

# *Наноэлектроника*

## *Практическое занятие 12*

к.т.н., доц. Марончук И.И.

# ТЕХНИЧЕСКИЕ СРЕДСТВА НАНОТЕХНОЛОГИЙ

Диагностика и методы  
исследования  
нанообъектов и наносистем

# Эллипсометрия

Одним из наиболее прецизионных методов определения толщины пленок, прозрачных для оптического излучения, является эллипсометрия, впервые предложенная и реализованная П.Друдэ в 1887 г. Исследования П.Друдэ отражения света от поверхности с тонкой и геометрически плоской пленкой стали классическим образцом в эллипсометрии. Поскольку столь прецизионные исследования и измерения толщин пленок не были востребованы, интерес к эллипсометрии не проявлялся. Термин «эллипсометрия» предложил в 1944 г. А. Ротен, поскольку речь идет об изучении эллиптической поляризации.

Однако в последнее время он существенно повысился со стороны специалистов, работающих в области физики поверхностных явлений, физики тонких пленок, пленочных полупроводниковых схем, физики полупроводников, диэлектрических, полупроводниковых и металлических покрытий, электрохимии и коррозии металлов, адгезии и адсорбции полимеров.

Это обусловлено тем, что в указанных областях эллипсометрия обладает существенными (а иногда и уникальными) преимуществами перед другими методами, поскольку для исследования свойств тонких пленок и граничных слоев этот поляризационнооптический метод не требует специальной подготовки поверхности (т.е. не вносит артефактов), позволяет вести наблюдения за поверхностями при различных физических условиях (температуры, давления), в частности при контакте их с жидкостями.

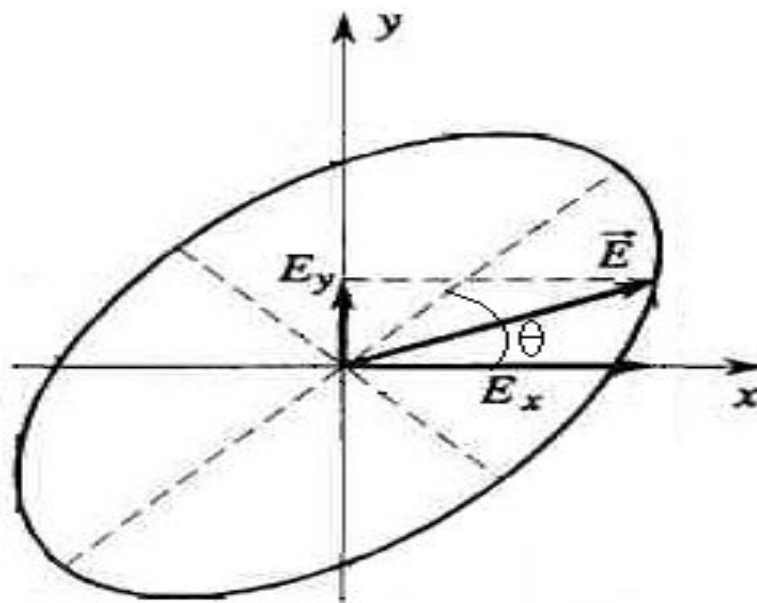
Особый практический интерес представляет возможность изучения кинетики быстропротекающих процессов на границах раздела (кинетика образования поверхностных покрытий, роста пленок, кинетика кристаллизации и т.д.). Для этой цели разрабатываются автоматические эллипсометры с использованием электро- и магнитооптических элементов.

Эллипсометрия - это оптический метод контроля поверхностей и объемных образцов, основанный на регистрации воздействия образца на структуру падающей на него поляризованной электромагнитной волны.

Нуль-эллипсометр  
ЛЭФ-3М



В общем случае монохроматический свет в точке поляризован эллиптически. Это означает, что конец электрического вектора волны, начало которого находится в рассматриваемой точке пространства, описывает с течением времени эллипс в плоскости, перпендикулярной направлению распространения плоской световой



Эллипс поляризации света

Условие монохроматичности света важно, так как в случае его невыполнения в данной точке будет невозможно наблюдать стационарную во времени картину поведения результирующего электрического вектора.

