

面阵 CCD 探测的全自动椭圆偏振光谱系统研究

游海洋 贾建虎 陈剑科 韩涛 倪卫明 王松有 李晶 杨月梅 陈良尧
(复旦大学, 光科学与工程系, 先进光子学材料和器件国家重点实验室, 上海, 200433)

摘要 给出了一种椭圆偏振光谱的快速测量方法, 并使得实验系统的结构更为紧凑和小型化, 减轻了重量。研究中采用了由面阵型 CCD 探测器和平面多光栅组成的光谱仪, 无需光栅扫描, 就能够在很短时间内对光谱进行快速准确的数字凝视式成像, 光谱分辨精度优于 1.0nm, 显著提高了系统工作的可靠性和效率。系统采取了将 CCD 光谱仪后置的方式, 研究并解决了从物理光学原理、器件设计和加工、系统调试和定标、软件编制以及到光谱测量和数据分析等一系列问题。实验中对典型贵金属 Au 的光学常数谱进行了测量, 获得了满意的结果。

关键词 CCD 探测器, 单色仪, 光谱仪, 椭偏仪, 光学常数。

THE STUDY OF A AUTO ELLIPSOMETER SYSTEM BY USING A TWO-DIMENSIONAL CCD ARRAY DETECTOR

YOU Hai-Yang JIA Jian-Hu CHEN Jian-Ke HAN Tao NI Wei-Ming WANG Song-You
LI Jin YANG Yue-Mei CHEN Liang-Yao
(The State Key Lab of Advanced Photonics Materials and Devices,
Department of Optical Science and Engineering,
Fudan University, Shanghai 200433, China)

Abstract A new type of CCD ellipsometer was designed and constructed to study the optical properties of materials in 5000 ~ 10000 angstrom wavelength range. In the system, the polarizer are driven by a stepping motor that have hollow shafts. The traditional spectroscopic monochromator and photomultiplier were replace by a two-dimensional Si-Based CCD array detector and an integrated grating consisting of three sub-gratings to avoid mechanical transmission, vibration problems and scanning grating entirely. It makes the system simple and reliable, and shorten the time of measurement greatly. The system adopted the technique of arranging CCD Spectrometer at the back. Thus, a series of problems were investigated and solved including the optical principle, instrument design, system calibration, spectra measurement and data analysis. The results from the measured spectra of the complex refractive index for a gold-film sample are presented. It well agrees with the value based on the Drude theory.

Key words CCD detector, monochromator, optical spectrometer, ellipsometer, optical constant.

引言

采用现代光学方法可对许多固体材料的宏观和微观物理性质进行深入研究。其中最直接的方法就是测量各种固体材料的光学常数随光子能量或波长的变化关系, 从而与微观机理相联系, 来认识和理解光与物质相互作用的本质^[1]。因此, 在凝聚态光学性质研究领域里已发展出多种用于光学常数准确测量

的方法。光学椭圆偏振方法是目前应用较多的一种。

椭圆偏振光谱实验系统有多种模式, 如消光式和光度式等。消光式椭圆偏振系统在弱信号和背景噪声较大的红外光谱区较难实现, 且检测速度较慢。光度式椭圆偏振系统采用了对光强随起偏或检偏方位角变化作傅立叶分析的方法, 能够快速准确地测得椭圆偏参数。目前, 光度型椭圆偏振实验系统有同步旋转检偏器和起偏器(RAP)、旋转检偏器(RAE)以及本实验系统采用

*国家自然科学基金(批准号 69878003)、国家科技部和上海市科委资助项目
稿件收到日期 2002-08-11, 修改稿收到日期 2002-10-30

* The project supported by the National Natural Science Foundation of China(No. 69878003), Shanghai Council of Science and Technology, and National Ministry of Science and Technology
Received 2002-08-11, revised 2002-10-30

的旋转起偏器等方式,在可见光谱区被深入研究,并获得成功应用,成为研究各种材料光学性质的重要工具和手段^[2-10].

在实验室环境下使用的高性能光谱分析系统大多存在结构复杂、体积和质量大等缺点.针对这些问题,我们对在固体光学性质研究领域具有重要应用的椭圆偏振光谱分析系统作了结构上的改进,研制的新型二维 CCD 光谱分析系统可在很短时间内测得完整的光谱数据,显著缩短了测量时间,从而提高了光谱获取和数据分析的效率.

