

DOI: 10.19650/j.cnki.cjsi.J2514088

粗糙表面纳米膜厚的空间分辨成像测量方法研究*

刘翌燃, 白承沛, 王子腾, 王子政, 胡春光

(天津大学精密测试技术及仪器全国重点实验室 天津 300072)

摘要: 纳米薄膜厚度是决定微纳器件性能的重要参数,尤其在粗糙表面条件下,其空间分辨测量面临光散射干扰和成像不均匀性等挑战。随着微纳制造技术的快速发展,具有复杂结构的纳米薄膜广泛应用于半导体、光电子器件、能源和传感器等领域,对大面积、粗糙表面薄膜厚度高精度测量的需求不断提高。针对传统方法存在扫描面积有限、测量耗时长、信号易受散射干扰及成像不均匀等问题,故提出一种基于差分反射光谱的成像式膜厚测量新方法。首先,通过优化选择测量波长,在保证测量精度的前提下显著提高测量效率;其次,设计了具有共轭成像关系的显微光学系统,确保物像严格对应,并在厘米级区域实现均匀显微成像;然后,采用多帧平均策略,有效抑制系统噪声引入的测量误差,提高测量的信噪比和稳定性;最后,结合有效介质模型和相位变化模型对信号解算进行补偿,进一步提升非线性拟合精度。在此基础上,搭建了相应的实验系统,并分别对光滑 SiO_2/Si 、光滑 TiO_2/Ti 及粗糙 TiO_2/Ti 样品进行了膜厚测量实验。结果表明,该系统能够在约 1 cm^2 粗糙表面区域内实现纳米薄膜厚度的高空间分辨率精确测量,验证了所提出方法的有效性较强的工程适用性。

关键词: 差分反射光谱;粗糙表面;空间分辨;纳米薄膜;膜厚测量

中图分类号: TH741

文献标识码: A

国家标准学科分类代码: 460.4025

Spatially resolved imaging method for nanofilm thickness measurement on rough surfaces

Liu Zhaoran, Bai Chengpei, Wang Ziteng, Wang Zizheng, Hu Chunguang

(State Key Laboratory of Precision Measurement Technology and Instruments, Tianjin University, Tianjin 300072, China)

Abstract: Nanofilm thickness is a critical parameter influencing the performance of micro/nano devices, particularly for films on rough surfaces, where spatially resolved measurements encounter significant challenges such as optical scattering interference and imaging non-uniformity. With the rapid development of micro/nano fabrication technologies, complex nanofilms have become extensively utilized in semiconductor devices, optoelectronics, energy, and sensor applications, increasing the demand for high-precision thickness measurements of large-area, rough-surface films. To address the limitations of conventional methods, including limited scanning areas, long measurement times, susceptibility to scattering interference, and imaging non-uniformity, this paper proposes a novel imaging-based film thickness measurement technique using differential reflection spectroscopy. Firstly, the measurement wavelengths are optimized to enhance measurement efficiency significantly while maintaining accuracy. Secondly, a microscopic optical system with conjugate imaging relationships is designed to ensure precise correspondence between object and image planes, achieving uniform microscopic imaging across centimeter-scale areas. Thirdly, a multi-frame averaging strategy is employed to effectively suppress measurement errors caused by system noise, enhancing the signal-to-noise ratio and stability. Finally, signal compensation using effective medium and phase-change models further enhances the accuracy of nonlinear fitting. Based on the proposed method, an experimental system was established, and thickness measurements were conducted on smooth SiO_2/Si , smooth TiO_2/Ti , and rough TiO_2/Ti samples. The experimental results demonstrate that the proposed system achieves high spatial-resolution and accurate thickness measurement of nanofilms within a rough surface area of approximately 1 cm^2 , validating its effectiveness and strong practical applicability.

Keywords: differential reflectance spectroscopy; rough surface; spatial resolution; nanofilm; thickness measurement

收稿日期: 2025-05-28 Received Date: 2025-05-28

* 基金项目: 国家重点研发计划(2022YFF0605501)、天津市科技重大专项与工程(24ZXZSS00400)、国家自然科学基金(52475566)项目资助

0 引言

薄膜器件是现代微纳制造体系的重要组成部分,广泛应用于半导体、能源和航空航天等领域^[1-3]。随着器件集成度不断提高,对薄膜在电学、光学等性能上的控制需求日益严格,膜厚分布已成为影响器件一致性和可靠性的关键参数^[4-6]。尤其在纳米级尺度下,膜厚在空间上的微小变化会显著影响器件性能。因此,在大面积范围内实现对薄膜膜厚的高分辨、无损测量已成为精密制造中的重要需求。

在多种膜厚测量方法中,反射光谱法因其非接触、高通量等优势,被广泛应用于薄膜膜厚检测^[7-9]。该方法基于光学干涉原理,通过反射率随波长的变化曲线,可实现亚纳米至微米级膜厚的精准解算。将其应用于非均匀膜厚表征时,常见方法包括点扫描和线扫描。点扫描法通过选取代表性测点逐点测量并拼接分析,Goustouridis等^[10]通过该方法对区域8 mm²的石墨烯进行了厚度分布表征,测量精度较高,但测量效率低、代表性差;线扫描通过机械移动逐行采集样品光谱,实现更高测量效率和较大视场,Yoon等^[11]使用该方法实现了13 mm×0.6 mm的视场范围,但仍依赖机械扫描,存在像素同步性差、行间一致性受限和系统复杂等问题。

为解决上述问题,成像式反射光谱技术逐渐兴起,该方法在每个像素点获取完整光谱,实现高分辨率的膜厚映射,具有效率高、空间一致性好的优点^[12-14]。Gawlik等^[15]结合显微光谱成像实现了对光滑硅纳米结构和石墨烯等样品的大面积(19 mm×23 mm,0.367倍或2.4 mm×

2.8 mm,3倍)膜厚表征,并通过参考硅片来进行归一化校正,提高测量精度。Huo等^[16]针对纳米级膜厚的光滑SiO₂样品,采用了差分反射光谱法,通过抑制基底背景信号,提高了测量SiO₂薄膜光学信号时的灵敏度,实现了成像式差分反射光谱对SiO₂膜厚的测量。Oh等^[17]结合椭圆偏振技术,通过对样品每个像素穆勒矩阵的测量,实现了动态随机存取存储器(dynamic random-access memory, DRAM)晶圆20 mm×20 mm区域内关键尺寸的高分辨成像式表征,但由于粗糙样品会引起退偏效应,所以该方法仅适用于光滑结构的测量。因此,现有成像反射光谱技术大多面向表面平整样品,且测量系统较为复杂,测量的数据量非常庞大,对于形貌复杂、表面粗糙度较大的纳米薄膜样品,仍缺乏简单有效的空间分辨测量手段。

综上,本研究提出一种适用于粗糙表面(均方根粗糙度>0.01倍测量光的最小波长)纳米薄膜的空间分辨成像测量方法,并进行了实验系统的搭建。该方法对测量波长进行针对性选择,确保测量的准确性;设计共轭显微成像光路,在确保均匀成像的前提下保证物面与像面的一一对应关系;结合优化算法和多帧平均策略提升测量信噪比。实验结果表明,该方法在保证成像均匀性的同时,可精确表征粗糙表面样品的膜厚分布,拓展了成像式反射光谱测量技术在复杂实际场景下的应用能力。

