

Б. М. КОМРАКОВ  
Б. А. ШАПОЧКИН

# ИЗМЕРЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ



БИБЛИОТЕКА ПРИВОРОСТРОИТЕЛЯ



Б.М. КОМРАКОВ  
Б.А. ШАПОЧКИН

# ИЗМЕРЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

МОСКВА « МАШИНОСТРОЕНИЕ » 1986



Scan AAW

ББК 34.9  
К63  
УДК 537.533.3

Рецензент *Д. Е. Ефремов*

**Комраков Б. М., Шапочкин Б. А.**

**К63** Измерение параметров оптических покрытий. — М.: Машиностроение, 1986. — 136 с., ил. — (Б-ка приборостроителя).

(В обл.): 40 к.

Изложен комплекс вопросов по измерению толщины, показателя преломления, дисперсии и других параметров оптических покрытий, используемых в оптоэлектронике и микроэлектронике. Рассмотрены различные методы измерения.

Книга предназначена для инженерно-технических работников оптического приборостроения и микроэлектронной техники, занимающихся вопросами контроля оптических покрытий.

К  $\frac{2706000000-074}{038(01)-86}$  74-86

ББК 34.9  
6П5.8

© Издательство "Машиностроение", 1986 г.

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Современная тенденция рационального использования материальных ресурсов находит свое отражение в микроминиатюризации многих оптических и электронных устройств, применяемых в различных областях науки и техники. В связи с этим возрастает роль тонкослойных покрытий, позволяющих решать важные технические задачи с помощью компактных элементов при использовании минимального количества исходного материала. Для достижения заданного функционального назначения тонкослойных покрытий требуется соответствующее метрологическое обеспечение. При этом предъявляются повышенные требования к методам и средствам контроля их параметров и характеристик.

Из имеющихся в настоящее время отечественных книг по вопросу измерения параметров покрытий следует отметить монографию А. В. Ракова [15], в которой достаточно обстоятельно изложен материал по спектрофотометрическим методам определения дисперсии оптических констант покрытий на различных полупроводниковых подложках. Среди зарубежных книг, содержащих материалы по контролю тонкослойных покрытий и переведенных на русский язык, можно выделить двухтомный справочник "Технология тонких пленок" [19], а также многотомное издание "Физика тонких пленок" [22]. В периодической печати как у нас, так и за рубежом по контролю параметров покрытий публикуется ежегодно несколько десятков статей, при этом их число возрастает с каждым годом.

В настоящее время назрела необходимость в систематизации многочисленных публикаций по вопросу измерения параметров тонкослойных покрытий и изложения этого материала в отдельной книге, доступной широкому кругу инженерно-технических работников.

## ВВЕДЕНИЕ

Оптические покрытия представляют собой тонкие слои диэлектриков, металлов или полупроводников, образуемые тем или иным способом на поверхностях массивных деталей или специально приготовленных подложек. Тонкослойные покрытия широко применяются в оптике, микроэлектронике, оптоэлектронике и других областях науки и техники.

Применительно к оптическим задачам [ 9 ] следует отметить важную роль тонкослойных покрытий для увеличения коэффициента пропускания оптических систем и тем самым повышения их светосилы. Даже однослойное диэлектрическое покрытие позволяет существенно влиять на преломленную и отраженную составляющие световой волны на границе раздела двух сред. С помощью двух, трех и более определенным образом подобранных слоев представляется возможным уменьшить коэффициент отражения на преломляющих оптических поверхностях в широкой области спектра (ахроматическое просветление) и одновременно обеспечить защитные свойства поверхностей на гигроскопических и полимерных материалах. При этом перспективны неоднородные по толщине покрытия с непрерывно меняющимся показателем преломления.

Поразительные результаты увеличения коэффициента отражения дают тонкослойные покрытия из чередующихся слоев с высоким и низким показателями преломления (диэлектрические зеркала), без которых трудно представить современные достижения в лазерной технике. Нанесение диэлектрических слоев на обычные металлические зеркала существенно повышает их коэффициент отражения (на 6 — 8 %), при этом слои одновременно выполняют важную защитную роль, значительно продлевая долговечность изделий. С помощью тонкослойных покрытий удастся получить и обратный эффект — практически полностью погасить свет на блендах оптических приборов.

Использование оптических покрытий позволяет заданным образом изменять спектральный коэффициент пропускания (отражения): выделять узкие участки спектра с полушириной полосы пропускания до 1 нм и меньше (узкополосные интерференционные фильтры) или сравнительно широкие участки спектра

(широкополосные фильтры), а также резко отделять один спектральный диапазон от другого (отрезающие фильтры).

При наклоне узкополосного интерференционного фильтра, расположенного в параллельном пучке лучей, происходит смещение максимума полосы пропускания в сторону коротких длин волн. Это свойство в системе двух интерференционных фильтров позволяет ограничить полевой угол и устранить, например, засветку приемников излучения для углов падения, превосходящих заданные значения. Если в одном из фильтров используется разделительный слой с аномальной дисперсией, то такая система обладает релейным эффектом: для некоторого угла наклона она автоматически прекращает прохождение светового пучка.

Высокая прозрачность слоев диэлектрических зеркал и разделительного слоя в интерференционных фильтрах является непременным условием получения высокого коэффициента пропускания. Небольшое уменьшение прозрачности слоев приводит к резкому уменьшению коэффициента пропускания фильтра. Поэтому управление прозрачностью слоев, например, с помощью эффекта Франца — Келдыша позволяет создать пленочные модуляторы света, которые благодаря своим малым габаритным размерам имеют большое практическое значение. При изготовлении зеркал и разделительного слоя из фотохромных материалов достигается эквивалентный результат по модуляции при значительном снижении мощности управляющих световых потоков.

Большая роль отводится тонкослойным покрытиям в интегральной оптике [6]. Эта новая область базируется на явлениях распространения световых волн по слоям высокопрозрачных материалов. Тонкослойные элементы позволяют передавать, модулировать, отклонять и селективировать световые волны, а также осуществлять их генерацию путем использования лазерного эффекта. Благодаря компактности, надежности и высокой помехоустойчивости интегрально-оптические устройства перспективны для использования в системах связи и быстродействующих функциональных устройствах обработки информации. К качеству слоев для интегральной оптики предъявляются особенно повышенные требования в отношении однородности, прозрачности и отсутствия рассеяния света.

