 相互作用, 由于 s 分量和 p 分量的两种偏振光在两种不同的光学媒质界面上反射时有着不同的反射系数, 使反射光

束的偏振态发生变化, 其偏振态的改变由检偏器 A 检测, 探测器 D 探测输出信号。根据光学系统的设计布局, 最终从椭偏仪检偏器出射的偏振光的电场矢量可表示为:

$$E_f = (1, 0) \begin{pmatrix} \cos A & -\sin A \\ \sin A & \cos A \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \bar{r}_s & 0 \\ 0 & \bar{r}_p \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \cos P & \sin P \\ -\sin P & \cos P \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \cos P & -\sin P \\ \sin P & \cos P \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} E_0$$

$$= (\cos A \cos^2 P \bar{r}_s + \sin A \cos P \sin P \bar{r}_p) E_0 \quad (1)$$

其中 $\bar{r}_s = r_s \exp(i\Delta_1)$, 为 s 分量偏振态的反射系数, $\bar{r}_p = r_p \exp(i\Delta_2)$, 为 p 分量偏振态的反射系数, p 为起偏器方位角, A 为检偏器方位角。相应的出射光强为

$$I \propto |E_f|^2 = (\cos^2 A \cos^2 P r_s^2 + \sin^2 A \sin^2 P r_p^2 + \frac{\sin 2P \sin 2A}{2} r_s r_p \cos \Delta) \cos^2 P \quad (2)$$

如果定义 $\Delta = \Delta_2 - \Delta_1$ 为 p 分量和 s 分量位相差; $\rho_0 = r_p/r_s$ 为 p 分量和 s 分量反射系数模之比, 并且在实验中让两个小角度高速步进马达带动起偏器和检偏器以 1:2 转速作精密同步旋转, 即任一时刻的检偏器和起偏器方位角满足:

$$A = 2P \quad (3)$$

则有: $I = I_0 + I_1 \cos A + I_2 \cos 2A + I_3 \cos 3A + I_4 \cos 4A$ (4)

其中 I_0 为直流成分, $I_1 = \eta(3 - \rho_0 \cos \Delta)$, $I_2 = \eta(2 - \rho_0^2)$, $I_3 = \eta(1 + \rho_0 \cos \Delta)$, $I_4 = 1/4\eta(1 + \rho_0^2 + 2\rho_0 \cos \Delta)$, 在起偏器旋转一周(为 10000 步, 每步为 0.036°)的过程中, 每步由计算机自动采集一组探测器输出的信号, 根据傅里叶分析

$$I_k = 2 \sum_{i=1}^N I_i \cos(kA_i) / N, \quad k = 1, 2, 3, 4 \quad (5)$$

只要任意选取 $I_1 \sim I_4$ 中的三个量便可得到 ρ_0 和 δ :

$$\left. \begin{aligned} \rho_0 &= \left[\frac{2(I_1 + I_3 - 2I_2)}{I_1 + I_3} \right]^{1/2} \\ \cos \Delta &= \frac{3I_3 - I_1}{[2(I_1 + I_3)(I_1 + I_3 - 2I_2)]^{1/2}} \end{aligned} \right\} \quad (6)$$

或者有:

$$\left. \begin{aligned} \rho_0 &= \left[\frac{9(I_1 + I_3 - 2I_2)}{2(4I_4 + 2I_1 + I_2)} \right]^{1/2} \\ \cos \Delta &= \frac{[4(4I_4 + I_2) - 3(I_1 + I_3)]}{[8(I_1 + I_3)(I_1 + I_3 - 2I_2)]^{1/2}} \end{aligned} \right\} \quad (7)$$

由以上二组独立的公式便既可算出 ρ_0 和 Δ , 又能同时验证系统实验数据的自治度。

由(4)式, 当 $A = P = 0^\circ$ 时, $I = I_{\max}$; 当 $A = 180^\circ, P = 90^\circ$ 时,

$$I = I_{\min}, \quad (8)$$

这一点也可由图 2 清楚地反映出来, 图 2 是铝膜样品在 $\lambda = 500 \text{ nm}$, 入射角为 70° 的条件下, 检偏器旋转一周的过程中探测器上的信号输出值(图中点线)和利用傅里叶系数计算出的信号