1 系统设计

本研究构建的薄膜厚度测量系统整体架构如图1所示,系统由精密光学测量系统、逻辑控制单元及数据处理平台3部分构成。

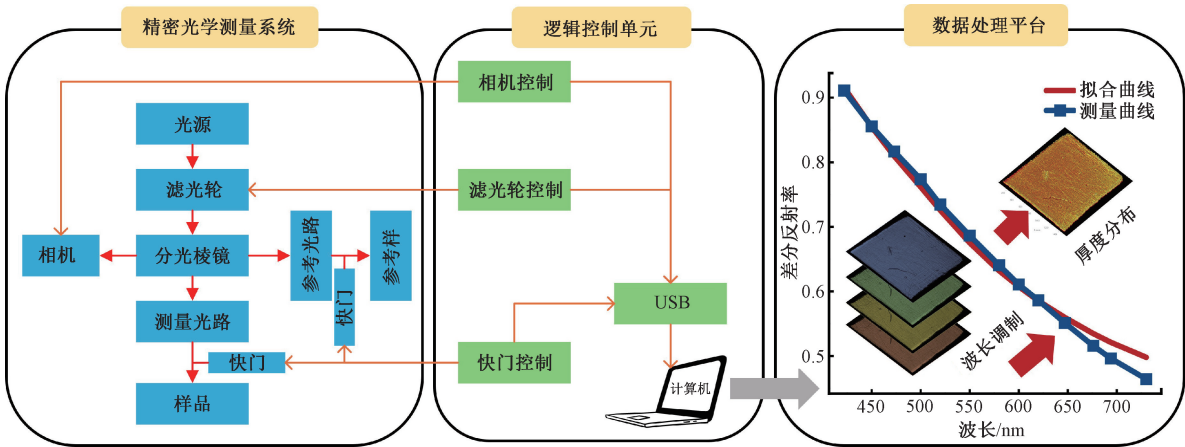


图1 测量系统的整体架构设计

Fig. 1 Overall architecture design of the measurement system

为实现对粗糙表面纳米薄膜厚度的空间分辨测量,系统需满足的关键要求为:1)在毫米级视场范围内具备高成像均匀性与低像差;2)实现样品表面各测量点与图

像像素点的一一对应关系;3)测量信号具有足够高的信噪比,以支撑后续的膜厚解算;4)合理选择测量波长,在保证解算精度的同时,降低测量负担与计算复杂度。针

对上述需求,从成像结构、物像共轭、信噪比提高、波长选择4个方面进行了设计,并提出了测量系统的总体结构。

1.1 光学设计

1) 测量光路设计

根据光学测量系统的基本架构,本研究的差分反射光谱测量系统的光学设计如图2(a)所示,由高亮氙灯光源和离散波长调制滤光轮组成光源模块,由透镜、分光棱镜以及一对低数值孔径1×物镜构成宽面域显微差分成像光路,图2中光源发出的光直接经过分光棱镜后进入测量路,经过分光棱镜反射后向右进入参考路。图中带花纹的路径为照明光路,其发出的大面积准直光用作反射光谱测量中的入射光。当照明光垂直入射样品和参考路的反射镜后,样品表面上的每个点都可视为独立的发光点,其反射光经物镜、分光棱镜、成像管镜后,会聚至相机互补金属氧化物半导体(complementary metal-oxide-semiconductor, CMOS)传感器成像面,构成反射光路。此外,测量路与参考路的通光与遮挡由一对独立的电动光阑控制,光阑的开合决定测量系统的测量模式。其实物图如图2(b)所示。

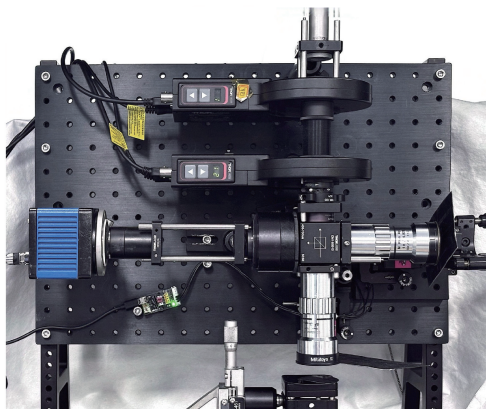
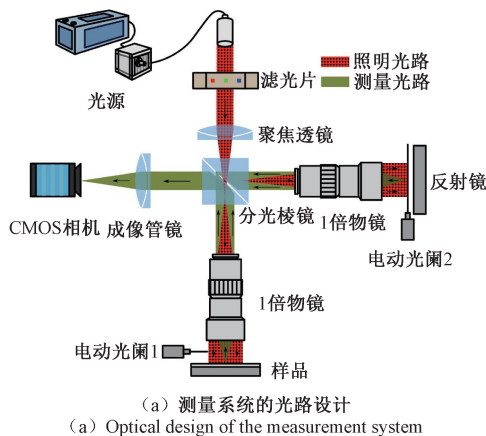


图2 测量系统光路设计与实物图

Fig. 2 Measurement system optical path design and actual image

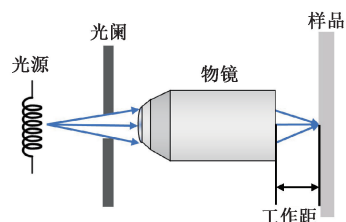
在反射光谱测量模式下,系统通过伺服机构调控光路状态:关闭参考光路舵机2,激活测量光路舵机1。光源发出的光束经滤光轮进行离散波长调制后,通过聚焦透镜进行光束整形,随后经分光棱镜透射进入测量光路物镜,形成直径10 mm的宽视场平行光照明被测样品。样品表面各点反射光经物镜收集后,由分光棱镜反射至成像管镜,最终在CMOS成像面形成空间分辨的反射光谱图像,通过多波长图像序列重构获得离散化成像反射光谱数据。

对于差分反射光谱测量模式,需通过双路伺服舵机的协同调控实现多光谱数据采集:对于测量路,测量方式同反射光谱测量。对于参考路,应该关闭测量光路舵机1,激活参考光路舵机2。此时光源光束经滤光轮波长选择后,由分光棱镜反射进入参考光路物镜,形成直径10 mm的宽视场平行光照明参考样品。参考样品反射光经物镜收集后透射过分光棱镜,最终与测量光路共享同一成像光路。通过双光路时序切换测量,可同步获取测量样品与参考样品的空间匹配反射光谱,构建差分光谱以抑制噪声。

暗噪声校正光谱的获取需同时关闭双路舵机,阻断样品照明光路。此时CMOS采集的信号包含探测器暗电流、环境杂散光及电路本底噪声,通过建立暗场噪声模型可实现测量数据的背景扣除。

2) 均匀照明设计

图3(a)所示的传统临界照明通过直接投影光源像至物面实现照明,其光强分布受光源空间不均匀性影响显著,尤其在边缘视场易出现光强衰减,难以满足大视场均匀性要求。图3(b)所示的柯勒照明虽通过窗-瞳互易原理优化了照明均匀性,但其架构依赖双光阑协同调控,即孔径光阑用于限制光束角分布以匹配物镜数值孔径;视场光阑用于控制照明边界并抑制杂散光。然而,柯勒照明中视场光阑需严格置于成像物镜后焦点(f_{back}),其物理尺寸会限制反射光的有效孔径角。对于宽面域反射测量,此设计会导致部分高角度反射光被遮挡,降低光能利用率;且反射光路径受光阑尺寸限制,使得宽面域成像困难。为实现10 mm×10 mm大视场范围内的高均匀性照明需求,系统摒弃传统临界照明与柯勒照明技术,采用图3(c)所示的宽面域显微成像技术。



