

自動分光偏光解析装置の試作

川 畑 州 一* 宮 田 浩 幸**

An automatic spectroscopic ellipsometer of a rotating analyzer type

Shuichi KAWABATA and Hiroyuki MIYATA

Abstract:

An automatic spectroscopic ellipsometer of a rotating analyzer type is described, which is able to determine the optical constants of the samples in the spectral range of 370 nm to 800 nm. The ellipsometer is fully controlled by the micro computer and the spectroscopic measurements are accomplished automatically following the program.

As the preliminary experiments, we carried out the measurements of the optical constants of the thick evaporated Au films in the spectral range of 450 nm to 750 nm. The experimental results almost agreed with those of Schulz and Bashara *et al* in the literature, except for the samples that were seriously affected by the residual gas in the evaporation.

We also carried out the measurements of SiO₂ and MgF₂ films on Si wafer at the two wavelengths of 546 nm and 633 nm. The thickness of those films could be determined consistently in each wavelength.

1. はじめに

固体表面および薄膜の研究手段として、最近では、電子分光あるいはイオン分光などの方法が良く用いられているが、古くからの方法としては、光を用いた、偏光解析法 (Ellipsometry) が良く知られている。偏光解析法は、固体表面で、光が反射される際の偏光状態の変化を測定することによって、固体表面の光学定数 (屈折率とか表面層の厚さ) を求める方法であるが、固体表面の状態に対して、非常に敏感である¹⁾。例えば、固体の表面に存在する表面層 (内部とは屈折率が異なる層) とか吸着層などの測定において、偏光解析法では、それらの厚みを 0.1 nm 以下の感度で測定することができる。

従来、偏光解析法では単一波長で測定を行なうことが多かったが、アクロマチックな移相子および回転検光子法などの普及により分光的な測定が容易となった²⁾。

ここでは、測定波長を 370 nm から 800 nm の範囲で自由に変えられる自動分光偏光解析装置を試作したので報告する。そして、試作した装置による予備実験として、金蒸着膜の屈折率の分光測定を行なった。さらに、Si 基板上の酸化膜および MgF₂ 膜の膜厚を、546 nm と 633 nm の二つの波長で測定したので、その結果についても報告する。

2. 測定原理

図 1 に示すような、偏光子・試料・検光子から成る回転検光子型偏光解析法において、検光子が、角速度 ω で回転するとき、ある時刻 t に検出器に入射する光の強度 $I(t)$ は

