

① 98,17(5) 321-326 1998 J. Infrared Millim. Waves

321 - 400

同时旋转起偏器和检偏器的红外 椭圆偏振光谱仪研制*

黄志明 金世荣 陈诗伟 陈敏辉 史国良 陈良尧 褚君浩

(中国科学院上海技术物理研究所, 红外物理国家重点实验室, 上海, 200083)

TH 744.123
TN 216

摘要 研制成测量材料光学特性的红外椭圆偏振光谱仪, 其测量波长范围为 2.5~12.5 μm, 入射角度在 20°~90°连续可变. 系统数据采集、前放自动增益控制、入射角度和波长设置及扫描均由计算机自动控制. 给出了金反射率和 GaAs 体材料折射率椭圆偏振测量, 并与其它方法进行了对比, 并分析了实验测量技巧和主要实验误差.

关键词 红外椭圆偏振光谱仪, 椭圆参数, 光学常数.

引言

椭圆偏振光谱技术具有直接精确确定材料光学常数、灵敏度高和非破坏性等优点, 自从 70 年代 Aspnes^[1-3] 发展该方法以来, 它在可见光波段范围得到广泛应用, 然而在红外波段, 由于光源能量太弱和偏振器偏振度低等缺点, 使之落后于可见光波段椭圆偏振光谱仪的发展. 80 年代初, Roseler^[4] 证明可用傅里叶变换光谱仪实现红外椭圆偏振光谱仪以来, 红外椭圆偏振光谱得到了一定的发展. 现主要有两种实现手段: 采用红外光谱相位调制椭圆偏振仪 (IRPME)^[5] 和采用傅里叶变换光谱仪^[6,7]. 这些方法还远不如可见光波段成熟, 有待于进一步完善. 为此, 我们研制了一套红外椭圆偏振光谱仪.

1 实验原理

椭圆偏振光谱术通过测量偏振方向平行(\tilde{r}_p)与垂直(\tilde{r}_s)于入射面方向反射系数之比

$$\rho = \frac{\tilde{r}_p}{\tilde{r}_s} = \frac{r_p}{r_s} \exp(i\Delta) = \rho_0 \exp(i\Delta) = \tan\psi \exp(i\Delta) \quad (1)$$

来确定椭圆偏振参数, 本实验原理如图 1 所示.

偏振器 P_0 用于获得线性偏振光, 方位角固定, 偏振方向垂直于入射面. 假设所有元件是理想的, 并且忽略入射光的剩余偏振效应, 最后从检偏器出射的电场为

$$E_f = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos A & \sin A \\ -\sin A & \cos A \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \tilde{r}_s & 0 \\ 0 & \tilde{r}_p \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos P & -\sin P \\ \sin P & \cos P \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos P & \sin P \\ -\sin P & \cos P \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ 0 \end{bmatrix} E_0$$

* 国家自然科学基金(编号 69738020)和上海市应用物理研究中心资助项目
稿件收到日期 1998-06-23

$$= \begin{bmatrix} (\bar{r}_s \cos A \cos^2 P + \bar{r}_p \sin A \cos P \sin P) E_0 \\ 0 \end{bmatrix}. \quad (2)$$

因此探测器探测的光强信号是

$$I \propto |E_f|^2 = \eta(\cos^2 A \cos^4 P + \frac{1}{4} \rho_0^2 \sin^2 A \sin^2 P + \frac{1}{2} \rho_0 \cos \Delta \sin 2A \sin 2P \cos^2 2P), \quad (3)$$

η 为比例系数. 如果取 $A=P=\omega_0 t$, 有

$$I = I_d + I_2 \cos 2A + I_4 \cos 4A + I_6 \cos 6A = I_d + I_2 \cos 2\omega_0 t + I_4 \cos 4\omega_0 t + I_6 \cos 6\omega_0 t, \quad (4)$$

式(4)中 $I_d = \eta(5 + \rho_0^2 + 2\rho_0 \cos \Delta)$, $I_2 = \eta/2(15 - \rho_0^2 + 2\rho_0 \cos \Delta)$, $I_4 = \eta(3 - \rho_0^2 - 2\rho_0 \cos \Delta)$, $I_6 = \eta/2(1 + \rho_0^2 - 2\rho_0 \cos \Delta)$, 由此得到

$$\rho_0 = \sqrt{\frac{I_2 - 4I_4 + 9I_6}{I_2 + I_6}}, \quad \cos \Delta = \frac{I_2 - 4I_4 + 9I_6}{\sqrt{(I_2 - 4I_4 + 9I_6)(I_2 + I_6)}}. \quad (5)$$