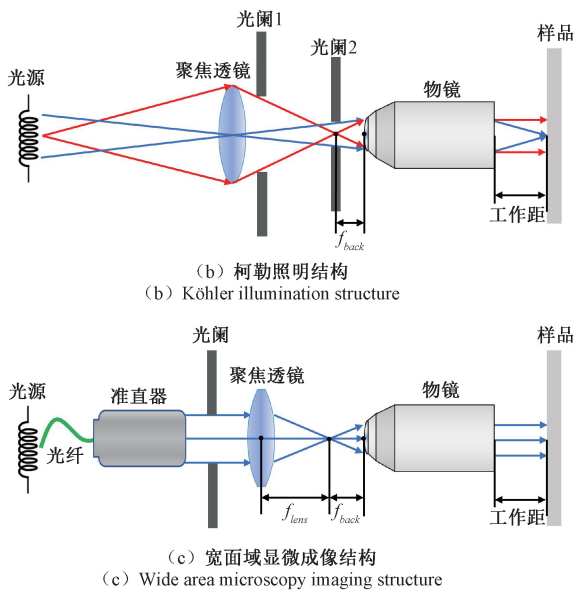


图3 3种成像光路对比

Fig. 3 Comparison of three imaging optical paths

本研究使用的宽面域显微成像光路结构(如图3(c)所示)通过单光阑简化光路设计,其核心在于:(1)仅需调节单一光阑即可动态控制出射光斑尺寸,大幅降低机械复杂度与装调难度;(2)取消视场光阑的物理遮挡,允许大孔径反射光进入成像系统,显著提升光能利用效率,在满足大面积平行光均匀照明的同时,实现反射光谱测量。测量系统通过大孔径反射光采集,在宽面域测量中光通量优势显著,通过单光阑设计与自动焦面校准模块,降低维护成本并提升鲁棒性,无需视场光阑,可适配更大视场的测量需求,而柯勒照明受限于光阑尺寸,其扩展性较弱。因此,宽面域显微成像光路结构通过将光源的光会聚在成像物镜的后焦面并最终照明在工作距处的样品优化光路架构,在宽视场测量场景中展现出显著优势。

3) 物像共轭设计

在空间分辨厚度测量中,必须确保样品面上每个测量点与相机传感器上的像素点保持一一对应关系。为此,系统在成像结构上构建了严格的物像面共轭关系。在均匀照明条件下,样品表面上的每个像素点可等效为一个点光源。这些点光源发出的光线经过物镜、成像管镜后,会被聚焦于相机的接收平面上对应的像素点,如图4所示,从而实现测量点与成像点一一对应的关系。

虽然该设计理论上可以实现目标,但实际光学系统中会出现色差等问题,影响物像间的共轭关系,破坏空间一致性,尤其需要在不同波长下进行成像测量时影响会更大。此时可以选用带有平场复消色差效果的物镜,尽量消除该问题。

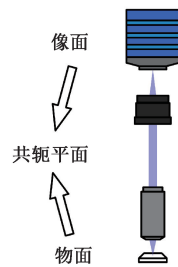


图4 成像系统中样品物平面与相机像平面的共轭关系
Fig. 4 Conjugate relationship between sample object plane and camera image plane in imaging system

1.2 系统优化

1) 系统信噪比优化

实际光学系统中各组件存在非理想特性:分光棱镜的分光比波长依赖性、物镜的场曲畸变、滤光片的带通波动等均会导致参考光路与测量光路的系统误差,降低系统的信噪比,但纳米膜厚估算对反射率曲线的准确性要求较高。所以为保障光谱数据质量,系统从硬件配置与软件算法两方面提升信噪比。硬件优化方面:选用高功率氙灯以确保各测量波段具有充足亮度,避免信号过弱;选用大面积像素、低读出噪声、高灵敏度的面阵CMOS相机,提高信噪比与弱信号下图像质量。软件优化包括:拍摄暗场图像并进行背景扣除,消除系统背景噪声与暗电流影响;对每个波长拍摄多帧图像并进行平均,降低随机噪声。

除了上述较为常规的操作外,还提出了一种双光路标定策略,以消除由于光学元件参数变化所带来的系统误差;通过对测量光路与参考光路的通光效率进行精确标定,并在实际测量中进行动态校正,以确保系统测量的准确性。

在标定过程中,在测量光路放置已知反射率的标准样品,在参考光路放置已知反射率的参考样品。设标准样品和参考样品的反射率分别为 R_{std} 和 R_{ref} ,测量光路和参考光路的通光系数为 k_1 和 k_2 ,入射光强为 I_{in} ,两测量光路的入射光强分别为 I_{in} 和 I_{0in} ,系统背景噪声为 I_d (同时关闭两路的舵机,阻断样品照明光路后测量得到),则参考光路和测量光路的反射光强 I_{std} 和 I_{ref} 如式(1)所示。

$$\begin{aligned} I_{\text{std}} - I_d &= I_{\text{in}} \cdot R_{\text{std}} \\ I_{\text{ref}} - I_d &= I_{\text{0in}} \cdot R_{\text{ref}} \end{aligned} \quad (1)$$

两者存在比值关系,如式(2)所示。

$$\frac{I_{\text{std}} - I_d}{I_{\text{ref}} - I_d} = \frac{I_{\text{in}}}{I_{\text{0in}}} \cdot \frac{R_{\text{std}}}{R_{\text{ref}}} = \frac{k_1 I_{\text{in}}}{k_2 I_{\text{in}}} \cdot \frac{R_{\text{std}}}{R_{\text{ref}}} = k \cdot \frac{R_{\text{std}}}{R_{\text{ref}}} \quad (2)$$

k 定义为双光路的通光系数,其计算公式如式(3)所示。

$$k = \frac{R_{\text{ref}}}{R_{\text{std}}} \cdot \frac{I_{\text{std}} - I_d}{I_{\text{ref}} - I_d} \quad (3)$$

利用任意已知反射率的标准样品(如微米级厚度的标准硅片),可根据式(3)实现测量系统双光路的通光系数校正。应该注意的是,光学元件的透射率、反射率等光学参数通常具有波长依赖性,因此在光谱测量系统中,不同波长下的光学器件通光效率存在差异。因此需要在待测波段内,对每个波长分别进行通光系数 k 的标定,以确保测量系统在整个光谱范围内的校正精度。在标定过程中,应该针对系统所覆盖的整个光谱范围,以此测量各波长下的 I_{std} 和 I_{ref} ,并计算相应的通光系数。在实际测量中,利用这一波长相关的通光系数 k 进行校正,可以有效地补偿因光学元件参数波动导致的测量误差,提高系统的测量精度。

2) 波长采样策略

成像式反射光谱法使用的相机只能获取单波长的光强信息,需要通过离散波长采样技术来获得反射率曲线。此时,选择合理的采样点是影响测量准确性的重要因素。

以 SiO_2 薄膜为例,微米级厚膜具有明显的反射率周期性,根据奈奎斯特采样定理,需要保证采样点至少能够覆盖信号周期;而纳米级薄膜(厚度 $< 100 \text{ nm}$) 反射率波动较小,需要更高的采样点数以获得足够的厚度分辨率。

虽然为了保证测量精度,采样点数需要尽量提高,但对于成像式反射光谱法,采样点数越多,测量时间越长,数据越复杂,解算的计算量也就越大。因此,在满足测量要求的前提下,采样点数越少越好。为推导所需的采样点数,设厚度分辨率阈值为 ε (本文相关项目中要求为 1%),当解算厚度 d_i 时,其与真实厚度值 d_s 间的相对误差 Δ 需满足的条件如式(4)所示。

$$\Delta = \left| \frac{d_i - d_s}{d_s} \right| < \varepsilon \quad (4)$$

当相对误差满足测量所需的厚度分辨率时,视为此时的采样点数值为该测量分辨率下所需的最少的采样点数。采用等间隔采样策略,逐步增加采样点数,测量不同样品的厚度并与其真实厚度比较,如图5所示。

结果显示,采样点数达 12 个时,所有样品的相对误差低于 0.2%,满足相关项目中 $\varepsilon = 1\%$ 的薄膜的分辨率要求。本研究最终选择 14 个采样点,可以满足纳米级薄膜厚度测量的准确性,并采用 $\text{FWHM} = 10 \text{ nm}$ 的滤光片组来调制波长。