Классическая эллипсометрия занимается измерением оптических постоянных и толщины поверхностных пленок с резкими границами раздела между фазами. Однако реальные поверхности характеризуются переходными слоями с плавным изменением исследуемых локальных свойств и трудности математического описания механизма отражения света от такой границы в большинстве случаев вынуждают принять более простую модель переходного слоя, характеризуемую с помощью некоторых эффективных параметров. Это выводит за рамки исследования такие параметры реальной поверхности, как шероховатость, неоднородность, анизотропия и т.д.



## Сущность эллипсометрического эксперимента

В эксперименте измеряется отношение комплексных коэффициентов отражения для двух типов поляризации световой волны: в плоскости падения ( $p$ ) и перпендикулярно к ней ( $s$ ). Это отношение принято выражать через эллипсометрические параметры  $\Psi$  и  $\Delta$ , которые характеризуют относительное изменение амплитуд для  $p$ - и  $s$ -поляризаций и сдвиг фаз между ними:

$$\rho = \operatorname{tg}\Psi \exp(i\Delta) = \frac{R_p}{R_s},$$

где  $\rho$  — относительный коэффициент отражения;  $\Psi$ ,  $\Delta$  — эллипсометрические параметры;  $R_p$ ,  $R_s$  — коэффициенты отражения для  $p$  и  $s$  компонент электрического вектора ( $p$ -компонента лежит в плоскости падения,  $s$ -компонента лежит в перпендикулярной ей плоскости).

Уравнение определяет физический смысл параметров  $\Delta$  и  $\Psi$ . Коэффициенты отражения  $R_p$  и  $R_s$ , как правило, являются комплексными величинами. Таким образом,  $\Delta$  есть разность аргументов этих величин, а  $\operatorname{tg}\Psi$  — отношение их модулей.

Величины  $\Delta$  и  $\Psi$  (или комплексная величина относительного коэффициента отражения  $p$ ) не могут служить полной характеристикой отражательных свойств исследуемой поверхности для некоторого угла падения. Полностью эти свойства описываются величинами  $R_p$  и  $R_s$ . Выражения для  $\Delta$  и  $\Psi$  применительно к наиболее важным видам уже известны и являются функцией структуры отражающей системы — оптических характеристик всех ее элементов и их геометрических размеров. Вычисление значений  $\Delta$  и  $\Psi$  для конкретного вида отражающей системы при всех известных ее параметрах составляет содержание **прямой задачи эллипсометрии**.

**Обратная задача**, представляющая интерес, — это определение всех или некоторых параметров отражающей системы по измеренным при одном или нескольких углах падения значениям  $\Delta$  и  $\Psi$ . Поскольку эта задача не имеет аналитического решения в общем виде, для ее решения привлекаются различные численные нелинейные методы. Это дает возможность получения аналитических решений для всех параметров отражающей системы, состоящей из однородного изотропного слоя (даже наноразмерного) на изотропной подложке, т.е. определения параметров сверхтонких наноразмерных пленок.

Эллипсометрические измерения оказываются более информативными, чем фотометрические, так как одновременно измеряются сразу две величины: амплитудный параметр  $\psi$  и фазовый —  $\Delta$ . Поэтому из уравнения можно определить любые два параметра модели, описывающей коэффициенты отражения  $R_p$  и  $R_s$ . Последние зависят от оптических свойств исследуемой структуры, а также от угла падения света и длины волны.

## Основные этапы эллипсометрического эксперимента

- Выбор адекватной оптической модели, описывающей отражающие свойства исследуемого образца.
- Проведение необходимого количества эллипсометрических измерений. Это количество напрямую зависит от выбранной модели, исследуемых параметров и наличия данных об исследуемом образце.
- Численное решение системы уравнений, представленных в модели, определение искомых параметров модели.
- Интерпретация полученных численных результатов с точки зрения физических параметров исследуемого образца.

## Типы эллипсометрии

- Отражательная эллипсометрия, или эллипсометрия поверхности
- Эллипсометрия пропускания (поляриметрия)
- Эллипсометрия рассеяния

Эллиптическую поляризацию можно наблюдать как в отраженном, так и в проходящем свете, в настоящее время в подавляющем числе работ изучается поляризация отраженного света. Поэтому обычно под эллипсометрией подразумевают изучение изменений поляризации света вследствие отражения. В тех случаях, когда это возможно, эллипсометрия в проходящем свете удачно дополняет эллипсометрию в отраженном свете и даже может служить основным методом исследования в случаях, когда измерения отраженного акта затруднительны (например, при слабом отражении от диэлектриков).