* 物性工学研究室 講師

** 画像工学科 4 年

昭和 61 年 9 月 22 日受理

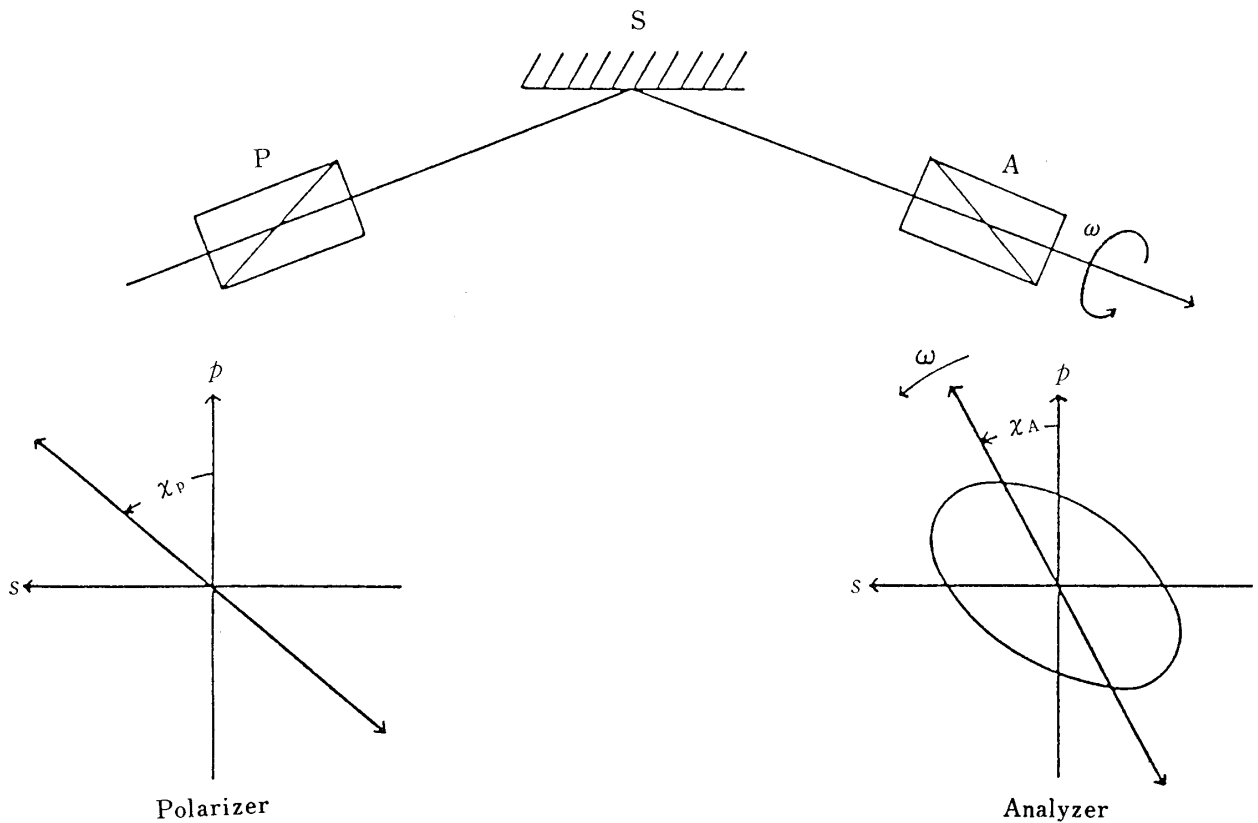


図 1 回転光子法の検式図
P: 偏光子 S: 試料 A: 検光子

$$I(t) = I_0 \cdot [1 + S_1 \cdot \cos 2(\omega \cdot t + \chi_A) + S_2 \cdot \sin 2(\omega \cdot t + \chi_A)] / 2 \quad (1)$$

である³⁾. ここで I_0 および S_1, S_2 は、それぞれ、試料表面からの反射楕円偏光の、強度とその規格化された Stokes ベクトルの成分を表わし、 χ_A は、検光子の初期方位角を表わしている. 光学素子の方位角はその光学系の p 方向を基準方位とし、光のくる方向から見て反時計回りを正とする. また、以下の議論における Stokes ベクトルはすべて、その大きさが 1 に規格化されている.

検出器の入射強度に対する出力電圧の関係が直線的であるとすると、試料表面からの反射楕円偏光の Stokes ベクトルは、(1) 式より、検出器からの出力信号をフーリエ変換することにより求めることができる.

実際には、検光子が $2\pi/N$ 回転するごとに検出器からの出力電圧を測定し、検光子が 1 回転する間に得られる、 N 個の測定点をデジタルフー

リエ変換することにより、反射楕円偏光の Stokes ベクトルを求めることが多い. また、従来は、検光子の初期方位角を基準方位 ($\chi_A=0$) に調整してから測定を行なうが、ここではそのような手順を必要としない測定方法について説明する⁴⁾.

検光子が一回転して得られる N 個の測定値 I_i ($i=1, 2, \dots, N$) をデジタルフーリエ変換し、そのフーリエ成分を直流成分で規格化すると、

$$\left. \begin{aligned} S_1' &= \frac{\sum_{i=1}^N I_i \cdot \cos(4\pi/N \cdot i)}{\sum_{i=1}^N I_i} \\ &= S_1 \cdot \cos(2\chi_A) + S_2 \cdot \sin(2\chi_A) \\ S_2' &= \frac{\sum_{i=1}^N I_i \cdot \sin(4\pi/N \cdot i)}{\sum_{i=1}^N I_i} \\ &= -S_1 \cdot \sin(2\chi_A) + S_2 \cdot \cos(2\chi_A) \end{aligned} \right\} \quad (2)$$

となる. ここで S_1', S_2' は見かけの Stokes ベクトルの成分で、 $\chi_A=0$ のとき、それぞれ、真の Stokes ベクトルの成分 S_1, S_2 と一致する.

一方、見かけの Stokes ベクトルの成分 S_3' は

$$\begin{aligned} S_3' &= \pm \sqrt{1 - S_1'^2 - S_2'^2} = \pm \sqrt{1 - S_1^2 - S_2^2} \\ &= \pm |S_3| \end{aligned} \quad (3)$$

となり、検光子の初期方位角によらず、その絶対値は真の Stokes ベクトルの成分 S_3 と一致する。しかし、回転検光子法では被測定楕円偏光の回転方向を決定することはできないので、(3) 式において S_3' の正負を一義的に決めることはできない。そこで厳密には、場合分けして解析を行なう必要があるが、ここでは簡単のため、反射楕円偏光の回転方向はわかっているものとする。

以上より、測定によって得られる見かけの Stokes ベクトル (S_1' , S_2' , S_3') と真の Stokes ベクトル (S_1 , S_2 , S_3) との間には、

$$\begin{bmatrix} S_1' \\ S_2' \\ S_3' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos(2\chi_A) & \sin(2\chi_A) & 0 \\ -\sin(2\chi_A) & \cos(2\chi_A) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \end{bmatrix} \quad (4)$$

の関係式が成立つ。(4) 式から、測定によって得られる見かけの Stokes ベクトルは正規の 3 次元直交座標系 S_1 - S_2 - S_3 を、その S_3 軸の回りに $2\chi_A$ だけ回転させた座標系での Stokes ベクトルであることがわかる。