1.3 粗糙样品信号补偿

当光照射到粗糙的表面时,由于表面的微观不平整,光线会发生散射。散射光的方向不再完全符合镜面反射规律,导致反射光强度改变,进而导致测量得到的反射率

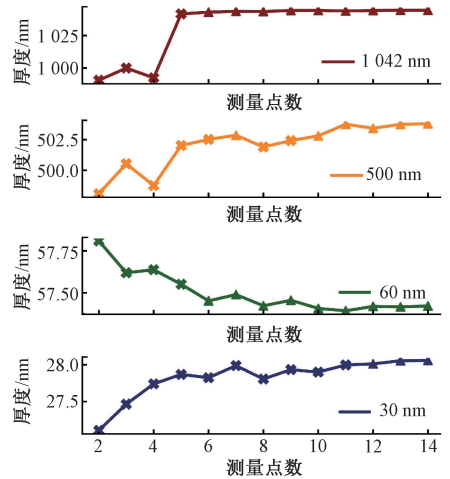


图5 不同厚度 SiO_2 薄膜样品测量数据解算得到的厚度随着采样点数的增加产生的变化

Fig. 5 The thickness of SiO_2 thin film samples with different thicknesses calculated by measuring data changes with the increase of sampling points

与材料本身的反射率有区别。因此,在测量粗糙样品时,需要根据样品的粗糙度对测量到的反射信号进行补偿。

1) 有效介质模型

当表面粗糙度远小于波长与膜厚时,粗糙度较小,应该关注粗糙度在局部尺度上对材料组成的影响,这种情况下可以将膜层的粗糙部分视为材料的一个“等效层”,粗糙度可以被理解为材料内部不同相(如气相材料与固相材料)混合的结果。

有效介质模型 (effective medium approximation, EMA) 模型是用于描述具有两种或多种不同成分的混合材料的电光学性质的模型。该模型假设混合材料的光学常数可以通过其各成分的光学常数加权求和得到。EMA 模型本身只提供计算思路,具体有多种计算方法,如 Maxwell-Garnett、Lorentz-Lorenz 和 Bruggeman 等。Bruggeman 模型将所有组分平等对待,不要求某个组分占绝对优势,在各相无明显基体-客相区分、或者体积分数彼此相当的体系里,Bruggeman 模型会更加合理^[18]。

对于粗糙介质,通常可以将表面粗糙层看作由两种相组成的混合体系:一种是固体材料,另一种是空气(或其他低折射率介质)。设 f_a 是成分 a 的体积分数,成分 b 的体积分数是 $1 - f_a$ 。在无特别声明的情况下,通常取 $f_a = 0.5$,意味着两种材料的混合比例为 50% 比 50%。给定 Bruggeman EMA 公式如式(5)所示。

$$f_a \frac{\hat{\varepsilon}_a - \varepsilon}{\hat{\varepsilon}_a + 2\varepsilon} + (1 - f_a) \frac{\hat{\varepsilon}_b - \varepsilon}{\hat{\varepsilon}_b + 2\varepsilon} = 0 \quad (5)$$

其中, $\hat{\varepsilon}_a$ 和 $\hat{\varepsilon}_b$ 分别是材料 a 和 b 的复数介电常数。 ε 是混合介质的等效介电常数。根据介电常数与复折射

率($N=n+ik$)的关系,可以得出对于 a 和 b 两种材料满足的条件如式(6)所示。

$$\begin{cases} (n_0 + ik_0)^2 = N_0^2 = \hat{\varepsilon}_a = \varepsilon_a + i \frac{4\pi\sigma_0}{\omega} \\ (n_2 + ik_2)^2 = N_2^2 = \hat{\varepsilon}_b = \varepsilon_b + i \frac{4\pi\sigma_2}{\omega} \end{cases} \quad (6)$$

其中, N 为材料的复折射率, n 和 k 为 N 的实部与虚部,对应折射率和消光系数; σ 为材料的电导率, ω 为角频率,此处的等式关系使用高斯单位制计算得到。

将式(6)代入式(5)即可求解出固体和空气随机混合的等效粗糙层的介电常数 ε ,再结合光学传输矩阵对等效后的样品进行常规分析即可得到补偿后的测量结果。

2) 相位变化模型

当表面粗糙度增大,如样品有轻微翘曲或少量加工痕迹时,应该关注样品的表面的宏观的几何起伏,而不是粗糙度在局部尺度上对材料组成的影响。随着测量区域增大,表面起伏会影响整体反射特性,此时应该基于表面粗糙度对反射光的相位来评估表面粗糙度的影响。

在光学系统中,表面粗糙度对反射波的相位变化 $\delta\phi_r$ 产生重要影响,这一相位变化源自表面高度的随机起伏。针对大曲率半径与缓坡表面的情况,可从粗糙度对电磁波的相位变化进行分析。表面反射系数 R_c 与完全光滑表面的反射系数 R_0 之间的关系由相干场强度的平方给出,如式(7)所示。

$$R_c = R_0 |\langle e^{i\delta\phi_r} \rangle|^2 \quad (7)$$

将相位变化代入可以得到因粗糙度造成反射率衰减后,应对测量信号进行补偿的公式如式(8)所示。

$$R_0 = R_c e^{(4\pi S_q \cos\theta_i / \lambda)^2} \quad (8)$$

其中, S_q 代表样品表面的均方根粗糙度, θ_i 为光线入射角。使用式(8)即可对测量信号进行补偿。需要指出的是,针对表面粗糙度很高,面型复杂的情况,此时表面粗糙度的偏度和峰度变化剧烈,高度分布将不再符合正态分布,甚至会引入表面粗糙度各向异性。针对这些影响采用的粗糙度补偿、测量方式、解算方法不尽相同^[19-21],这部分内容不再展开,仅针对相较于镜面反射更为粗糙、且反射率接近或小于 R_0 的情况进行分析和样品测试。

2 系统搭建与验证

根据前文提出的显微式膜层厚度测量系统设计原则,对关键器件进行选型:pco. panda 4.2 科研级 CMOS 相机、EQ-99X-QZ-S 宽谱光源、Mitutoyo 的1×远场校正长工作距离显微物镜、Thorlabs 的 TTL200 成像管镜、

Edmund Optics OD 4.0 窄带通型滤光片。搭建的系统实物如图2(b)所示,后续将其称为差分反射光谱成像测量系统(differential reflectance microscopy, DRM),简称 DRM 系统。考虑到器件安装误差以及本身的制造误差,后文需要对仪器的性能进行评估。具体包括:1) 双光路误差标定;2) 该公系统测量重复性。

2.1 双光路误差优化

为了验证 DRM 系统的标定效果,对标称厚度为 90.64 nm 的 SiO₂/Si 样品进行了测量。此处的“标称厚度”使用商用椭偏仪 Woollam RC-2 标定得到,对自然氧化硅片的氧化层(即 SiO₂ 层)连续测量 30 次时,厚度标准差为 0.002 nm。计算测量信号对应的差分反射信号,得到如图 6 所示的通光系数曲线及其拟合效果图。

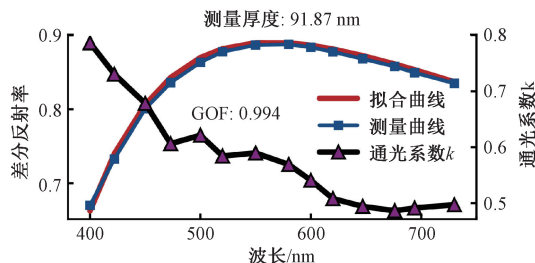


图6 标称厚度 90.64 nm 的 SiO₂/Si 拟合结果以及通光系数随波长的变化

Fig. 6 Fitting results of SiO₂/Si with nominal thickness of 90.64 nm and the variation of transmittance with wavelength

图6中可以看出双光路的通光系数在不同波长下存在差异,且均不为0,进一步证实了双光路存在不一致性。通光系数在400~700 nm 波长范围内呈现波动,反映出双光路误差对波长的依赖性。经过通光系数误差标定后,可以得到高度吻合的拟合曲线与实测数据,拟合优度达到了0.994,表明系统的误差得到了有效的优化。

2.2 测量系统重复性验证

为验证 DRM 系统的测量重复性,选取标称厚度(同样由商用椭偏仪 Woollam RC-2 标定得到)为 57.14 nm 的 SiO₂ 薄膜作为测试样品,在相同环境条件下进行了10次连续测量,如图7所示。在每次测量中,系统均按照相同的参数设置和光学对准方式进行测量。

