

文章编号: 1002-2082(2004)05-0056-04

类金刚石薄膜光学常数拟合模型的合理性研究

李建超, 苏俊宏, 徐均琪

(西安工业学院 陕西省薄膜技术与光学检测重点实验室, 陕西 西安 710032)

摘要: 由于椭偏光谱测量结果不能直接反映所测量样品材料的结构和光学性质, 所以需要利用最小二乘法来拟合分析椭偏光谱数据得到光学常数。而椭偏光谱分析依赖于构建的模型, 且可能存在多模型解, 因此考虑模型的合理性就显得十分必要。本文采用椭偏法测量了类金刚石薄膜(DLC)的光学常数, 分析并拟合了脉冲真空电弧离子技术镀制的类金刚石薄膜的椭偏光谱, 获得了光学常数, 并对拟合模型的合理性和测量结果的可靠性进行了分析。

关键词: 类金刚石薄膜; 光学常数; 模型; 可靠性

中图分类号: O484.41-34

文献标识码: A

Study of the Reasonableness of Fitting Model Concerning DLC Film Optical Constant

LI Jian-chao, SU Jun-hong, XU Jun-qi

(Xi'an Institute of Technology, Shaanxi Province Thin Film Technology and Optical Test Key Lab, Xi'an 710032, China)

Abstract: The measurement results of spectroscopic ellipsometry (SE) can not directly reflect the structure and optical properties of the tested samples, so the least square method for fitting the measurement data is needed, and the interpretation of the SE results is model dependent. Usually the fitting results are not only one. Thus, taking into account of the reasonableness of fitting model is important. The reasonableness of the model concerning DLC film's optical constant is studied with the ellipsometry in this paper. We analyzed and fit the optical constant of the DLC film deposited by pulse ion source, and investigated the reasonableness of the fitting model and reliability of the fitting result.

Keywords: DLC film; optical constant; model reliability

引言

光学常数不仅是表征薄膜宏观光学性质的物理量, 也是描述光与物质相互作用的重要物理量。实际上, 光学常数并非真正意义上的常数, 而是入射光频率的函数, 光学常数的这种频率依赖性称作色散关系。折射率数值的精确与否对膜系设计和实际应用十分重要。

椭偏光谱是应用光波的偏振性、麦克斯韦方程和菲涅耳的反射与折射定律来测定和表征材料光学特性的一种光谱学方法。椭偏光谱检测的物理对象是光波的椭圆偏振态。

在椭偏法中, 通过测量不同波长下的椭偏参数 $\tan\Psi$ 和 $\cos\Delta$ 便可得到椭圆偏振光谱^[1]。 Ψ 和 Δ 均为样品厚度 d 、折射率 n 、消光系数 k 和光波长 λ 的函数。在某一波长下, 由 d, n 及 k 可确定唯一的 $\tan\Psi$ 和 $\cos\Delta$ 。反之, 不能得到 d, n 和 k 的解析表达式(无膜固体样品例外), 因此椭圆偏振光谱解谱通常采用数值法。由于椭偏光谱到光学常数谱确定是异常复杂的, 它不是单纯的数学问题, 而是数学物理问题, 因此, 在样品反射系统光学模型确定的情况下, 目前主要是以一定的物理模型描述样品的光学常数, 通过物理模型(如Drude的金属自由电子

收稿日期: 2004-07-20; 修回日期: 2004-07-26

作者简介: 李建超(1973-), 男, 陕西汉中, 西工院在读硕士研究生, 主要从事薄膜检测工作。

模型、Lorentz 的电介质振子模型^[2]和适用于透明薄膜的 Cauchy 模型、五参数模型^[3]及 Sellmeier 模型^[4]等)简化椭圆偏振光谱分析。

本文以脉冲真空电弧离子镀类金刚石薄膜为例,分析了拟合模型的合理性和测量结果的可靠性,以此说明类金刚石薄膜椭圆偏振光谱数据分析中出现的多模型解的问题,以便从物理含义上使之统一起来。

1 测量仪器的基本原理

本文用于测量薄膜光学常数的仪器是美国 J. A. WOOLLAM 公司制造生产的 M-2000UI 型宽光谱变角度椭圆偏振仪。该设备角度变化范围为 $45^\circ \sim 90^\circ$; 测量误差为 Δ 和 $\Psi \leq \pm 0.2^\circ$; 重复性为 Δ 和 $\Psi \leq \pm 0.05^\circ/3 \text{ h}$; 光谱范围为 $250 \sim 1700 \text{ nm}$ 。