Тонкослойные покрытия привели к созданию новой важной области техники — микроэлектроники. В производстве интегральных схем отдельные слои находят применение для получения активных областей, контактных площадок и т.д. В производстве гибридных интегральных схем многослойные структуры используются для создания пассивных элементов на подложках

из стекла или стеклокерамического материала. Таким способом получают резисторы, конденсаторы, контактные площадки, межсхемные и внутрисхемные соединения.

Необходимо отметить конструктивное сходство элементов электронных интегральных и интегрально-оптических схем и поэтому при изготовлении тех и других часто используют сходную технологию. Однако, если носителем информации в интегральной электронике является поток электронов, то в интегральной оптике эту функцию выполняет поток фотонов, который обуславливает более высокое быстродействие и широкополосность интегрально-оптических устройств.

Традиционным является применение тонкослойных покрытий в оптико-электронных устройствах. Это в первую очередь всевозможные фотоприемники и фотокатоды, без которых трудно себе представить современные системы автоматики. Следует также сказать и о магнитошленочных элементах, которые положительно зарекомендовали себя в устройствах для запоминания дискретной информации.

Перечень важнейших применений тонкослойных покрытий можно было бы продолжить, но уже сказанного вполне достаточно, чтобы правильно судить о той огромной роли, которую они играют в различных областях современной науки и техники.

## ГЛАВА 1

# ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ОПТИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ ПАРАМЕТРОВ ТОНКОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ И ВАЖНЕЙШИЕ СВЕДЕНИЯ ОБ ИЗМЕРИТЕЛЬНОМ ПРОЦЕССЕ

### 1. ПАРАМЕТРЫ ПОКРЫТИЙ

Простейшим и наиболее распространенным типом тонкослойного покрытия является одиночный тонкий слой. При исследовании оптическими способами образца в виде слоя, нанесенного на подложку, обычно предполагается модель, согласно которой границы раздела слоя с подложкой и окружающей средой представляют собой геометрические поверхности. В действительности граница раздела между двумя различными средами представляет собой некоторую переходную область. Однако во многих случаях толщина переходной области сравнима с междудатомными расстояниями и ее нет необходимости учитывать.

Параметрами образца со слоем (рис. 1), измеряемыми оптическими способами или влияющими на результат измерения, являются показатели преломления окружающей среды  $n_1, n_4$ , комплексный показатель преломления слоя  $\hat{n}_2 = n_2 - i\kappa_2$ , толщина слоя  $d_2$ , комплексный показатель преломления подложки  $\hat{n}_3 = n_3 - i\kappa_3$  и толщина подложки  $d_3$ . Величины  $n$  и  $\kappa$  представляют собой показатель преломления и главный показатель поглощения, соответственно, и называются оптическими постоянными, или оптическими характеристиками среды. Часто используется понятие показателя поглощения  $\alpha$ , который связан с  $\kappa$  соотношением  $\alpha = 4\pi\kappa/\lambda$ , причем  $4,34\alpha[\text{см}^{-1}] = -10 \lg T [\text{дБ/см}]$ , где  $T$  — коэффициент пропускания [25]. Поперечные размеры слоев обычно значительно превышают толщину и их можно считать практически бесконечными.

Важную роль играет дисперсия оптических постоянных, т.е. их зависимость от длины световой волны.

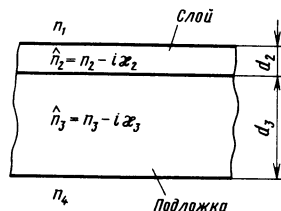


Рис. 1. Параметры слоя



Дисперсия материала слоя дает важную информацию о фазовом составе слоев, изменениях в молекулярном строении при различных технологических процессах, а также позволяет выявить структурные изменения от толщины слоя и способов его получения.

В процессе образования слоев возникают различные нарушения однородности параметров  $n_2$  и  $k_2$ , обусловленные изменениями режимов технологического цикла (давления, скорости, температуры), состава слоя, структурными изменениями, а также в результате взаимодействия слоя с окружающей средой и подложкой. Неоднородности могут быть распределены как по толщине, так и по площади слоя. С другой стороны, получение слоев с контролируемыми неоднородностями открывает дополнительные возможности применения тонкослойных покрытий.

Наносимые покрытия могут быть как аморфными, так и кристаллическими. Отсюда возникает вопрос о выявлении возможной анизотропии слоев, определении размеров зерен и степени их упорядоченности. Оптические покрытия обычно содержат поры, величина и количество которых зависят от метода нанесения. Пористость слоев понижает их плотность и усиливает эффекты взаимодействия с окружающей средой. Важными параметрами слоев являются шероховатость и чистота поверхностей слоев, а также наличие всевозможных микроскопических поверхностных и объемных дефектов, влияющих на рассеяние света при его прохождении через слой.

Поглощение и светорассеяние обуславливают световые потери в слоях, от которых зависит их прозрачность. Какой из этих двух факторов является доминирующим, зависит от конкретной пленочной системы. Во многих случаях величина  $k$  для пленок в многослойных покрытиях не должна превышать  $10^{-4}$ . Для волноводных слоев, применяемых в интегральной оптике, требования к световым потерям еще более жесткие вследствие большой длины пути в пленке. Потери качественных интегрально-оптических тонкопленочных элементов составляют величину порядка 0,05 дБ/см, что соответствует  $k = 5 \cdot 10^{-8}$ , или  $\alpha = 0,01 \text{ см}^{-1}$  [25].