## Эллипсометрия поверхности (отражательная эллипсометрия)

В случае, когда световая волна отражается или преломляется на границе между двумя разнородными средами, состояние поляризации изменяется скачком. Это изменение обусловлено тем, что френелевские коэффициенты отражения и пропускания имеют разную величину для линейных поляризаций параллельной (p) и перпендикулярной (s) плоскости падения волны на исследуемый образец.

Важнейшими областями применения отражательной эллипсометрии являются:

- Измерение оптических свойств материалов и их частотной зависимости (дисперсии по длинам волн). Исследуемые материалы могут находиться как в жидкой, так и в твердой фазе, быть оптически изотропными или анизотропными, кроме того можно использовать как объемные образцы, так и тонкие пленки.

- Контроль явлений на поверхности, в том числе процесса роста тонких пленок (десорбции, возгонки, диффузии). Тут особенно важны присущие эллипсометрии свойства оперативности измерений, локальность и неинвазивность измерений, а также возможность проводить измерения *insitu*.

- Измерение физических факторов, влияющих на оптические свойства, например электрических или магнитных полей, механических напряжений или температуры.

## Эллипсометрия пропускания (поляриметрия)

Используется в основном на объемных образцах как газообразных, так и твердых и жидких, основным условием является отличная от нуля прозрачность образца.

**Исследуются следующие свойства:**

- естественное оптическое вращение и круговой дихроизм, естественное линейное двулучепреломление и линейный дихроизм, более общий случай: эллиптическое преломление и эллиптический дихроизм;

- индуцированная оптическая анизотропия, в т.ч. двойное лучепреломление в потоке, фотоупругость;

