

# 样品校准法在单波长椭偏仪中的应用

徐 鹏<sup>1,2</sup> 刘 涛<sup>2</sup> 王林梓<sup>2</sup> 李国光<sup>2\*</sup> 熊 伟<sup>2</sup> 荣 健<sup>1</sup>

<sup>1</sup> 电子科技大学物理电子学院, 四川 成都 610054  
<sup>2</sup> 中国科学院微电子研究所中国科学院微电子器件与集成技术重点实验室, 北京 100029

**摘要** 椭偏仪是薄膜测量的重要工具。从模拟和实验两方面, 描述一种新颖的单波长椭偏仪的校准方法。该方法的基本思路是: 如果被测样品的相关信息(折射率  $n$ , 吸收系数  $k$ , 厚度  $d$ ) 已知, 则可以通过测量光强变化的傅里叶系数, 采用最小二乘法原理反演出此时椭偏系统的信息(即校准参数, 包括起偏器方位角  $P$ , 检偏器方位角  $A$ , 波片起始旋转角  $C_s$ , 波片位相延迟  $\delta$ , 系统入射角  $\theta_0$ )。利用校准得到的系统参数和测量未知样品得到的光强傅里叶系数, 求得未知样品的厚度。该方法具有操作简单、节约成本等优点。分别针对 2~6 个样品尝试了校准, 对该校准方法做了模拟分析。将该方法用于实际测量, 考证校准后的测量效果, 并做了误差分析, 最大误差为 0.26 nm。

**关键词** 薄膜; 椭偏校准方法; 最小二乘法; 校准参数; 模拟和实验分析

中图分类号 O436.3 文献标识码 A doi: 10.3788/AOS201333.0412002

## Calibration Method for Single Wavelength Ellipsometry Using Standard Samples

Xu Peng<sup>1,2</sup> Liu Tao<sup>2</sup> Wang Linzi<sup>2</sup> Li Guoguang<sup>2</sup> Xiong Wei<sup>2</sup> Rong Jian<sup>1</sup>

<sup>1</sup> School of Physical Electronics, University of Electronic Science and Technology of China,  
Chengdu, Sichuan 610054, China

<sup>2</sup> Key Laboratory of Microelectronics Devices and Integrated Technology, Institute of Microelectronics,  
Chinese Academy of Sciences, Beijing 100029, China

**Abstract** Ellipsometry is an important measurement tool for thin films. A novel calibration method is described for single wavelength ellipsometry, both theoretically (with simulation) and experimentally. The basic idea is as follows: if the relevant information (refractive index  $n$ , absorption coefficient  $k$ , thickness  $d$ ) of samples is given prior to measurements, the system calibrating parameters (angle of polarizer  $P$ , angle of analyzer  $A$ , offset angle of compensator  $C_s$ , phase shift of compensator  $\delta$ , and angle of incidence  $\theta_0$ ) can be deduced from the comparison of the measured and calculated Fourier coefficients, with the least square method. These calibrated system parameters can then be used to measure unknown samples. This method is easy to implement and cost-saving. 2~6 samples have been tested in the calibrations, and the errors are analyzed with simulation. Finally, this method is applied to a realistic 632.8 nm laser ellipsometer, and the results obtained with the new calibration method prove the validity of the method and show a maximum error of 0.26 nm.

**Key words** thin films; ellipsometry calibration method; least square method; calibration parameter; analysis in simulation and experiment

**OCIS codes** 120.2130; 120.4640; 120.5700

## 1 引 言

最近, 椭偏仪广泛应用于表征四面体非晶碳薄

膜的化学键结构<sup>[1]</sup>以及多层复合膜的研究<sup>[2]</sup>。与此同时, 薄膜粗糙度对椭偏测量影响的研究<sup>[3]</sup>以及如

收稿日期: 2012-11-01; 收到修改稿日期: 2012-12-05

基金项目: 国家重大专项(2011ZX02101-005)资助课题。

作者简介: 徐 鹏(1987—), 男, 硕士研究生, 主要从事椭偏仪方面的研究。E-mail: xupengbeijing2012@163.com

导师简介: 荣 健(1962—), 男, 博士, 教授, 主要从事空间光电系统方面的研究。E-mail: rongj@uestc.edu.cn

\* 通信联系人。E-mail: liguoguang@ime.ac.cn

何最小化椭圆偏测量误差的方法也有报道<sup>[4]</sup>。椭圆偏仪通常由光源、偏振器、样品和光谱仪组成,例如旋转检偏器的椭圆偏仪<sup>[5]</sup>和旋转起偏器的椭圆偏仪系统<sup>[6]</sup>。然而,考虑到测量的灵敏度和准确性,将补偿器加入到椭圆偏仪系统中,构成起偏器-样品-补偿器-检偏器(PSCA)或起偏器-补偿器-样品-检偏器(PCSA)椭圆偏系统以及双补偿器的起偏器-波片-样品-波片-检偏器(PCSCA)系统<sup>[7]</sup>。在单一波长的椭圆偏仪中,所用补偿器通常是1/4波片<sup>[8]</sup>。在确定相对于入射平面的光学元件的方位角的校准过程中,有许多不同的校准方法<sup>[9]</sup>被开发出来。