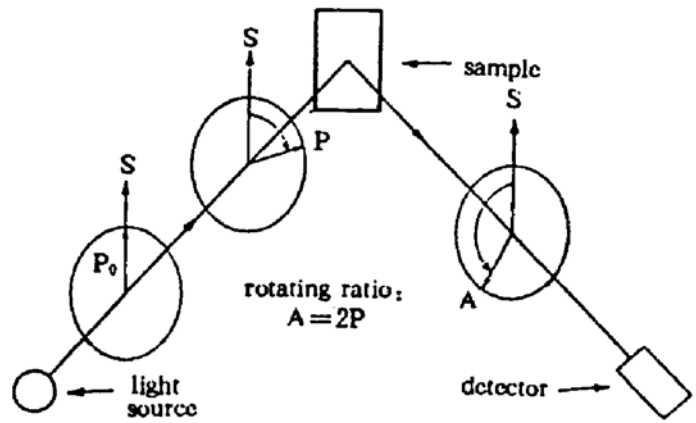


Fig. 1 The configuration of RPA ellipsometer

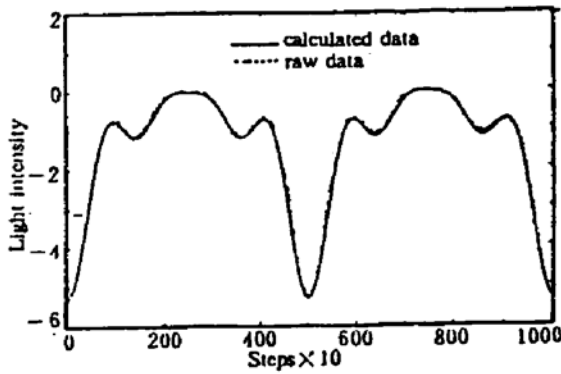


Fig. 2 Real signals for a thick Al film sample at $\lambda = 500\text{nm}$ and $\Phi = 70^\circ$ with the comparison with the data calculated by the Fourier transform

3 实验系统

3.1 系统简介

系统总的实验装置如图 3 所示。选择 150 W 氙灯作为光源，实验前先对氙灯进行了筛选，并精心设计了氙灯触发电源，这样光强涨落一般可控制在几个 mV 范围内，由氙灯产生的连续白光通过石英光纤束进入 Hilger DU560 反射式光栅型单色仪后产生 300 nm ~ 850 nm 范围内的准单色光，经固定起偏器②和旋转起偏器④后入射到样品上，反射信号经过检偏器③后被具有 S20 频响特性的光电倍增管接收，其信号大小由转换时间约为 3 μs 的 A/D 卡采集。由于石英的光学活性使石英棱镜产生的线偏振光带有轻微的椭圆偏振性^[5]，本文改用方解石材

料制作的改进型 Glan-Foucault 偏振棱镜作为起偏器和检偏器，在棱镜制作过程中还采用了一些特殊工艺，以保证起偏器和检偏器在旋转过程中 e 光不发生偏转。偏振棱镜用硅橡胶封装在特制金属圆筒内后固定在马达转轴上，转轴是空心的，与光线同轴，使光线可沿空心转轴的轴线穿过。平面镜⑧是用来作样品对光和系统定标的，起偏器和检偏器的同步旋转分别由两个步进马达⑤控制，利用两相马达细分驱动器可将马达由原一周 200 步变为 10000 步，从而大大提高数据作傅里叶变换的精度。可变入射角转台基座由样品转台⑩和探测臂转台⑨两

值(图中实线)，两组数据符合得非常好。

利用(8)式可对系统准确定标，从而定出起偏器和检偏器的初始方位角。由于采用了同步旋转起偏器和检偏器的测量方式，被检测的光强信号中包含五个成份，即一个直流成份和四个交流成份，由傅里叶变换检测出的四个交流成份(频率分别为基频，2 倍频，3 倍频和 4 倍频)经过不同组合，可自恰地求出完整的椭圆偏参数 ρ 和 Δ ，从而直接算出材料的光学常数，克服了单一旋转检偏器型椭圆偏仪需测直流分量和位相的麻烦。