- дисперсия перечисленных выше свойств по длинам

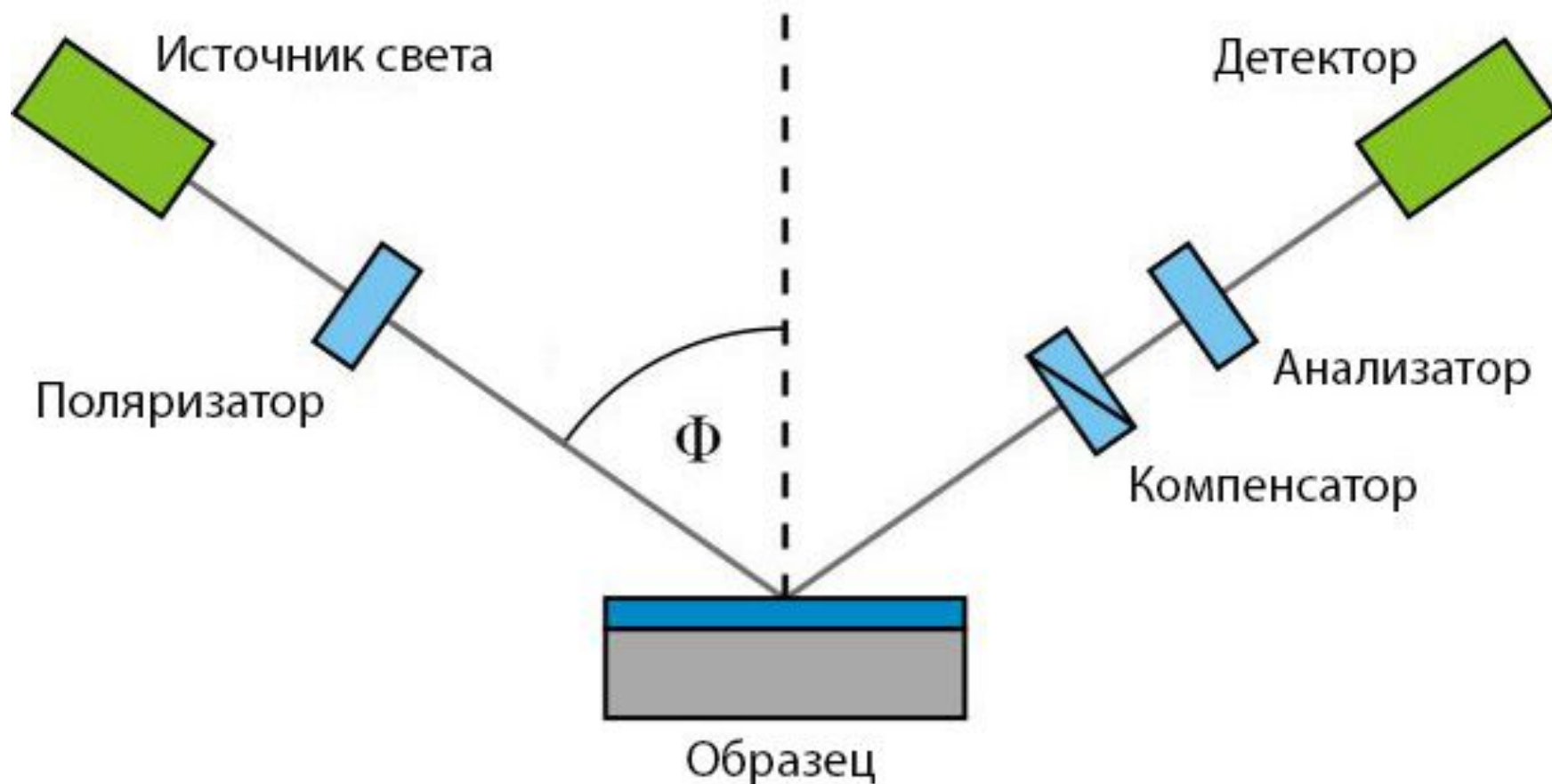


**Эллипсометр** представляет собой поляризационный гониометр, на подвижных плечах которого расположены поляризационные элементы: поляризатор, анализатор, компенсатор, источник света и фотодетектор (рис.). Лимб гониометра обеспечивает установку заданного угла падения, а поляризационные элементы помещаются в собственные лимбы и могут свободно вращаться.

Источник света должен обеспечивать получение рабочего светового пучка с высокой степенью монохроматичности и узкой диаграммой направленности для того, чтобы можно было считать волновой фронт плоским. В качестве поляризатора и анализатора обычно используются призмы из исландского шпата.

Нулевому отсчету азимута этих элементов соответствует плоскость с наибольшей степенью поляризации.

## Общая схема отражательного эллипсометра



Для интерпретации эллипсометрических измерений нужен некий способ, позволяющий описать влияние образца на поляризацию отраженного пучка в зависимости от физических параметров образца.

Компенсатор представляет собой пластину из двулучепреломляющего кристалла, вырезанную и подобранную по толщине так, чтобы сдвиг фаз между необыкновенными и обыкновенными лучами составлял  $90^\circ$ . Нулевому отсчету азимута компенсатора соответствует плоскость, вдоль которой свет распространяется с наибольшей скоростью — так называемая быстрая ось компенсатора. Для кристаллического компенсатора значения пропусканий вдоль быстрой и медленной осей не совпадают, поэтому реальный компенсатор характеризуется, по крайней мере, двумя параметрами: сдвигом фаз и отношением пропусканий вдоль быстрой и медленной осей.

Образец устанавливают так, чтобы ось вращения плеч проходила через отражающую поверхность, а плоскость падения была ей перпендикулярна. Угол падения отсчитывается от перпендикуляра к отражающей поверхности; положительное направление углов поворота поляризационных элементов определяется правилом винта; отсчет начинается от плоскости падения.

Компенсатор может располагаться в плече поляризатора (в положении I - схема PKSA) или в плече анализатора (в положении - схема PSKA на рис.). Эти положения абсолютно эквивалентны и не влияют на точностные возможности прибора. Принцип проведения эллипсометрического измерения в такой схеме заключается в следующем: при схеме PKSA поворотом поляризатора добиваются такой эллиптической поляризации на выходе компенсатора (в падающем на образец световом пучке), чтобы после отражения свет стал линейно-поляризованным. В этом случае он может быть погашен путем соответствующего поворота анализатора и на выходе эллипсометра (на фотодетекторе) будет наблюдаться нулевая (или минимальная) интенсивность излучения.