椭圆偏系统,按所旋转的偏振元件的不同,大致分为三类:旋转起偏器的椭圆偏仪(RPE)、旋转检偏器的椭圆偏仪(RAE)和旋转补偿器的椭圆偏仪(RCE)。更进一步地,通常按照偏振元件的排列顺序以及旋转与否,将椭圆偏仪系统又大致分为P<sub>R</sub>SA、PSA<sub>R</sub>、PSCA<sub>R</sub>、PSC<sub>R</sub>A、PC<sub>R</sub>SA以及PC<sub>R</sub>SC<sub>R</sub>A等。从测量灵敏度上来看,PSC<sub>R</sub>A与PC<sub>R</sub>SA差异并不大。而PSC<sub>R</sub>A与其他结构相比,具有明显的优势:

1) RAE, RPE在样品的 $\Delta$ 近似为 $0^\circ$ 或者 $\pm 180^\circ$ 时,检偏器探测到的反射光是近似的线偏振光,测量灵敏度不够。RCE能够有效克服此问题<sup>[10]</sup>(其中 $\Delta$ 为样品反射引起的p偏振光和s偏振光的相对相位差)。

2) RAE, RPE椭圆偏振光的左旋和右旋性质分不开,即 $\Delta$ 的符号不能充分确定。而RCE能完整测到 $\Delta$ 的正弦和余弦值,确定 $\Delta$ 的符号<sup>[11]</sup>。

3) RPE, RAE会分别受到光源偏振性(由于P在转动)和探测系统(由于A在转动)灵敏性的影响,造成系统误差。而RCE可有效避免这两类误差<sup>[10]</sup>。

鉴于此,本文使用的单波长的椭圆偏仪结构为PSC<sub>R</sub>A。传统的椭圆偏仪的校准方案是通过步进旋转起偏器,首先确定起偏器P的方位角,进而通过傅里叶系数的函数性质,得到校准值C<sub>s</sub>和A的值<sup>[10]</sup>。但步进旋转总是会受到机械精度的限制。最重要的是,传统方法要求起偏器可旋转,并且精度要求高,无疑会导致系统的成本增加。在本校准方案中,只需要旋转补偿器,避免旋转其他的光学元件。这种校准方法具有速度更快、操作更简单、节省空间和成本等优点。新颖的校准方法的基本思想是:如果被测样品的信息(折射率n、吸收系数k、厚度d)已知,则可以通过测量光强变化的傅里叶系

数,采用最小二乘法原理反演出此时椭圆偏仪系统的信息(即校准参数起偏器方位角P、检偏器方位角A、波片旋转起始角C<sub>s</sub>、波片位相延迟 $\delta$ 、系统入射角 $\theta_0$ )。本文对新颖校准方法进行了数学模拟和敏感度分析,还将其应用到测量中,并与Horiba椭圆偏仪(型号UVISEL2,光谱范围190~2100 nm)测得的厚度做比较。

## 2 单波长PSC<sub>R</sub>A系统简介

### 2.1 PSC<sub>R</sub>A系统结构图

图1为单波长PSC<sub>R</sub>A系统结构图。系统主要组成部分有:光源,采用He-Ne激光器,输出波长632.8 nm;起偏器和检偏器,分别用于产生和检测偏振光;待测样品,可为薄膜或者半导体晶片;波片,又称相位延迟器,用于改变偏振光的相位差,测量时处于旋转状态;光探测器,用于探测光的强度;数据采集和处理单元,用于分析实验数据,输出测量结果。

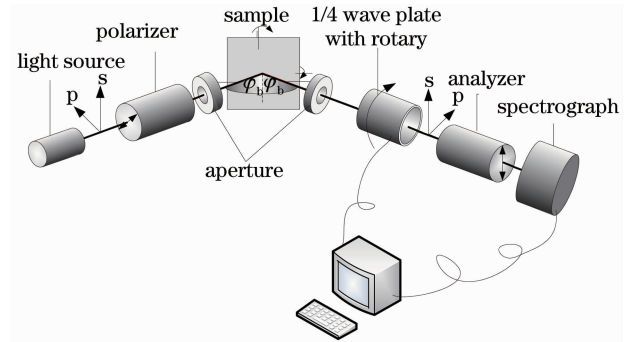


图1 单波长PSC<sub>R</sub>A系统结构图

Fig. 1 Schematic drawing of single-wavelength PSC<sub>R</sub>A ellipsometry

### 2.2 PSC<sub>R</sub>A系统数学模型

通常椭圆偏仪系统的数学模型用琼斯矩阵和穆勒矩阵来描述,每一个偏振元件对应一个矩阵,光每经过一个元件,就乘以其对应的矩阵。最终的光强从所有系统矩阵乘积的结果中加以提取。琼斯矩阵表达简单,但由于矩阵元为复数,在表达式的推导过程中不太方便。相对而言,虽然穆勒矩阵表达复杂,但各项均为实数,便于推导,且最终光强刚好与斯托克斯矢量相对应,物理意义明确。PSC<sub>R</sub>A系统矩阵如下:

$$S_D = M_A R(A - C) M_{\theta_0} R(C) M_{\varphi_0} R(-P) M_P S_0, \quad (1)$$

式中

$$\begin{aligned}
\mathbf{M}_{A/P} &= \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & 1 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}, \quad \mathbf{M}_\delta = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \cos \delta & \sin \delta \\ 0 & 0 & -\sin \delta & \cos \delta \end{bmatrix}, \\
\mathbf{M}_{\Psi\Delta} &= \begin{bmatrix} 1 & -\cos 2\Psi & 0 & 0 \\ -\cos 2\Psi & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \sin 2\Psi \cos \Delta & \sin 2\Psi \sin \Delta \\ 0 & 0 & -\sin 2\Psi \sin \Delta & \sin 2\Psi \cos \Delta \end{bmatrix}, \\
\mathbf{R}(\theta) &= \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \cos 2\theta & \sin 2\theta & 0 \\ 0 & -\sin 2\theta & \cos 2\theta & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}, \quad \mathbf{s}_0 = \begin{bmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}. \quad (2)
\end{aligned}$$

经过推导得到,其光强具有如下形式<sup>[10]</sup>:

$$I(t) = S_D(1) = I_0 [\alpha_0 + \alpha_2 \cos(2\omega ct) + \beta_2 \sin(2\omega ct) + \alpha_4 \cos(4\omega ct) + \beta_4 \sin(4\omega ct)], \quad (3)$$

式中  $\omega ct = C$ ,  $C$  为波片的旋转角。 $I_0$  为比例常数,在实际测量中很难得到准确值,通常在数据处理时采用归一化处理消除其影响。

为了方便,在采用穆勒矩阵推导时, $\mathbf{M}_A$ 、 $\mathbf{M}_P$  两矩阵的系数  $\frac{1}{2}$  忽略掉,推导得到<sup>[12]</sup>:

$$\alpha_0 = 1 - \cos 2P \cos 2\Psi + \frac{1}{2}(1 + \cos \delta) [\cos 2A (\cos 2P - \cos 2\Psi) + \sin 2A \sin 2P \sin 2\Psi \cos \Delta], \quad (4)$$

$$\alpha_2 = -\sin \delta \sin 2A \sin 2P \sin 2\Psi \sin \Delta, \quad (5)$$

$$\beta_2 = \sin \delta \cos 2A \sin 2P \sin 2\Psi \sin \Delta, \quad (6)$$

$$\alpha_4 = 1/2(1 - \cos \delta) [\cos 2A (\cos 2P - \cos 2\Psi) - \sin 2A \sin 2P \sin 2\Psi \cos \Delta], \quad (7)$$

$$\beta_4 = 1/2(1 - \cos \delta) [\cos 2A \sin 2P \sin 2\Psi \cos \Delta + \sin 2A (\cos 2P - \cos 2\Psi)]. \quad (8)$$

以上各式中  $P$  为起偏器透振方向与入射平面的夹角, $A$  为检偏器透振方向与入射平面的夹角; $C_s$  为波片的初始旋转角, $(\Psi, \Delta)$  为样品的椭圆偏参数。

椭圆偏参数定义式如下:

$$\rho = \tan \Psi \exp(i\Delta) = \frac{r_p}{r_s}, \quad (9)$$

式中  $r_p$  为椭圆偏光  $E$  分量在入射平面内的反射系数, $r_s$  为椭圆偏光  $E$  分量在与入射平面垂直的平面内的反射系数。

根据 Fresnel 反射定律<sup>[13]</sup>,两种介质交界面反射时的反射系数为

$$\begin{cases} r_{ab,p} = \frac{n_b \cos \theta_a - n_a \cos \theta_b}{n_b \cos \theta_a + n_a \cos \theta_b} \\ r_{ab,s} = \frac{n_a \cos \theta_a - n_b \cos \theta_b}{n_a \cos \theta_a + n_b \cos \theta_b} \end{cases}, \quad (10)$$

式中  $a, b$  分别指代上下两层介质; $N = n - ik$ ,  $n, k$  均为介质的光学参数;特殊地,光从空气入射到光介质中,在单层薄膜表面反射时的反射系数  $r_p, r_s$  为<sup>[11]</sup>

$$\begin{aligned} r_p &= \frac{r_{01,p} + r_{12,p} \exp(-i2\beta)}{1 + r_{01,p} r_{12,p} \exp(-i2\beta)}, \\ r_s &= \frac{r_{01,s} + r_{12,s} \exp(-i2\beta)}{1 + r_{01,s} r_{12,s} \exp(-i2\beta)}, \\ \beta &= 2\pi \frac{d}{\lambda} n_1 \cos \theta_1, \end{aligned} \quad (11)$$