测量系统由光源、起偏器、检偏器、接收器和计算机系统构成,测量原理简图如图 1 所示。光源

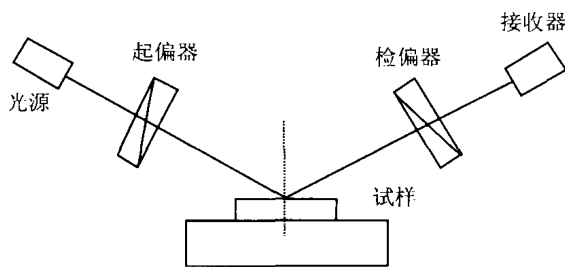


图 1 椭圆偏振仪测量原理简图

Fig. 1 Schematic diagram of the ellipsometer measurement principle

发出的光经过起偏器变为线偏振光,然后投射到待测薄膜衬底光学系统上。由于入射光波中平行于入射面的电场分量(P分量)和垂直于入射面的电场分量(S分量)的反射率和透射率不同,经样品反射后,P分量和S分量间便产生了附加的振幅差和相位差,反射光便成了椭圆偏振光。通过接收器获得 Δ 和 Ψ 两个参数,其基本方程式为

$$e^{i\Delta} \tan \Psi = r_p / r_s$$

式中, $r_p(r_s)$ 是偏振光在入射面平行(垂直)方向上的菲涅耳反射系数(称为椭圆偏参数); $\tan \Psi$ 是相对振幅衰减; Δ 是相位移动之差; Ψ 和 Δ 的取值范围分别为 $0 < \Psi < \frac{\pi}{2}$ 及 $0 < \Delta < 2\pi$ (均以角度度量)。通

过测量不同波长下的椭圆偏参数 Δ 和 Ψ 便可得到椭圆偏振光谱,通过求解光谱最终获得薄膜的光学常数。

2 硅基片上类金刚石薄膜样品的制备及椭圆偏振光谱分析

2.1 样品制备及测量

实验所用试样为双面抛光硅片,大小为 $\Phi 10 \text{ mm}$,厚度为 0.3 mm 。用 γ -BHPA-1-100 型等离子体镀膜机镀制(基片装入真空室前须经醇醚混合液清洗及超声波清洗)。当真空度达到 $2.7 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ 时,打开霍尔离子源,清洗基片。开始沉积类金刚石薄膜时,主回路电压为 250 V ,频率为 3 Hz ,脉冲为 2000 个。

用美国 J. A. WOOLLAM 公司的 M-2000UI 型宽光谱变角度椭圆偏振仪对折射率进行测试。设置探测光的入射角为 75° ,在 $250 \text{ nm} \sim 1700 \text{ nm}$ 测量范围内,共采集 490 个数据点(点-点间隔为 2.9 nm),测量及拟合结果如图 2(a)所示。

2.2 模型的建立

薄膜的结构模型可用简化的 3 层结构来描述,即环境-类金刚石膜-硅衬底。

(1) 环境折射率为 1 的空气;

(2) 类金刚石膜在红外光部分是透明的或是弱吸收的,所以可用经典的柯西模型来拟合,但不同的工艺又会产生不同的结果。选用不同模型来拟合,通过分析得出:脉冲真空电弧离子镀制的无氢类金刚石薄膜的折射率在 $2.5 \sim 2.7$ 之间。

(3) 衬底为半导体工业上广泛使用的单晶硅材料,可直接使用 M-2000UI 型宽光谱变角度椭圆偏振仪的 wvase32 数据处理软件提供的数据。

对于类金刚石膜层,一方面要建立尽量符合该层实际结构的物理模型,另一方面要选择能描述该物理模型的色散模型。

考虑到镀膜工艺和类金刚石薄膜的性能,分别采用以下模型进行拟合:

模型 1: 硅/洛仑兹层;

模型 2: 硅/有效介质(硅+洛仑兹)层/洛仑兹层;

模型 3: 硅/有效介质(硅+洛仑兹)层/洛仑兹

层/表面粗糙层;

模型 4:硅/有效介质(柯西材料+空隙)层/柯西层/表面粗糙层;