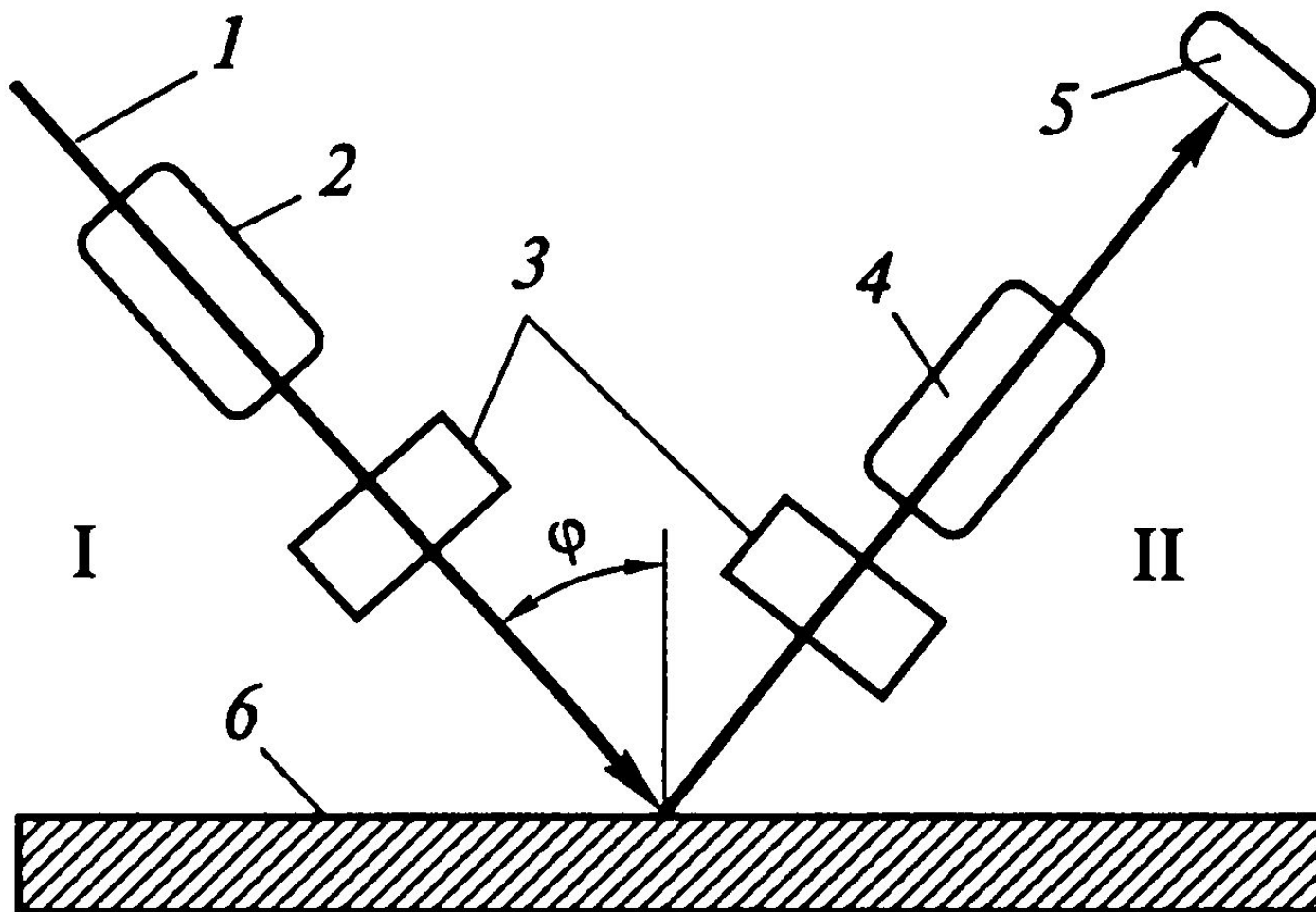


Рис. 7.27. Оптическая схема эллипсометрического метода:  
 1 — источник света; 2 — поляризатор; 3 — компенсатор (в положении I — схема PKSA; в положении II — схема PSKA); 4 — анализатор; 5 — фотодетектор; 6 — отражающая поверхность.