Показатель преломления оптических покрытий зависит от многих факторов и обычно возрастает с увеличением атомного веса материала покрытия. Используемые на практике материалы для покрытий имеют показатели преломления в диапазоне 1,3—5,5. Один и тот же материал может иметь различные показатели преломления в зависимости от его кристаллической структуры. Так, например, слой двуокиси титана ( $\text{TiO}_2$ ) в интервале температур подложки 20 — 400° С могут быть либо аморфными, либо со структурой анатаза или рутига, либо представлять собой

Таблица 1

Способ получения слоев $\text{SiO}_2$	Температура подложки, °C	Скорость наращивания слоя, нм/с	Показатель преломления ( $\lambda = 0,55$ мкм)
Испарение кварцевого стекла электронным лучом на установке УВН-2М-3	400	1,7	1,50 – 1,51
Осаждение из газовой фазы на установке УНЭС-1М	400	1,7	1,49
Пиролитическое осаждение из парогазовой смеси моносилана, кислорода и аргона в плазме тлеющего разряда на установке УВП-2	250	0,17	1,47–1,48
Пиролитическое разложение тетраэтоксисилана на установке УВП-1	400	0,06	1,45

смесь аморфной и кристаллической фаз. Поэтому в зависимости от температуры подложки показатель преломления слоев  $\text{TiO}_2$  изменяется от 1,9 до 2,6 ( $\lambda = 550$  нм).

Размеры зерен кристаллической структуры и плотность их упаковки также влияют на показатель преломления. Увеличение показателя преломления с увеличением размера зерен характерно для окисных слоев металлов. Слои фторидов при нанесении на холодную подложку имеют тенденцию образовывать слои с пониженной плотностью. Показатель преломления слоев, состоящих из нескольких соединений с различными показателями преломления, зависит от их состава. Это в свою очередь стимулирует поиск смесей диэлектриков, которые давали бы слои с самыми различными показателями преломления.

Параметры слоев зависят от способа и условий их получения. В качестве примера в табл. 1 приведены результаты измерений на эллипсометре Э-1 показателя преломления пленок двуокиси кремния ( $\text{SiO}_2$ ), полученных различными способами [18]. Возможны также значительные вариации оптических постоянных слоев, полученных из одного и того же вещества, но выпускаемого промышленностью в различных модификациях (например, сульфид цинка  $\text{ZnS}$  для оптических целей, или химически чистый  $\text{ZnS}$  для люминофоров). Основными факторами, влияющими на свойства слоев, являются условия вакуума, влажность, температура подложки, скорость осаждения слоя, термообработка и т.д. [9].

Значительное влияние на структуру тонких слоев оказывают загрязнения поверхности подложек. На загрязненных участках, как правило, образуется более крупнозернистая структура. Кроме того, загрязненные участки могут иметь большую сорбционную емкость. В результате последующего химического разложения и десорбции адсорбированных поверхностью частиц из-за нагрева в процессе нанесения слоя в вакууме над загрязненными участками подложки создается более высокое давление, препятствующее осаждению атомов испаряемого вещества, что вызывает изменение толщины слоя и его адгезию в этом месте.

Параметры полученных покрытий обычно не остаются неизменными во времени вследствие нагрева или охлаждения слоев, их взаимодействия с окружающей средой и подложкой, а также внутренних процессов в слое. В связи с этим важными вопросами являются определение внутренних напряжений в слоях, их лучевой прочности, влаго- и термостойкости, а также изучение процессов старения.

## 2. ОТРАЖЕНИЕ И ПРЕЛОМЛЕНИЕ СВЕТА ТОНКИМИ СЛОЯМИ

Информация о параметрах покрытия при оптических измерениях содержится в характеристиках световой волны, прошедшей через покрытие, или отраженной от него. Основными измеряемыми характеристиками световой волны являются интенсивность, скачок фазы, форма волнового фронта, состояние поляризации, спектр и направление распространения. В основе большинства оптических способов измерения параметров слоев лежит использование энергетических коэффициентов отражения  $R$  и пропускания  $T$  слоя, нанесенного на подложку. Формулы для  $R$  и  $T$  получаются с учетом многолучевой интерференции световых пучков, многократно отраженных внутри слоя (рис. 2), который рассматривается как однородная среда, заключенная между двумя однородными, в общем случае различными средами [4, 9, 22].

С практической точки зрения удобно выделять случаи прозрачного слоя на прозрачной подложке, прозрачного слоя на

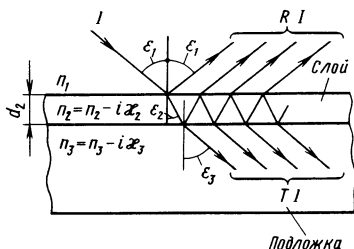


Рис. 2. Ход световых лучей в слое

поглощающей подложке, поглощающего слоя на прозрачной подложке и поглощающего слоя на поглощающей подложке. Применительно к полупроводниковым и диэлектрическим материалам главный показатель поглощения ( $\kappa$ ) часто не превышает  $\sim 0,1$  и тогда говорят о слабопоглощающем покрытии, или слабопоглощающей подложке.

**Прозрачный слой на прозрачной подложке** ( $\kappa_2 = \kappa_3 = 0$ ). При падении световой волны под произвольным углом  $\epsilon_1$  на прозрачный слой, нанесенный на поверхность прозрачной подложки, амплитудные коэффициенты отражения ( $r_{13}$ ) и пропускания ( $t_{13}$ ) системы поверхность подложки — слой, а также выражения для скачка фазы в отраженной ( $\delta\varphi_r$ )<sub>13</sub> и прошедшей ( $\delta\varphi_t$ )<sub>13</sub> волнах имеют следующий вид [4]:

$$r_{13} = \frac{r_{12} + r_{23} \exp 2i\beta}{1 + r_{12} r_{23} \exp 2i\beta}; \quad (1)$$

$$t_{13} = \frac{t_{12} t_{23} \exp i\beta}{1 + r_{12} r_{23} \exp 2i\beta}; \quad (2)$$

$$\operatorname{tg}(\delta\varphi_r)_{13} = \frac{r_{23}(1 - r_{12}^2) \sin 2\beta}{r_{12}(1 + r_{23}^2) + r_{23}(1 + r_{12}^2) \cos 2\beta}; \quad (3)$$

$$\operatorname{tg}(\delta\varphi_t)_{13} = \frac{1 - r_{12} r_{23}}{1 + r_{12} r_{23}} \operatorname{tg} \beta. \quad (4)$$