一方、3次元直交座標系 S_1 - S_2 - S_3 の原点と中心が一致する単位球を考えるとそれが Poincaré

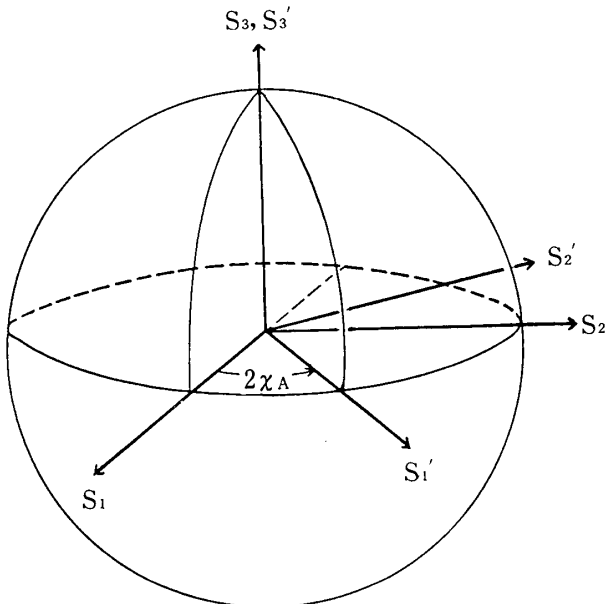


図 2 Poincaré 球と絶対座標系および相対座標系 S_1 - S_2 - S_3 座標系は光学系の p 方位を基準方位とする絶対座標系である。一方、 S_1' - S_2' - S_3' 座標系は検光子の初期方位角 χ_A を方位の基準とする相対座標系である。測定される偏光状態は、Poincaré 球上に、絶対座標系で示された真の偏光状態を、相対座標系で観測したものである。

球である⁵⁾。そしてすべての偏光状態は、この Poincaré 球上の点で表わされ、その直交座標成分が規格化された Stokes ベクトルの成分である。特に、Poincaré 球と S_1 軸との 2 つの交点は光学系の基準方位である p 方位 ($S_1=1$) とそれに直交する s 方位 ($S_1=-1$) を表わす。そこで、見かけの Stokes ベクトルで示される偏光状態は、Poincaré 球上では、真の偏光状態を表わす点を基準方位より $2\chi_A$ だけずれた方位から観測したものと見なすことができる (図 2)。

等方的な試料表面に、方位角 χ_P の直線偏光を入射させると、その反射楕円偏光の Stokes ベクトルの成分 S_1 , S_2 , S_3 は、

$$\left. \begin{aligned} S_1 &= (\tan^2 \Psi - \tan^2 \chi_P) / (\tan^2 \Psi + \tan^2 \chi_P) \\ S_2 &= 2 \cdot \tan \Psi \cdot \tan \chi_P \cdot \cos \Delta / (\tan^2 \Psi + \tan^2 \chi_P) \\ S_3 &= 2 \cdot \tan \Psi \cdot \tan \chi_P \cdot \sin \Delta / (\tan^2 \Psi + \tan^2 \chi_P) \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

となる⁶⁾。ここで、 $\tan \Psi$ は試料表面における、 p 成分の s 成分に対する振幅反射率比 (r_p/r_s) で Δ は p 成分と s 成分の反射の際の位相の飛びの差 ($\delta_p - \delta_s$) を表わしている。

この反射楕円偏光を S_1 軸の回りに Δ だけ回転させた座標系で見ると、その Stokes ベクトルの成分 S_1'' , S_2'' , S_3'' は

$$\begin{bmatrix} S_1'' \\ S_2'' \\ S_3'' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \Delta & \sin \Delta \\ 0 & -\sin \Delta & \cos \Delta \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \end{bmatrix} \quad (6)$$

より

$$\left. \begin{aligned} S_1'' &= (\tan^2 \Psi - \tan^2 \chi_P) / (\tan^2 \Psi + \tan^2 \chi_P) \\ S_2'' &= 2 \cdot \tan \Psi \cdot \tan \chi_P / (\tan^2 \Psi + \tan^2 \chi_P) \\ S_3'' &= 0 \end{aligned} \right\} \quad (7)$$

となる。すなわち、(7) 式より $S_3''=0$ かつ、 $S_1''^2 + S_2''^2 = 1$ であるから、新たな座標系での偏光状態は、 S_1'' - S_2'' 平面内の、半径 1 の円周上にあることがわかる。一方、この円は、Poincaré 球上では、光学系の基準方位 (p 方位) とそれに垂直な方位 (s 方位) を通り、赤道面に対して Δ だけ傾いた大円である (図 3)。従って、この場合、反射楕円偏光は、Poincaré 球上で p , s 方位を通り赤道面に対して Δ だけ傾いた大円上の点

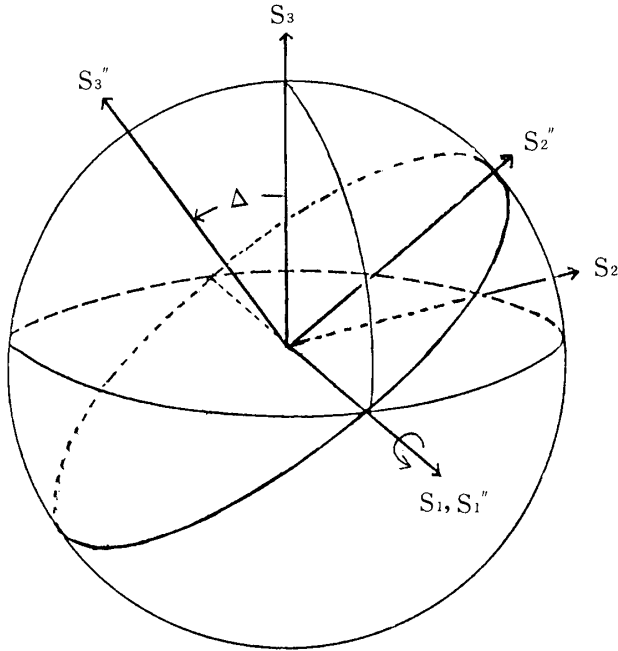


図3 Poincaré 球と新たな座標系 $S_1''-S_2''-S_3''$
座標系 $S_1''-S_2''-S_3''$ は $S_1-S_2-S_3$ 座標系を、その S_1 軸の回りに Δ だけ回転させた座標系である。