I_j 可由傅里叶变换得到:

$$I_j = \frac{2}{N} \sum_{t=1}^N I(t) \cos(jA(t)), \quad j = 2, 4, 6. \quad (6)$$

根据式(6)通过直接测量起偏器和检偏器不同方位角 $A(t)$ 信号强度 $I(t)$ 的变化, 能得到实验信号中的 3 个交流分量, 频率分别为 $2\omega_0, 4\omega_0, 6\omega_0$. 然后根据式(5)能获得椭圆偏振参数 Ψ 和 Δ . 复介电函数 ϵ 可通过理想二相模型得到^[8], 有

$$\epsilon = \epsilon_s \left\{ \sin^2 \varphi + \sin^2 \varphi \tan^2 \varphi \left[\frac{1 - \rho}{1 + \rho} \right]^2 \right\}. \quad (7)$$

这里 ϵ 和 ϵ_s 分别是衬底和透明介质的介电函数(不考虑衬底表面可能出现的覆盖层), φ 是光线入射角度. 折射率 n 和消光系数 k 通过下式获得:

$$\left. \begin{aligned} n &= \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{\sqrt{\epsilon_1^2 + \epsilon_2^2} + \epsilon_1}, \\ k &= \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{\sqrt{\epsilon_1^2 + \epsilon_2^2} - \epsilon_1}. \end{aligned} \right\} \quad (8)$$

其中 ϵ_1 和 ϵ_2 是复介电函数 ϵ 的实部和虚部.

2 测量系统介绍

可变入射角度红外椭圆偏振光谱仪系统装置如图 2 所示.

2.1 光学系统

光学系统见图 2. 光源(硅碳棒, 水

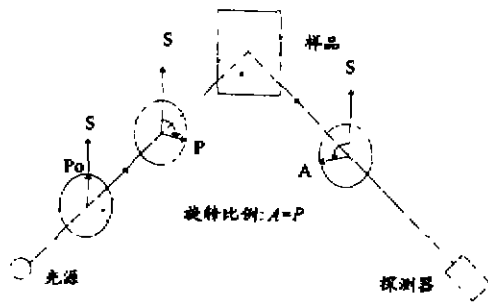


图 1 红外椭圆偏振光谱实验原理图
Fig. 1 Schematic diagram of infrared spectroscopic ellipsometry

冷,最大功率为 1000W)产生连续光经单色仪(Oriel 1/8 米光栅单色仪)分光,产生的准单色光经光学系统入射到起偏器和检偏器,偏振器为反射偏振器(Cleveland crystals, IR - 1600),其原理是利用 CdTe 晶片以布儒斯特角入射时产生 S 线偏振光起偏.在 2~16 μm ,其偏振比(Polarization ratio)大于 10,000 : 1,从检偏器出射的红外辐射由液氮制冷 MCT 探测器检测.偏振器经过仔细调整,使其中心光束在旋转一周中偏离小于 1'.起偏器 P 和检偏器 A 直接固定在两个中空的步进马达的转轴上,其内外直径分别为 6 和 10mm.步进马达精确地固定在金属支架上,确保偏振器、转轴和传播光束同心.探测光斑直径在 2~6mm 可调.在实验中,两个步进马达带动起偏器和检偏器以 300 步/r 同时旋转.装有两个起偏器的入射光臂固定不动,装有检偏器和探测器的出射光臂及样品架可绕转台中心旋转.实验中由两个步进马达驱动,计算机控制入射角度精确达 0.001°.整个光学系统牢固地固定在光学气垫平台上.

2.2 光学准直和定标

光学系统准直采用低功率 He-Ne 激光器.先将样品架暂时移开,出射光臂相对于入射光臂设置为 180°.然后激光束通过步进马达的 4 个孔中心入射到 4m 外的十字标记上,将另一束激光从反方向入射与之完全准直,使其光斑与单色仪出射的平行光束光斑重叠.利用激光光束进行样品对光,其调节步骤:(1)将样品架转到与入射光臂垂直的位置,对应入射角为 0°,通过调节样品架上多维调整旋钮,使经样品反射回的光斑与激光出射光孔重合,这样就确定了样品正入射条件下的方位;(2)将样品架转到入射角 φ 处,并同时使出射光臂转到对应于入射角为 φ 时的角度 2φ 处,由于这时样品表面偏离转台中心轴线,因而经样品反射后形成的光斑不是正好落在出射光臂的进光孔上,通过样品架平移可使光线进入光孔.