1 实验原理和方法

在光度型的椭圆偏振光谱测量分析系统中,都要用到被称为单色仪的单色光子能量分析器,用于对光的波长和能量作扫描分析.实际上,单色仪由多种光学元件构成,所采用的光学色散元件都带有较强的偏振性,其偏振性随波长而改变.为了使单色仪的偏振性不对实验系统产生不可控制的影响,在已研究的椭圆偏振光谱测量方法中,都采用了将单色仪置于系统最前端的单色仪前置方式^[2-10].从单色仪出射的单色光,经过固定起偏器,再进入测量系统,这样光的偏振方向将仅取决于起偏器的方位角,而与单色仪的偏振特性无关.这种测量原理和方式的优点是所用到的单色仪等光学器件较为成熟,光谱分辨率高.当需要作入射角可变的光谱测量时,可将较轻的探测器设计安装在检偏器的同一转动臂上,如选用合适的探测器(半导体探测器或具有平端窗口的光电倍增管),探测器的固有轻微偏振特性对光学系统的影响可忽略不计.但这种方式的缺点是每次都为单波长测量,在全光谱范围内对波长进行扫描测量需要较长的时间,对光谱信息进行获取和研究的效率也较低.

为提高椭圆偏振光谱测量和分析的效率,需研究一种新的非波长扫描的方法,将面阵型 CCD 探测器与光栅单色仪结合在一起,组成新型的光子能量检测

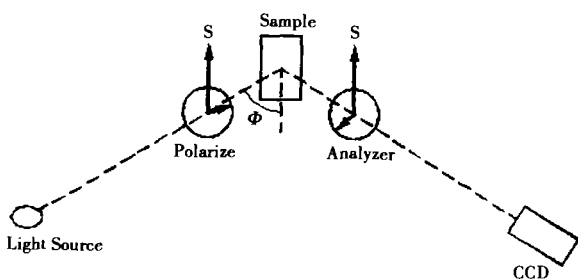


图1 椭圆偏振测量的原理示意图

Fig. 1 The principle of ellipsometer

系统.在实验中需要将这种新设计的光谱分析系统置于检偏器的后端.然而为了克服光谱仪偏振性对椭圆偏参数测量所产生的不可忽略的影响,在光谱仪后置以及旋转偏振器的测量原理中,必须采用固定检偏器和旋转起偏器的方式.

图1显示了采用面阵型 CCD 探测器的椭圆偏振光谱实验系统的原理.图中 Polarize 和 Analyzer 分别为可旋转的起偏器和固定的检偏器, Polarize 的初始方位角垂直于入射面, Analyzer 的方位角被固定在与入射面成 45° . 在测量中, Polarize 以 ω_0 速度旋转. 从起偏器 Polarize 出射的偏振光入射到样品表面,入射角为 Φ , 偏振面不断旋转的探测光被样品反射后其偏振态发生了改变,再经过检偏器 Analyzer,最后的光信号由探测器检测和分析.

若起偏器和检偏器与 s 光方向的夹角分别为 P 和 A , 进入探测器的光其电场强度可用下式表示:

$$E_f = [1 \quad 0] \begin{bmatrix} \cos A & \sin A \\ -\sin A & \cos A \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \tilde{r}_s & 0 \\ 0 & \tilde{r}_p \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \cos P & \sin P \\ -\sin P & \cos P \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ 0 \end{bmatrix} E_0, \\ = (\tilde{r}_s \cos A \cos P + \tilde{r}_p \sin A \sin P) E_0. \quad (1)$$

其中 \tilde{r}_s 和 \tilde{r}_p 分别是样品相对于垂直入射面(s 光方向)和平行于入射面(p 光方向)分量的复反射系数,则探测器接收到的光强为

$$I \propto |E_f|^2 = \eta [\cos^2 A \cos^2 P + (\sin^2 A \sin^2 P)_0 + 2(\sin 2A \sin 2P) \rho_0 \cos \Delta]. \quad (2)$$

