实验 18 椭偏法测量薄膜厚度和折射率

引言

在近代科学技术和日常生活中,各种薄膜的应用日益广泛。因此,能够迅速和精确 地测量薄膜参数是非常重要的。

在实际工作中可以利用各种传统的方法测定薄膜光学参数,如:布儒斯特角法测介质膜的折射率,干涉法测膜厚。另外,还有称重法、X射线法、电容法、椭偏法等等。其中,因为椭圆偏振法具有测量精度高,灵敏度高,非破坏性等优点,并可用于研究固体表面及其膜层的光学特性,已在光学、半导体学、凝聚态物理、生物学、医学等诸多领域得到广泛的应用。椭圆偏振测厚技术是一种测量纳米级薄膜厚度和薄膜折射率的先进技术,同时也是研究固体表面特性的重要工具。

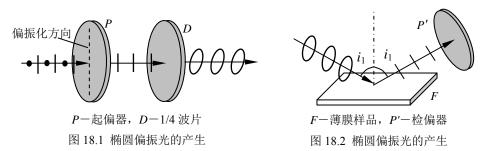
一、实验目的

- 1、了解椭偏仪的构造和椭圆偏振法测定薄膜参数的基本原理。
- 2、通过对薄膜样品厚度和折射率的测量,初步掌握椭圆偏振仪的使用和数据处理的方法。

二、实验原理

1、光在单层介质薄膜上的反射和折射

光是一种电磁波,且是横波。电场强度 \bar{E} 和磁场强度 \bar{H} 与光的传播方向构成一个右旋的正交三矢族。与光的强度、频率、位相等参量一样,偏振态也是光的基本量之一。如果已知入射光束的偏振态,当测得通过某薄膜后的出射光偏振态,就能确定该薄膜影响系统光学性能的某些物理量,如折射率、薄膜厚度等。



如图 18.1 所示,一束自然光(非偏振激光)经过起偏器后变成线偏振光,改变起偏器的方位角可以改变线偏光的振动方向。此线偏光穿过 1/4 波片后,由于双折射效应分成两束光,即 o 光和 e 光。对正晶体的 1/4 波片,o 光沿快轴方向偏振,e 光沿慢轴方向偏振,o 光的振动位相超前 e 光元/2;对负晶体的 1/4 波片情况反之。因此,o 光 e 光合成后的电矢量端点形成椭圆偏振光。当椭圆偏振光入射到待测的膜面上时,如图 18.2 所示,反射光的偏振态将发生变化,对于一定的样品,总可以找到一个起偏方位角,使反射光由椭圆偏振光变成线偏振光。这时,转动检偏器,在某个方位角下得到消光状态。这种方法

被称为消光测量法。

图 18.3 所示为光在一均匀和各向同性的单层介质膜上的反射和折射。单层介质膜有两个平行的界面,通常,上部是空气,即折射率 $n_1 \approx 1$ 。中间是一层厚度为 d、折射率为 n_2 的介质薄膜,下层是折射率为 n_3 的衬底,介质薄膜均匀地附在衬底上。当一束光照射到薄膜面上时,在上界面产生反射和折射(图 18.3 中 A 点),折射光在下表面也会产生反射和折射(图 18.3 中 A 点),以此类推,光在上、下界面经多次反射和折射,在 n_1 介质中形成多光束反射光(1)、(2)、...,同时在 n_3 介质形成

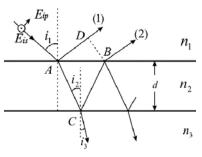


图 18.3 光在薄膜上的反射和折射

多光束透射光,并且各反射光和透射光分别产生多光束干涉,其干涉结果反映了膜的光学特性。

2、椭偏参数ψ和Δ

设 i_1 为光的入射角, i_2 和 i_3 分别为在上界面和下界面上的折射角。根据折射定律有 $n_1 \sin i_1 = n_2 \sin i_2 = n_3 \sin i_3$ (18.1)