式中 0、1、2 分别代表空气、第一层薄膜、第二层薄膜; $\theta_1$  为从一层膜入射到二层膜的入射角。

需要强调的是,以上的表达式只在  $C_s = 0$  (即波片旋转的起始位置为快轴或者慢轴)的前提下成立,在实际的采集过程中,很难准确对应出  $C_s = 0$  的位置,所以必须知道  $C_s$  不等于零时对应的表达式。通过推导发现,两种傅里叶系数的对应关系<sup>[10]</sup>为

$$\begin{bmatrix} \cos(mC_s) & -\sin(mC_s) \\ \sin(mC_s) & \cos(mC_s) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \alpha'_m \\ \beta'_m \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \alpha_m \\ \beta_m \end{bmatrix}, \quad (12)$$

式中  $(\alpha'_m, \beta'_m)$  指代  $C_s$  不等于零时的傅里叶系数; $(\alpha_m, \beta_m)$  为  $C_s = 0$  时的傅里叶系数,  $m = 2, 4$ 。因此,根据 (4) ~ (12) 式可以将傅里叶系数当作待求参数的函数,即

$$\alpha'_2(P, A, C_s, \delta, \theta_0, d), \quad \beta'_2(P, A, C_s, \delta, \theta_0, d),$$

$$\alpha'_i(P, A, C_s, \delta, \theta_0, d), \quad \beta'_i(P, A, C_s, \delta, \theta_0, d). \quad (13)$$

对于 PSC<sub>R</sub>A 椭偏系统校准,传统采用的是残余函数校准法和区域校准法<sup>[9]</sup>;通过构建傅里叶系数的函数,根据函数特征,求解出系统的校准参数( $P, A, C_s$ )。

常见的 PSC<sub>R</sub>A 椭偏系统,其测量的特点在于:测量时起偏器和检偏器固定不动,通过旋转波片得到周期性的光强信息,进而从光强信息中提取出样品的椭偏参数。具体过程一般为:1)对光强做傅里叶分析,提取出测量样品的光强傅里叶系数;2)通过傅里叶系数与校准参数以及椭偏参数的关系,求解出椭偏参数;3)通过拟合样品的椭偏参数,得到样品的厚度和入射角。

## 3 样品校准法

### 3.1 原理简述

由于椭偏测量最终目的在于测量样品的厚度,所以我们尝试将整个校准或者测量过程做整体的回归,分别得到在校准和测量过程中需要得到的参数值。具体如下。

在校准时,对于单一波长而言,从(13)式中可以看出,可以将傅里叶系数当作拟合参数的函数,即直接通过拟合傅里叶系数,得到待求参数值。在(13)式中,若厚度也作为拟合量,则拟合参数的个数为6个,而对于一个样品的测量只能得到4个方程。方程个数小于参数个数,会出现多解的情况。同样地,厚度作为固定值,仍然是方程个数大于参数个数。所以需要多个样品参与该校准过程,即

$$\begin{aligned} &\alpha'_{2i}(P, A, C_s, \delta, \theta_0, d_i), \quad \beta'_{2i}(P, A, C_s, \delta, \theta_0, d_i), \\ &\alpha'_{4i}(P, A, C_s, \delta, \theta_0, d_i), \quad \beta'_{4i}(P, A, C_s, \delta, \theta_0, d_i), \end{aligned} \quad (14)$$

式中  $i$  指样品个数。在厚度作为拟合参数时,每增加一个样品参与校准,就增加4个可用的方程,待拟合参数增加一个;当样品数大于2时,方程数目就比参数个数多,所以该校准方法至少需要两个样品参与校准;而厚度是否作为拟合参数,可根据实际情况决定。如果将厚度作为拟合参数时,拟合出的厚度与参考厚度相差较多,则应该固定样品的厚度值,因为此时厚度的不准确,必然影响到其他参数值的准确性。而实际测量中发现,厚度固定为参考值能使这种方法的准确性增强。所以对该方法而言,参考厚度的准确性显得相当重要。通常获取参考厚度值

的方式有两种:1)商业标准样品,如经美国国家标准技术研究所(NIST)认证过的标准样品;2)自己制造的样品,然后采用其他精密的测量仪器加以测量。在测量时,利用新样品测得的傅里叶系数,固定校准中得到的( $P, A, C_s, \delta, \theta_0$ ),同样通过拟合此时的傅里叶系数,最小二乘拟合出厚度值  $d$  和入射角  $\theta_0$  即可,而不再通过拟合椭偏参数得到( $\theta_0, d$ )。

校准时,定义多波长多样品的误差评价函数:

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^M \left\{ \sum_{j=1}^N [(\alpha_{2ij}^{\text{exp}} - \alpha'_{2ij})^2 + (\beta_{2ij}^{\text{exp}} - \beta'_{2ij})^2 + (\alpha_{4ij}^{\text{exp}} - \alpha'_{4ij})^2 + (\beta_{4ij}^{\text{exp}} - \beta'_{4ij})^2] \right\}, \quad (15)$$