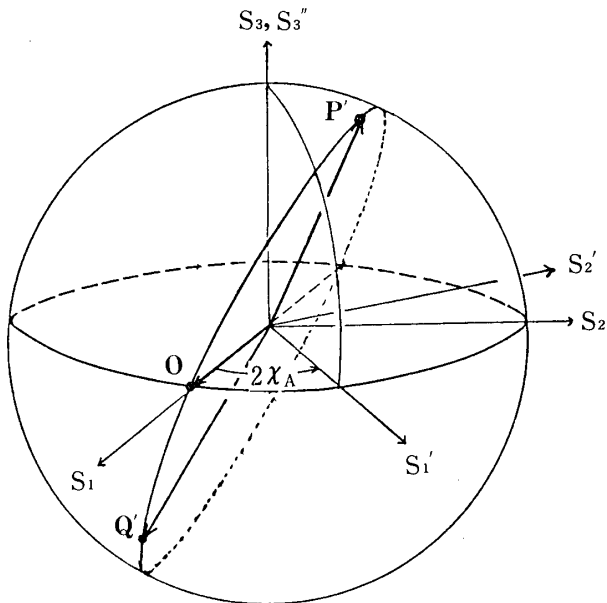


図4 Poincaré 球上における二つの偏光状態 P' , Q' と p 方位の位置ベクトル O
 $S_1-S_2-S_3$ および、 $S_1'-S_2'-S_3'$ 座標系はそれぞれ、絶対座標系と相対座標系を表わす。

で表わされる。この大円の傾き Δ は、入射直線偏光の方位によらず測定の入射角と、試料表面の光学定数だけで決まる。

逆に、測定によりこの大円を決定できれば、赤道との交点より、光学系の基準方位が求まることになる。

入射直線偏光の方位を変えて、同一試料からの

反射光を測定することにより、Poincaré 球上で同一大円上に並ぶ偏光状態が求まる。そこでこれらの点を通る大円を描けばそれが求める大円であり特別な場合を除いて一義的に決まる。そして、求まった大円と赤道との二つの交点がそれぞれ、Poincaré 球上での p 方位とそれに垂直な s 方位を表わす点である。

入射直線偏光の方位を 90° 変えて測定した、二つの偏光状態の Stokes ベクトルを、それぞれ、 $P'(P_1', P_2', P_3')$, $Q'(Q_1', Q_2', Q_3')$ とすると、これら二つの偏光状態 Poincaré は球上で、 p 方位を通る大円上にある(図4)。また、初期方位角 χ_A の回転検光子法では、その基準が、Poincaré 球上では $2\chi_A$ だけずれるので、 p 方位の位置ベクトル O は $(\cos 2\chi_A, -\sin 2\chi_A, 0)$ である。これら三つのベクトル P' , Q' , O は同一平面上にあるから、ベクトル解析の定理より

$$O \cdot (P' \times Q') = 0 \quad (8)$$

である。これを計算し整理すると、

$$\tan(2\chi_A) = -(P_2' \cdot Q_3' - P_3' \cdot Q_2') / (P_1' \cdot Q_3' - P_3' \cdot Q_1') \quad (9)$$

となり、測定される二つの偏光状態から、検光子の初期方位角が求まる。そこで、この Poincaré 球上での真の基準方位は、仮の基準方位から $-2\chi_A$ だけずれた、赤道上の位置であることがわかる。

Poincaré 球上で基準方位が決まれば反射楕円偏光の真の偏光状態がわかり、それより試料表面の偏光解析的パラメーター $\tan \Psi$ と Δ を求めることができる。

3. 測定方法

試料を試料台にセットした後、偏光子の方位を 0° から 90° の範囲で任意の方位角にセットする。通常、偏光子の方位角は 45° 付近にセットするが、ここではその値を正確に知る必要はない。

方位角 χ_P の直線偏光が複素振幅反射率比 $\tan \Psi \cdot \exp(i\Delta)$ の等方的な試料表面に入射したとすると、その反射楕円偏光の Stokes ベクトル (P_1, P_2, P_3) の成分と試料表面の $\tan \Psi$ および Δ との間には、(5) 式より、

$$\tan \Psi \cdot \cot \chi_P = [(1+P_1)/(1-P_1)]^{1/2} \quad (10-a)$$

$$\tan \Delta = P_3/P_2 \quad (10-b)$$

の関係が成り立つ。この反射楕円偏光を初期方位角 χ_A の回転検光子法により測定するとき、測定される見かけの Stokes ベクトル (P_1' , P_2' , P_3') と真の Stokes ベクトルとの関係は、(4) 式より、

$$\begin{bmatrix} P_1' \\ P_2' \\ P_3' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos(2\chi_A) & \sin(2\chi_A) & 0 \\ -\sin(2\chi_A) & \cos(2\chi_A) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} P_1 \\ P_2 \\ P_3 \end{bmatrix} \quad (11)$$

である。そこで逆に、真の Stokes ベクトルを見かけの Stokes ベクトルを用いて表わすと、その成分は、それぞれ

$$\left. \begin{aligned} P_1 &= P_1' \cdot \cos(2\chi_A) - P_2' \cdot \sin(2\chi_A) \\ P_2 &= P_1' \cdot \sin(2\chi_A) + P_2' \cdot \cos(2\chi_A) \\ P_3 &= P_3' \end{aligned} \right\} \quad (12)$$