考虑光从空气中入射到薄膜上,则 n_1 =1。在上界面任意两束相邻的反射光,如 A 点的反射光(1)与 B 点的反射光(2),其光程差(是否有半波损失取决于 n_2 和 n_3 的关系)

$$\chi = n_2(AC + CB) - AD \tag{18.2}$$

因为 $AC = CB = \frac{d}{\cos i_2}$, $AD = AB \sin i_1 = 2d \sin i_1 \cdot \tan i_2$, 所以

$$\chi = \frac{2n_2d}{\cos i_2} - 2d\sin i_1 \cdot \tan i_2 = 2n_2d\cos i_2$$
 (18.3)

则任意相邻两束反射光之间的位相差

$$2\delta = \frac{2\pi}{\lambda} \chi = \frac{4\pi}{\lambda} n_2 d \cos i_2 = \frac{4\pi d}{\lambda} \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 i_1}$$
 (18.4)

式中, λ 为真空中的波长,d 和 n_2 为介质膜的厚度和折射率。

光波的电矢量可以分解成在入射面内振动的 p 分量和垂直于入射面振动的 s 分量。由菲涅尔公式

$$\begin{cases} r_{1p} = (n_2 \cos i_1 - n_1 \cos i_2) / (n_2 \cos i_1 + n_1 \cos i_2) \\ r_{1s} = (n_1 \cos i_1 - n_2 \cos i_2) / (n_1 \cos i_1 + n_2 \cos i_2) \\ r_{2p} = (n_3 \cos i_2 - n_2 \cos i_3) / (n_3 \cos i_2 + n_2 \cos i_3) \\ r_{2s} = (n_2 \cos i_2 - n_3 \cos i_3) / (n_2 \cos i_2 + n_3 \cos i_3) \end{cases}$$

$$(18.5)$$

式中, r_{1p} 、 r_{1s} 和 r_{2p} 、 r_{2s} 分别为 p 和 s 分量在上界面和下界面上一次反射的反射系数。由于薄膜上下界面对光的多次反射和折射,可以根据菲涅尔公式和相邻反射光之间的位相差,依次求出在 n_1 介质中的反射光(1)、(2)、...的电矢量,求和即可得总反射电矢量。

若用 E_{ip} 和 E_{is} 分别代表入射电矢量的 p 分量和 s 分量,用 E_{rp} 及 E_{rs} 分别代表总反射电矢量的 p 分量及 s 分量,则膜对 p 和 s 分量的总反射系数 R_p 和 R_s 为

$$R_{p} = \frac{E_{rp}}{E_{ip}} = \frac{r_{1p} + r_{2p}e^{-i2\delta}}{1 + r_{1p}r_{2p}e^{-i2\delta}}$$
(18.6)

$$R_{s} = \frac{E_{rs}}{E_{is}} = \frac{r_{1s} + r_{2s}e^{-i2\delta}}{1 + r_{1s}r_{2s}e^{-i2\delta}}$$
(18.7)

显然,总反射系数之比 R_p/R_s 是一个复数,在椭圆偏振法测量中,通常引入 $\tan \psi$ 和 Δ 表示其模和幅角,即

$$\tan \psi \cdot e^{i\Delta} = \frac{R_p}{R_s} = \frac{r_{1p} + r_{2p}e^{-i2\delta}}{1 + r_{1p}r_{2p}e^{-i2\delta}} \frac{1 + r_{1s}r_{2s}e^{-i2\delta}}{r_{1s} + r_{2s}e^{-i2\delta}}$$
(18.8)

上式称为椭偏方程,其中的ψ和Δ称为椭偏参数。

由式(18.1)、(18.5)、(18.8)可看出,参数 ψ 和 Δ 是 n_1 , n_2 , n_3 , λ , d 和 i_1 的 函数(i_2 和 i_3 可用 i_1 表示)。如果 n_1 , n_3 , λ 和 i_1 在实验中是已知量,则 ψ 和 Δ 只是 n_2 和 d 的函数,测出 ψ 和 Δ 的值,原则上就可算出薄膜的折射率 n_2 和厚度 d,这就是椭圆偏振法测量的基本原理。