其中 η 是与光学系统和光强有关的一个参量.按图1的测量原理,将 $A = 45^\circ$ 代入式(2),则

$$I = I_0 + I_1 \cos 2P + I_2 \sin 2P. \quad (3)$$

其中 I_0 是直流分量,其余为交流分量.经过计算可以得到

$$I_0 = \eta(1 + \rho_0^2) + I_B, \\ I_1 = \eta(1 - \rho_0^2), \\ I_2 = 2\eta\rho_0 \cos \Delta. \quad (4)$$

直流分量 I_0 中的 I_B 是本底信号,来自于探测器的暗电流.根据式(4)中的3个分量就可以计算出椭圆偏参数 ρ_0 和 $\cos \Delta$,即

$$\rho_0 = \left[\frac{(I_0 + I_1)}{(I_0 - I_1)} \right]^{1/2}, \\ \cos \Delta = \frac{I_2}{(I_0^2 - I_1^2)^{1/2}}. \quad (5)$$

对式(3)中起偏器的方位角作数值傅立叶变换,可求得光强的值为

$$\begin{aligned}
 I_0 &= \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (I_i(\lambda) - I_{bi}(\lambda)), \\
 I_1 &= \frac{2}{n} \sum_{i=1}^n I_i(\lambda) \cos(2P_i), \\
 I_2 &= \frac{2}{n} \sum_{i=1}^n I_i(\lambda) \sin(2P_i).
 \end{aligned} \quad (6)$$

式中 I_i 是起偏器方位角为 P_i 时探测器所接收到的光强信号, λ 是相应的波长, n 是检偏器在旋转一个周期内按 P_i 值作数据采集的次数.

一旦椭圆偏参数 ρ_0 和 $\cos\Delta$ 被测定后, 利用两相模型即可以计算出样品的表观介电常数 ε_s , 即

$$\frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_a} = \sin^2\varphi + \sin^2\varphi \cdot \tan^2\varphi \cdot \left(\frac{1-\rho}{1+\rho}\right)^2. \quad (7)$$

式中 ε_a 是与样品接触媒质的介电常数, 一般为空气, $\varepsilon_a = 1$, φ 是光的入射角, 有

$$\rho = \frac{\bar{r}_p}{\bar{r}_s} = \frac{r_p}{r_s} e^{i\Delta} = \tan\Psi e^{i\Delta} = \rho_0 e^{i\Delta}. \quad (8)$$

式中 Ψ 和 Δ 是椭圆偏参数, $\tan\Psi$ 和 $\cos\Delta$ 分别为反射系数 p 和 s 分量的振幅比和位相差. 利用介电函数与其它光学常数的关系, 可方便地确定其他光学常数如复折射率、反射率和吸收系数的值.

2 实验系统

2.1 实验系统的结构

系统的结构如图 2 所示. 由光源出射的光依次经旋转起偏器、样品表面、固定检偏器, 最后进入由面阵型 CCD 探测器和多光栅组成的光谱仪, 获得的光谱信号由计算机进行快速处理和分析. 实验系统的原理图如图 3 所示.

2.2 实验系统各功能部分的特点及调节方法

2.2.1 由于采用后置单色仪的方式, 为了在改变入射角时能使装有检偏器的探测臂方便地转动, 实验中采用了高纯石英光纤将检偏器出射光直接耦合进 CCD 光谱仪. 同时, 光源与起偏器之间也采用光纤直接耦合. 转台(包括入射臂、样品台、探测臂和激光光路)等重要光学器件则组成一体, 使整个系统结构紧凑, 重量明显减轻, 便于系统的组装和调整.

2.2.2 实验系统中采用了由面阵型 CCD 探测器和



图 2 实验系统结构框图

Fig. 2 The framework of the system

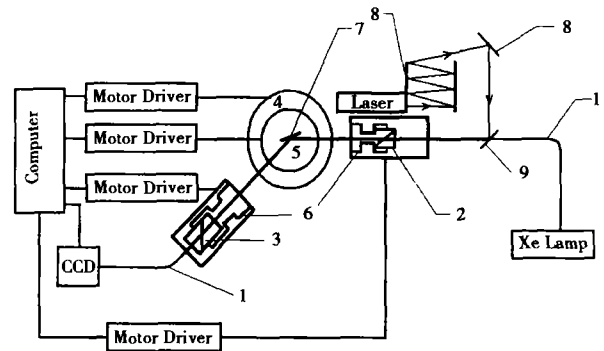


图 3 实验系统的测试原理图 1. 光纤, 2. 起偏器, 3. 检偏器, 4. 探测臂转台, 5. 样品台, 6. 精度马达, 7. 样品架, 8. 平面镜, 9. 可移动反射镜

