

An Optical Characterization of Film Defect Based on the Classification

Yuanyuan Zhang, Wenjing Yao*, Nan Wang, Jianyuan Wang

College of Natural Science, Northwestern Polytechnical University, Xi'an

Email: combzl@nwpu.edu.cn

Received: Mar. 15th, 2011; revised: Apr. 1st, 2011; accepted: Apr. 2nd, 2011.

Abstract: Defects of the thin-film have very important implications for its optical, electrical, thermal and other physical properties, so that the defects investigation has great significance to the preparation of thin films, the film detection and characterization. By different angles, the crystal defects of thin film are classified. A defect detection method is presented, which uses a photoelectric detection technology combined with the computer to process the film microstructure and control film defects. According to this detection method, a new determination of optical constants can be used to characterize the crystal thin-film defects. Either the classification of film defects from structure, mechanics, energy, motion, thermodynamics and optics, or characterization of film defects, these considerations point of view the problems are not isolated, but interrelated. This work can be helpful to have a complete and systematic understanding of membrane defects.

Keywords: Thin Film; Film Defects; Defect Classification; Defect Characterization

薄膜缺陷的分类和光学表征研究

张媛媛, 姚文静*, 王楠, 王建元

西北工业大学理学院, 西安

Email: combzl@nwpu.edu.cn

收稿日期: 2011年3月15日; 修回日期: 2011年4月1日; 录用日期: 2011年4月2日

摘要: 缺陷对于薄膜的光学、电学、热学等性质有很重要的影响, 缺陷研究在薄膜制备、薄膜检测以及薄膜表征等领域中有极其重要的意义。本文从不同角度对晶体薄膜缺陷进行了分类, 提出了一种利用光电探测技术并结合计算机来对薄膜缺陷显微过程进行控制的薄膜缺陷探测方法, 以及一种新的光学常数测定方法对晶体薄膜缺陷进行表征。无论是从结构、力学、能量、运动、热力学和光学等方面进行分类, 还是表征, 这些考虑问题的角度, 不是孤立的, 而是相互联系的。通过上述工作, 能够对薄膜缺陷有一个完整和系统的认识。

关键词: 薄膜; 薄膜缺陷; 缺陷分类; 缺陷表征

1. 引言

所有在块状晶体材料中可能出现的各类缺陷在薄膜中也可能出现。一般来说, 多数材料的薄膜具有和块状时相同的结晶结构, 但晶格常数或结晶取向等一些参数和块状材料有所不同^[1]。也有很多材料在一定的条件下制成的薄膜会具有明显不同于块状时的晶体结构, 如呈现非晶结构^[2]、亚稳态结构^[3]、超晶结构等。此外, 由于薄膜生长过程的特殊性, 使得薄膜中缺陷往往超过块状材料。另外, 薄膜的晶粒尺寸、密度、表面粗糙

度等一些结晶组织结构参数也不同于块状材料。

本文主要是对晶体薄膜缺陷的分类和表征进行探究。在分类方面, 到目前为止, 还没有一种标准能涵盖所有的缺陷。在目前所见到的文章中, 最常见的分类方法就是结构缺陷, 只有极少数文章中提及了其他分类标准, 但是无详细地阐述; 表征方面, 有各种表征方法见诸于文章, 但还没有文章比较系统地阐述这个问题。并且这些工作只是针对某一种具体的薄膜而言的^[4]。本文在总结并归类已有观点的基础上, 试图从可见光角度进行晶体薄膜缺陷的表征。

Table 1. Types of structural defects
表 1. 结构缺陷类型

缺陷种类	块材的结构缺陷	薄膜的结构缺陷
瞬变缺陷	声子	
电子缺陷	电子 电子空穴	
复合缺陷	簇 切变结构 块结构 空位	
点缺陷	间隙原子（或离子） 杂质原子（或离子） 替代原子（或离子） 缔合中心	体内点缺陷 表面点缺陷
线缺陷	位错	位错 堆错 失配位错
面缺陷	晶体表面 晶界 相界	孪晶 表面 晶界 相界
体缺陷	气孔，异相夹杂物，亚结构等	