模型 5:Si/DLC-CVD。

2.3 椭圆光谱的拟合分析

利用上述 5 种模型对所测量的椭圆光谱进行分析和处理,拟合结果如表 1 所示。

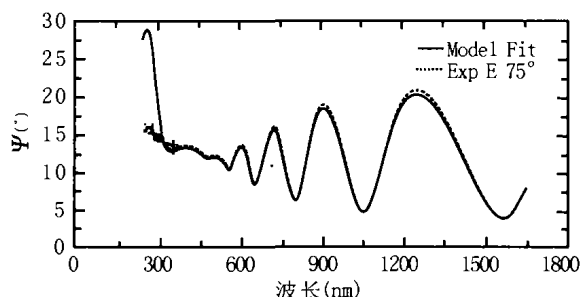
表 1 不同模型的拟合结果

Table 1 Fitting results of the ellipsometric spectra on silicon substrate using different models

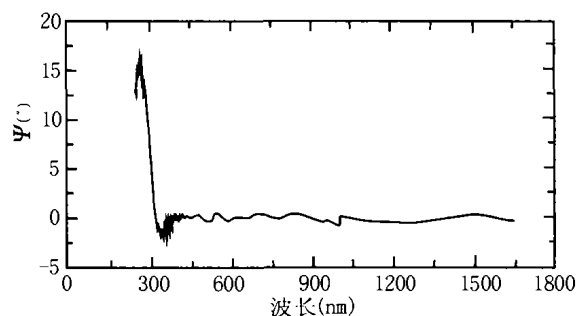
	均方根(差值) (MSE)	膜厚 d (nm)	折射率 n (632.8 nm)	消光系数 k
模型 1	26.27	664.2	2.628 6	0.152 2
模型 2	11.32	650.7	2.641 1	0.109
模型 3	7.667	653.6	2.642 8	0.073 2
模型 4	8.395	652.4	2.644 6	0.113
模型 5	107.6	858.0	2.097 5	0.151

常用均方根差值(MSE)作为判断曲线拟合好坏的数值标准。由表 1 可以看出,模型 2、3 和 4 都拟合得很好,而模型 1 和模型 5 拟合效果不佳。就模型 2 和模型 3 进行比较,由拟合结果和经验判断,模型 3 较模型 2 的物理模型更好地拟合了椭圆光谱,产生这种结果的原因是由于脉冲真空离子电弧镀制时的电子能量约为 100 eV,溅射离子的能量足以使之注入硅基底或与硅成键,形成类金刚石和硅的混合物层。基底与膜层之间的混合层在物理结构上是合理的,因为平衡磁控溅射离子能量约为几或十几电子伏特,于是得出如果基底与膜层之间出现薄的混合层(例如膜厚约为 5 nm)其物理结构合理;如果拟合出较厚的混合层,则不合适。对于膜层表面,它是通过石墨靶被离子束溅射后获得能量而沉积的。由于沉积时的无序,使得膜层表面各点高度不一致,但离子轰击作用使得薄膜表面出现原子运动,运动作用的结果又会使表面各点的高度趋于一致。轰击能量过高时,离子对薄膜的溅射作用会使表面粗糙度增大。由此看出,通过增加表面粗糙层可改善拟合效果。由于模型 2 无这样的结构,所以从产生的结果看,模型 3 比模型 2 更能准确反映薄膜的物理结构。模型 1 的拟合效果不如模型 2 和模型 3,这也说明了此结构和实际结构有一定差别。模型 3 和模型 4 的物理模型结构相同(均加入了混合

层和表面粗糙层结构),但用不同的色散规律表达了模型各层的光学特性。柯西色散表达式通常适合于表达透明或弱吸收薄膜,洛仑兹电介质振子模型通常适合于半导体和绝缘体。从特性上来看,类金刚石薄膜在可见光和红外光区是透明或弱吸收的,因此用柯西色散表达式来描述其色散规律是合理的。采用的工艺不同,类金刚石薄膜的吸收也不尽相同,所以采用洛仑兹电介质振子模型来表达其色散规律也是合理的。拟合曲线如图 2 所示。由图可看出这两种模型的拟合结果与实际测量值符合得