Fig. 3 Schematic diagram of the CCD ellipsometer system 1. cable, 2. polarizer, 3. analyzer, 4. detecting table, 5. sample table, 6. stepping motor, 7. sample, 8. mirror, 9. mobility mirror

多光栅组成的光谱仪. 对光谱的色散采用了平面多光栅结构, 即将 3 块具有不同槽间距的光栅组合成一个新的光栅平面, 选取合适的光栅槽间距, 可使得相对应不同光谱区的衍射光落在相同的衍射角内. 光源从狭缝入射, 经凹面镜反射后变为平行光, 入射到光栅上, 经光栅衍射沿不同衍射角出射的平行单色光被另一凹面镜聚焦成像在 CCD 探测器的焦平面上, 由 CCD 探测器将光信号转换成数字电信号, 最后送至计算机进行光谱数据分析. 当平行光入射到光栅上时, 其衍射光将在二维空间形成不同的光谱分布. 沿入射面方向, 各光栅在相同的衍射张角内形成不同的光谱色散区, 通过选取合适的光栅槽间距, 可使这些不同波长的色散区相互衔接, 形成一个连续分布的光谱色散区. 在与入射面垂直方向, 将形成 3 个不同的光谱区, 分别对应于 3 块不同的光栅. 各光谱区之间信号互不干扰, 形成各自的光谱分布. 在系统中采用了具有 1024×1024 象素的二维 CCD 面阵式探测器, 在焦平面位置实现光谱的成像. 对光信号进行采样处理后便得到一个具有二维分布特性的全光谱图象, 其中每个探测器象素具有 14bits 灰度分辨等级, 其光谱响应范围可达 $200 \sim 1000\text{nm}$. 由 CCD 探测器输出的信号经数据采集卡送至计算机, 并对其进行光谱分析, 就可读得各谱线对应的强度值. 图 4 为该二维 CCD 光谱仪测得的汞灯的特性光谱线.

根据图 4 所示的 CCD 探测器采集到的光谱强度随像素的分布, 还需对其进行定标, 确定二维光谱图像的横坐标(像素位置)与光子波长(或能量)之

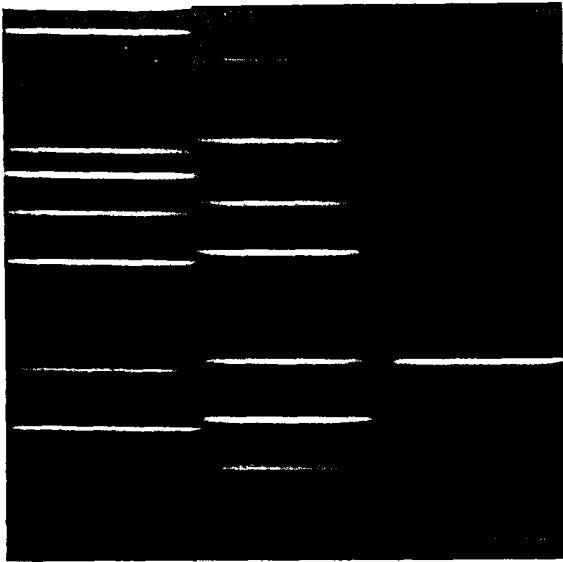


图4 二维 CCD 光谱仪探测到的汞灯的特征光谱线
Fig.4 Spectrum of high-voltage Hg-light detected by CCD

间的非线性分布关系,建立二维光谱图与波长和能量之间的数学模型和数值对应关系.通过光谱定标,可以准确读解全光谱信息,获得二维像素元位置与光谱波长之间的准确定量关系.作为实验系统的光谱基准曲线,实验中使用了汞灯的特征谱线对该光谱仪进行了定标.

2.2.3 由于从光源出射的光较弱,不易被观察,因此在实验中采用了一个与探测光源同光路的半导体激光($\lambda = 635\text{nm}$)对光路和样品进行准直,并对激光光路的调节方式进行了仔细设计,使样品的调节和准直变得简单且方便.