式中  $i$  指代不同的样品,  $j$  指代不同的波长; ( $\alpha_{2ij}^{\text{exp}}, \beta_{2ij}^{\text{exp}}, \alpha_{4ij}^{\text{exp}}, \beta_{4ij}^{\text{exp}}$ ) 指实验采得的傅里叶系数; ( $\alpha'_{2ij}, \beta'_{2ij}, \alpha'_{4ij}, \beta'_{4ij}$ ) 指算法最后一次迭代完成后得到的计算傅里叶系数。 $N$  为波长的总数;  $M$  为样品的总数。采用最小二乘法,使误差函数不断趋近于0,此时两组傅里叶系数不断逼近,最终返回此时对应的参数( $P, A, C_s, \delta, \theta_0$ ) 的值。

从(14)式可以看出,根据测量样品反射光强展开的傅里叶系数( $\alpha'_2, \beta'_2, \alpha'_4, \beta'_4$ )与校准参数( $P, A, C_s, \delta, \theta_0$ )均有关,若通过椭偏仪对2个已知光学常数和厚度( $n, k, d$ )的参考样品进行测量,可得到两组傅里叶系数,即8个方程,而未知参数仅为( $P, A, C_s, \delta, \theta_0$ ),即未知参数最多仅有5个,因此,此时可以通过最小二乘法计算拟合出校准参数( $P, A, C_s, \delta, \theta_0$ )。并且,为了使拟合得到的光学系统参数更加准确,可以考虑让尽量多的样品参与校准。这是因为,样品数量越多,即方程个数越多,对校准参数的限制也就越多,此时通过最小二乘法得到的解也就越逼近真实值。

### 3.2 模拟分析

#### 3.2.1 方法的可行性验证

为了说明该方法的可行性和拟合出的参数的准确性,在单波长(此时  $N=1$ ),两个样品的情况下,对该方法做了模拟。假定样品厚度为100、200、300、400、500 nm,任取两个参与校准。这些假定厚度对应的椭偏参数如表1所示。

选取 He-Ne 激光器的输出波长 632.8 nm,将样品厚度作为拟合参数,校准参数的人为设定值为( $P, A, C_s, \delta, \theta_0$ ) = (45°, 30°, -20°, 90°, 60°)。先利用设定值计算出光强,分析出傅里叶系数,然后采用该校准方法找回校准参数。模拟结果如表2所示。

表 1 用于模拟分析样品的椭圆参数分布

Table 1 Ellipsometry parameters of samples used in simulations

Sample thickness /nm	100	200	300	400	500
$\Psi /(^{\circ})$	40.980	33.910	12.548	52.025	28.564
$\Delta /(^{\circ})$	79.744	279.023	199.194	82.621	274.335

表 2 样品校准法对厚度测量的模拟结果

Table 2 Result of thickness measurement with sample calibration

Sample thickness /nm	$P /(^{\circ})$	$A /(^{\circ})$	$C_s /(^{\circ})$	$\theta_0 /(^{\circ})$	$\delta /(^{\circ})$	$d_1 / \text{nm}$	$d_2 / \text{nm}$
100,200	45	30	-20	60	90	100/368.4	200/468.4
200,300	45	30	-20	60	90	200/468.4	300/568.4
300,400	45	30	-20	60	90	300/568.4	400/131.6
400,500	45	30	-20	60	90	400/131.6	500/231.6
500,100	45	30	-20	60	90	500/231.6	100/368.4

表 2 中  $d_1$  和  $d_2$  分别表示拟合出的两个参与校准的样品厚度；从模拟结果来看，返回的参数值与设定值完全一致。很明显的是，厚度出现了多解，经过观察发现，出现多解的厚度周期为 268.4 nm；即椭圆参数每间隔 268.4 nm 出现了周期性的重复。这种现象可以从(11)式中得到解释，即由于  $r_p$  和  $r_s$  中  $\exp(-i2\beta)$  项的存在，周期性变化的厚度会对应相同的  $\exp(-i2\beta)$  值，进而造成  $\frac{r_p}{r_s}$  对厚度的不可分辨。具体来说，当  $2\beta$  为  $2\pi$  的整数倍时，即  $4\pi d n_1 \cos \theta_1 / \lambda = \frac{4\pi d \sqrt{n_1^2 - n_0^2 \sin^2 \theta_0}}{\lambda} = 2\pi$  时，将  $\lambda = 632.8 \text{ nm}$ ,  $n_1 = 1.4567$ ,  $n_0 = 1$ ,  $\theta_0 = 60^{\circ}$  代入，求得的  $d$  即为厚度周期值。这样计算得出其周期约为 270.12 nm。但是就校准而言，只关心  $(P, A, C_s, \delta, \theta_0)$  是否得到真实值，厚度的多解并不影响校准参数值的准确性。经过以上模拟，证明了该方案的可行性。此外，值得一提的是，虽然以上模拟是将厚度值作为了拟合参数，但不难想象，如果将厚度值固定在设定值，通过该方法同样可以得到其他参数的真实值。

### 3.2.2 误差函数对入射角的敏感性分析

为了观察该方法对入射角的敏感性以及这种敏感性与参与校准的样品数量以及其椭圆参数分布之

表 3 现有样品的椭圆参数分布

Table 3 Ellipsometry parameters of current samples

Sample thickness /nm	2.676	4.719	6.364	8.801	13.071	101.222	289.440
$\Psi /(^{\circ})$	10.584	10.725	10.892	11.217	11.985	41.652	10.759
$\Delta /(^{\circ})$	171.749	166.015	161.518	155.115	144.796	79.820	165.023