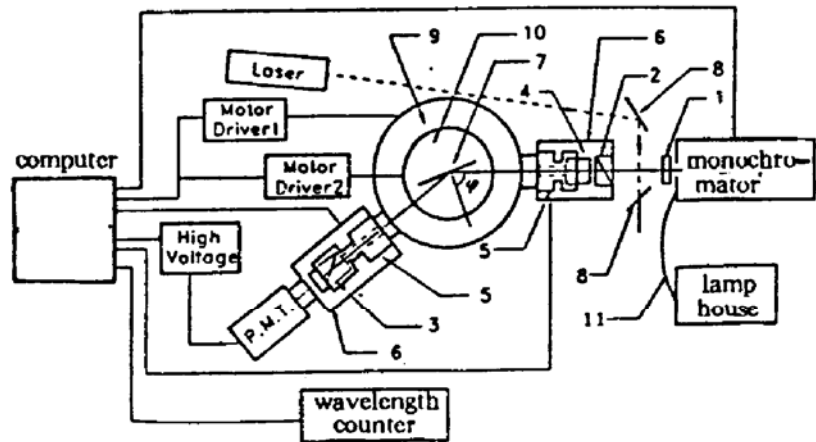


Fig. 3 Schematic diagram of the RAP ellipsometer; 1: light-collimating lens; 2: the first fixed polarizer P_0 ; 3: rotating analyzer; 4: rotating polarizer; 5: stepping motor; 6: light-shielding boxes; 7: sample; 8: mirrors; 9: rotating table connected to the arm that holds the analyzer and photomultiplier; 10: rotating table connected to the sample mounting stage; 11: fused silica fibre optical cable

部分组成, 它们也由两个马达分别控制入射角大小和探测器位置, 入射角控制精度可达 0.001° , 并且探测器可实时跟踪入射角改变后反射光的位置, 这种高精度入射角连续可变控制系统, 增加了测量的灵活性, 对于多层结构的薄膜材料光学参数的测量更为有利, 可提供足够的数, 另一方面通过选择合适的入射角进行测量, 可以得到更高精度的体材料的光学常数^[6]。样品架由样品吸附板和样品方位多维调节架两部分组成, 固定在样品转台上, 样品吸附板通过抽气装置将样品垂直吸附固定在样品板上。样品方位多维调节架分别提供样品 X 和 Y 二维平移调整 360° 回转和俯仰偏转等方位调整。高压电源是用来调整光电倍增管增益的, 通过计算机反馈的实验信号自动调整 D/A 卡输出的直流电压可以调节高压大小, 使实验信号保持在 $5 \sim 7 \text{ V}$ 之间。滤色片①用来滤去光栅型单色仪输出的两级光, 计数器用来显示单色仪的输出波长, 整个系统的工作由一台 AT-386 微型计算机自动控制, 全部实验设备置于光学隔振平台上。

3.2 系统的校准与定标

在椭圆偏振仪正常工作前, 必须对系统所有光路、仪器和电子线路稳定性等进行大量细致的调试, 尽量减少各种不利因素对实验结果的影响。

3.2.1 光路调节与样品对光

如图 3 所示, 椭圆偏振仪整体光路的调整是通过低功率氦氖激光器来完成的。仔细调整单色仪出光孔的位置, 使其产生的准单色光穿过偏振器的光路与激光光路一致, 人眼的分辨率可以保证这两束光的偏离度小于 0.01° 。

每次新的测量开始前, 必须对样品进行对光, 以保证经样品的反射光能进入出射光臂上的小孔被探测器接收, 样品经对光后可使入射角的精度控制在 0.005° 以内。

3.2.2 入射光臂、出射光臂位置的调整

对于入射角可变的椭圆偏振光谱测量系统, 如果入射光臂的光轴偏离转台中心轴 y , 就会造成经样品反射后的光线偏离出射光臂的进光孔, 其偏离的距离与入射角的大小有关, 这样, 入射角改变后经样品反射的光就只能部分甚至完全不被探测器接收, 从而给实验带来很大的麻烦, 因此, 需经严格的调试, 以保证入射光臂、出射光臂和转台中心轴成一条直线。