(a) 拟合数据与实验数据曲线



(b) 拟合数据与实验数据差异值曲线

图 2 模型 3 拟合结果

Fig. 2 Fitting result of model 3

都很好, MSE 也都很小,变量对应的置信度亦非常合理,拟合膜厚相差 1.2 nm, 632.8 nm 处的折射率处相差 0.0022。理论和实际拟合结果都验证了这两种模型对于描述该样品的合理性,但两者结果是有差别的。因此,在要求精度不高的情况下,可认为两种模型都是合理可信的,并在一定范围内可以统一起来。模型 5 是用椭圆仪内软件中的化学气相沉积方法得到的类金刚石薄膜的折射率来拟合厚度的, MSE 很大,拟合效果不佳,折射率与其它 4 种模型也有很大偏差,这个结果不可取。由于不同沉积工艺沉积的薄膜在光学性能上有差别,因此采用某种工艺制作的薄膜的折射率表来对应拟合另一种工艺下的薄膜特性往往不能满足要求,但这不

排除有两种相同或相似性能的可能性。实验结果表明,使用椭偏仪中的软件所给定的折射率来拟合厚度显然不合适。图2是用模型3拟合的结果,可以看出,在310 nm左右至1700 nm波长范围内的拟合结果与试验数据的差异在0附近上下波动,说明拟合结果与实验数据一致性很好。由此可判断拟合系统误差较小,结果是可信的。

当然,要使椭偏光谱计算结果更精确,就必须利用其它一些检测分析工具来减少甚至消除模型的不确定性,尽量使模型与样品材料的真实情况对应,如利用卢瑟福背散射谱(RBS)及透射电子显微镜(TEM)等来辅助确定模型。

3 结论

椭偏光谱数据的拟合分析直接影响着测量结果的正确与否,根本原因在于建立的模型的非唯一性以及准确表达未知材料的色散规律。因此,在拟

合分析时,需考虑符合光学材料常数的规律性^[5],依据实际加工工艺,进行多模型综合分析。若要进一步接近真实情况,还要借助其他方法进行综合判断分析。

参考文献:

- [1] Azzam RMA, Bashara N M. Ellipsometry and polarized light[M]. Amsterdam: North-Holland, 1977.
- [2] 莫党. 固体光学[M]. 北京: 高等教育出版社, 1996.
- [3] A R Forouhi, I Bloomer. Optical dispersion relations for amorphous semiconductors and amorphous dielectrics[J]. Phys Rev B, 1986, 34: 7018—7029.
- [4] J A Woollam Company. The Users Manual of Variable Angle Spectroscopic Ellipsometry [M]. Lincoln: J A Woollam Company, 1992.
- [5] 陈邹生, 苗兴华. 光学材料光学常数规律性的应用研究[J]. 测试技术学报, 1998, 12(3): 132—137.

(上接第52页)

该参数可以削弱码点缺陷对码点识别的影响。

表1 判读可变参数与码点缺陷的关系

Fig. 1 Influence of variable parameters on the dot defects

可变参数	发虚	残缺	倾斜	位置偏移	划痕	脏点	点间灰雾
dt	-	-	-	-	+	+	+
d		-		-			
$k_{s, \parallel}$	-						-
$k_{s, \perp}$		-		-	+	+	-

3.2 码点中心位置标定

从上面的描述可知,在对码点自动识别之前,需对码点中心位置进行严格标定。一来可以增加对同一画幅多次反复判读的功能,对不同种类的胶片选取典型帧,反复识别点阵(该程序具有学习功能),以此记录胶片码点的位置参数;二来可对码点区域的图像在x方向和y方向分别进行直方图统

计,找出直方图的极大值点,两个方向极大值点的交点即为码点的中心位置。

4 结束语

对于多种电影经纬仪和高速摄影机所拍摄的胶片点阵图像,利用本文描述的算法,对其中发虚、残缺、倾斜、位置偏移、划痕、脏点和点间灰雾等码点缺陷有较好的判读适应性。通过对算法中参数的调整,减少了误判和漏判现象,胶片点阵判读误帧率降低到1/1000,提高了判读的效率 and 准确性。

参考文献:

- [1] 章毓晋. 图像处理和分析[M]. 北京: 清华大学出版社, 1999. 195—204.
- [2] 于起峰,等. 基于图像的精密测量与运动测量[M]. 北京: 科学出版社, 2002. 188—191.