如图 2 所示，在 6 个样品时，误差函数曲线出现典型的二次曲线分布；而 2~5 个样品误差函数值很小，且在  $60^{\circ}$  以后几乎重合，因此认为这种现象是由于样品椭圆参数的分布不均匀造成。在 2~5 个样品时，现有

间的关系，分别比较了采用 2~6 个样品参与校准，所使用样品为 Si 衬底上的二氧化硅，由中国科学院微电子研究所第十研究室制备。对应于 632.8 nm 波长，Horiba 椭圆仪提供的光学常数  $n = 1.45705$ ,  $k = 0$ 。表 3 列出了实际所用样品的椭圆参数，样品取法为从表 3 所列厚度从左向右依次增加一个。模拟时将厚度固定为设定值，为了有效地和实验进行比较，设定的厚度值为实际所用样品的厚度。当前，对于薄膜量测设备制造商，通常采用一片美国 NIST 指定的 VLSI Standards, Inc. 制作的二氧化硅样品作为标准样品。根据文中所述方法，应采用相同的样品，但由于价格在每片 3000~5000 美金 (4 inch, 约 10.16 mm)，成本无法承受，而且实验环境也无法匹配标准样品的要求，从而选择了采用自制品（薄片为干法热氧化，厚片为湿法氧化），并且引用 Horiba 椭圆仪测量结果作为标样的方法。最终采用的厚度值为 Horiba 椭圆仪多次测量拟合出的中心值，其重复精度优于 0.025 nm。误差函数对其样品个数做归一化[(15)式]。将入射角  $\theta_0$  依次固定在其真实值附近，拟合其余校准参数，观察误差函数的变化。

样品的  $\Psi$  值大多在  $10^{\circ}$  左右，而  $\Delta$  大多在  $160^{\circ}$  左右，各样品之间椭圆参数的可分辨度不强。而有 6 个样品参与校准时，因为包含了 101.222 nm 样品，其椭圆参数与其余样品差异显著，所以误差函数变得陡峭。为了进

一步证实该解释,重新挑选了新厚度的样品,做相同的模拟。由于从(11)式中知道其厚度周期为 270 nm 左右,所以从 100~350 nm 范围内等间隔挑取了 6 个厚度值,样品取法为从表 4 所列厚度从左向右依次增加一个。其椭圆参数分布如表 4 所示。

使用这些厚度值参与校准,得到的误差函数与入射角  $\theta_0$  的关系如图 3 所示。与图 2 相比,图 3 的误差函数的数值上升了一个数量级,即这种厚度组合参与校准,入射角的不准确性更容易在误差函数中突显出来。同时,5 条曲线都呈现出抛物线形状。此外,可以看到,对样品个数归一化之后,此时采用 3 个样品校准的误差函数最陡峭,而 6 个样品校准的误差函数位于最下方。另一方面,在误差函数小到  $10^{-4}$  数量级时,5 条曲线所对应的入射角值最多仅相差 0.05°;当误差函数值更小时,5 条曲线所对应入射角值差异将更小。

综上所述,并非参与的样品越多,校准效果就越好,还与样品的选择(椭圆参数是否分布均匀)密

表 4 100~350 nm 范围内厚度的椭圆参数分布

Table 4 Ellipsometry parameters of thicknesses in the range of 100~350 nm

Sample thickness / nm	100	150	200	250	300	350
$\Psi / (^\circ)$	40.980	75.854	33.910	17.760	12.543	27.690
$\Delta / (^\circ)$	79.744	265.457	279.023	249.445	139.194	86.748

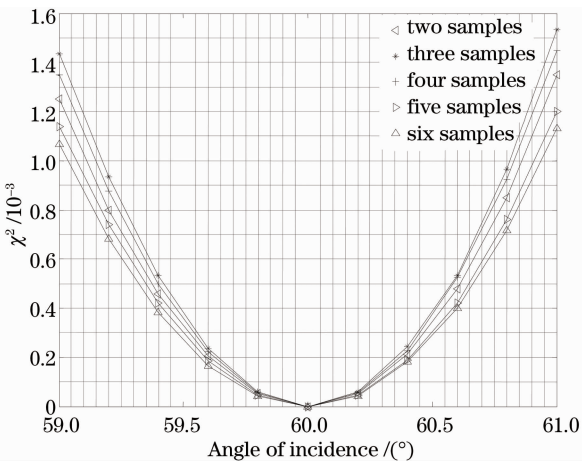


图 3 椭圆参数分布较均匀的样品参与校准时误差函数对入射角  $\theta_0$  的敏感性

Fig. 3 Sensitivity of error function to incident angle  $\theta_0$  for calibrating samples with the uniformly distributed ellipsometry parameters

### 3.3 样品校准法的实验结果分析

在模拟分析的基础上,将该校准方法应用在单波长椭圆校准的实验之中。由于现阶段条件所限,暂时只有如表 3 所示厚度的样品。采用输出波长为 632.8 nm 的 He-Ne 激光器作为光源,使用中心波