となる。

次に、偏光子 90° を回転させると、反射楕円偏光の Stokes ベクトル (Q_1 , Q_2 , Q_3) の成分と試料表面の $\tan \Psi$ および、 Δ との間には、

$$\tan \Psi \cdot \tan \chi_P = [(1+Q_1)/(1-Q_1)]^{1/2} \quad (13-a)$$

$$\tan \Delta = Q_3/Q_2 \quad (13-b)$$

の関係が成り立つ。そして、前回と同様に、初期方位角 χ_A の回転検光子法により測定すると、見かけの Stokes ベクトル (Q_1' , Q_2' , Q_3') と真の Stokes ベクトルとの関係は、(11) 式と同様で、

$$\begin{bmatrix} Q_1' \\ Q_2' \\ Q_3' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos(2\chi_A) & \sin(2\chi_A) & 0 \\ -\sin(2\chi_A) & \cos(2\chi_A) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} Q_1 \\ Q_2 \\ Q_3 \end{bmatrix} \quad (14)$$

である。従って、真の Stokes ベクトルの成分は、(12) 式と同様に、

$$\left. \begin{aligned} Q_1 &= Q_1' \cdot \cos(2\chi_A) - Q_2' \cdot \sin(2\chi_A) \\ Q_2 &= Q_1' \cdot \sin(2\chi_A) + Q_2' \cdot \cos(2\chi_A) \\ Q_3 &= Q_3' \end{aligned} \right\} \quad (15)$$

と表わされる。

また、(10-a) および (13-a) 式より、

$$\tan^2 \chi_P = \frac{\{(1-P_1) \cdot (1+Q_1)\}}{\{(1+P_1) \cdot (1-Q_1)\}}^{1/2} \quad (16)$$

$$\tan^2 \Psi = \frac{\{(1+P_1) \cdot (1+Q_1)\}}{\{(1-P_1) \cdot (1-Q_1)\}}^{1/2} \quad (17)$$

となる。そして、(10-b) と (13-b) 式より、

$$\tan \Delta = P_3/P_2 = Q_3/Q_2 \quad (18)$$

である。

以上より、(12) および (15) 式に、(9) 式より得られる検光子の初期方位角 χ_A を代入すると、真の Stokes ベクトル (P_1 , P_2 , P_3) および、(Q_1 , Q_2 , Q_3) が求まる。そして、これらの値をそれぞれ、(16), (17) および (18) 式に代入すると、偏光子の初期方位角 χ_P と、試料表面の複素振幅反射率比 $\tan \Psi \cdot \exp(i\Delta)$ における $\tan \Psi$ および Δ を求めることができる。

ただし、(18) 式において、 P_3 および Q_3 の正負は、実際は不明であるから、 Δ の値として、二通りの可能性が考えられる。

また、検光子の初期方位角を一義的に決めるためには、(9) 式より、 $-45^\circ < \chi_A < 45^\circ$ である必要がある。

4. 装置

装置の概略を図 5 に示す。装置は以前に試作した光電測光型自動偏光解析装置を改良したものである⁷⁾。光学系は白色光源、モノクロメーター、コリメーター、偏光子、試料台、検光子、検出器から成っており、モノクロメーター、偏光子、検光子はそれぞれステッピングモーターによって回転させられる。モノクロメーターは、波長可変つまみを直接ステッピングモーターで回転させるようにし、1 パルスあたりの波長変化は 0.5 nm である。偏光子と検光子は従来通り、13600 パルスで 1 回転する。

以前、測定制御用には 8 ビットのマイクロコンピュータ (Apple II) を用いていたが、8 ビッ

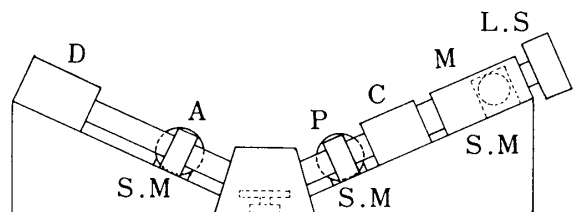


図 5 装置の概略図

L.S.: 光源 M: モノクロメーター C: コリメーター P: 偏光子 S: 試料台 A: 検光子 D: 検出器 S.M.: ステッピングモーター

トのマイクロコンピュータでは複素数の計算ができず、測定値の $\tan \Psi$ と Δ から試料表面の光学定数を求める最終的な解析は、別に、大型計算機で行わざるを得なかった。しかし、今回 16 ビットのマイクロコンピュータ (PC-9801 E) に変え、測定から解析までを一貫して行えるようにした。

また、検光子用ステッピングモーターは、マイクロコンピュータ本体のディスクドライブ接続コネクタ (5 インチ用) からの出力パルスを利用して駆動するようにした。検出器からの出力電圧の測定は、検光子が $2\pi/68$ (約 5.3°) 回転するごとに行い、1 回転で 68 個の測定点が得られる。

一方、モノクロメーターと偏光子用ステッピングモーターはパルスモーターコントロールボード (サイエンス社) を用いて駆動している。このコントロールボードを用いると、コンピュータからは、回転方向とパルス数を出力するだけでよく、しかも、ステッピングモーターが回転している間にコンピュータは他の処理を行うことができる。そのため、測定時間を従来に比べて大幅に短縮することができた。以前はすべての測定を完了するのにおよそ 5 分程かかったが、現在では、サンプリングポイントを倍に増やしたにもかかわらず、約 2 分である。しかも、これはステッピングモーターが回転に要する時間の総計にほぼ等しい。