多次重复步骤(1)和(2)可使样品的对光达到很高精度,在正入射时入射角为 0.005°的偏差即可由反射光斑位置移动反映出来,采用 He-Ne 激光器调节转台中心与入射光臂和出射光臂中心同心,使入射角度在 20°~90°变化时,样品反射光始终通过出射光臂小孔中心.

偏振器方位角确定方法如下:先采用 He-Ne 激光器光线用几何方法确定固定起偏器

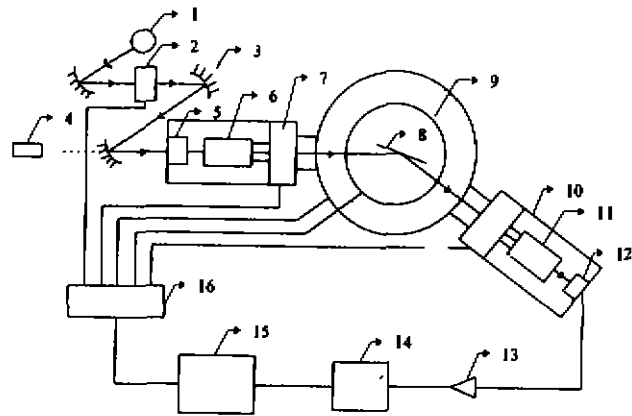


图 2 红外椭圆偏振光谱仪光学和控制系统示意图

1 光源, 2 单色仪, 3 光学系统, 4 He-Ne 激光器, 5 起偏器 P_0 , 6 起偏器 P, 7 步进马达, 8 样品, 9 样品台, 10 暗盒, 11 检偏器 A, 12 MCT 探测器, 13 前置放大器, 14 锁相放大器, 15 PC 计算机, 16 I/O 板

Fig. 2 Schematic diagram of the optical and controlling system of the infrared spectroscopic ellipsometer

1 light source, 2 monochromator, 3 optical system, 4 He-Ne laser, 5 fixed polarizer (P_0), 6 polarizer (P), 7 stepping motor, 8 sample, 9 sample table, 10 black box, 11 analyzer (A), 12 MCT detector, 13 preamplifier, 14 lock-in amplifier, 15 PC computer, 16 I/O board

的方位角 $P_0=0^\circ$ 位置, 光线偏差小于 $\pm 0.01^\circ$, 然后分别采用一周 (18,000 步/r) 内检偏器和起偏器相对于固定起偏器信号强度的变化来确定零角度位置, 使得起偏器和检偏器方位角不确定性为 $\pm 0.02^\circ$, 该差值在进行傅里叶变换时引入的误差可忽略不计.

2.3 电子器件和数据处理

探测器探测的光电信号通过前置放大后进入锁相放大器, 由 12 位高速 A/D 转换器通过计算机采集. 为了充分利用 A/D 转换器, 我们设置了自动调节前置放大器增益, 使得 $A=P=0^\circ$ 时, A/D 转换输出电压为 7V 左右. 电子线路的相移使得实际交流分量为

$$I_j = \frac{2}{N} \sum_{t=1}^N I(t) \cos[j(A(t) - \varphi_j)], \quad j = 2, 4, 6 \quad (9)$$

φ_j 为相移角, 通过精心调整电路积分时间, 使 $\varphi_j < 0.5^\circ$. 实验系统所有电子部分经精心设计和调整, 使得各部分噪声降至最低. 光源电源波纹小到几 mV, 使其具有高度稳定性. 系统波长及入射角度设置和扫描、起偏器和检偏器旋转及数据处理均由计算机自动精确控制.

3 结果和讨论

图 3 给出了入射角为 90° , 波长 $10\mu\text{m}$ 时通过 A/D 转换偏振器旋转 1 周内的探测器信号实测波形和通过傅里叶变换计算出的理论曲线 ($\rho_0=1, \cos\Delta=1$) 的比较. 由图可见, 实验曲线与计算曲线符合得很好. 图 4 给出了入射角为 80° 时红外椭圆偏振光谱仪测量的金 (Au) 反射光谱曲线 ($2.5\sim 12.5\mu\text{m}$). 高精度绝对反射率光谱仪测量其反射率为 98%, 本实验结果与之符合得相当好.