重复性测量实验数据如图7(a)所示,绘制了10次测量得到的薄膜厚度分布情况。从测量数据中可以看出,每次测量得到的厚度值较为集中,表明系统在相同测量条件下具有较好的重复性。通过统计分析这10次测量数据,计算得出总体平均厚度为 57.158 nm,这一数值与标称厚度的偏差极小,表明系统的测量精度较高。

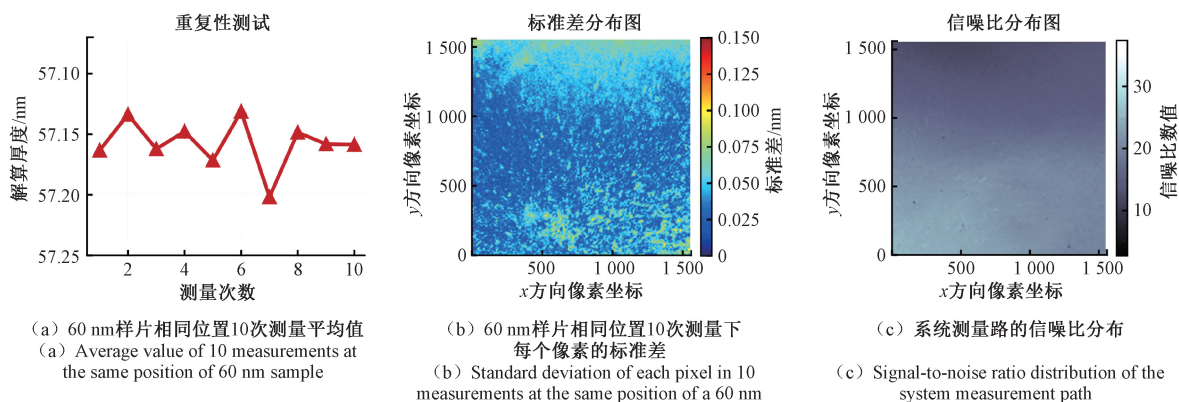


图7 测量系统重复性验证图

Fig. 7 Measurement system repeatability verification diagram

此外,因为入射光在样品表面的光强分布不完全均匀,不同像素点所接受的信号强度可能存在微小差异,因此各像素点的标准差在空间上并非完全均匀。图7(c)给出了系统测量路的信噪比(signal to noise ratio, SNR)分布,可以看到各个点的信噪比水平具有空间差异,这种现象主要由光源的空间一致性、探测器的灵敏度分布以及光学系统的像差等因素共同作用导致。因此,在分析测量重复性时,需要综合考虑光强分布的影响,对测量区域内的每个像素进行标准差计算,并绘制了1560 pixels×1560 pixels的标准差分布图(如图7(b)所示),该分布与图7(c)中的信噪比分布吻合。在测量过程中,SNR高的区域,其测量重复性通常更好,信号相对于噪声更强,测量结果的可靠性更高,从而可以更精确地捕捉到样品的反射特性。统计结果表明,测量的总体标准差为0.041 nm,说明系统的测量波动小,具有良好的稳定性。

3 实验与数据分析

基于所搭建的 DRM 系统对典型的介质膜样品 SiO_2/Si 、 TiO_2/Ti 等进行 1 cm^2 面域的膜厚测量,尤其针对特殊的 TiO_2/Ti 粗糙样品进行膜厚表征。在进行实验前,已经使用商用椭偏仪 RC-2、原子力显微镜对薄膜厚度以及表面粗糙度进行测量以供对比。

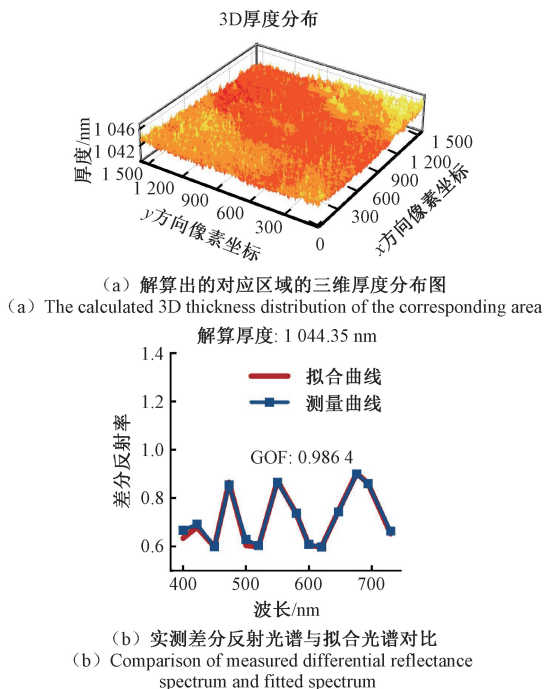
3.1 SiO_2/Si 样品表征

为了说明测量系统的准确性,首先选择了2种不同标称膜厚的 SiO_2/Si , 氧化膜厚度分别为28.67和1042.20 nm,此处的“标称膜厚”同样由商用椭偏仪 RC-2 测量得到。

1) 1号 SiO_2/Si 样品,标称厚度1042.20 nm

图8展示了标称厚度1042.20 nm的 SiO_2/Si 样品的测量结果,其中图8(a)展示了基于光学模型解算得到的该区域的三维厚度分布,可以直观地观察到薄膜厚度的

空间分布情况,表明测量系统能够有效地解析样品的膜厚变化。图8(b)显示了测量区域的平均实测差分反射光谱(带散点的曲线)与光学模型拟合曲线(不带散点的曲线)的对比。可以看出,模型拟合曲线与实测数据具有较高的一致性,表明所建立的光学模型能够很好地描述样品的反射光谱特性。最终解算得到的薄膜厚度平均为1044.35 nm,与标称厚度1042.20 nm之间的偏差为2.15 nm。

图8 标称厚度1042.20 nm的 SiO_2 薄膜厚度表征Fig. 8 Thickness characterization of SiO_2 film with a nominal thickness of 1042.20 nm

2) 2号 SiO_2/Si 样品,标称厚度28.67 nm

图9展示了标称厚度28.66 nm的 SiO_2/Si 样品的测

量结果,图 9(a)为基于光学模型解算得到的三维厚度分布。图 9(b)展示了实测差分反射光谱与模型拟合曲线的对比,二者匹配程度较高。最终解算出薄膜厚度为 29.03 nm,相较于标称厚度 28.67 nm,偏差 0.36 nm,进一步验证了测量系统在薄膜厚度测量中的高精度表现。

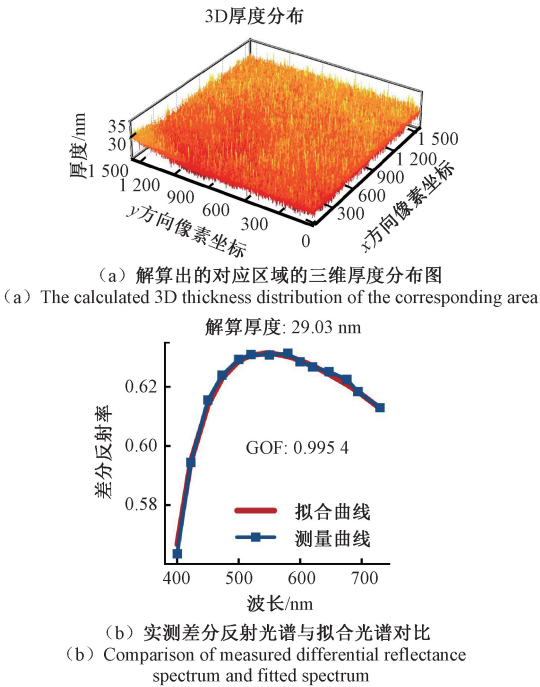


图 9 标称厚度 28.67 nm 的 SiO₂ 薄膜厚度表征
Fig.9 Thickness characterization of SiO₂ film with a nominal thickness of 28.67 nm