また、以前は、検出器からの出力電圧はデジタルパネルメーターで読取り、BCD 出力を通してコンピュータに取り込んでいたが、それを今回は、コンピュータ本体の I/O ポートに直接接続できる 12 ビットの A/D 変換ボード (カノープス電子) から取り込むようにした。

デジタルパネルメーターは 0.4 s の変換スピードしかなかったが、この A/D 変換ボードの変換時間は 15 μ s である。

一方、デジタルパネルメーターから 12 ビットの A/D 変換ボードに変えたことによって、測定の有効桁数が、最大、4 桁半から 3 桁半に低下したが、光源および検出系の安定度 (0.1%) から

考えて、実際上は問題とはならない。

測定はその手順がすべてコンピュータにプログラムされており、試料を試料台に乗せて光軸を調整した後、測定用プログラムを起動させるだけで良い。ただし、測定を開始する前に、モノクロメーターを 400 nm に、偏光子と検光子の初期方位角を、それぞれ 45° , 0° 付近にセットしておくことが必要である。

自動測定用プログラムを起動させると、まずモノクロメーターが測定波長にセットされる。測定波長は単独の測定の場合はキーボードより入力するが、連続測定の場合はデータ文としてプログラム中にあらかじめ入力してある。

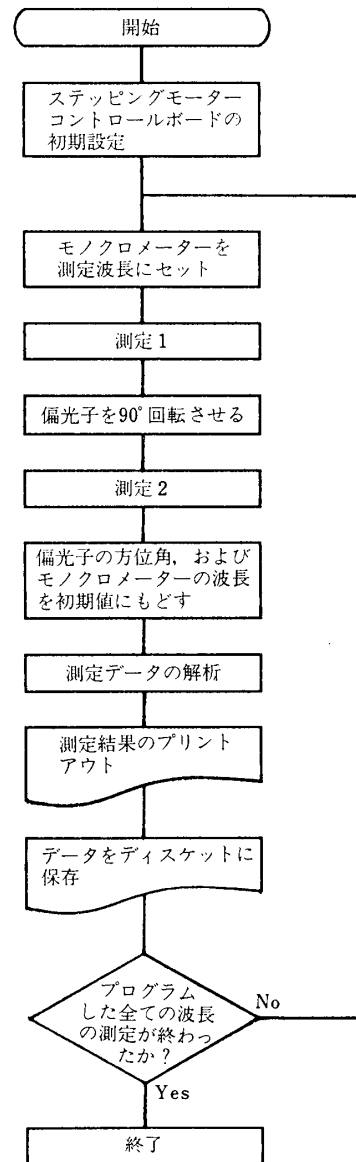


図 6 自動測定用プログラムのフローチャート

そのあと検光子が $2\pi/68$ ずつ回転し、そのつど検出器からの出力電圧が A/D 変換ボードを通してコンピューターに取り込まれる。そして、検光子が 1 回転し終わったら、次に偏光子が回転を始める。

その間に測定データのデジタルフーリエ変換を行い、試料表面からの反射楕円偏光の Stokes ベクトルを求める。

偏光子が 90° 回転し終わったら、再び検光子が $2\pi/68$ ずつ回転し、試料表面からの反射楕円偏光の測定を行なう。

最後に、偏光子をもとの方位に戻すために逆向きに 90° 回転させ、さらにモノクロメーターの波長を初めの波長 400 nm に戻す。

その間に、得られた二つの Stokes ベクトルから、前の測定方法のところで説明したように、偏光子と検光子の初期方位角、ならびに試料表面の複素振幅反射率における $\tan \Psi$ と Δ を求める。また、測定された検出器からの出力電圧は、測定が終了すると自動的に 8 インチのデータ用ディスクに保存されるようになっている。

連続測定の場合、以上の測定をプログラムされたすべての波長に対して繰り返し行う。この自動測定用プログラムのフローチャートを図 6 に示す。

解析用プログラムを起動させ、測定データを入力することにより試料表面の光学定数を求める。

5. 予備実験

試作した分光偏光解析装置の性能を調べるため、まず、ガラス下地上に厚く蒸着した金膜の光学定数を 450 nm から 750 nm の波長範囲で測定した。測定は、その再現性を確かめるため、試料を変えてくり返し行なった。それぞれの試料は、およそ 2.5×10^{-5} Torr の真空中で蒸着速度を変えて作成した。また、試料の膜厚はどれも下地の影響が無視できるほど厚くし、光学定数の解析において、その膜厚を考慮しなくて済むようにした。試料は分光測定を終えた後、銀を蒸着してその膜厚を多重光束干渉計で測定した。蒸着速度は膜厚を蒸着時間で割って求めた。