3、ψ和Δ的物理意义

用复数形式表示入射光和反射光的p和s分量,即

$$E_{ip} = |E_{ip}|e^{i\theta_{ip}}, \quad E_{is} = |E_{is}|e^{i\theta_{is}}$$
 (18.9)

$$E_{rp} = |E_{rp}|e^{i\theta_{rp}}, \quad E_{rs} = |E_{rs}|e^{i\theta_{rs}}$$
 (18.10)

式中各绝对值为相应电矢量的振幅,各 θ 值为相应界面处的位相。由式(18.8)、(18.9)和(18.10)可得

$$\tan \psi \cdot e^{i\Delta} = \frac{\left| E_{rp} \right|}{\left| E_{rs} \right|} \frac{\left| E_{is} \right|}{\left| E_{ip} \right|} e^{i[(\theta_{rp} - \theta_{rs}) - (\theta_{ip} - \theta_{is})]}$$
(18.11)

比较等式两端即可得

$$\tan \psi = \frac{\left|E_{rp}\right| \left|E_{is}\right|}{\left|E_{rs}\right| \left|E_{ip}\right|} \tag{18.12}$$

$$\Delta = (\theta_{rp} - \theta_{rs}) - (\theta_{ip} - \theta_{is}) \tag{18.13}$$

式(18.12)、(18.13)表明,参量 ψ 与反射前后p和s分量的振幅比有关,参量 Δ 与反射前后p和s分量的位相差有关。可见, ψ 和 Δ 直接反映了光在反射前后偏振态的变化。这样若测得入射光和反射光中两分量的振幅比和相位差,则可求得椭偏参数 ψ 和 Δ 。

为了使问题简化,可以在实验中使入射光为等幅椭偏光,

即
$$|E_{ip}|/|E_{is}|=1$$
,则式(18.12)变为

$$\tan \psi = \frac{\left| E_{rp} \right|}{\left| E_{rs} \right|} \tag{18.14}$$

这时 $\tan \psi$ 只是反射光 p 分量和 s 分量的幅值比。本实验采用消光测量法,在消光状态时,反射光为线偏光,则 ψ 为经薄

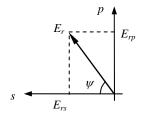


图 18.4 反射光的 p 和 s 分量

膜反射后合成的线偏振光 E_r 与 s 方向的夹角,如图 18.4 所示。

在消光状态时,因为p分量和s分量的位相差满足 θ_{rp} - θ_{rs} =0或 π ,式(18.13)变为

$$\Delta = -(\theta_{ip} - \theta_{is}) \quad \vec{\boxtimes} \quad \Delta = \pi - (\theta_{ip} - \theta_{is}) \tag{18.15}$$

即消光时 Δ 只与入射到薄膜上的光的 p 波和 s 波的相位差有关。

4、等幅椭偏入射光的获得

椭圆偏振仪(简称椭偏仪)的光路原理如图 18.5 所示。氦氖激光器发出波长为 632.8 nm 的自然光, 先后通过起偏器、1/4 波片入射在待测薄膜样品上, 反射光通过检偏器射入 光电检测器。在图 18.5 中的坐标系中, x 轴和 x' 轴均在入射面内且分别与入射光束或反射 光束的传播方向垂直,而 y 和 y' 轴则垂直于入射面。如前所述,p 和 s 分别代表平行和垂 直于入射面的二个方向,因此x 轴和x' 轴分别对应于入射光和反射光的p 方向,y 轴和y'轴分别对应于入射光和反射光的 s 方向。图 18.5 中,t 代表起偏器的偏振化方向,与 x 轴 夹角为P; t' 代表检偏器的偏振化方向,与x' 轴夹角为A; f 代表 1/4 波片的快轴方向。