对两种不同厚度 SiO₂/Si 样品的测量结果表明,该系统能够准确解析微米级和纳米级薄膜厚度,测量结果与椭偏仪参考数据高度一致,偏差控制在纳米级以内(分别为 2.15 和 0.36 nm);实测与拟合光谱高度吻合,拟合优度均超过 0.98,充分验证了其测量范围和准确性。

3.2 TiO₂/Ti 样品表征

本节中所分析的薄膜样品衬底材质为二氧化硅石英上的 1 μm 钛金属,膜层材质为 TiO₂ 氧化膜,其物理分层结构为 TiO₂/Ti/石英。TiO₂ 薄膜的消光系数在可见光波段为零,说明它在这一波长范围内是透明的,而 Ti 薄膜的消光系数在可见光范围内较大,且具有 1 μm 的厚度,使得可见光可以穿透 TiO₂ 薄膜而无法穿透 Ti 薄膜。所以尽管其实际物理分层层数为 3 层,但对于可见光波段的测量来说,依旧可以等效为 Air/TiO₂/Ti 的三相光学模型,可忽略下方石英衬底对测量的影响。

实验中测量的 TiO₂ 薄膜厚度范围为 40~100 nm,样品表面的粗糙度是一个重要参数,影响了光学测量的准确性。利用原子力显微镜对样品的表面粗糙度进行表征

(如表 1 所示),测得样品表面的均方根粗糙度 S_q (通过粗糙度分布的二阶中心矩计算)为 2.24 nm。

表 1 膜厚测量结果和 AFM 表征的 TiO₂/Ti 粗糙度
Table 1 Film thickness measurement results and AFM characterization of TiO₂/Ti roughness (nm)

RC-2 标定厚度	DRM 测量厚度	S_q
99.04	98.50	3.13
90.85	93.82	2.12
68.75	69.81	2.05
61.32	57.14	2.16
39.09	37.89	1.74

考虑到测量光的最小波长约为 $\lambda_{\min} = 400$ nm 该粗糙度远小于波长尺度 ($2.24 \text{ nm} < 0.01 \lambda_{\min}$),采用 EMA 模型将样品的表面粗糙层等效为空气与 TiO₂ 的混合层。由于该样品的粗糙度较小,所以在模型计算时,可以仅考虑 S_q ,忽略偏度 γ_1 (通过粗糙度分布的三阶中心矩计算)和峰度 γ_2 (通过粗糙度分布的四阶中心矩计算)的影响。

以设计厚度为 100 和 40 nm 的 TiO₂ 薄膜为例,采用差分反射光谱进行分析,并基于 EMA 对模型进行粗糙层光学常数计算,以空气-粗糙层-薄膜-衬底的模型进行差分反射光谱拟合。图 10(a)显示了厚度 100 nm 的 TiO₂ 薄膜的实测差分反射光谱(带散点的曲线)与模型拟合曲线(不带散点的曲线)之间的对比,拟合得到的厚度为 98.5 nm,与商用椭偏仪 RC-2 的测量值非常接近。

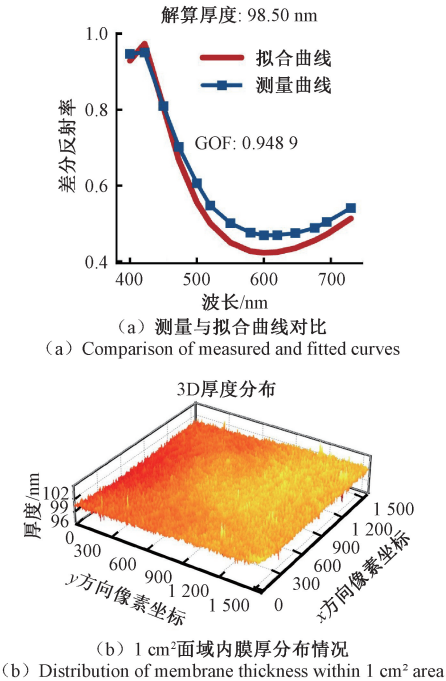
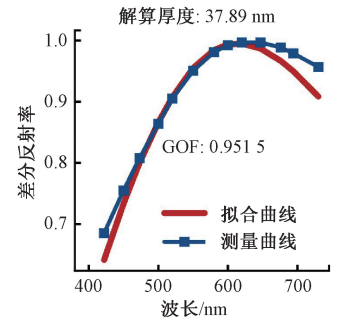
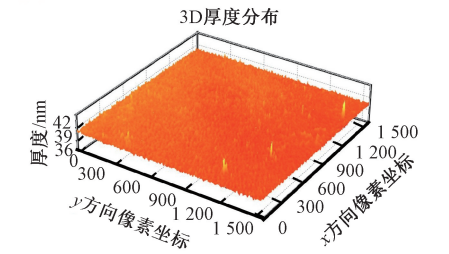


图 10 100 nm TiO₂ 薄膜样品测试
Fig.10 100 nm TiO₂ film sample test picture

图 10(b)展示了该样品 1 cm² 面域内膜厚的三维分布情况,表明样品表面厚度的均匀性较高。类似的,对于 40 nm 厚的 TiO₂ 薄膜,其实测差分反射光谱与模型拟合曲线的对比如图 11 (a) 所示,拟合得到的厚度为 37.89 nm,和椭偏仪的测量值具有良好的一致性。图 11(b)进一步展示了该样品的厚度三维分布情况。



(a) 测量与拟合曲线对比
(a) Comparison of measured and fitted curves



(b) 1 cm²面域内膜厚分布情况
(b) Distribution of membrane thickness within 1 cm² area

图 11 40 nm TiO₂ 薄膜样品测试

Fig. 11 40 nm TiO₂ film sample test picture

3.3 粗糙 TiO₂/Ti 样品表征

此部分使用的 TiO₂/Ti 样品如图 12 所示,每一个样块的尺寸均为 10 mm×10 mm×4 mm,且粗糙度可以达到 10 nm 的数量级。使用本搭建的 DRM 系统对该粗糙度等级下的不同厚度的 TiO₂ 薄膜进行宽面域表征。

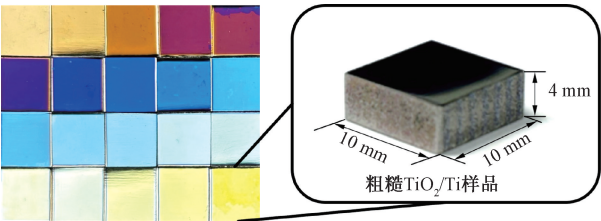


图 12 粗糙 TiO₂/Ti 样品示意图

Fig. 12 Schematic diagram of rough TiO₂/Ti sample

实验中测量的 TiO₂ 薄膜厚度范围为 100 nm 以下,同样利用原子力显微镜对样品的表面粗糙度进行表征,测量结果如表 2 所示。其中 S_a 为算数平均粗糙度,与 S_q 的单位相同,均为 nm; S_{sk} 为样品偏斜度,用于评估样品

形貌的高度分布偏差程度,无单位。测得样品的平均 S_q 为 16.91 nm,明显大于测量光的最小波长 ($16.91\text{ nm} > 0.01\lambda_{\min}$),粗糙度较大, γ_1 和 γ_2 的数值不再能够忽略,所以需要使用前文提到过的相位变化模型来对测量的差分反射光谱进行补偿。

表 2 AFM 对粗糙 TiO₂/Ti 样品粗糙度的表征
Table 2 Characterization of the roughness of rough TiO₂/Ti samples by AFM

样品设计厚度/nm	S_q /nm	S_a /nm	S_{sk}
100	16.70	12.70	-0.334
90	14.80	10.10	-1.460
80	12.40	9.36	-0.370
70	15.20	10.50	-2.010
60	20.40	14.20	0.437
50	24.00	18.90	-1.240
40	21.50	17.50	0.165
30	15.50	11.90	-0.406
20	11.70	7.91	-1.910
平均值	16.91	12.56	-0.790