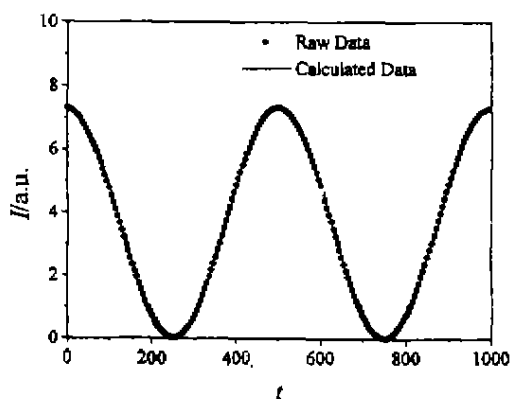


图 3 偏振器旋转 1 周内探测器信号波形和理论计算曲线

Fig. 3 Waveform of signal on detector and the calculated curve

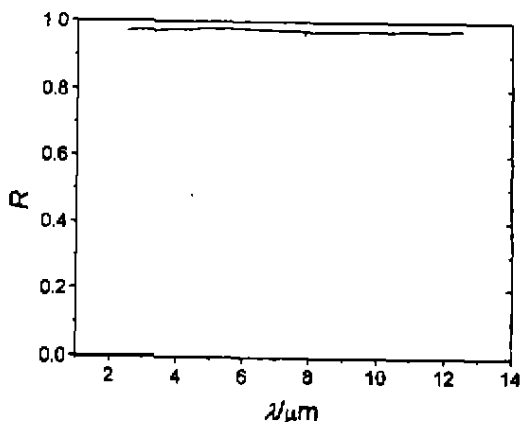


图 4 椭圆测量的金的反射率光谱

Fig. 4 The reflectivity spectrum of Au measured by the ellipsometer

图 5 给出 GaAs 体材料在 $2.5\sim 12.5\mu\text{m}$ 波长范围内折射率量. 被测 GaAs 样品表面机抛光, 背面用粗砂纸打磨毛糙以尽量消除样品背面反射光分量贡献, 测量入射角为 60° . 图 5 还给出了 GaAs 体材料折射率椭圆偏振光谱测量结果及与其它数据的比较 ($0.8\sim 12.5\mu\text{m}$). 图中虚线为实验测量结果, “+”为其它实验测量结果 (PY)^[9,10]; 实线为理论计算

结果(JT)^[11],其中载流子浓度取为室温本征载流子浓度 $n_i=1.1 \times 10^7 (\text{cm}^{-3})$ ^[12].由图可见,在实验测量波长范围,椭圆偏振实验结果比PY结果约低0.02,比JT结果约高0.01,表明本文实验结果与其它方法符合得较好.

虽然样品背面已打毛,仍会有部分反射光来自于背面反射,将会使实验折射率数据略偏低,通过测量正入射时样品背面反射及根据菲涅耳公式估算,样品背面的影响小于1%.如果对所测实验结果进行修正,会发现椭圆偏振测量结果与PY结果吻合得相当好.实验过程中,起偏器和检偏器角度的不确定性为 ± 1 步($\pm 0.02^\circ$),为简单起见,忽略固定起偏器方位角误差,假定 $P=A+\delta$,当 $\delta=\pm 0.02^\circ$ 时,一级近似时引入误差 I_R' 满足 $I_R'/I_R \approx 10^{-3}$,因此对傅里叶系数的影响可忽略不计.

实验中由于入射角和反射系数比值测量误差引起的光学常数测量相对误差为^[3]

$$\frac{\delta\varepsilon}{\varepsilon} = \frac{4(1+\cos^2\varphi)}{\sin^2\varphi} \delta\varphi - \frac{4}{1-\rho^2} \delta\rho. \quad (10)$$

通常入射角度的误差可控制在 0.01° ,因此式(10)中由 $\delta\varphi$ 引起的误差可忽略不计.当 $\rho_0 \approx 1$, $\Delta \approx 0^\circ$ 或 -180° 时,将会引起光学常数可观的不确定性,这种情况下,需要加补偿器或采用多次反射方法使相位角 $\Delta \approx -90^\circ$.因为实验角度可变,对大多数样品可取接近主角入射测量,此时 $\Delta \approx -90^\circ$ 可有效地减小由 $\delta\rho$ 引起的误差.