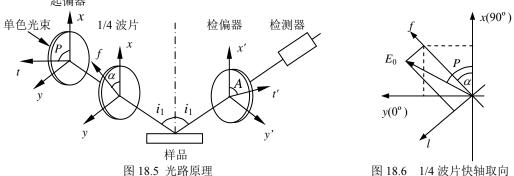


图 18.6 1/4 波片快轴取向

无论起偏器的方位如何,经过它获得的线偏振光再经过 1/4 波片后一般成为椭圆偏振 光。为了在膜面上获得 x 和 y 二分量等幅的椭圆偏振光(即 $|E_{iv}|/|E_{iv}|=1$),只须转动 1/4波片,使其快轴方向 f 与 x 方向的夹角 $\alpha=\pm\pi/4$ 即可。图 18.6 中, E_0 为通过起偏器后的电 矢量,方向沿起偏器的偏振化方向 t,即与 x轴的夹角为 P。设 E_0 沿快轴方向 f的分量为 E_f , 沿慢轴方向的分量为 E_l , 通过波片后 E_f 的位相超前 $E_l \pi/2$, 因此有

$$E_f = E_0 \cos(P - \frac{\pi}{4})e^{i\pi/2}$$
 (18.16)

$$E_{l} = E_{0} \sin(P - \frac{\pi}{4}) \tag{18.17}$$

将透射后的 E_f 和 E_l 沿 x、y 方向投影,可得

$$E_x = E_{ip} = E_f \cos \frac{\pi}{4} - E_l \sin \frac{\pi}{4} = \frac{\sqrt{2}}{2} E_0 e^{i(P + \frac{\pi}{4})}$$
 (18.18)

$$E_{y} = E_{is} = E_{f} \cos \frac{\pi}{4} + E_{l} \sin \frac{\pi}{4} = \frac{\sqrt{2}}{2} E_{0} e^{i(\frac{3\pi}{4} - P)}$$
(18.19)

由以上两式可知, 当波片快轴方向 f 取 π /4 时, 无论起偏角 P 为多少, E_{ip} 和 E_{is} 两分

量大小始终相等,均为 $\frac{\sqrt{2}}{2}E_0$,满足条件 $\left|E_{ip}\right|/\left|E_{is}\right|=1$ 。而位相差

$$\theta_{ip} - \theta_{is} = (P + \frac{\pi}{4}) - (\frac{3\pi}{4} - P) = 2P - \frac{\pi}{2}$$
 (18.20)

同理, 当波片快轴方向 f 取 $-\pi/4$ 时有

$$\theta_{ip} - \theta_{is} = \frac{\pi}{2} - 2P \tag{18.21}$$

由式(18.20)和式(18.21)可知,当波片快轴方向 f 取 $\pm \frac{\pi}{4}$ 时,等幅椭偏光的 p 分量与 s 分量的相位差随起偏角 P 的变化而连续可变。当起偏器调到某一角度 P 时,经样品反射的椭圆偏振光就变成了线偏振光。

5、反射光的消光检测

当波片快轴方向 f 取 $\pi/4$ 时,由式(18.13)、式(18.14)和式(18.20)有

$$\begin{cases}
\tan \psi = \frac{\left|E_{rp}\right|}{\left|E_{rs}\right|} \\
\Delta = (\theta_{rp} - \theta_{rs}) - (2P - \frac{\pi}{2})
\end{cases}$$
(18.22)

设 t' 为检偏器的偏振化方向,与 x' 轴夹角为 A,称为检偏角。椭偏仪中 A、P 的读数范围都是 $0^{\circ} \sim 180^{\circ}$, ψ 的变化范围 $0^{\circ} \sim 90^{\circ}$ 。经薄膜反射的线偏振光有以下两种情况:

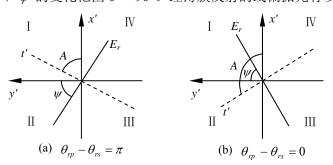


图 18.7 反射偏振光的检测

(1) $\theta_{rp} - \theta_{rs} = \pi$

合成的反射线偏振光 E_r 的 p 分量与 s 分量反相,根据相互垂直振动合成的结果可知,此时反射光的偏振方向在 II 、IV 象限,如图 18.7(a)所示。在第 I 象限的 A 记为 A_1 ,与之对应的起偏角记为 P_1 ,由图 18.7(a)和式(18.22)有

$$\begin{cases} \psi = A_1 \\ \Delta = \frac{3\pi}{2} - 2P_1 \end{cases}$$
 (18.23)