为了使光谱测量系统的结构紧凑,控制入射角转台的直径和探测器转臂的长度将被缩小,限制了准直激光在空间的传输距离,这给光路和样品的准直精度带来影响.因此,在实验中,采取让半导体激

光器出射的激光在 2 个有一定倾角的反射镜之间往返多次的方法,有效地延长了激光在空间的传输距离,再由 2 块约成 45° 角的反射镜(可对镜面的俯仰作适当调节),使准直激光入射到样品上.用激光对样品进行准直时,调节样品表面与激光束垂直,使得经样品反射的激光可严格沿原传输路径返回.仔细微调样品的方位角,可使反射回来的激光斑与激光的出射孔重合.由于经多次反射后有效延长了激光的传输路径,使得对样品方位角的调节十分灵敏.实验表明,当样品准直角度稍有偏差时,返回的光斑就有很大位移,即使在紧凑的光谱系统结构中,对样品方位角的调节也显得非常灵敏准确,其准直调节精度可控制在 0.01° 内,这也是入射角的控制精度.

对系统的光谱测量特性进行定标后,最终获得二维 CCD 像素元位置在 3 个不同的光谱区与波长之间的准确定量关系如图 5 所示,然后对这些关系作最佳函数曲线拟合,编入计算机分析程序.在实际使用中,如波长间隔被设置为 1.0nm ,则在 $200 \sim 1000\text{nm}$ 波长区,最快可在 0.01s 时间获得 900 个波长点的数据,不仅可满足大多数场合高分辨光谱测量的要求,而且显著缩短了光谱测量的时间,提高了实验分析和研究的效率.

3 对 Au 样品的测量结果

实验中选用的 Si 基 CCD 探测器的光谱响应范围为 $200 \sim 1000\text{nm}$.然而,除非采用特殊的背照射 CCD 减薄工艺结构, Si 基探测器在短波长区的效率较低,再加上连续光源和光学元件等在短波长区的固有特性,使得短波长区的信噪比质量较差.因此,在研究中采用高稳定性氙灯光源,在 $500 \sim 1000\text{nm}$ 波长区(与所采用的 Si-CCD 探测器的最佳光谱灵