4 结论

我们研制了以1:1速率同时旋转起偏器和检偏器可变入射角度红外椭圆偏振光谱仪,目前其可测量波长范围是 $2.5 \sim 12.5 \mu\text{m}$.通过更换不同探测器,波长范围可达 $1 \sim 23 \mu\text{m}$.为了消除单色仪出射光的部分偏振性,在光学系统中引入一固定起偏器,其偏振方向垂直于入射面方向.实验中只要根据测量信号中3个交流分量(其频率分别为 $2\omega_0, 4\omega_0, 6\omega_0$),便能得到椭圆偏参数 φ, Δ 和材料光学常数等参数.系统入射角度可精确到 0.01° .系统由计算机自动控制采集.本文用椭圆偏测得的金反射率与绝对反射率测量吻合,对测得的GaAs体材料折射率与其它方法进行了对比,表明本实验仪器的可靠性.

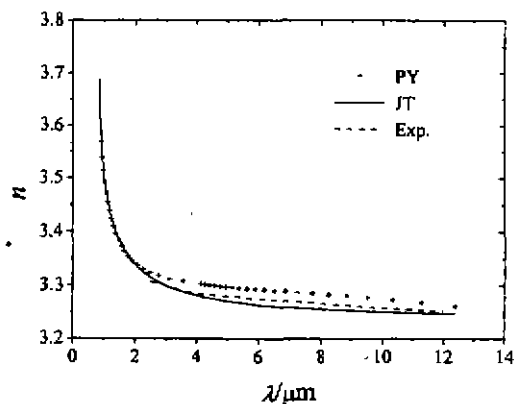


图5 GaAs体材料折射率结果比较
Fig. 5 A comparison of refractive index of GaAs using different method.

REFERENCES

- 1 Aspnes D E. *Opt. Commun.*, 1973, **8**:222 .
- 2 Aspnes D E. *Appl. Opt.*, 1975, **4**:220
- 3 Seraphin B O. *Optical Properties of Solids: New Developments*, Amsterdam: North-Holland, 1976
- 4 Roseler A. *Infrared Phys.*, 1981, **21**: 349
- 5 Blayo N, Drevillon B, Ossikovski R. *Proc. SPIE*, 1992, **1681**:116
- 6 Gombert A, Kohl M, Weimar U. *Thin Solid Films*, 1993, **234**:352
- 7 Dttmar G, Offermann V, Pohlen M, et al. *Thin Solid Films*, 1993, **234**: 346
- 8 Azzam R M A, Bashrara N M. *Ellipsometry and Polarized Light*, Amsterdam: North-Holland, 1977
- 9 Pikhtin A N, Yas' kov A D. *Sov. Phys. Semicond.*, 1978, **12**:622; Pikhtin A N, Yas' kov A D. *Fiz. Tekh. Poluprovodn.*, 1978, **12**:1047
- 10 Eward D Palik. *Handbook of Optical Constants of Solids*, London: Academic Press, 1985: **432**
- 11 Jensen B Torbi A. *IEEE J. Quantum Electron.*, 1983, **QE-19**:448; Jensen B, Torbi A. *IEEE J. Quantum Electron.*, 1983, **QE-19**, 877
- 12 YE Liang-Xiu, *Semiconductor physics*, Beijing: Advanced Education Press (叶良修. 半导体物理学, 北京: 高等教育出版社), 1996:120

DEVELOPMENT OF INFRARED SPECTROSCOPIC ELLIPSOMETER BY SYNCHRONOUS ROTATION OF THE POLARIZER AND ANALYZER *

HUANG Zhi-Ming JIN Shi-Rong CHEN Shi-Wei CHEN Min-Hui
SHI Guo-Liang CHEN Liang-Yao CHU Jun-Hao

(National Laboratory for Infrared Physics, Shanghai Institute of Technical Physics,
Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200083, China)

Abstract A type of infrared spectroscopic ellipsometer was designed and constructed to study the optical properties of materials in the 2.5~12.5 μm wavelength range. The incident angle was continuously variable between 20° and 90°. The system operations, including data acquisition and reduction, preamplifier gain control, incident angle, wavelength setting and scanning were fully and automatically controlled by a computer. The reflectivity of Au and refractive index of GaAs bulk material, measured by the infrared ellipsometer, were given as an example, and a comparison of the results with other methods was also given. The experimental skill and main system errors were discussed.

Key words infrared spectroscopic ellipsometer, ellipsometric parameter, optical constant.

* The project supported by the National Natural Science Foundation of China and by Shanghai Research Center of Applied Physics

Received 1998-06-23