其中 $0 < A_1 < \pi/2$ 。

(1) 当 $\theta_{rp} - \theta_{rs} = 0$ 时

合成的反射线偏振光 E_r 的 p 分量与 s 分量同相,反射光的偏振方向在 I 、III 象限,如图 18.7(b)所示。在第 II 象限的 A 记为 A_2 ,与之对应的起偏角记为 P_2 ,由图 18.7(b)和式(18.22)有

$$\begin{cases} \psi = \pi - A_2 \\ \Delta = \frac{\pi}{2} - 2P_2 \end{cases}$$
 (18.24)

其中 $\pi/2 < A_2 < \pi$ 。

由式(18.23)和式(18.24)有

$$\begin{cases} A_1 = \pi - A_2 \\ P_1 = \begin{cases} \frac{\pi}{2} + P_2 & (P_1 > P_2) \\ P_2 - \frac{\pi}{2} & (P_1 < P_2) \end{cases}$$
 (18.25)

对波片快轴方向 f 取一 $\pi/4$ 时的情况可同样进行讨论。

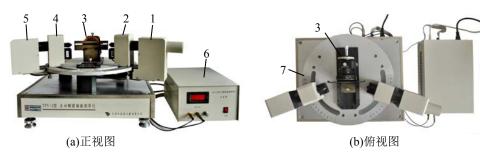
因此,只要使 1/4 波片的快轴 f 与 x 轴的夹角为 π /4 (或一 π /4),然后测出检偏器消光时起偏器和检偏器方位角(P_1 , A_1),(P_2 , A_2),便可由式(18.23)和式(18.24)求出对应的(ψ , Δ),从而解出(n_2 , d)。实际上(n_2 , d)与(ψ , Δ)的函数关系式是比较复杂的,一般将(n_2 , d)和(ψ , Δ)的关系制成数值表或列线图而求得 n_2 和 d 值,编制数值表的工作通常由计算机来完成。目前日益广泛地采用计算机直接处理数据。

由于样品的一组(ψ , Δ)只能求得一个膜厚周期内的厚度值,要测量膜厚超过一个周期的真实厚度,常采用改变入射角或波长的方法得到多组(ψ , Δ),真实膜厚 d 可由下式解得

$$d = m_1 D_1 + d_1 = m_2 D_2 + d_2 = \dots = m_i D_i + d_i$$
 (18.26)

式中 m_1 、 m_2 、…为正整数, D_1 、 D_2 、…为膜厚周期数, d_1 、 d_2 、…为不同测量条件时所对应一个周期内的厚度值。

三、实验装置



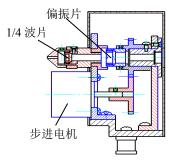
1.光源; 2.起偏机构; 3.装卡机构; 4.检偏机构; 5.接收机构; 6.电控箱; 7.刻度盘 图 18.8 TPY-1 型椭圆偏振测厚仪

1、实验系统

由 TPY-1 型椭圆偏振测厚仪(见图 18.8), 计算机(已安装椭圆偏振测厚仪实验软件)组成。

TPY-1 型椭圆偏振测厚仪由如下几部分组成:

- (1) 光源: 功率 0.8mW, 波长为 632.8nm 的氦氖激光器。
- (2) 起偏机构:主要由偏振片、1/4 波片、步进电机等组成,如图 18.9 所示。1/4 波片位置出厂时已调节好,无须调节)。起偏机构可测得起偏角。