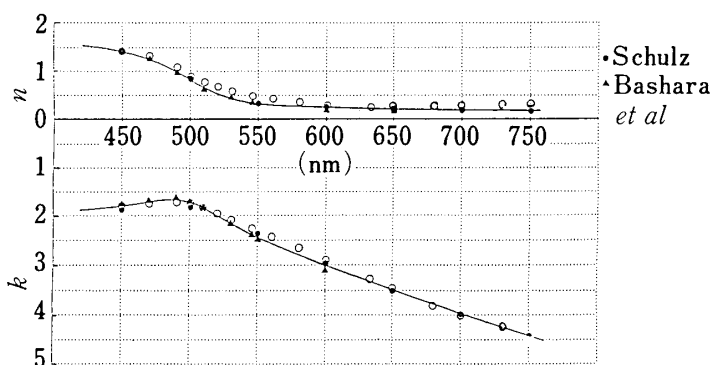


図 7 金蒸着膜の分光測定 (1)

横軸は波長、縦軸の正の軸は金膜の複素屈折率 $\tilde{n} (=n-ik)$ における位相係数 n を表わし、負の軸は吸収係数 k を表わす。図の実線は Schulz および Bashara の測定値を滑らかな曲線で結んだものである。試料の膜厚は 162 nm で、蒸着速度は 2.7 nm/s であった。

図 7 に蒸着速度が 2.7 nm/s の試料に対する測定結果を示す。図で横軸は測定波長、縦軸の正の軸は金膜の複素屈折率 $\tilde{n} (=n-ik)$ における位相係数 n を表わし、負の軸は吸収係数 k を表わしている。図に示したように、測定値が Schulz および Bashara の測定値⁹⁾ とかなり良く一致することがわかった。また、他の試料についても同様な結果が得られた。

しかしながら、蒸着速度が遅い場合は、図 8 に見られるように、文献値とはかなり異なる傾向を示すことがある。これは、蒸着装置の気密が悪く、蒸着速度の遅い試料ほど残留ガスの影響を受けやすいためと思われる。事実、気密の良い蒸着

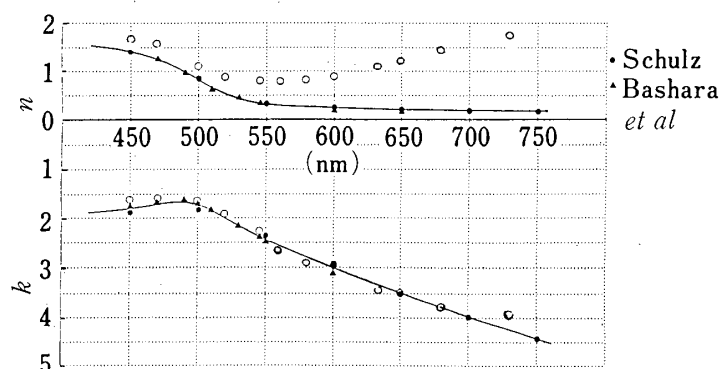


図 8 金蒸着膜の分光測定 (2)

横軸は波長、縦軸の正の軸は金膜の複素屈折率 $\tilde{n} (=n-ik)$ における位相係数 n を表わし、負の軸は吸収係数 k を表わす。図の実線は Schulz および Bashara の測定値を滑らかな曲線で結んだものである。試料の膜厚は 160 nm で、蒸着速度は 0.3 nm/s であった。

装置で作成した試料は、ある程度蒸着速度が遅くても、文献値との一致が良いことがわかった。

次に、自然酸化膜が存在すると思われる Si 試料を 546 nm と 633 nm の二つの波長で測定した。その結果、酸化膜の厚さはそれぞれ 5.7 nm (546 nm), 5.3 nm (633 nm) と測定波長によらずほぼ一致した。しかも、測定された膜厚は Si 基板上の自然酸化膜の厚さとして妥当なものである。

さらに、Si 基板上に熱拡散により酸化膜を成長させた試料を、同様に、測定した。その結果を表 1 に示す。屈折率は、測定の感度からいって、あまり信頼できないが、膜厚は測定波長に依らず良く一致している。

表 1 波長 546 nm と 633 nm でのシリコン酸化膜の測定

測定波長	屈折率	膜厚
546 nm	1.465	47.4 nm
633 nm	1.469	46.6 nm

表 2 波長 546 nm と 633 nm での Si 基板上の MgF₂ 膜の測定

測定波長	屈折率	膜厚
546 nm	1.387	361.7 nm
633 nm	1.393	356.2 nm

また、Si 基板上に MgF₂ 膜を蒸着した試料も、同様に、測定した。その結果を表 2 に示す。この場合も、膜厚が測定波長に依らず良く一致している。

Si 基板上の酸化膜および、MgF₂ 膜の試料は、その膜厚を確認するために、別の偏光解析装置により測定を行なった。測定波長は 632.8 nm で、測定は、正確さを期するために、60°, 65° それに 70° の三種類の入射角で行なった。測定された膜厚はいずれの入射角においても大変よく一致し、酸化膜および、MgF₂ 膜の膜厚はそれぞれ、47.2 nm ± 0.3 nm, 354.7 nm ± 1.5 nm であった。