2. 薄膜缺陷的分类

本文的薄膜是指力学上的晶体薄膜，即薄膜厚度远大于所有特征微结构长度尺度（如晶粒尺寸、位错尺寸、沉淀物或颗粒间距、位错环直径、位错运动的平均自由程或磁畴壁尺寸）。

2.1. 从结构分

块状材料与薄膜的结构缺陷之间的差异列于表 1 中。

如果点缺陷发生在薄膜内部，则其特性和运动行为与在块材中的情况一样；如果出现在表面或界面，则形成薄膜表面的点缺陷，将对薄膜的结构和特性有显著的影响^[5]。

2.2. 从尺度大小分

按照缺陷的尺度大小，可以把缺陷分为：介观尺度上的缺陷(μm)和纳米(nm)尺度上的缺陷。纳米尺度上的缺陷即常见的点、线、面缺陷，而介观尺度上的缺陷—织构，又称纤维织构，指薄膜中的晶粒择优取

向的现象。织构在多晶材料的变形中很常见，变形的同时，各个晶粒还发生晶向的转动；由于晶粒取向不同，晶粒之间的相对滑移也不一样。在较大的单向变形之后，原先杂乱取向的各个晶粒的晶向会集中到某个方向上，使原来各向同性的材料变为各向异性。薄膜的织构对薄膜的性质和应用会产生很大的影响^[6]。

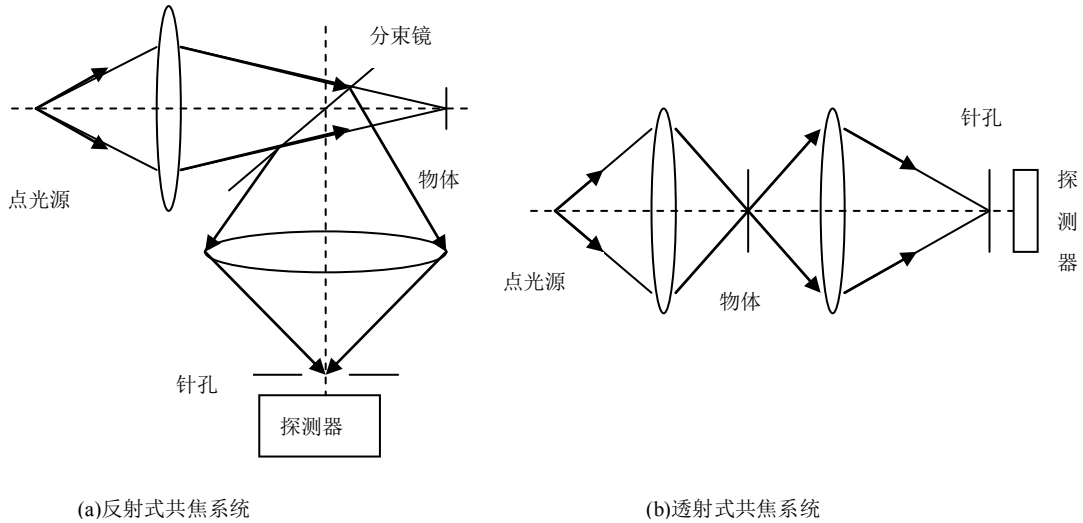
一般，影响多晶薄膜形成织构的因素有：基片性质、基片温度^[7]、沉积速率、气体成分与压强、薄膜厚度^[8]、入射粒子流方向、外电场的影响等。

2.3. 从热力学分

从热力学角度的观点来看，晶体缺陷可分为：热缺陷和非热缺陷。热缺陷的存在可以使体系降低自由能，因而在有限的温度下具有一定的平衡浓度，如点缺陷^[9]。非热缺陷只能存在于非平衡态下，它的出现使体系的自由能升高，例如位错^[10]。非热缺陷的数量和分布由晶体所经历的过程决定，包括薄膜生长过程，塑性变形过程和热处理过程等。

Table 2. Characteristic comparison of optical test methods for film defect
表 2. 各种光学测试方法特征比较