如图 4 所示, 当入射角为 90° 时, 光线经过样品的表面正好进入探测器的入射窗口, 而当入射角变为 45° 后, 即让探测器和样品架绕转台中心轴分别转动 90° 和 45° , 由于入射光线偏离中心, 经样品上 P 点反射的光不再进入探测器的入射窗口, 其与窗口的偏离距离为: $x = y(2 - \sqrt{2}) \approx 0.586 y$ 。通过样品架的平移, 可以使反射光线再次进入探测器的入射窗口, 由样品架上的平移标尺读数可以得到 k 的值, 这时只要让入射光臂和反射光臂同时平移 y 的距离并多次重复以上过程就可以保证入射光臂、出射光臂和转台中心轴成一条直线。经过以上的调节过程后, 如果在某一个入射角下的反射光线正好进入探测器的入射窗口, 那么在入射角范围内 ($35^\circ \sim 90^\circ$), 其反射光也总是正好进入探测器的入射窗口

3.2.3 偏振器方位角调整

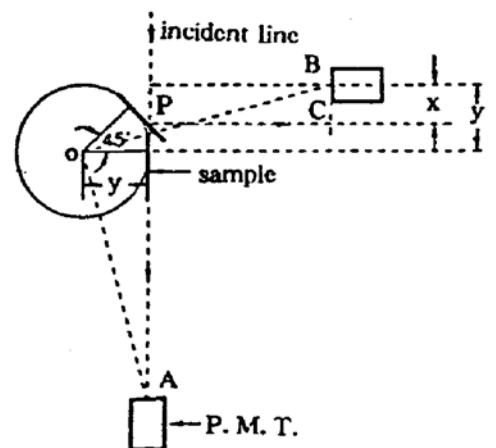


Fig. 4 Diagram illustrating how to reduce the error from off-centring of the incident light

在所采用的椭偏测量方式中,要求三个偏振器(起偏器 P_0 、起偏器 P 和检偏器 A)的初始偏振方向均与入射面垂直,由于安装偏振器时不能保证这一点,可能分别有 $1^\circ \sim 2^\circ$ 的偏离,因此必须进行调整。调节是由计算机控制的,调整后可以保证三个偏振器的初始偏振方向均与入射面垂直,即使有一定的偏差,偏离度也小于 0.036° ,对光强傅里叶系数的测量最多引进 10^{-5} 的相对误差,因此可以忽略。

3.3 其它

利用前置放大器提高信噪比的过程造成信号的时间延迟,这给 A/D 卡读入的信号值带来相移,因此,光强信号中实际的交流分量值应该为:

$$I_k = 2 \sum_{i=1}^N I_i \cos [k(A_i - \Phi_k)] / N, \quad k = 1, 2, 3, 4 \quad (9)$$

其中 Φ_k 为不同频率下的相位角。在放大电路的设计中,为了使光强傅里叶系数误差小于 5×10^{-4} ,并且同时减小信号噪声的影响, Φ_k 被控制在小于 0.5° 的水平,这可以通过傅里叶变换中正弦分量的大小来检验,在所有实验中正弦分量都特别小,一般小于 10^{-3} ,所以只用余弦分量来计算椭偏参数不会产生很大的误差。

起偏器和检偏器起始方位角 $\pm 0.036^\circ$ 的不确定性也是光强信号中正弦成分的来源之一,但在大部分情况下光强信号的正弦成分 I_s 和余弦成分 I_c 之比: $I_s/I_c \sim 10^{-3}$ 。因此实际上只产生很小的相移,对 I_k 的影响可忽略不计。

4 实验结果

对于理想的两相模型,系统由光学上各向同性的衬底和透明环境媒质组成,若它们的复介电函数分别为 $\epsilon_s(\epsilon_s = \epsilon_1 + i\epsilon_2)$ 和 ϵ_0 , 则满足^[7]:

$$\epsilon_s/\epsilon_0 = [(1 - \rho)/(1 + \rho)]^2 \tan^2 \Phi_0 \sin^2 \Phi_0 + \sin^2 \Phi_0 \quad (10)$$

其中 Φ_0 为样品的入射角, $\rho = \bar{r}_p/\bar{r}_s$ 。

利用椭偏仪可测出椭偏参数 ψ 和 Δ , 进而由(10)式求出各向同性体材料的光学常数。实验用金膜是在 1.33×10^{-4} Pa 真空环境下用蒸发淀积法镀在玻璃衬底上的,在可见光区呈完全不透明性,因此可视为体材料。图 5(a)为利用 RPA 型椭偏仪分别在 65° 、 70° 和 75° 入射角和 $1.5 \sim 4.5$ eV 能量范围内对金膜复介电函数 ϵ_1 和 ϵ_2 的测量结果,获得了良好的重复性,变化幅度小于 0.5% ; 图 5(b)为在 550 nm 的入射波长和 70° 入射角下对金膜 ϵ_1 和 ϵ_2 的重复 100 次的测量结果,它们的相对变化幅度均小于 0.5% 。