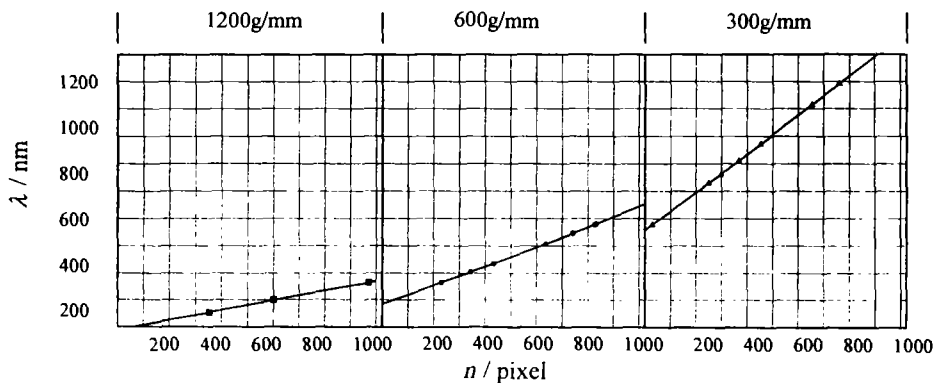


图5 定标曲线
Fig.5 alibrated spectral curves in the three wavelength regions

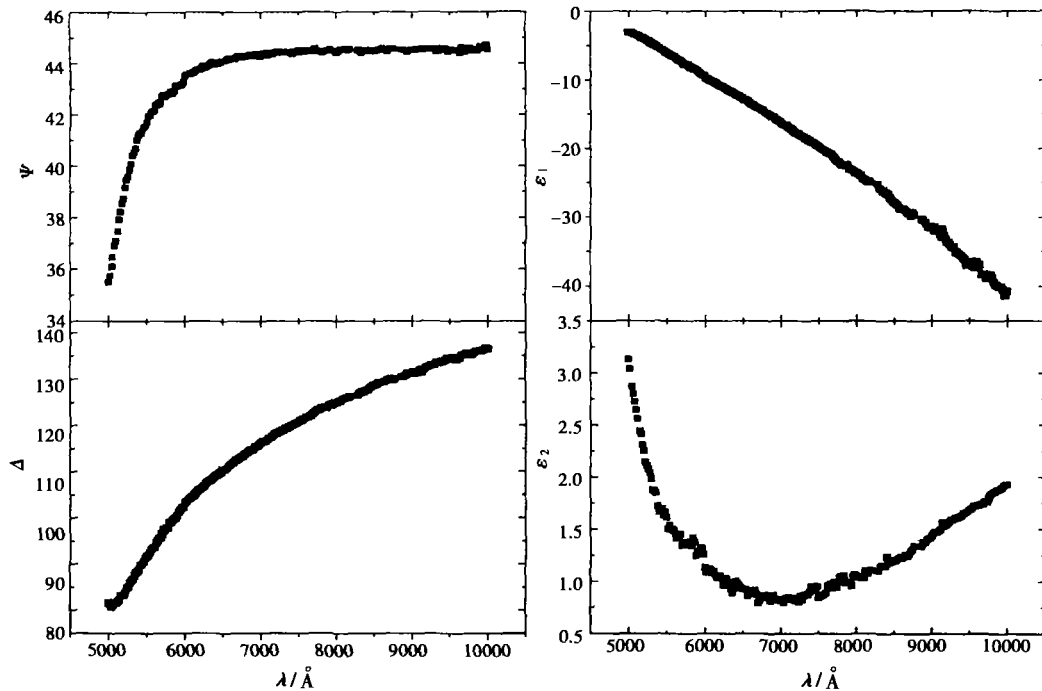


图6 Au 样品在 70° 入射角下的椭圆参数谱(a)复介电函数实部和虚部曲线(b)
Fig. 6 The ellipse parameter (a) and the complex ε (b) for Au sample ($\phi = 70^\circ$)

敏度范围相匹配)对贵金属样品 Au 的椭圆参数(ψ 和 Δ)进行了测量。

实验步骤为,由步进电机控制起偏器的方位角 P_i ,在每一 P_i 位置,通过 CCD 光谱仪获得光强随波长 λ 的分布 $I(P_i, \lambda)$ 。在偏振器旋转的一个周期内,可获得 n 条依 P_i 变化的光强随波长分布曲线,其中的本底背景信号 I_{b_i} 被扣除。再由式(6)按每一波长处光强随 P_i 的变化作数值傅立叶变换,计算出光强的 3 个分量,并由式(5)计算出相应的椭圆参数,然后按式(7)所表达的两相模型计算出多种光学常数,包括复介电函数($\varepsilon = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2 = N^2$),复折射率($N = n + ik$),吸收系数(α)和反射率(R)等。测量中取入射角为 70° 。图 6 给出了实验测量到的椭圆参数和由此计算出的复介电函数实部和虚部曲线。在 $500 \sim 1000\text{nm}$ 波长范围,按 1nm 波长间隔获得了 500 个波长的椭圆参数和相应的光学常数。

对于贵金属 Au 样品,其带间光学跃迁发生在约 2.5eV 能量位置,相当于 $\lambda = 500\text{nm}$ 。因此在 $500 \sim 1000\text{nm}$ 的低能量区,Au 样品的光吸收主要来自带内近自由电子跃迁和散射等机理的贡献。光学常数的色散特性将遵循 Drude 模型:

$$\begin{aligned} \varepsilon_1 &= \varepsilon_b - \omega_p^2 / (\omega^2 + \gamma^2) \\ &= \varepsilon_b - E_p^2 / (E^2 + E_\gamma^2), \end{aligned} \quad (8)$$

$$\omega_p^2 = 4\pi N_e e^2 / m^* \quad (9)$$

式中 ε_b 是芯电子极化对介电函数谱的影响, ω_p 、 γ 、 N_e 和 m^* 分别为等离子共振频率、散射频率、电子浓度和电子的有效质量。在近红外区,通常满足 $\omega \gg \gamma$ 的条件,因此可忽略式(8)中散射频率的影响,式(8)可近似简化为

$$\varepsilon_1 = \varepsilon_b - \omega_p^2 / \omega^2 = \varepsilon_b - E_p^2 / E^2 \quad (10)$$