薄膜缺陷检测方法	优点	缺点
利用光的散射	测量范围较大，较易实现快速测量	由于景深的原因，使得难以分辨缺陷；难以分辨次表面缺陷；为了获得较小的缺陷，对成像系统要求高
利用光的干涉	纵向分辨率较高，对于表面的相位缺陷比较敏感	横向分辨率较低，对样品的表面粗糙度过于敏感
利用光的椭圆偏振特性	可获得次表面缺陷	试验数据处理复杂，难实现高速、及时测量



Figures 1. Schematic fundamental of confocal microscopy: (a) reflection confocal system (b) transmission confocal system
图 1. 共焦显微术原理

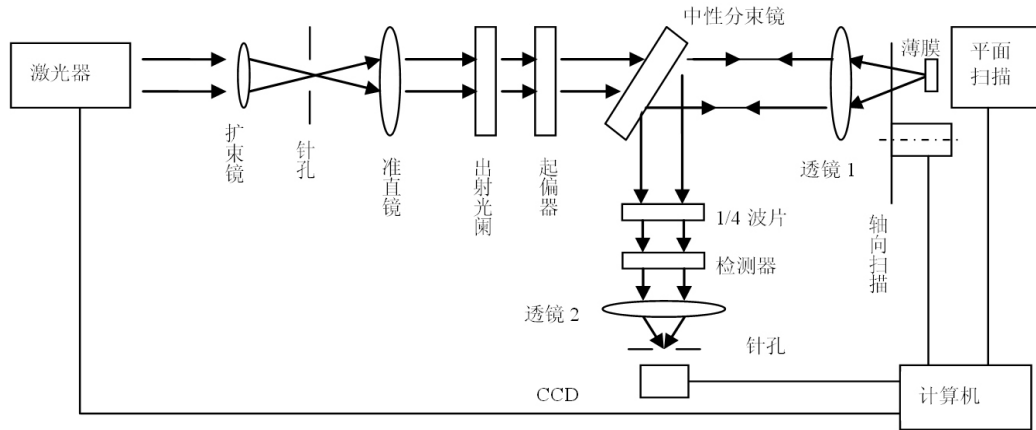


Figure 2. Schematic of test system
图 2. 测试系统原理图

2.4. 从形成原因分

这种分类方法可将薄膜缺陷分为杂质缺陷、化学缺陷、电致缺陷^[11]、力学键缺陷、热缺陷，结构缺陷等^[12]。

2.5. 从形貌分

按照缺陷形貌，可以把缺陷分为：结瘤缺陷、陷穴缺陷、条状缺陷和其余不规则形貌缺陷等。

2.6. 从组元分

晶体中的缺陷也是晶体结构中的组元,可分为原子缺陷和电子缺陷。原子缺陷大多是晶体结构中的几何学组元——由原子排列所引起的组元,如空位、位错和晶界。这类缺陷从几何学的角度来说,又可分为点线面体四类。

3. 薄膜缺陷的光学表征

3.1. 薄膜缺陷形态、大小、位置的检测

对于缺陷的检测,目前有很多方法,比如涡流探测^[13]、超声波检测^[14]、利用磁场来检测以及利用光学方法来检测等^[15-17]。其中,利用光学方法进行缺陷检测主要是利用光的以下几个特性:光的散射^[18]、光的干涉现象和光的偏振特性等。表2是上述各种光学方法优缺点的比较。

综合光的椭圆偏振特性^[19]和共焦显微成像方法来测量薄膜缺陷,这种方法的优点是:能够更为全面的得到薄膜缺陷形态、大小、位置等各种信息;能够检测出薄膜的微小缺陷;能检测出次表面的缺陷。

3.1.1. 椭圆偏振技术和共焦显微术基本原理

椭圆偏振测量的基本原理是用一束椭圆偏振光照射到样品表面,由于样品对入射光中的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)有不同的反射率,反射光的偏振状态相对于入射光会发生变化,检测反射偏振光的偏振状态从而获得样品的信息。

共焦显微术的基本原理如图1所示。共焦显微分为反射式与透射式两种形式。点光源发出的光经物镜后聚焦到物体的表面,再由物体反射或透射后经聚光镜再聚焦到探测器。点光源、物体、探测器前的小孔三者是互相共轭的。由于探测器前面放置了小孔光阑即图中针孔,使得杂散光被大大消除,而且小孔位于聚光镜的焦点处,非物镜焦平面上的光线被挡住,这样探测器的信噪比就大大提高,成像有很高的对比度和清晰度。由扫描机构对物体进行平面扫描就能得到物体一个平面的图像,再由轴向扫描就可以得到物体多个层面的扫描图像,这个过程称为光学层析。各层图像经过计算机图像处理就可以重构出物体的三维图像。