В формулах (1) — (4)  $\beta = \frac{2\pi}{\lambda} n_2 d_2 \cos \epsilon_2$ , а цифровые индексы при величинах  $r$ ,  $t$  и  $\delta\varphi$  относятся к средам в соответствии с их нумерацией на рис. 2, причем изменение фазы ( $\delta\varphi_r$ )<sub>13</sub> оценивают на первой границе, а ( $\delta\varphi_t$ )<sub>13</sub> — на второй границе. Амплитудные коэффициенты отражения ( $r_{k, k+1}$ ) и пропускания ( $t_{k, k+1}$ ) на границе раздела двух сред с индексами  $k$  и  $(k+1)$  зависят от направления поляризации падающей волны и вычисляются по общеизвестным формулам Френеля. Для линейной поляризации в плоскости падения и ей перпендикулярной, обозначаемыми соответственно индексами  $\parallel$ ,  $\perp$ , эти формулы имеют следующий вид [16]:

$$\left. \begin{aligned} (r_{\perp})_{k, k+1} &= \frac{n_k \cos \epsilon_k - n_{k+1} \cos \epsilon_{k+1}}{n_k \cos \epsilon_k + n_{k+1} \cos \epsilon_{k+1}} = - \frac{\sin(\epsilon_k - \epsilon_{k+1})}{\sin(\epsilon_k + \epsilon_{k+1})}; \\ (r_{\parallel})_{k, k+1} &= \frac{n_k \cos \epsilon_{k+1} - n_{k+1} \cos \epsilon_k}{n_k \cos \epsilon_{k+1} + n_{k+1} \cos \epsilon_k} = - \frac{\operatorname{tg}(\epsilon_k - \epsilon_{k+1})}{\operatorname{tg}(\epsilon_k + \epsilon_{k+1})}; \end{aligned} \right\} \downarrow$$

$$\left. \begin{aligned} (t_{\perp})_{k, k+1} &= \frac{2n_k \cos \epsilon_k}{n_k \cos \epsilon_k + n_{k+1} \cos \epsilon_{k+1}} = \frac{2 \sin \epsilon_{k+1} \cos \epsilon_k}{\sin(\epsilon_k + \epsilon_{k+1})}; \\ (t_{\parallel})_{k, k+1} &= \frac{2n_k \cos \epsilon_k}{n_k \cos \epsilon_{k+1} + n_{k+1} \cos \epsilon_k} = \frac{2 \sin \epsilon_{k+1} \cos \epsilon_k}{\sin(\epsilon_k + \epsilon_{k+1}) \cos(\epsilon_k - \epsilon_{k+1})} \end{aligned} \right\} \uparrow \quad (5)$$

Знаки в правых частях формул (5) соответствуют направлению векторов  $E_{\parallel}$ ,  $E_{\perp}$ , изображенному на рис. 3 для случая  $n_k < n_{k+1}$ . Амплитуда отраженной волны для поляризации в плоскости падения меняет знак при  $\epsilon_k + \epsilon_{k+1} = \pi/2$ , т.е. меняет фазу на  $180^\circ$ . Соответствующий этому случаю угол падения  $\epsilon_k$  называется углом Брюстера.

Энергетические коэффициенты отражения и пропускания системы поверхность подложки — слой вычисляют в соответствии со следующими выражениями:

$$R_{13} = |r_{13}|^2 = \frac{r_{12}^2 + r_{23}^2 + 2r_{12}r_{23}\cos 2\beta}{1 + r_{12}^2 r_{23}^2 + 2r_{12}r_{23}\cos 2\beta}; \quad (6)$$

$$\begin{aligned} T_{13} &= \frac{n_3 \cos \epsilon_3}{n_1 \cos \epsilon_1} |t_{13}|^2 = \\ &= \frac{n_3 \cos \epsilon_3}{n_1 \cos \epsilon_1} \frac{t_{12}^2 t_{23}^2}{(1 + r_{12}^2 r_{23}^2 + 2r_{12}r_{23}\cos 2\beta)}. \end{aligned} \quad (7)$$

При нормальном падении ( $\epsilon_1 = 0$ ) амплитудные коэффициенты  $r_{k, k+1}$  и  $t_{k, k+1}$  не зависят от состояния поляризации падающей волны. Формулы (5) — (7) упрощаются и приобретают следующий вид:

$$\left. \begin{aligned} r_{k, k+1} &= \frac{n_k - n_{k+1}}{n_k + n_{k+1}}; \\ t_{k, k+1} &= \frac{2n_k}{n_k + n_{k+1}}; \end{aligned} \right\} \quad (8)$$

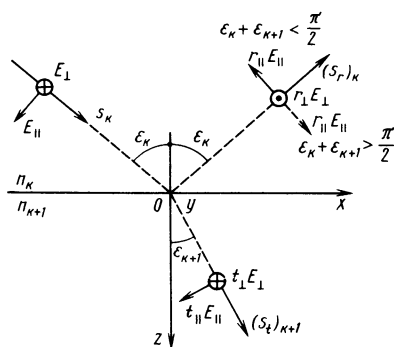
$$R_{13} = \frac{(n_3^2 + n_2^2)(n_2^2 + n_1^2) - 4n_3 n_2^2 n_1 + (n_3^2 - n_2^2)(n_2^2 - n_1^2)\cos 2\beta}{(n_3^2 + n_2^2)(n_2^2 + n_1^2) + 4n_3 n_2^2 n_1 + (n_3^2 - n_2^2)(n_2^2 - n_1^2)\cos 2\beta}; \quad (9)$$

$$T_{13} = \frac{8n_3 n_2^2 n_1}{(n_3^2 + n_2^2)(n_2^2 + n_1^2) + 4n_3 n_2^2 n_1 + (n_3^2 - n_2^2)(n_2^2 - n_1^2)\cos 2\beta}. \quad (10)$$

Примеры зависимостей  $R_{13}$  и  $T_{13}$  от  $\beta$  при  $\epsilon_1 = 0$  для различных  $n_2$  при  $n_1 = 1$  и  $n_3 = 1,5$  приведены на рис. 4 [34].