最後に、表面酸化膜をフッ酸で十分にエッチングした Si 基板を 370 nm から 410 nm の波長範囲で測定した。その結果を、Si の分献値⁸⁾と共に

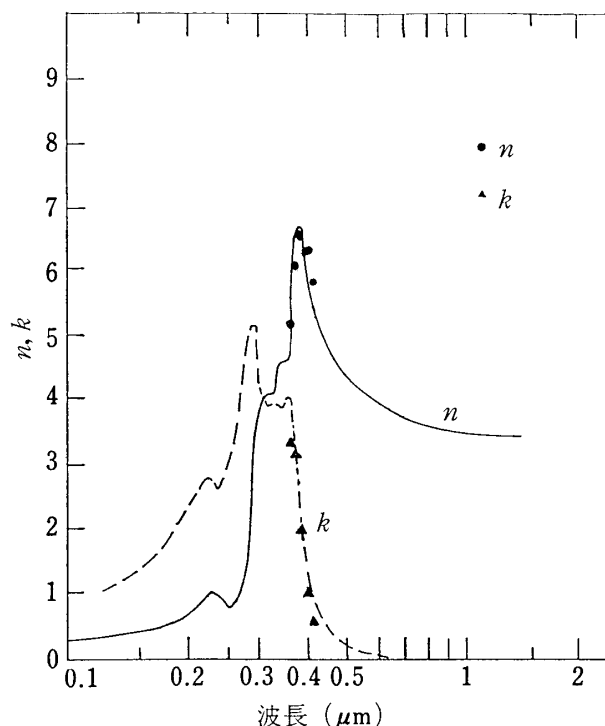


図 9 シリコン基板の分光測定
横軸は波長、縦軸は Si の複素屈折率 $\tilde{n} (=n - ik)$ における位相係数 n と吸収係数 k を表わし、図中での実線、および点線はそれぞれ、文献値による位相係数と吸収係数を表わしている。

図 9 に示す。図から、測定値の傾向が、分献値と概ね一致していることがわかる。しかしながら、より精密な測定は、Si 表面での吸着層の有無や、表面粗さの程度などを十分に調べてから行なう必要がある。

360 nm 以下の波長では検出器からの出力電圧は検光子の方位角によらずほぼゼロであった。また、420 nm 以上の波長でも測定が不能となった。これは、図 9 からわかるように、Si の吸収係数が 420 nm 以上の波長では非常に小さくなり、回転検光子法での測定感度が極端に低下するためである。

6. 考 察

Si 基板上の酸化膜および、MgF₂ 膜の膜厚測定において、同一試料を異なる波長で測定することにより、信頼度の高い結果を得ることができた。

特に、膜厚が極端に薄い場合には、その測定値は入射角の誤差に大変敏感であるが、波長を変えた測定では、測定の入射角が多少不正確でも、後

で、異なる波長での膜厚が一致するように入射角を補正することができる。そのために、従来の単一波長での測定に比べて、精度のよい膜厚測定が容易にできることがわかった。これは、極薄膜の膜厚測定において大変感度の良い主入射角法⁹⁾に類似した方法であるといえる。Si 基板上の自然酸化膜の膜厚は以上のような入射角の補正を行なって求めた。

また、表面酸化膜をフッ酸で十分にエッチングした Si 基板の分光測定において、測定された複素屈折率における位相係数 n の値が、極大値付近では文献値と比べて多少ずれたが、極大となる波長はほぼ一致した。

金蒸着膜の分光測定において、文献値とは異なる傾向を示したサンプルの屈折率分散を説明するのに、Maxwell-Garnett の理論などの近似理論¹⁰⁾による解釈を試みているが、まだ最終的な結論は得られていない。ただ、これらの計算による屈折率分散が、その大まかな傾向において、実験値と、ある程度似ていることがわかった。これら、詳細な解析は今後の課題である。

7. 謝 辞

装置を試作するにあたり、工作を一部手伝っていただいた東海大学の深沢正大君に感謝致します。そして、試料の作成および膜厚のチェックに際し、研究室の装置を利用させていただいた東海大学横田英嗣教授に感謝致します。

参 考 文 献

- 1) 木下是雄, 横田英嗣, “偏光解析による表面と薄膜の研究”, 応用物理, **34**, 782-794 (1965).
- 2) D. E. Aspnes and A. A. Studan, “High precision scanning ellipsometer”, Appl. Opt. **14**, 220-228 (1975).
D. E. Aspnes, J. B. Theeten and F. Hottier, “Investigation of effective medium models of microscopic surface roughness by spectroscopic ellipsometry”, Phys. Rev. **B 20**, 3292-3302 (1979).
- 3) P. S. Hauge and F. H. Dill, “Design and operation of ETA, an automated ellipsometer”, IBM J. Res. Dev. **17**, 472-487 (1973).
- 4) S. Kawabata, “Improved measurement method in rotating-analyzer ellipsometry”, J. Opt. Soc. Am. **A 1**, 706-710 (1984).
- 5) R. M. A. Azzam and N. M. Bashara, *Ellipsometry Polarized Light* (North-Holland, Amsterdam, 1980).
- 6) F. L. McCrackin, E. Passaglia, R. R. Stromberg and H. L. Steinberg, “Measurement of the thickness and refractive index of very thin films and optical properties of surfaces by ellipsometry”, J. Res. Natl. Bul. Stand. **A67**, 363-377 (1963).
- 7) 川畑州一, 猪瀬博昭, “マイクロコンピュータを用いた光電測光型偏光解析装置の試作”, 東京工芸大学紀要 **Vol. 4**, No. 1, 9-17 (1981).
- 8) 工藤恵栄, 分光的性質を主とした基礎物性図表, (共立出版, 1972).
- 9) 山本正樹, “シリコン表面の光学定数の偏光解析法による測定について”, 応用物理, **50**, 777-781 (1981).
- 10) B. Abeles and J. I. Gittleman, “Composite material films: optical properties and applications”, Appl. Opt. **15**, 2328-2322 (1976).