由式(10)可知, ε_1 和入射光子能量平方的倒数成线性关系,由斜率可求得在 Drude 区电子的有效质量 m^* 。以 ε_1 为纵坐标, $1/E^2$ 为横坐标,图 7 显示了实验结果。表 1 给出了图 7 得到的有效质量与文献数据的比较结果。从表中可看到,本实验结果与其它研究者所得的数据吻合较好,不同实验数据之间的差别主要来自样品制备条件的不同。

表 1 Au 的自由电子的有效质量(其中 m_0 为电子质量)
Table 1 The effective mass for the free electron

| | 本文 Au | 文献[1] | 文献[2] |
|-----------|-------|-------|-------|
| m^*/m_0 | 1.06 | 1.03 | 1.06 |

实验过程为计算机全自动控制,具有在视窗环境下友好的界面操作特性,便于实验人员使用。如果选用在短波长具有更高灵敏度的背照式面阵 CCD 探测器,将在提高信噪比质量的前提下,使椭圆参数的测量范围拓展到短波长区,使得该方法在更宽光谱范围内获得有效应用。

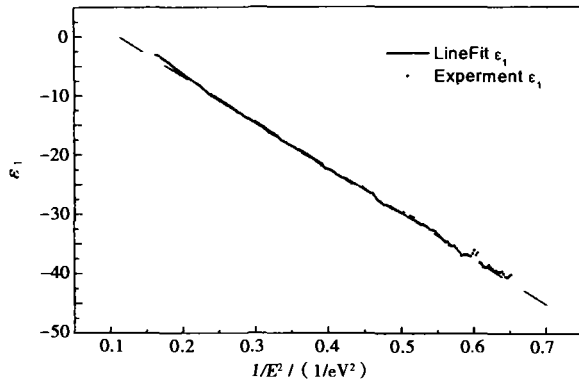


图7 介电函数实部 ϵ_1 随能量平方倒数的线形关系
Fig. 7 ϵ_1 versus $1/E^2$ for Au film

4 结语

本工作对椭偏光谱系统的快速测量方法进行了研究,使得实验系统的结构更为紧凑和小型化,减轻了重量. 研究中采用了由面阵型 CCD 探测器和平面多光栅组成的光谱仪,无需光栅扫描,就能够在很短时间内在相应的波长区获得椭偏光谱. 系统采取了将 CCD 光谱仪后置的方式,研究解决了从物理光学原理、器件设计和加工、系统调试和定标、软件编制,到光谱测量和数据分析等一系列问题. 实验对典型贵金属 Au 样品的光学常数谱进行了测量,获得了满意的结果.

REFERENCES

- [1] Aspnes D E. In: Palik E D, ed. *Handbook of Optical Constants of Solids*. Orlando: Academic Press, 1985
- [2] Aspnes D E. Fourier transform detection system for rotating-analyzer ellipsometer. *Optical Communications*, 1973, **8**: 222—225
- [3] Aspnes D E. High precision scanning ellipsometer. *Apply Optics*, 1975, **14**: 220—228
- [4] Vina L, Umbach C, Cardona M. Ellipsometric studies of electric interband transitions in $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$. *Physics Review B*, 1984, **29**: 6752—6760
- [5] Chen L Y, Lynch D W. Scanning ellipsometer by rotating polarizer and analyzer. *Apply Optics*, 1987, **26**: 5221—5228
- [6] Woollam J A, Snyder P G, Rost M C. Variable angle spectroscopic ellipsometry: a nondestructive characterization technique for ultrathin and multilayer materials. *Thin Solid Films*, 1988, **166**: 317—323
- [7] Jellison G E, Modine F A. Two-channel polarization modulation ellipsometer. *Apply Optics*, 1990, **29**: 959—973
- [8] Chen L Y, Feng X W, Su Y. Design of a scanning ellipsometer by synchronous rotation of the polarizer and analyzer. *Apply Optics*, 1994, **33**: 1299
- [9] Xia G Q, Zhang R J, Chen Y L. New design of the variable angle infrared spectroscopic ellipsometer using double Fourier transforms. *Review Science Instrument*, 2000, **71**: 2677
- [10] Palik Edward D. *Handbook of Optical Constant of Solids*. London: Academic Press, 1985: 350