3.1.2. 薄膜缺陷测量原理

图2是薄膜缺陷测量原理图。光源发出的光经过扩束镜、针孔和准直镜后形成平行光,再经过出射光阑、起偏器、中性分束镜和透镜1到达薄膜表面,反射光线经由透镜1再被中性分束镜反射,接着通过1/4波片,检测器,最后经由透镜2、针孔到达CCD靶面,CCD拍摄到的图像传输到计算机经过处理后,提取有用的信息。其中小孔、准直镜和出射孔和出射孔阑对入射光进行预处理即滤波、准直和扩束;起偏器、中性分束镜、透镜1、1/4波片,检偏器和显微物镜2构成典型的椭圆偏振成像光路。在计算机的控制下,先是对薄膜进行平面扫描就能得到薄膜一个平面的图像,再由轴向扫描进行层析就可以得到物体多个层面的扫描图像。各层图像经过计算机图像处理就可以重构出物体的三维图像。从这个三维图像中,就可得到薄膜的缺陷情况。

3.2. 表面粗糙度和散斑

薄膜的理想表面是平整的,当实际的薄膜表面不是理想表面,虽然宏观上看上去很平整,但是其表面是起伏不平的,同时还可能有微裂纹、空洞等缺陷。常用表面粗糙度来评价表面的平整度。

激光散斑是检测薄膜表面粗糙度的方法之一^[20]。当一束激光射到物体的粗糙表面时,在它前面的空间将布满明亮相间的亮斑和暗斑,这些亮斑和暗斑的分布是杂乱的,故称之为散斑。先对薄膜进行一次拍摄,然后用一折射率匹配液覆盖薄膜的表面,在同一位置用同一底片再进行第二次曝光。这样在同一张底片上就储存着薄膜覆盖前后的两幅散斑图,这两幅散斑图分布相同,但彼此有一相对位移。

假定覆盖前后在薄膜面内的高度变化是 $d = \sqrt{d_x^2 + d_y^2}$; $f(x, y)$ 是第一次曝光后底片上散斑像的振幅分布; $f(x + d_x, y + d_y)$ 是第二次曝光后第二幅散斑图的振幅分布,则底片二次曝光后总的光强分布可表示为

$$\begin{aligned} & |f(x, y)|^2 + |f(x + d_x, y + d_y)|^2 \\ & = |f(x, y)|^2 \cdot [\delta(x, y) + \delta(x + d_x, y + d_y)] \end{aligned} \quad (1)$$

对二次曝光底片进行线性处理,则振幅透射比 t 与曝光量 E 成线性关系,因此得

$$t = a - b \left\{ |f(x, y)|^2 \cdot [\delta(x, y) + \delta(x + d_x, y + d_y)] \right\} \quad (2)$$

如图 3，以平行激光束照明底片，对底片进行傅立叶变换，则在傅立叶透镜后焦面上的振幅分布，可由 t 的傅立叶变换得出：

$$t = a\delta(u,v) - b[\tilde{f}(x,y)]^2 \cos\left[\frac{\pi}{\lambda}\left(\frac{ud_x + vd_y}{f}\right)\right] \quad (3)$$

谱面上的光强可写成

$$I \propto \left\{ [\tilde{f}(x,y)]^2 \right\} \cos^2\left[\frac{\pi}{\lambda}\left(\frac{ud_x + vd_y}{f}\right)\right] \quad (4)$$