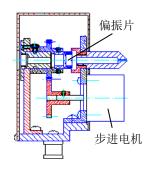


图 18.9 起偏机构

图 18.10 装卡机构

图 18.11 检偏机构

- (3) 装卡机构:装卡机构主要由样品吸盘、调整架、光阑机构等组成,如图 18.10 所示。可对被夹持的样品作上下俯仰、左右偏摆、前后移动的三维调节。光阑机构置于被测样品表面处,起限制其它杂散光的进入。光阑机构可前后移动,以方便被测样品的装卡。
- (4) 检偏机构:主要由步进电机、偏振片等组成,如图 18.11 所示。通过检偏机构可测出检偏角。
- (5)接收机构:主要由光电倍增管、支架、底板及检偏度盘副尺等组成,如图 18.10 所示。
- (6) 电控箱:给光电倍增管提供偏置电压,并与计算机相连,实现对椭偏仪的控制、数据采集和处理。
- (7) 刻度盘:旋转起偏和检偏机构,通过盘上刻度指示,设置相等的入射和反射角度。

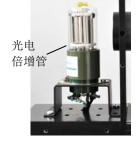


图 18.12 接收机构

2、仪器的性能指标

该仪器主要性能指标如下:

测量范围: 薄膜厚度范围: 1nm~4000nm;

折射率范围: 1.05~2.50:

偏振器方位角范围: 0°~180°;

偏振器步进角: 0.014°/步;

测量膜厚和折射率重复性精度分别为±0.5nm 和±0.005;

入射角连续调节范围: 30°~90°; 精度为 0.05°;

入射光波长: 632.8nm:

光学中心高度: 80mm;

允许样品尺寸: Φ10~Φ140mm, 厚度≤13mm;

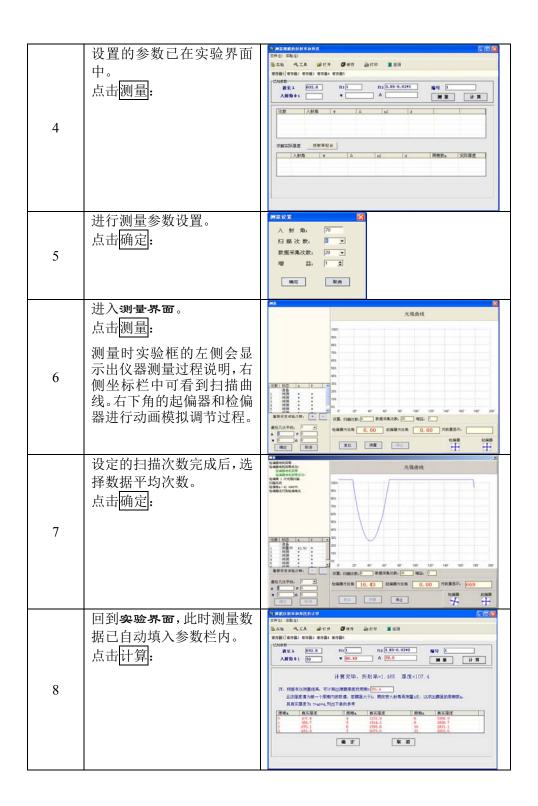
四、实验内容和操作方法

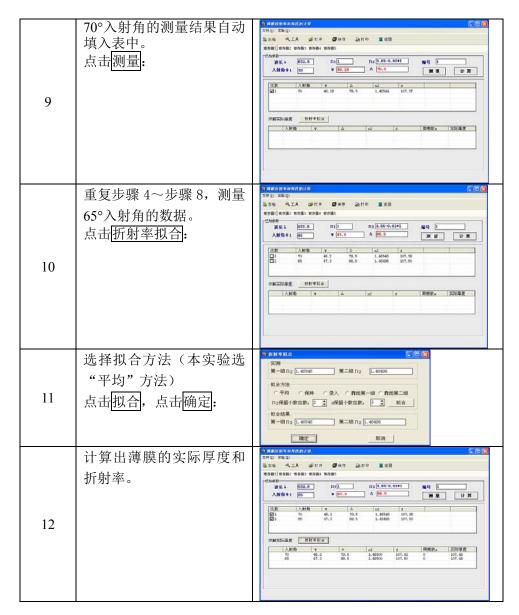
测量硅衬底上二氧化硅膜的折射率 n_2 和厚度 d。

选择入射角 70° 和 65° 分别测量(ψ , Δ), 先测入射角 70° 还是 65° 均可。其他测量设置为: 扫描次数 3 次,数据采集次数 20 次,增益 1。操作方法如下:

- (1) 开启主机电源(开关在主机背面),点亮氦氖激光器(预热30分钟后再测量)。
- (2) 电控箱与主机、计算机之间的各种数据线已连接,检查各连线是否连接完好。
- (3)装被测样品。(**注意:旋紧吸盘拉杆时要视被测样品直径和质地而适当调节,切记不可用力过大,使样品损坏)。**装被测样品时可将光阑移开一段距离,以方便样品的安装。样品安装完成后,将光阑机构置于被测样品表面附近处,以限制其它杂散光的进入。
- (4) 选定入射角 i (如 70°)。旋转起偏和检偏机构悬臂,在刻度盘上使左右刻度对应同一角度 i。
- (5) 对放置的样品作俯仰、左右和前后的三维调节,使经样品表面反射后的激光束刚好通过检偏器入光口。
- (6) 逆时针轻旋电控箱电压旋钮至最小处(要求在关机时将电压旋到"0",所以一般情况下旋钮已在最小位置处)。打开电控箱电源,顺时针旋转电控箱调节旋钮,将读数调到 150V 左右(视仪器情况而定)即可。
- (7) 双击桌面实验图标,运行程序。点击'进入'按钮,再点击'实验',按如下步骤设置和实验:

步骤	操作说明	界面			
1	选择"测量薄膜的折射率和厚度"。 点击确定:	● 宗弘政府 ● 御量補護的折射率和厚度 ○ 測量金属度折射率 -			
2	进入 实验界面 。 点击 <mark>实验</mark> :	● 連邦原内計算をからに			
3	进行参数设置。 如有几个样品,可分别编号。对用一个样品,在不同角度测量时,寄存器不能改变。 点击确定:	(清倫人家能多數 (清倫人家能多數 (清倫人家能多數 (新倫里 1) (李代斯科率 1) (新風歌光潔波长 1) (新田歌光潔波长 2) (新田歌光雅 2) (新田歌			





请将实验数据在下面表中:

							拟合结果	
入射角	A	Р	Ψ	Δ	n_2	d	n_2	d

五、注意事项

- 1、激光光源点亮后会发出较强的激光,对人眼能造成一定的伤害,故在使用中,绝对禁止直视光源。
- 2、调整架可三维调节,要轻轻操作。旋紧吸盘拉杆时要视被测样品直径和质地而适当调 节,切记不可用力过大,使样品损坏。
- 3、实验结束,在关电控箱电源前,先将电压旋到"0",再关闭电控箱电源开关。

六、预习要求

1、复习和资料阅读

复习关于"相互垂直同频的简谐振动合成"和"光的偏振"的内容,掌握椭圆偏振光 形成的条件,以及相位条件对合成影响。认真阅读实验讲义,根据实验内容,查阅有关椭 圆偏振仪测量薄膜厚度和折射率方面的文献资料,理解消光法的基本思想,了解椭偏参数 与被测参数(薄膜厚度、折射率等)的关系,以及偏振片旋转过程中实验现象和测量原理。

2、原理描述和讨论

实验前进行实验原理的讨论,由每位实验者描述、讲解实验的基本原理和实验的内容。

3、偏振光实验

实验前进行预备性实验,实验者自主设计并观察线偏振光、椭圆和圆偏振光等,并进行识别。

六、思考题

- 1、什么是 1/4 波片快慢轴? 1/4 波片的作用是什么?
- 2、一般情况下,两个同频、振动方向相互垂直的谐振动合成是什么轨迹?满足什么相位 关系时合成为线轨迹?什么相位关系时合成为正椭圆轨迹?
- 3、如何实现在膜面上获得等幅x(p)和y(s)二分量的椭圆偏振光?
- 4、由图 18.5 分析椭偏光法测量薄膜厚度和折射率的基本原理,各个光学元件的作用是什么?如何操作?
- 5、实验中测量哪两个参数,它们与椭偏参数之间有什么关系?