При схеме PSKA на отражающую поверхность подается линейно-поляризованный свет с такой ориентацией плоскости поляризации, при которой после отражения свет становится так эллиптически поляризован, чтобы, пройдя компенсатор, он имел бы линейную поляризацию. Соответственно и в этом случае отраженное излучение может быть погашено с помощью поворота анализатора. В связи с этим схема получила название нулевой эллипсометрической схемы. Ее главное достоинство заключается в том, что с помощью фотодетектора определяются положения поляризатора и анализатора, приводящие к минимуму интенсивности света на выходе прибора, а сама по себе величина этой интенсивности интереса не представляет. Путем введения модулирующих элементов в оптический тракт эллипсометра осуществляется автоматизация эллипсометрических измерений.

Наибольшая точность метода обеспечивается при ориентации быстрой оси компенсатора составляет  $\pm 45^\circ$ . К сожалению, изготовить идеальный компенсатор не удастся. Если повернуть поляризатор или анализатор на  $180^\circ$ , то вновь достигается положение гашения. Все возможные положения поляризационных элементов, приводящие к гашению света на выходе эллипсометра, образуют так называемые эллипсометрические зоны. Если такие положения разбить по угловым интервалам, в которые попадают азимуты поляризационных элементов, то образуется восемь зон, каждая из которых состоит из четырех подзон.

Из этого следует, что если измерены  $\Delta$  и  $\Psi$  в какой-либо одной подзоне, то состояние поляризации отраженного света может быть однозначно определено только в том случае, если известны параметры компенсатора. Однако в процессе работы прибора они существенно меняются, причем не монотонно. Это свидетельствует о существовании нескольких причин нестабильности: кроме изменения температуры в результате прогрева прибора может происходить незначительный поворот компенсатора из-за неравномерного нагревания плеч эллипсометра. Все это требует тщательной температурной стабилизации компенсатора и всего прибора в целом.

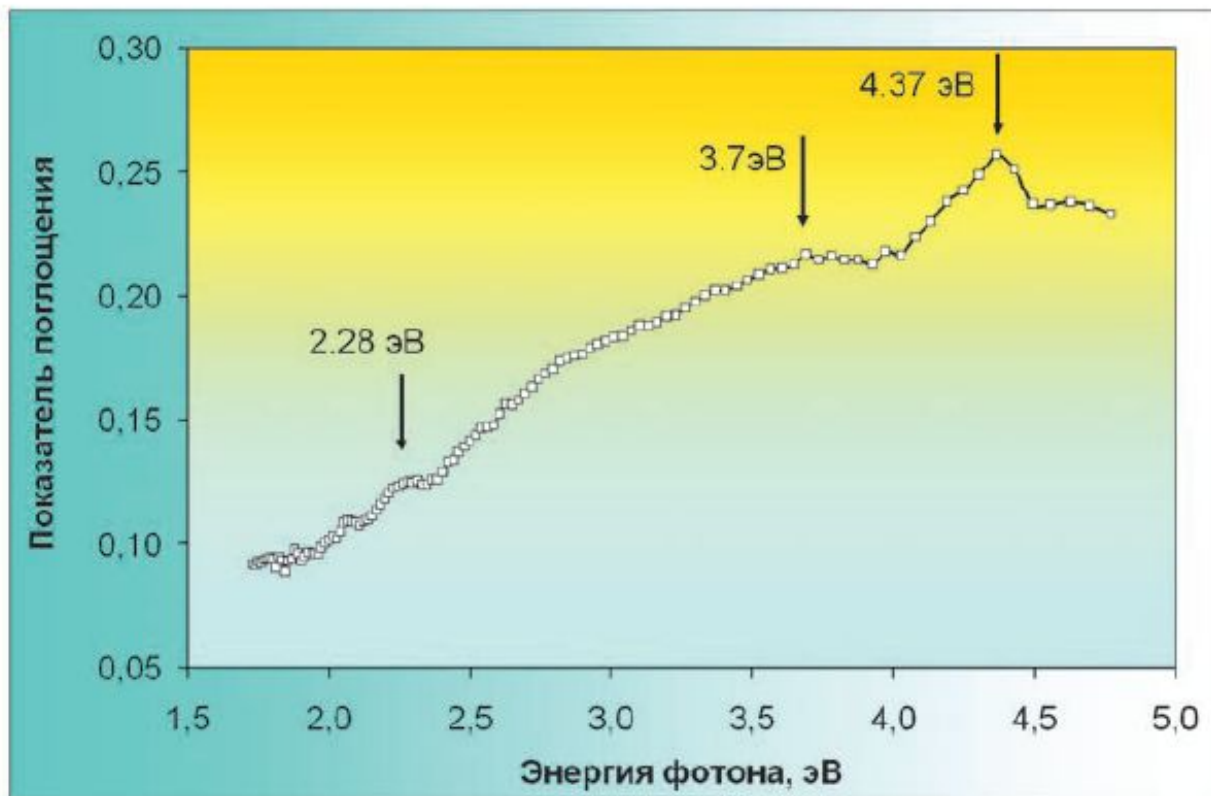
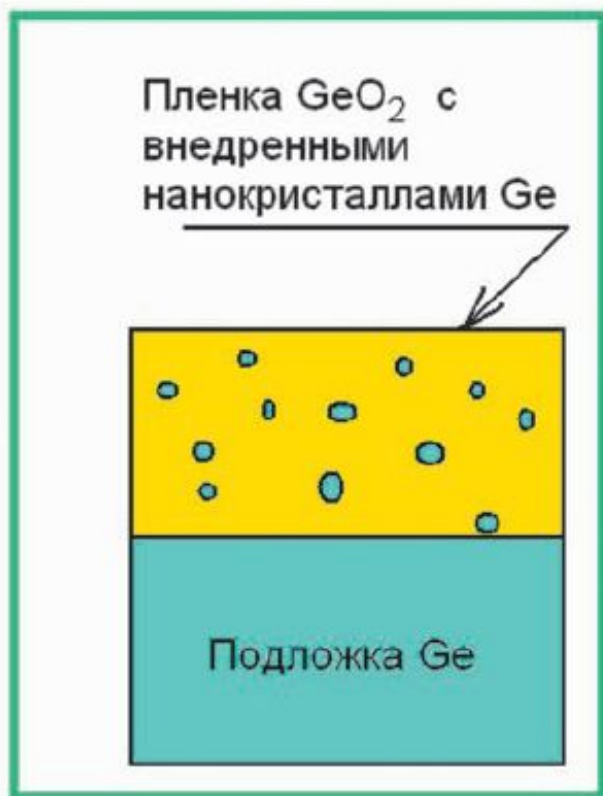