在 ϵ_2 谱上可清晰地分辨出能量在 3.0 和 3.8 eV 附近的两个峰,它们分别对应于布里渊区 $L_3 \rightarrow L_2'$ (d 带至费米能级), $L_2' \rightarrow L_1'$ 的电子跃迁^[8]。图 6 是利用椭偏仪测出的 ϵ_1 和 ϵ_2 谱换算成的正入射角下反射率与本实验室另一台反射率绝对值测量仪($\Phi = 5^\circ$)测试结果的比较,两种方法测量结果较为符合,偏差小于 1% 。

图 7 为在 70° 入射角下半导体材料 CdTe 复介电函数 ϵ_1 和 ϵ_2 的测量结果,样品测量前先经 5% 的溴甲醇溶液腐蚀以去除样品表面的氧化层。从 ϵ_2 谱上可以看到,样品的吸收带边缘约在 1.5 eV 附近, E_1 峰($A_{4,5}$ 价带 \rightarrow 导带的跃迁)和 $E_1 + A_1$ 峰(A_s 价带 \rightarrow 导带的跃迁)分别对应于约 3.3 和 3.8 eV,该结果与其它理论计算^[9]和实验结果^[10]符合得很好。

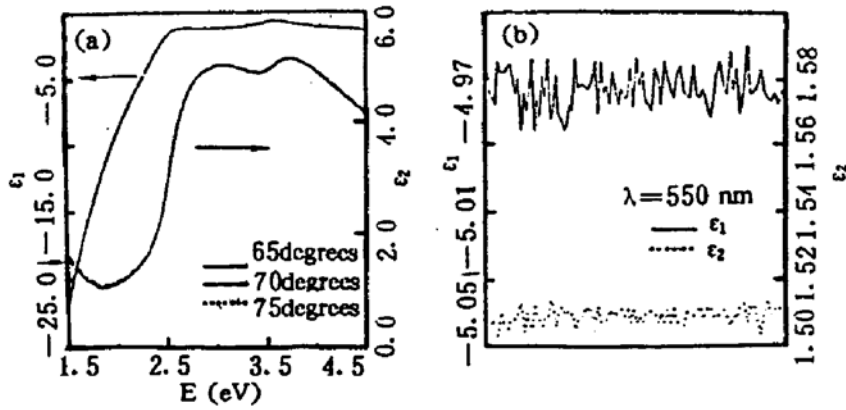


Fig. 5 (a) The measured spectra of ϵ_1 and ϵ_2 for the Au sample at the incident angle of 65°, 70° and 75°
 (b) The repeated results of ϵ_1 and ϵ_2 for the Au sample at the incident angle of 70° and wavelength of 550 nm

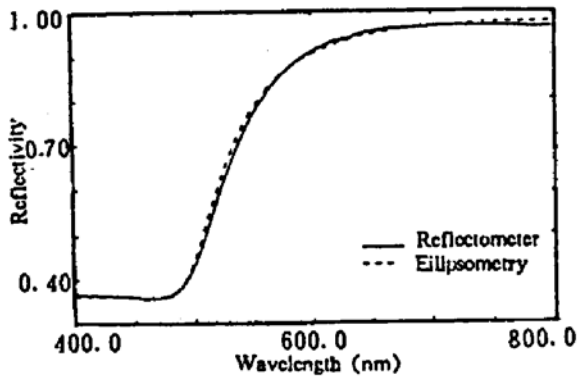


Fig. 6 Absolute reflective spectra of the Au sample measured by the RPA ellipsometer and reflectometer, respectively