该式表示一衍射晕受垂直于薄膜表面内厚度方向的杨氏条纹的调制。杨氏条纹实际上可以认为是由底片上位移前后的一个个散斑对形成的，每一散斑对起着双孔的作用，激光通过双孔在远场产生杨氏条纹，由于是薄膜的厚度在面内位移，所以每一对双孔都产生同样的干涉图，并且杨氏条纹十分清晰。杨氏条纹的间隔和方向可由上式求得；条纹间距是均匀的，其值为

$$s = \frac{\lambda f}{d} \quad (5)$$

杨氏条纹的间隔 s 可通过衍射晕中所有条纹的平均值来精确测量。

其实，薄膜的厚度是不均匀的，也就是说，散射体产生的不是一均匀的位移场即 d 逐点变化。因此，如果用宽光束平行光来照射底片，进行傅立叶变换，则频谱面上各点对应的杨氏条纹具有不同的方向和间隔，结果看不到任何条纹。用细的平面光束照明底片的某一小区域，则在傅立叶频谱面可以看到杨氏条纹，该条纹的间隔和方向只能代表底片上小区域散斑的位移和方向，也即是只能反映散射体小区约的厚度的大小，最后，综合成整个位移场，再根据 $s = \frac{\lambda f}{d}$ 可得薄膜的厚度分布。

3.3. 一种新的光学常数测试方法

薄膜的光学性质一般用复介电函数 ϵ ($\epsilon = \epsilon_1 - i\epsilon_2$) 和复折射率 N ($N = n - ik$) 来表征。 n 和 k 即通常所说的折射率和消光系数。 ϵ 和 N 满足下列方程：

$$N = \sqrt{\epsilon} \quad (6)$$

复介电函数和复折射率的实部和虚部可以通过下列方程相联系：

$$\epsilon_1 = n^2 - k^2 \quad \epsilon_2 = 2nk \quad (7)$$

它们的实部 (ϵ_1 和 n) 通常都与色散有关，而虚部 (ϵ_2 和 k) 可以用来衡量电磁波在介质中的损耗。

薄膜光学常数的测量方法有：以波长为函数测量其反射率和透射率的光谱测量法^[21]，以及在反射或透射时测量偏振态变化的椭圆偏振测量法^[22,23]。通过对这些光学量的测量，可以求出薄膜的光学常数。无论是椭圆偏光法，还是测布鲁斯特角法，或干涉测量法，都要建立相应的测试设备，尤其对于红外波段，由于信号比较弱，要得到好的测量精度是相当困难的。更多的方法是根据薄膜的反射、透射光谱来研究薄膜的光学性质。在这些方法中有的要求先测得样品的厚度 d ，

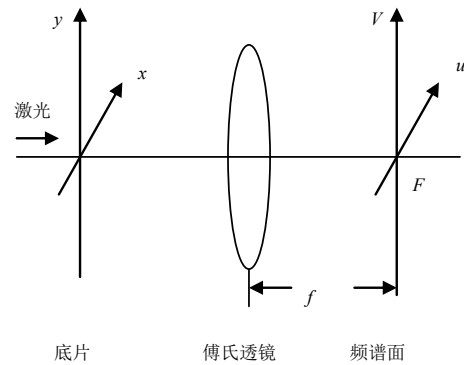


Figure 3. Fourier transformation chart of speckle pattern plate
图 3. 散斑底片的傅氏变换图

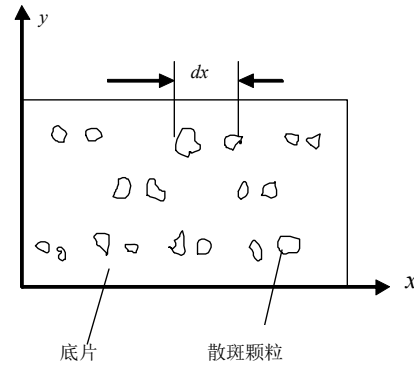


Figure 4. Displacement of speckle in plane
图 4. 散斑面内的位移

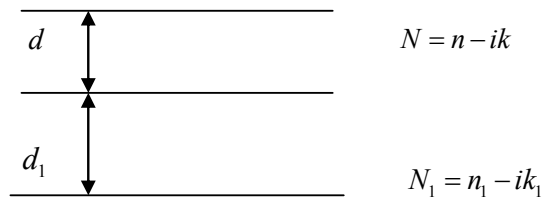


Figure 5. The refractivity of substrate and thin film
图 5. 基底和薄膜的折射率

但厚度的测量误差直接影响计算精度；有的要求给定合适的初始值，若初始值选得不合适将导致计算无法收敛，得不到理想的结果。

本文所用方法是，研究光通过薄膜和基底的传播过程，详细推导出透过率与光学常数、薄膜厚度 d 、折射率 n 和消光系数 k 的函数关系，然后，只需分光光度计测出单层介质膜的透射光谱曲线，输入 3 组数据到计算机，就可得到相应的值。