Прозрачный слой на поглощающей подложке ( $\kappa_2 = 0$ ,  $\kappa_3 > 0$ ). При отражении световой волны на границе слоя с погло-

Рис. 3. Направление составляющих  $E_{\parallel}$ ,  $E_{\perp}$  в падающей, отраженной и преломленной волнах



шающей подложкой скачок фазы  $\delta\varphi_{23}$  может принимать любое значение от 0 до  $\pi$  и поэтому амплитудный коэффициент отражения  $r_{23}$  становится комплексной величиной. Энергетический коэффициент отражения системы поверхность подложки — слой в этом случае может быть записан в следующем виде [4]:

$$R_{13} = \frac{r_{12}^2 + R_{23} + 2r_{12}\sqrt{R_{23}}\cos[2\beta + (\delta\varphi_r)_{23}]}{1 + r_{12}^2 R_{23} + 2r_{12}\sqrt{R_{23}}\cos[2\beta + (\delta\varphi_r)_{23}]}, \quad (11)$$

где  $R_{23} = |r_{23}|^2$ .

Комплексный амплитудный коэффициент отражения  $r_{23} = \sqrt{R_{23}} \exp i(\delta\varphi_r)_{23}$  вычисляется по формулам (5) при замене  $n_3$  на  $\hat{n}_3 = n_3 - ik_3$ .

Изменение фазы при отражении можно определить с помощью следующего выражения:

$$\operatorname{tg}(\delta\varphi_r)_{13} = \frac{\sqrt{R_{23}}(1 - r_{12}^2)\sin[2\beta + (\delta\varphi_r)_{23}]}{r_{12}^2(1 + R_{23}) + \sqrt{R_{23}}(1 + r_{12}^2)\cos[2\beta + (\delta\varphi_r)_{23}]}. \quad (12)$$

Поглощающий слой на прозрачной подложке ( $\kappa_2 > 0$ ,  $\kappa_3 = 0$ ). Для получения соответствующих формул удобно ввести следующие дополнительные обозначения [4]:

$$\left. \begin{aligned} \hat{n}_2 \cos \epsilon_2 &= u_2 + iv_2; \\ \beta &= \frac{2\pi}{\lambda} \hat{n}_2 d_2 \cos \epsilon_2 = (u_2 + iv_2)\eta, \end{aligned} \right\} \quad (13)$$

где  $\eta = \frac{2\pi}{\lambda} d_2$ .

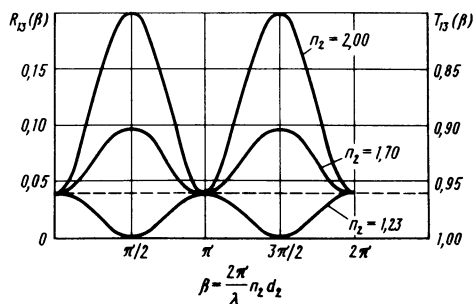


Рис. 4. Кривые зависимости  $R_{13}(\beta)$  и  $T_{13}(\beta)$  при  $\epsilon_1 = 0$

Используя соотношения (13), можно записать выражения для  $R_{13}$  и  $T_{13}$  и соответствующих скачков фазы  $(\delta\varphi_r)_{13}$  и  $(\delta\varphi_t)_{13}$ :

$$R_{13} = \frac{R_{12}\exp(2v_2\eta) + R_{23}\exp(-2v_2\eta) + \dots \rightarrow}{\exp(2v_2\eta) + R_{12}R_{23}\exp(-2v_2\eta) + \dots \rightarrow} \frac{2\sqrt{R_{12}}\sqrt{R_{23}}\cos[(\delta\varphi_r)_{23} - (\delta\varphi_r)_{12} + 2u_2\eta]}{2\sqrt{R_{12}}\sqrt{R_{23}}\cos[(\delta\varphi_r)_{12} + (\delta\varphi_r)_{23} + 2u_2\eta]}; \quad (14)$$

$$T_{13} = \frac{n_3 \cos \epsilon_3}{n_1 \cos \epsilon_1} \frac{T_{12}^2 T_{23}^2 \exp(-2v_2\eta)}{\exp(2v_2\eta) + R_{12}R_{23}\exp(-2v_2\eta) + \dots \rightarrow} \dots \rightarrow \frac{1}{2\sqrt{R_{12}}\sqrt{R_{23}}\cos[(\delta\varphi_r)_{12} + (\delta\varphi_r)_{23} + 2u_2\eta]}; \quad (15)$$

$$\begin{aligned} \operatorname{tg}(\delta\varphi_r)_{13} &= \frac{\sqrt{R_{23}}(1 - R_{12})\sin[2u_2\eta + (\delta\varphi_r)_{23}] + \dots \rightarrow}{\sqrt{R_{23}}(1 + R_{12})\cos[2u_2\eta + (\delta\varphi_r)_{23}] + \dots \rightarrow} \dots \rightarrow \\ &= \frac{\sqrt{R_{12}}[\exp(2v_2\eta) - R_{23}\exp(-2v_2\eta)]\sin(\delta\varphi_r)_{12}}{\sqrt{R_{12}}[\exp(2v_2\eta) + R_{23}\exp(-2v_2\eta)]\cos(\delta\varphi_r)_{12}}; \end{aligned} \quad (16)$$

$$\begin{aligned} \operatorname{tg}[(\delta\varphi_t)_{13} - (\delta\varphi_t)_{12} - (\delta\varphi_t)_{23} + u_2\eta] &= \\ &= \frac{\exp(2v_2\eta)\sin(2u_2\eta) - \sqrt{R_{12}}\sqrt{R_{23}}\sin[(\delta\varphi_r)_{12} + (\delta\varphi_r)_{23}]}{\exp(2v_2\eta)\cos(2u_2\eta) + \sqrt{R_{12}}\sqrt{R_{23}}\cos[(\delta\varphi_r)_{12} + (\delta\varphi_r)_{23}]} \end{aligned} \quad (17)$$

Комплексные амплитудные коэффициенты отражения и пропускания

$$\begin{aligned} r_{12} &= \sqrt{R_{12}} \exp i(\delta\varphi_r)_{12}, \quad r_{23} = \sqrt{R_{23}} \exp i(\delta\varphi_r)_{23}, \\ t_{12} &= \sqrt{T_{12}} \exp i(\delta\varphi_t)_{12}, \quad t_{23} = \sqrt{T_{23}} \exp i(\delta\varphi_t)_{23}. \end{aligned}$$

вычисляются по формулам (5) при замене  $n_2$  на  $\hat{n}_2 = n_2 - ik_2$ .