以设计厚度为 90 nm 的样品为例,如图 13(a)所示,测量信号与拟合信号对比,由于薄膜的实际反射率受表面粗糙度和样品表面质量影响,拟合的曲线与实际测得曲线存在很大差异。拟合优度 (goodness of fit, GOF) < 0,表明实测差分反射率与理论值之间存在较大偏差。对粗糙度进行补偿后如图 13(b)所示,拟合曲线更接近实验数据, GOF 提高至 0.902 6,补偿后的信号匹配度更高,测量结果更加准确。图 13(c)给出了补偿后 TiO₂ 薄膜表面的厚度分布情况,可清晰观察到表面粗糙度对膜厚解算的影响。

同样的,以设计厚度为 40 nm 的样品为例,如图 13(d)比对了测量信号与拟合信号,其厚度偏差较大且拟合效果不佳。随后基于表面粗糙度对原始差分反射率进行补偿修正,再进行拟合,可以看到补偿后的差分反射率拟合曲线更接近实验数据 (如图 13(e)所示), GOF 提高至 0.994 6,厚度也接近其设计厚度值,并给出补偿后 TiO₂ 薄膜表面的厚度分布情况 (如图 13(f)所示)。这两组样品的数据表明了补偿后模型的匹配度更高,测量结果更加准确。

对粗糙度补偿前后的样品测量效果进行对比分析,如图 14 所示。

图 14 中,横坐标为不同样品的设计厚度,左斜杠填充的柱状图表示本文搭建的 DRM 系统测得的原始膜厚与商用椭偏仪测得膜厚的偏差,方形散点连成的曲线为对应厚度的拟合优度;右斜杠填充的柱状图代表补偿后 DRM 所测得修正厚度与商用椭偏仪的厚度的偏差,圆

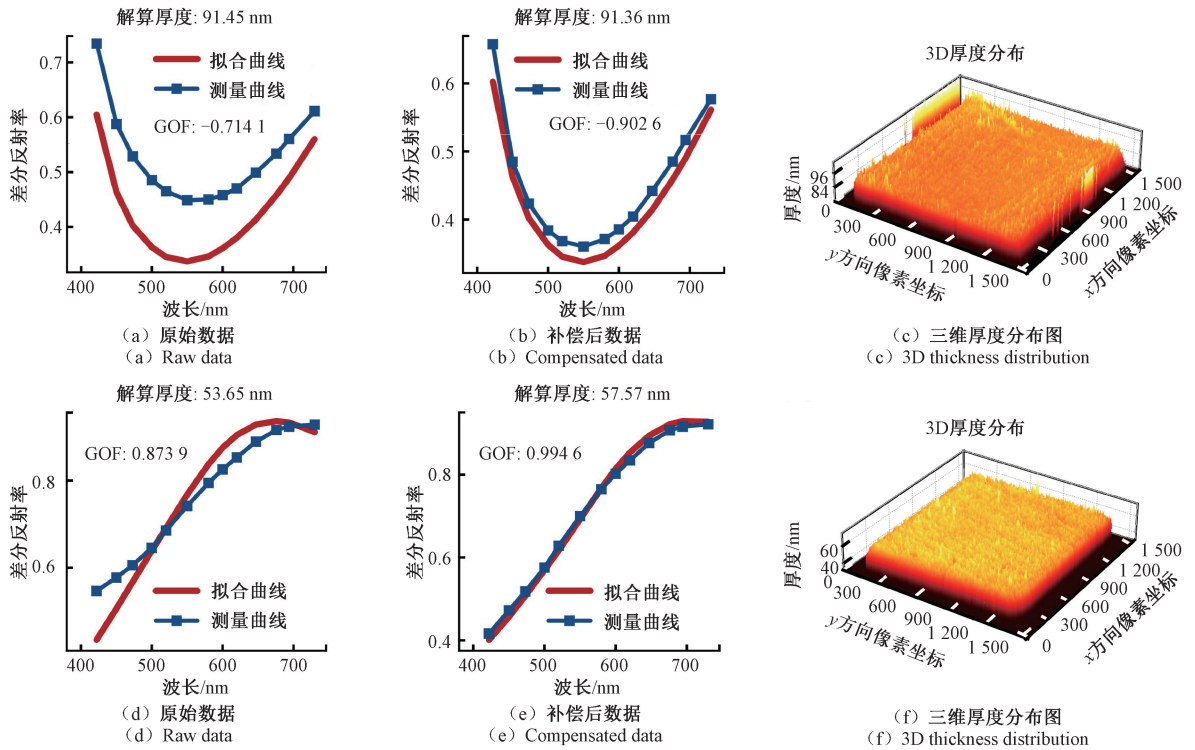


图 13 设计厚度 90 和 40 nm 的 TiO_2 薄膜样品测量

Fig. 13 Measurement of TiO_2 thin film samples with designed thickness of 90 and 40 nm

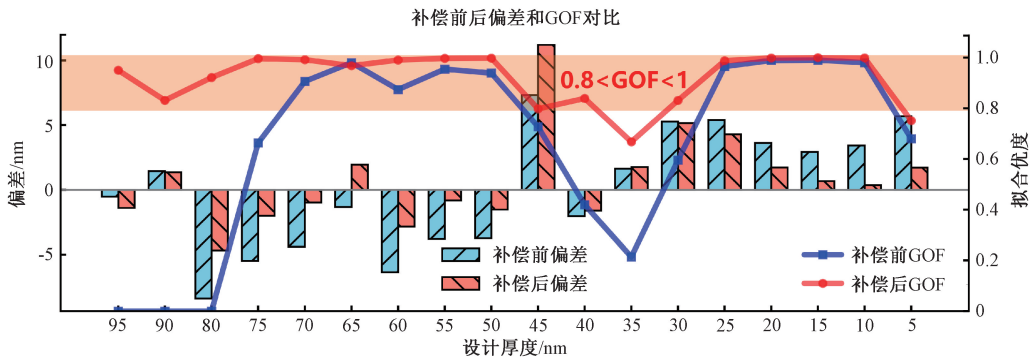


图 14 粗糙 TiO_2/Ti 样品膜厚测量偏差与拟合优度的对比评估

Fig. 14 Comparative evaluation diagram of film thickness measurement deviation and goodness of fit of rough TiO_2/Ti sample

形散点连成的曲线为对应修正厚度的拟合优度。可以看出补偿前的数据在不同厚度区间内的测量偏差分布不均,例如 70 nm 样品的偏差达-4.38 nm;而 5 nm 样品则存在+5.69 nm 的偏差。补偿后,经过粗糙度对反射率影响的校正处理,绝大多数样品的厚度偏差均有所改善,如 70 nm 样品补偿后偏差为-0.97 nm;5 nm 样品补偿后偏差降至+1.72 nm。个别样品如 45 nm 设计厚度的测量偏差值仍然较大,这是因为该样品表面面型存在较大局部异常(翘曲),其次表面划痕、局部厚度不均等问题都影响了反射光谱的测量准确性。

而对于 GOF 值,补偿前各数据点的 GOF 值普遍较低,拟合效果明显不佳,这说明粗糙度对原始反射信号的衰减非常明显;部分数据点虽具备较高 GOF 值,但整体仍低于补偿后的水平。进行粗糙度补偿后,GOF 值普遍有显著提升,多数数据点的 GOF 值接近或超过 0.9,表明校正后拟合结果与实测反射光谱的匹配度显著提升。然而,仍存在个别厚度(如 35 nm 样品)拟合优度低于理想水平,这是由 TiO_2 的光学特性以及所搭建 DRM 系统的测量波段共同导致的:厚度 30 nm 左右的 TiO_2 在对应可见光波段的反射率处于极小值,利用可见光进行测量时,

CMOS 相机探测得到的反射光强远小于其他厚度 TiO_2 样品对应的可见光波长处的反射光强,信噪相对比较低。总体而言,粗糙度对反射率影响的补偿策略在大部分区间内有效地改善了厚度测量偏差和拟合优度,同时也说明了本文搭建 DRM 系统能够对粗糙表面纳米薄膜的厚度进行较为准确地表征。