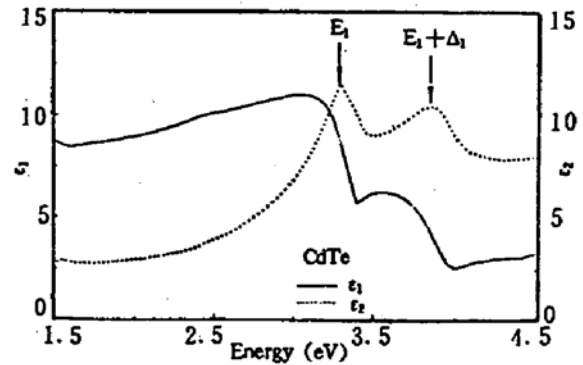


Fig. 7 The measured spectra of ϵ_1 and ϵ_2 for the CdTe sample at the incident angle of 70°

结 论 采用同步旋转起偏器和检偏器(转速之比为 1:2)的测量方式, 研制出入射角可变的 RPA 波长扫描全自动椭偏仪。被检测的光强信号中包括五个成分, 即一个直流成分和四个交流成分。由傅里叶变换检测出的四个交流成分经过不同组合后可自洽地求出完整的椭偏参数 ψ 和 Δ , 从而直接算出材料的光学常数, 克服了单一旋转检偏器型椭偏仪需测直流分量和位相的麻烦, 同时系统还具有可自我定标和调试、操作特别方便的特点。利用该椭偏仪测出的金属 Au 和半导体材料 CdTe 的光学常数结果表明, 该测量仪具有精度高、重复性好等特点。

参 考 文 献

- [1] D. E. Aspnes, Fourier transform detection system for rotating-analyzer ellipsometers. *Opt. Commun.*, 1973, 8 (3): 222~225
- [2] P. S. Hauge, F. H. Dill, A rotating-compensator fourier ellipsometer. *IBM J. Res. Devel.*, 1973, 17(4): 472
- [3] Y. J. Van der Meulen, N. C. Hien, Design and operation of an automated, high-temperature ellipsometer. *J. Opt. Soc. Am.*, 1974, 64(6): 804~811
- [4] D. E. Aspnes, A. A. studna, High precision scanning ellipsometer. *Appl. Opt.*, 1975, 14(1): 220~228
- [5] D. E. Aspnes, Effects of component optical activity in data reduction and calibration of rotating-analyzer ellipsometers. *J. Opt. Soc. Am.*, 1974, 64(5): 812~819
- [6] 冯星伟, 苏毅, 马宏舟等, 金膜光学常数的椭圆偏振光谱测量精度研究. *红外与毫米波学报*, 1993, 12

(2) : 95~104

- [7] D. E. Aspnes, *Spectroscopic ellipsometry of solids in*, Optical Properties of Solids-New Developments, B. O. Seraphin, Ed. (North-Holland, Amsterdam, 1976) : 800~846
- [8] R. Rosei, D. W. Lynch, Thermomodulation spectra of Al, Au and Cu. *Phys. Rev.*, 1972, **B5**(10) : 3883~3894
- [9] D. J. Chadi, J. P. Walter, L. Cohen, Reflective and electronic band structure of CdTe and HgTe. *Phys. Rev.*, 1972, **B5**(8) : 3058~3064
- [10] H. Arwin, D. E. Aspnes, D. R. Rhiger, Properties of $\text{Hg}_{0.71}\text{Cd}_{0.29}\text{Te}$ and some native oxides by spectroscopic ellipsometry. *J. Appl. Phys.*, 1983, **54**(12) : 7132~7138

New Design of Angle-Variable Spectroscopic Ellipsometer (RPA type)

Feng Xingwei Su Yi Ma Hongzhou

Chen Liangyao Qian Youhua

(Department of Physics, Fudan University, Shanghai 200433)

(Received 8 July 1993; revised 7 March 1994)

Abstract A new type of spectroscopic ellipsometer with polarizer and analyzer rotating synchronously at a speed ratio of 1 : 2, has been designed and constructed. An additional source polarizer was used to reduce the slight polarization effects of the light source. The light intensity includes one DC and four AC components, having the frequencies of ω_0 , 2ω , $3\omega_0$ and $4\omega_0$ respectively. Complex dielectric spectra can be obtained by claculating any three of the four AC signals, having data selfconsistency of better than 0.5 %. The design, alignment and calibration of the system are discussed in detail. The results of measured spectra of Au and CdTe in the 1.5~4.5 eV range were presented and shown to be in agreement with the results of others.

Key words spectroscopy, elliptical polarization, reflectivity