## Пример сканирующего эллипсометра



Сканирующий лазерный эллипсометр МИКРОСКАН позволяет проводить локальные измерения и осуществлять картирование свойств поверхности по площади образца

# Пример результатов эллипсометрических измерений



Схематическое изображение исследуемой структуры и спектр показателя поглощения пленки, рассчитанный из эллипсометрических измерений. Слабый максимум поглощения при  $E = 2.28$  эВ связан с электронными переходами в квантовых точках. Энергии 4.37 и 3.7 эВ соответствуют краю фундаментальной полосы поглощения в  $\text{GeO}_2$  и максимуму поглощения в аморфном германии.

## Выводы по эллипсометрии

Эллипсометрия представляет собой современный, эффективный метод контроля свойств покрытий и поверхностей. Он отличается высокой оперативностью измерений, что для некоторых предложений просто необходимо (изучение и контроль протекающих процессов), для других же позволяет существенно экономить время на исследовании образцов.

Эллипсометрический метод позволяет получать информацию о свойствах и структуре поверхности исследуемых объектов. Важным достоинством метода является его неразрушающий характер. Исследования могут проводиться в широком интервале температур, в условиях агрессивной среды, высокого давления и непосредственно в ходе модификации поверхности объекта.

Методика высоко эффективна для качественного контроля исследуемых образцов. Она предназначена для определения характеристик таких типов материалов, как диэлектрики, полупроводники, органики, а также типов пленок: OLED пленки, антибликовые покрытия, солнечные ячейки и пленки с низкими и высокими значениями оптических констант и т.д.

Вместе с тем, для проведения количественного анализа для каждого отдельного вида образцов необходимо подтверждение адекватности используемой при анализе результатов измерений модели поставленным перед исследователем задачам. При использовании метода в промышленности необходимо метрологическое обеспечение с применением перекрестных методов для верификации полученных результатов измерений.