В качестве иллюстрации на рис. 5 представлены зависимости энергетического коэффициента отражения от оптической толщины слоя для нескольких значений  $\kappa_2$ . Поглощение в слое уменьшает величину последующих максимумов и вызывает смещение максимумов в направлении меньших толщин.

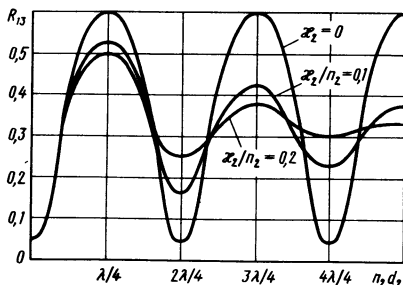


Рис. 5. Кривые зависимости  $R_{13}(n_2 d_2)$  при различных значениях  $\kappa_2$  ( $n_1 = 1$ ;  $n_2 = 3,5$ ;  $n_3 = 1,5$ ;  $\epsilon_1 = 0$ )

В случае поглощающего слоя на поглощающей подложке ( $\kappa_2 > 0$ ,  $\kappa_3 > 0$ ) можно использовать формулы предыдущего раздела при подстановке в них комплексного показателя преломления подложки  $\hat{n}_3 = n_3 - ik_3$ . Более удобные рабочие формулы в явном виде записать не представляется возможным. При контроле параметров покрытий, соответствующих этому случаю целесообразно вычислить ряд значений  $R_{13}$  в зависимости от толщины покрытия для различных значений показателей преломления покрытия и подложки. Полученные расчетные кривые можно использовать для сравнения с экспериментальными данными.

Приведенные зависимости для  $R_{13}$ ,  $T_{13}$ ,  $(\delta\varphi_r)_{13}$ ,  $(\delta\varphi_t)_{13}$  составляют теоретическую основу при измерении основных параметров покрытий оптическими способами. Измерения могут выполняться в соответствующем спектральном диапазоне при различных углах падения и различной поляризации световой волны, падающей на покрытие.

### 3. СВЕДЕНИЯ ОБ ИЗМЕРЕНИЯХ

Измерение параметров оптических покрытий, как и любое другое измерение, должно выполняться в строгом соответствии с метрологическими законами, что обеспечивает единство измерений и достоверность их результатов [5]. При проведении измерений, независимо от измеряемой величины, метода и средства измерений, в основе лежит сравнение опытным путем интересующей физической величины с другой ей подобной, принятой за единицу.

Различают истинное и действительное значения физической величины. Истинное — это такое значение физической величины, которое идеальным образом отражает в качественном и количественном отношениях соответствующее свойство данного объекта. Истинное значение практически недостижимо. Действительное значение получается экспериментальным путем и настолько приближается к истинному значению, что для практических целей может быть использовано вместо него.

По способу получения результатов различают прямые, косвенные, совокупные и совместные измерения. При прямом измерении искомое значение величины находят непосредственно из опытных данных, в то время как при косвенном измерении — на основании известной зависимости между искомой величиной и величинами, получаемыми прямым измерением. Совокупные измерения — это производимые одновременно измерения несколь-



ких одноименных величин. При этом искомые значения находят решением системы уравнений, получаемых при прямых измерениях различных сочетаний этих величин. При совместных измерениях производят одновременно измерения нескольких неоднородных величин для нахождения зависимости между ними.

По виду получаемого результата измерения делят на абсолютные и относительные. Абсолютное измерение основано на прямых измерениях одной или нескольких основных величин, в результате которых значение измеряемой величины определяют непосредственно в установленных для нее единицах. С помощью относительного измерения определяют отношение искомой величины к одноименной величине, выполняющей функцию единицы. Кроме того, измерения делятся на статические и динамические. При динамическом измерении сигнал измерительной информации не остается постоянным. Примером может служить регистрация изменяющейся величины с помощью самопишущего прибора.

Каждое измерение основано на определенном принципе — совокупности используемых физических явлений. Исходя из заложенного в них принципа измерения делят на механические, электротехнические, оптические, акустические и др. Во многих случаях измерения базируются на нескольких принципах. Так, оптические принципы в сочетании с электронной обработкой сигнала привели к созданию оптико-электронных измерительных приборов, обладающих высокими точностными возможностями.

Измерения осуществляют с помощью средств измерений, состоящих из мер, измерительных приборов, измерительных преобразователей и вспомогательных устройств.

Меры осуществляют вещественное воспроизведение одного или нескольких значений измеряемых величин. Для характеристики свойств или состава веществ и материалов используют меры в виде стандартных образцов веществ и материалов.

Под измерительным прибором понимают средство измерений, предназначенное для выработки сигнала измерительной информации в форме, доступной для непосредственного восприятия наблюдателем. Совокупность средств измерений и вспомогательных устройств образует измерительную установку. В более сложных случаях при наличии каналов связи, соединяющих отдельные средства измерений, образуется измерительная система, предназначенная для выработки сигналов измерительной информации в форме, удобной для автоматической обработки.

Измерительные приборы характеризуются чувствительностью, ценой деления шкалы, пределами измерений и точностью.