设基底的复折射率为 $N_1 = n_1 - ik_1$ ，薄膜的折射率为 $N = n - ik$ 。其中， n_1 、 k_1 、 d_1 为基底的光学常数， n 、 k 、 d 为薄膜的光学常数，如图 5 所示。先分析光线垂直入射的情况，将薄膜与基底上表面等效为单一界面，其等效导纳为 $Y = n - ik$ ，而

$$Y = C/B \quad (8)$$

有

$$\begin{pmatrix} B \\ C \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos \delta & i \sin \delta / N \\ iN \sin \delta & \cos \delta \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 \\ N_1 \end{pmatrix} \quad (9)$$

其中 $\delta = 2\pi Nd/\lambda$ ，光线在两个界面上的反射率分别为

$$R_1 = \left(\frac{1-Y}{1+Y} \right) \left(\frac{1-Y}{1+Y} \right)^* \quad (10)$$

$$R_2 = \frac{(n_1 - 1)^2 + k_1^2}{(n_1 + 1)^2 + k_1^2} \quad (11)$$

基底的吸收系数 A_1 消光系数 k_1 和厚度 d_1 之间有下列关系

$$A_1 = e^{-\left(\frac{4\pi k_1 d_1}{\lambda} \right)} \quad (12)$$

所以，总的透过率可以表示为

$$T = T_1 + T_2 + T_3 + \dots = \frac{4n_1 n}{|nB + C|^2} \cdot \frac{(1 - R_2)A}{1 - R_1 R_2 A_1^2} \quad (13)$$

由上述各式可以看出，透过率是薄膜光学常数 n 、 k 、 d 的函数，即 $T = T(n, k, d)$ 。该函数是隐函数，故必须选取有效合适的计算方法，才能求解。在这里，要求输入 3 组数据，在分光光度计测出单层介质膜的透射光谱曲线上选取 3 个波长值，并查出对应点处的透过率值，构成三方方程联立的方程组

$$\begin{cases} T_1 = T(n, k, d; \lambda_1) \\ T_2 = T(n, k, d; \lambda_2) \\ T_3 = T(n, k, d; \lambda_3) \end{cases} \quad (14)$$

于是，可求出 n 、 k 、 d 的值。

4. 结论

本文采用物理学和材料学中最基本的方法，从不同角度对薄膜的缺陷进行了分类。并对薄膜缺陷的光学表征提出了一些看法：

(1) 借鉴共焦显微术和椭偏测量法的基本原理，提出了一种薄膜缺陷的探测方法，这种方法能够利用光电探测技术并结合计算机来对薄膜缺陷显微过程进行控制；

(2) 薄膜缺陷尤其是金属薄膜-衬底界面对薄膜折射率的影响，使得该界面的折射率和薄膜在空气中折射率不同，这间接地反映了界面也是一种缺陷；

(3) 本文还提出一种利用光学常数测量薄膜折射率的方法，这与传统的测量方法相比，操作简单、快速，测试数据可靠，不会对测试样品造成损坏。

5. 致谢

本文研究工作获得了国家自然科学基金(50901060)和西北工业大学基础研究基金(NPU-FFR-w018109)的支持，在此谨致谢忱。

参考文献 (References)