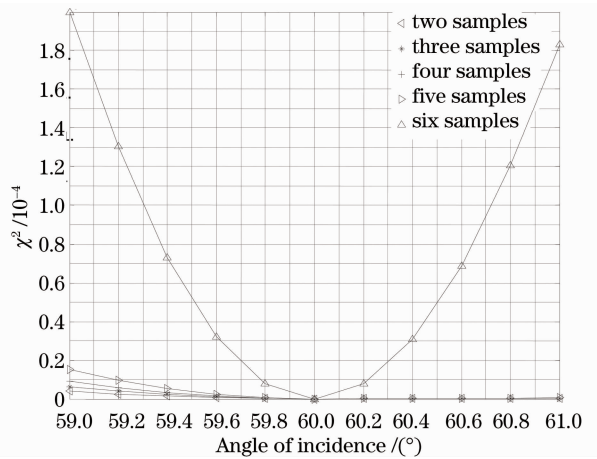


图 2 现有样品参与校准时误差函数对入射角  $\theta_0$  的敏感性

Fig. 2 Sensitivity of error function to incident angle  $\theta_0$  with current samples

切相关。值得注意的是,该项模拟没有考虑实验误差的存在;在实际的校准过程中,还是希望有尽量多的样品参与此校准过程,这样可以有效地消除偶然误差。

长为 632.8 nm 的 1/4 波片作为补偿器,波片由电机带动旋转,旋转角速度为 1800°/s,数据采集频率为 20 kHz,采用光电二极管作为探测器。采用 7 个样品参与校准,厚度值由 Horiba 椭圆仪测得,如表 3 所示。

使用这些样品得到的校准测量值如表 5 所示。

由表 5 可知,大部分参数的标准偏差在 0.1°~0.2°,其中偏差最大的为入射角  $\theta_0$ ,这与椭圆系统的两臂稳定性有关。为了说明该校准方法得到的校准参数是否合理,下一步固定住这些校准参数,反过来测量样品的厚度值。

利用得到的校准参数(平均值),测量样品的厚度,其结果如表 6 所示。表中平均值和标准偏差(SD)均表征 5 次测量的重复性,相对偏差为标准偏差与平均值之比,最大误差为测量厚度与标准厚度之间的最大偏差,相对精度为最大误差与标准厚度之比。

如表 6 所示,随着样品厚度的增加,测量精度增大,而相对偏差逐渐降低;除 2.676 nm 的样品外,其余样品的最大误差在 0.25 nm 附近波动,同样相对精度随着厚度的增加而逐渐降低。以上测量结果

表5 样品校准法5次测量的校准参数值[单位: (°)]

Table 5 Calibrated parameters from 5 measurements using the sample calibration method [unit: (°)]

Parameters	1	2	3	4	5	Mean	SD
$P$	131.95	132.23	132.33	132.15	132.06	132.14	0.15
$A$	-9.60	-9.93	-9.68	-9.62	-9.54	-9.67	0.15
$C_s$	53.18	52.77	52.98	53.08	53.14	53.03	0.17
$\delta$	90.002	90.002	90.003	90.004	90.004	90.003	0.001
$\theta_0$	68.48	68.26	67.82	68.19	68.18	68.19	0.23

表6 利用校准参数测量样品得到的厚度值

Table 6 Measured thicknesses based on the calibrated parameters

Standard thickness / nm	Thickness 1 / nm	Thickness 2 / nm	Thickness 3 / nm	Thickness 4 / nm	Thickness 5 / nm	Mean / nm	SD / nm	Relative deviation / %	Maximum error / nm	Relative precision / %
2.676	30.38	30.27	30.33	30.31	30.15	30.29	0.09	0.30	0.36	13.50
4.719	49.34	49.22	49.18	49.19	49.08	49.20	0.09	0.18	0.22	4.66
6.364	65.15	64.91	65.19	65.10	64.97	65.06	0.12	0.18	0.16	2.51
8.801	88.17	87.94	88.14	88.10	88.04	88.08	0.09	0.10	0.02	0.23
13.071	128.34	128.10	128.52	128.61	128.61	128.44	0.22	0.017	2.6	2.00
101.222	1011.35	1009.79	1009.73	1011.22	1011.31	1010.68	0.084	0.08	2.5	0.25
289.440	2895.62	2897.21	2897.01	2895.67	2895.65	2896.23	0.081	0.03	2.6	0.09

表明,在现阶段厚样品的厚度准确性比薄样品高。造成该现象的原因:1)有可能是较薄样品在校准和测量过程中敏感性不够,从而导致数据处理过程中,对薄样品的厚度分辨力不够。2)薄样品自身的氧化,使其本身的厚度变厚,与参考值相差较多。