Изменение измеряемой величины, которое вызывает наименьшее изменение показания прибора, обнаруживаемое при отсчете, называется порогом чувствительности. Точность прибора определяется погрешностью измерения, т.е. отклонением результата измерения от истинного значения величины. Во многих случаях приборы градуируют так, чтобы цена наименьшего деления шкалы несколько превышала максимальную ошибку градуировки. Точность прибора указывают в его паспорте или на шкале. С целью повышения точности измерения производят градуировку прибора путем сравнения с показаниями другого более точного образцового прибора. Результаты градуировки представляют в форме графика поправок к показаниям прибора.

Совокупность приемов использования принципов и средств измерений составляет метод измерения. Различают метод непосредственной оценки и метод сравнения с мерой. Простейшим является метод непосредственной оценки, в котором измеряемую величину определяют непосредственно по отсчетному устройству измерительного прибора. Более точным является метод сравнения измеряемой величины с однородной независимой известной величиной. По способу осуществления метод сравнения может быть нулевым, дифференциальным, методом замещения и методом совпадения. При нулевом методе, часто называемом методом компенсации, результирующий эффект воздействия измеряемой и известной величин на измерительный прибор доводят до нуля. При дифференциальном методе на измерительный прибор воздействует разность обеих величин. При методе замещения измеряемую величину замещают (заменяют) однородной с ней величиной известного размера, который равен размеру замещенной величины. При методе совпадения равенство значений измеряемой и известной величин фиксируется по совпадению отметок шкалы, сигналов и другим признакам.

Измерительные приборы часто различают по классу точности, который численно равен наибольшей допустимой погрешности, выраженной в процентах. Погрешность некоторых измерительных приборов зависит от измеряемой величины вследствие изменения чувствительности. Погрешности мер и измерительных приборов зависят от условий, в которых они работают. Различают основную погрешность (при нормальных условиях) и дополнительную погрешность, вызванную нарушением нормальных условий по температуре, влажности, давлению и т.д. Измерительные приборы характеризуются стабильностью (неизменностью во времени его метрологических свойств), надежностью (средним временем безотказной работы при установленной доверительной вероятности) и помехоустойчивостью (способ-

ностью правильно воспроизводить измеряемую величину при наличии внутренних и внешних помех).

Для технических измерений достаточно лишь одно- или двукратное наблюдение, в то время как точные и контрольно-поверочные измерения требуют многократных наблюдений с последующей их математической обработкой методами теории вероятности и математической статистики. Показание прибора при техническом измерении принимают за результат измерения. При многократных измерениях за результат измерения принимают среднее арифметическое результатов наблюдений.

По характеру проявления погрешности делят на систематические, случайные и грубые. К систематическим относится составляющая погрешности измерения, остающаяся постоянной или закономерно изменяющаяся при повторных измерениях одной и той же величины. Случайная погрешность проявляется в непредсказуемых случайных изменениях результатов измерения одной и той же величины в неизменных условиях одним и тем же средством измерения и наблюдателем. Наконец, к грубым относят погрешность измерения, существенно превышающую ожидаемую при данных условиях погрешность. Такие погрешности обычно легко обнаруживают и исключают при оценке точности измерения.

Систематические погрешности по причинам возникновения разделяют на методические, аппаратные и субъективные. Причиной возникновения методических погрешностей является несовершенство метода измерения. Аппаратные погрешности обусловлены несовершенством средств измерений. Субъективные (личностные) погрешности возникают вследствие несовершенства органов человека и связаны с индивидуальными особенностями и квалификацией наблюдателя. Приемы исключения систематических погрешностей сводятся, в основном, к вариации метода сравнения с мерой или проведению измерений различными методами.

Случайная погрешность измерения  $\Delta$  как случайная величина полностью характеризуется плотностью распределения вероятностей:

$$f(\Delta) = dF(\Delta)/d\Delta, \quad (18)$$

где  $F(\Delta)$  — функция распределения.

Если известен закон распределения, то вероятность  $P$  нахождения случайной погрешности в заданном интервале от  $\Delta_1$  до  $\Delta_2$  находится по следующей формуле:

$$P[\Delta_1 < \Delta < \Delta_2] = \int_{\Delta_1}^{\Delta_2} f(\Delta) d\Delta. \quad (19)$$

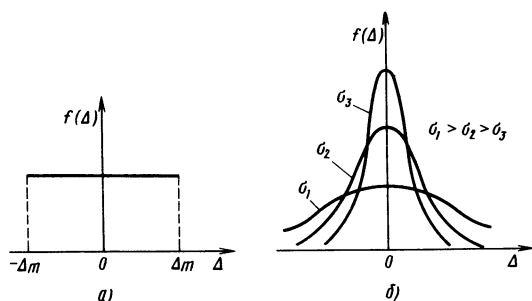


Рис. 6. Графики плотности распределения вероятностей случайной погрешности:

*а* – при равномерном и *б* – при нормальном распределениях

Во многих случаях случайные погрешности измерения подчиняются равномерному или нормальному распределениям (рис. 6), для последнего из которых плотность распределения вероятностей описывается следующей зависимостью:

$$f(\Delta) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{\Delta^2}{2\sigma^2}\right), \quad (20)$$

где  $\sigma^2 = D = \int_{-\infty}^{\infty} \Delta^2 f(\Delta) d\Delta$  – дисперсия, характеризующая рассеяние случайной погрешности относительно центра распределения, а  $\sigma = +\sqrt{D}$  – среднее квадратическое отклонение.