3.4 测量结果讨论

本节围绕测量系统的对典型的样品展开研究。首先,通过对 2 种标称厚度不同的 SiO_2/Si 样品进行测量,验证了系统在微米级和纳米级薄膜测量中的适用性,测量结果与椭圆偏振光谱仪数据高度吻合,实测差分反射光谱与拟合曲线的一致性较高,厚度偏差均在纳米级以内,表明系统具备很高的测量准确性。随后,使用该系统测量了沉积在石英基底上的 TiO_2 薄膜厚度,并利用原子力显微镜表征其表面粗糙度。在样品较为光滑(均方根粗糙度 2.24 nm , $<0.01\lambda_{\min}$)时,进行 EMA 补偿后的拟合厚度与商用椭圆偏仪的测量厚度偏差较小,说明本文搭建的测量系统能够对较小粗糙度的纳米薄膜样品厚度进行准确测量。进一步地,研究了粗糙度较大(均方根粗糙度 16.91 nm ,明显大于 $0.01\lambda_{\min}$)时粗糙度对测量造成的影响,并采用粗糙度对反射率影响的补偿策略对测量结果进行优化,实验结果表明该补偿策略在很大程度上能改善厚度测量偏差和拟合优度。综上所述,基于本文所提出测量方法搭建出的测量系统在不同膜厚与粗糙度条件下均展现出较高的准确性与稳定性。

4 结 论

本研究聚焦于粗糙表面纳米薄膜在空间分辨测量过程中所面临的扫描面域受限、测量时间过长、成像不够均匀等关键问题,基于成像式差分反射光谱原理开展研究,探索适用于粗糙表面纳米膜厚的空间分辨成像测量方法,搭建并使用测量系统对多组样品进行实验,验证系统的测量能力。实验结果表明,本系统实现了 1 cm^2 面域内纳米薄膜厚度的成像式表征,且能够对具有一定表面粗糙度的纳米薄膜厚度进行较为准确的测量,验证了测量方法的有效性。

参考文献

[1] KORNHER T, XIA K W, KOLESOV R, et al. Amorphous silicon-doped titania films for on-chip photonics[J]. ACS Photonics, 2017, 4(5): 1101-1107.

[2] 翟荣锭, 吴倩楠, 王俊强, 等. 太赫兹石墨烯贴片式高温传感器的设计与研究[J]. 电子测量技术, 2023, 46(3): 6-11.

ZHAI R D, WU Q N, WANG J Q, et al. Design and

research of terahertz graphene patch type high temperature sensor[J]. Electric Measurement Technology, 2023, 46(3): 6-11.

- [3] 王玉洁, 吴国新, 黄骥, 等. 闪烁体微纳结构及制备技术研究综述[J]. 电子测量与仪器学报, 2025, 39(1): 1-13.
- WANG Y J, WU G X, HUANG J, et al. Review of research on micro-nano structure and preparation technology of scintillator[J]. Journal of Electronic Measurement and Instrumentation, 2025, 39(1): 1-13.
- [4] GE SH H, SANG D D, ZOU L R, et al. A review on the progress of optoelectronic devices based on TiO_2 thin films and nanomaterials[J]. Nanomaterials, 2023, 13(7): 1141.
- [5] 张雅馨, 王琛英, 景蔚萱, 等. 亚 50 nm 台阶高度标准物质的可控制备及定值研究[J]. 仪器仪表学报, 2022, 43(11): 86-93.
- ZHANG Y X, WANG CH Y, JING W X, et al. Study on the controllable fabrication and calibration of sub-50 nm step height reference materials[J]. Chinese Journal of Scientific Instrument, 2022, 43(11): 86-93.
- [6] QIN F F, WU J Q, LU SH, et al. Realizing force sensing with InGaN/GaN multi-quantum well diode chip[J]. Instrumentation, 2024, 11(4): 4-12.
- [7] PARK J, CHO Y J, CHEGAL W, et al. A review of thin-film thickness measurements using optical methods[J]. International Journal of Precision Engineering and Manufacturing, 2024, 25(8): 1725-1737.
- [8] QUINTEN M. A practical guide to optical metrology for thin films[M]. Weinheim: Wiley-VCH, 2012: 81-115.
- [9] ZHOU F F, CHEN S Y, AKIN S, et al. Real-time monitoring of thin film thickness and surface roughness using a single mode optical fiber[J]. Mechanical Systems and Signal Processing, 2025, 224: 112219.
- [10] GOUSTOURIDIS D, RAPTIS I, MPATZAKA T, et al. Non-destructive characterization of selected types of films and other layers via white light reflectance spectroscopy (WLRS)[J]. Micro, 2022, 2(3): 495-507.
- [11] YOON C, PARK G, HAN D, et al. Toward realization of high-throughput hyperspectral imaging technique for semiconductor device metrology[J]. Journal of Micro/Nanopatterning, Materials, and Metrology, 2022, 21(2): 021209.
- [12] VODÁK J, NEČAS D, PAVLŇÁK D, et al. Application of imaging spectroscopic reflectometry for characterization of gold reduction from organometallic compound by means of plasma jet technology[J]. Applied Surface Science,

- 2017, 396: 284-290.
- [13] OHLÍDAL M, VODÁK J, NEČAS D. Optical characterization of thin solid films[M]. Cham: Springer, 2018: 107-141.
- [14] NEČAS D, OHLÍDAL I, FRANTA D, et al. Simultaneous determination of optical constants, local thickness and roughness of ZnSe thin films by imaging spectroscopic reflectometry[J]. Journal of Optics, 2015, 18(1): 015401.
- [15] GAWLIK B, BARRERA C, YU E T, et al. Hyperspectral imaging for high-throughput, spatially resolved spectroscopic scatterometry of silicon nanopillar arrays[J]. Optics Express, 2020, 28(10): 14209-14221.
- [16] HUO SH CH, WANG H, HU CH G, et al. Measuring the multilayer silicon based microstructure using differential reflectance spectroscopy[J]. Optics Express, 2021, 29(3): 3114-3122.
- [17] OH J, SON J, HWANG E, et al. Wide-field massive CD metrology based on the imaging Mueller-matrix ellipsometry for semiconductor devices[C]. Metrology, Inspection, and Process Control XXXVII, 2023: 124962X.
- [18] FUJIWARA H. Spectroscopic ellipsometry: Principles and applications[M]. Chichester: John Wiley & Sons Ltd, 2007: 177-183.
- [19] BENNETT H, PORTEUS J. Relation between surface roughness and specular reflectance at normal incidence[J]. Journal of the Optical Society of America, 1961, 51(2): 123-129.

- [20] VAN GINNEKEN B, STAVRIDIS M, KOENDERINK J J. Diffuse and specular reflectance from rough surfaces[J]. Applied Optics, 1998, 37(1/4): 130-139.
- [21] OHLÍDAL I, VOHÁNKA J, DVOŘÁK J, et al. Determination of optical and structural parameters of thin films with differently rough boundaries[J]. Coatings, 2024, 14(11): 1439.

作者简介



刘翌燃, 2023 年于天津大学获得学士学位, 现为天津大学硕士研究生, 主要研究方向为精密测量技术。

E-mail: liuzhaoran@tju.edu.cn

Liu Zhaoran received his B.Sc. degree from Tianjin University in 2023. He is currently a master's student at the same university. His main research interest includes precision measurement technology.



胡春光(通信作者), 2002 年于天津大学获得学士学位, 2007 年于天津大学获得博士学位, 现为天津大学教授, 主要研究方向为微纳测试技术与仪器、光学精密操控与测量、纳米材料精密表征与可控制备。

E-mail: cghu@tju.edu.cn

Hu Chunguang (Corresponding author) received his B.Sc. degree from Tianjin University in 2002 and Ph.D. degree from the same university in 2007. He is currently a professor at Tianjin University. His main research interests include micro-nano testing technology and instrumentation, optical precision manipulation and measurement, and precise characterization and controllable fabrication of nanomaterials.