## 4 结 论

首先阐述了样品校准法的基本思路和原理及其与传统校准方法相比的优势所在。然后从数学上分析了该方法的可行性,进而通过模拟的手段分析了该方法对入射角  $\theta_0$  的灵敏性。为了进一步说明该方法的实用性,将该校准方法应用到了单波长激光椭偏仪的校准中,利用校准结果测量了样品厚度值,并与其参考值相比较。除 2.676 nm 样品(超薄样品在测量时很容易受环境和其表面状态的影响)外,数据表明,多次测量的最大标准偏差为 0.084 nm,最大相对偏差为 0.18%;最大测量误差为 0.26 nm,最差相对精度为 4.66%。从方法上来讲,证明了该方法的可行性和可靠性。在着重阐述该新方法的基础上,实验部分已经基本证明了方法的有效性;方法的准确性还需要在将来的研究工作中进一步完善和提高。此外,该方法的校准结果尚有提升的空间:1)选取椭偏参数分布较为均匀的样品参与校准,正如图 3 所示,可以有效地提高误差函数对拟合参数的敏感性;下一步将定制椭偏参数分布均匀的样品做

更准确的分析。2)采用不同的归一化方式,在本文中采用的是对(4)式中的直流分量  $\alpha_0$  归一化。3)选择更加可靠的样品厚度参考值,无疑也是改善结果的重要办法。4)比较光路中采用聚焦或者不聚焦方式得到的测量效果等。

值得说明的是,目前该种新颖的椭偏样品校准法已申请专利。

## 参 考 文 献

- Wu Suyong, Long Xingwu, Yang Kaiyong. Technique to minimize the characterization deviations of optical parameters of thin films caused by ellipsometric measurement systematic errors [J]. *Acta Optica Sinica*, 2012, **32**(6): 0631001  
吴素勇, 龙兴武, 杨开勇. 一种最小化薄膜光学参数表征偏差的椭偏测量系统误差处理技术[J]. *光学学报*, 2012, **32**(6): 0631001
- Fan Longfeng, Lin Tianxia, Huang Zuohua. New algorithm to the ellipsometric data inversion of double films [J]. *Laser Technology*, 2012, **36**(5): 589~592  
范龙凤, 林天夏, 黄佐华. 双层膜椭偏数据处理的新算法[J]. *激光技术*, 2012, **36**(5): 589~592
- Li Xiaowei, Zhou Yi, Sun Lili. Determination of chemical bond of tetrahedral amorphous carbon films by an ellipsometry approach [J]. *Acta Optica Sinica*, 2012, **32**(10): 1031005  
李晓伟, 周毅, 孙丽丽. 椭偏法表征四面体非晶碳薄膜的化学键结构[J]. *光学学报*, 2012, **32**(10): 1031005
- Liu Wende, Chen Chi, Zhang Hang. Effect of glass substrate and surface roughness on ellipsometric measurement of silicon nitride films [J]. *Chinese J. Lasers*, 2012, **39**(s1): s107002  
刘文德, 陈赤, 张航. 玻璃基底和表面粗糙度在氮化硅薄膜椭偏测量中的影响[J]. *中国激光*, 2012, **39**(s1): s107002
- Zhang Keqi, Yan Yixun. Method of improving accuracy of rotating analyzer ellipsometer [J]. *Acta Optica Sinica*, 1988, **8**(3): 229~234

- 张克奇, 严义埏. 提高旋转检偏器式椭圆仪准确度的方法[J]. 光学学报, 1988, **8**(3): 229~234
- 6 Feng Xingwei, Su Yi, Ma Hongzhou *et al.*. New design of angle-variable spectroscopic ellipsometer (RPA type) [J]. *Acta Optica Sinica*, 1995, **15**(4): 492~498  
冯星伟, 苏毅, 马宏舟等. 可变入射角波长扫描 RPA 型椭圆仪的研制[J]. 光学学报, 1995, **15**(4): 492~498
- 7 Laurent Broch, Aotmane En Naciri, Luc Johann. Systematic errors for a Mueller matrix dual rotating compensator ellipsometer [J]. *Opt. Express*, 2008, **16**(12): 8814~8823
- 8 R. M. A. Azzam, N. M. Bashara. Ellipsometry and Polarized Light [M]. Amsterdam: North Holland Publishing Co., 1988, 166
- 9 Ilsin An, Jaeho Lee. A single zone azimuth calibration for rotating compensator multichannel ellipsometry [J]. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 2003, **42**(5A): 2872~2875
- 10 Joungchel Lee, P. I. Rovira, Ilsin An *et al.*. Rotating-compensator multichannel ellipsometry: applications for real time Stokes vector spectroscopy of thin film growth [J]. *Rev. Sci. Instrum.*, 1998, **69**(4): 1800~1810
- 11 Hiroyuki Fujiwara. Spectroscopic Ellipsometry Principles and Applications [M]. New York: John Wiley & Sons, Ltd., 2007, 90~91
- 12 R. Kleim, L. Kuntzler, A. El Ghemmaz. Systematic errors in rotating-compensator ellipsometry [J]. *J. Opt. Soc. Am. A*, 1994, **11**(9): 2550~2559
- 13 Zhao Kaihua. New Concept Physics [M]. Beijing: Higher Education Press, 2004. 278~279  
赵凯华. 新概念物理教程[M]. 北京: 高等教育出版社, 2004. 278~279

栏目编辑: 何卓铭