- [1] M. E. Beck, T. Weiss, and D. Fischer, et al. Structural analysis of Cu_{1-x}Ag_xSe₂ Bulk materials and thin films. *Thin Solid Films*, 2000, 361-362: 130-134.
- [2] S. Lee, H. Seo, and G. Lucovsky, et al. Bulk defects in nano-crystalline and in non-crystalline HfO₂-based thin film dielectrics. *Thin Solid Films*, 2008, 517(1): 437-440.
- [3] W. Bretschneider, G. Beddies, and R. Scholz. The metastable C49 structure in sputtered TiSi₂ thin films. *Thin Solid Films*, 1998, 158(2): 255-263.
- [4] N. M. Shah, J. R. Ray, and K. J. Patel, et al. Structural, electrical, and optical properties of copper indium diselenide thin film prepared by thermal evaporation method. *Thin Solid Films*, 2009, 517(13): 3639-3644.
- [5] C. G. Van de Walle. Point defects and impurities in III-Nitride bulk and thin film heterostructures. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, 2008: 7125-7131.
- [6] A. T. Voutsas. The role of structural defects and texture variability in performance of poly-Si thin film transistors, *Thin Solid Films*, 2007, 515(19): 7406-7412.
- [7] M. Adamik and P. B. Barna. Role of underlayers in the development of evolutionary texture in polycrystalline thin films. *Surface and Coatings Technology*, 1996, 80(1-2): 109-112.
- [8] J. S. Kim and Y. M. Koo. Thickness dependence of (001) texture evolution in FePt thin films on an amorphous substrate. *Thin Solid Films*, 2008, 516(6): 1147-1154.
- [9] D. Kurbatov, V. Kosyak, and A. Opanasyuk. Native point defects in ZnS films. *Physica B: Condensed Matter*, 2009, 404(23-24): 5002-5005.
- [10] R. S. Fertig and S. P. Baker. Simulation of dislocations and

- strength in thin films: A review. *Progress in Materials Science*, 2009, 54(6): 874-908.
- [11] Š. Luby. Electromigration defect formation in thin films. *Thin Solid Films*, 1984, 116(1-3): 97.
- [12] Y. Hu, Y. Q. Chen, and Y. C. Wu, et al. Structural, defect and optical properties of ZnO films grown under various O₂/Ar gas ratios. *Applied Surface Science*, 2009, 255(22): 9279-9284.
- [13] K. Wegendt, R. P. Huebener, and R. Gross, et al. Eddy current technique for testing large-area, high T_c superconducting films with high spatial resolution. *Cryogenics*, 1995, 35(3): 155-160.
- [14] V. Nalladega, S. Sathish, and A. S. Brar. Characterization of defects in flexible circuits with ultrasonic atomic force microscopy. *Microelectronics Reliability*, 2008, 48(10): 1683-1688.
- [15] F. Bonfigli, F. Flora, and I. Franzini, et al. Optical characterization of a soft X-ray imaging detector based on photoluminescent point defects in lithium fluoride thin layers. *J. Luminescence*, 2009, 129(12): 1964-1967.
- [16] S. B. Kim. The detect detection in HTS films on third-harmonic voltage method using various inductive coils. *Physica C: Superconductivity*, 2007, 463-465(1): 702-706.
- [17] Y. G. Yoon, S. L. Lee, and C. W. Chung, et al. An effective defect inspection system for polarized film images using image segmentation and template matching techniques. *Computers & Industrial Engineering*, 2008, 55(3): 567-583.
- [18] S. Nakashima, Y. Nakatake, and Y. Ishida, et al. Detection of defects in SiC crystalline films by Raman scattering. *Physica B*, 2001, 308-310: 684-686.
- [19] Y. Wyart, G. Georges, and C. Deumié, et al. Membrane characterization by optical methods: Ellipsometry of the scattered field. *J. Membrane Sci.*, 2008, 318(1-2): 145-153.
- [20] S. L. Toh, C. Quan, and K. C. Woo, et al. Whole field surface roughness measurement by laser speckle correlation technique. *Optics & Laser Technology*, 2001, 33(6): 427-434.
- [21] R. Brendel, R. Ziegler and R. Hezel. A method for the measurement of thin film optical constants with a spectral photometer from 230 nm to 850 nm and its application to plasma silicon (oxy) nitride. *Thin Solid Films*, 1991, 200(2): 219-228.
- [22] L. Ward. The accuracies of photometric, polarimetric and ellipsometric methods for the optical constants of thin films. *Optics & Laser Technology*, 1985, 17(5): 263-271.
- [23] G. Bader, A. Haché and V. V. Truong. Anisotropic optical constants of aggregated gold films by reflection and transmission ellipsometry. *Thin Solid Films*, 2000, 375(1-2): 73-76.