В случае нормального распределения можно записать также следующую полезную формулу:

$$P[-\Delta_1 < \Delta < \Delta_1] = \frac{2}{\sigma\sqrt{2\pi}} \int_0^{\Delta_1} \exp\left(-\frac{\Delta^2}{2\sigma^2}\right) d\Delta. \quad (21)$$

При введении нормированной случайной величины  $z = \frac{\Delta}{\sigma}$  правая часть последней формулы преобразуется в функцию Лапласа, обычно называемую интегралом вероятности:

$$\Phi(z) = \frac{2}{\sqrt{2\pi}} \int_0^z \exp\left(-\frac{t^2}{2}\right) dt. \quad (22)$$

Эта функция табулирована и поэтому при заданной доверительной вероятности  $\alpha = \Phi(z)$  можно найти  $z$  и  $\Delta = z\sigma$ . При нормальном законе максимальная погрешность  $\Delta_m = 3\sigma$ , что соответствует вероятности появления погрешности, превышающей  $\Delta_m$ , равной  $1/370$ . При равномерном законе распределения, ко-

торый, например, характерен для измерения непрерывных величин методом дискретного счета, для дисперсии и среднего квадратического отклонения имеют место следующие формулы:

$$D(\Delta) = \frac{\Delta m^2}{3}, \quad \sigma = \frac{\Delta m}{\sqrt{3}}. \quad (23)$$

Процедура статистической обработки результатов  $n$  измерений при нормальном законе распределения сводится к нахождению двух численных параметров: математического ожидания и дисперсии. За оценку математического ожидания (истинной измеряемой величины) принимают среднее арифметическое значение

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i, \quad (24)$$

которое называют действительным значением  $A$  измеряемой величины  $A_x$  (при  $n \rightarrow \infty$ ,  $\bar{x} \rightarrow A_x$ ). После этого вычисляют абсолютные отклонения  $v_i$  каждого результата наблюдения относительно среднего значения  $v_i = x_i - \bar{x}$  (при  $n \rightarrow \infty$ ,  $v_i = \Delta_i$ ). Оценка  $\sigma$  среднего квадратического отклонения каждого из

однократных  $n$  наблюдений определяют по формуле  $\sigma =$

$$= \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{i=1}^n v_i^2}.$$

Точность результата  $n$  измерений характеризуют средним квадратическим отклонением  $\sigma_x$  среднего арифметического значения:

$$\sigma_x = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n v_i^2}. \quad (25)$$

Из последней формулы следует, что увеличением числа измерений можно повысить точность. Однако практика показывает, что  $n > 10$  не всегда рационально, так как возрастает трудоемкость и измеряемая величина может измениться за время измерения.

Для числа измерений  $2 < n < 20$  определение доверительного интервала производят не через  $z$  функции Лапласа, а через некоторый коэффициент  $t_{n\alpha}$ , который зависит от числа измерений  $n$  и доверительной вероятности  $\alpha$ . Закон изменения коэффициента  $t_{n\alpha}$  определяется распределением Стьюдента нормированной случайной величины  $t = x - A_x / \sigma_x$ , вычисленной для  $x_i$  с нормальным распределением. Коэффициент  $t_{n\alpha}$  определяется по следующей формуле:

$$P[-t_{n\alpha} < t < t_{n\alpha}] = 2 \int_0^{t_{n\alpha}} S(t, n) dt = \alpha, \quad (26)$$

где  $S(t, n)$  — плотность вероятности распределения Стъюдента при  $n \geq 2$ . При использовании распределения Стъюдента доверительный интервал расширяется при той же доверительной вероятности.

Для измерительного устройства, когда известны случайные погрешности отдельных его блоков, суммарную случайную погрешность находят путем геометрического суммирования

$$\Delta_{\Sigma} = \sqrt{\sum_{i=1}^m \Delta_i^2}. \quad (27)$$

Если погрешности отдельных блоков оказывают разное влияние, то вводят соответствующие весовые коэффициенты. Систематические погрешности суммируют алгебраически с учетом их знаков. При наличии случайных и систематических погрешностей общая погрешность измерения принимается равной их геометрической сумме.

При косвенных измерениях, когда  $A = f(x, y, \dots, t)$ , дисперсию искомой величины находят по следующей формуле:

$$\sigma_A = \sqrt{\left(\frac{\partial f}{\partial x}\right)^2 \sigma_x^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial y}\right)^2 \sigma_y^2 + \dots + \left(\frac{\partial f}{\partial t}\right)^2 \sigma_t^2}. \quad (28)$$

где  $\sigma_x^2, \sigma_y^2, \dots, \sigma_t^2$  — дисперсии величин, измеряемых прямым методом.

Встречаются погрешности прямых измерений, в которых содержатся как случайные, так и систематические составляющие. В этом случае удовлетворительные результаты получаются, если систематическую погрешность представить эквивалентной случайной величиной, распределенной по равномерному закону. В итоге выражение для среднего квадратического отклонения общей погрешности косвенного измерения можно записать в следующем виде:

$$\sigma_A = \sqrt{\left(\frac{\partial f}{\partial x}\right)^2 \left(\sigma_x^2 + \frac{\Delta_x^2}{3}\right) + \dots + \left(\frac{\partial f}{\partial t}\right)^2 \left(\sigma_t^2 + \frac{\Delta_t^2}{3}\right)}. \quad (29)$$

### ИЗМЕРЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ПОКРЫТИЙ

Толщина покрытий, геометрическая или оптическая (произведение геометрической толщины и показателя преломления), является важнейшим параметром и для ее измерения известно большое число оптических способов [19, 23]. Ряд способов имеет невысокую точность и применим лишь к сравнительно толстым покрытиям ( $d > 1$  мкм). К таким способам можно отнести способ, основанный на измерении оптической плотности слоев в зоне поглощения, например, слоев двуокиси кремния для  $\lambda = 9,2$  мкм. Ограничения по точности обусловлены, в основном, нелинейностью изменения оптической плотности слоев от их толщины. Погрешность порядка десятых долей микрометра может быть достигнута при измерении толщины слоев с помощью двойного микроскопа. Слой в этом случае должен иметь ступеньку и его толщину определяют по изгибу изображения узкой светящейся щели, формируемой осветительным микроскопом.

Наиболее точные способы измерения толщины покрытий базируются на использовании двух- и многолучевой интерференции света. В данной главе рассмотрены только интерференционные способы, обеспечивающие как послеоперационный, так и контроль толщины покрытий в процессе их получения.

#### 1. ИНТЕРФЕРОМЕТРИЯ В БЕЛОМ СВЕТЕ

Один из наиболее простых интерференционных способов оценки толщины прозрачных слоев основан на сравнении окрашивания в отраженном свете неизвестного слоя и стандартного образца в виде клиновидного слоя. Окрашивание слоев наблюдается в результате интерференции пучков белого света, отраженных от поверхностей слоя. В качестве стандартного образца удобно использовать слой  $\text{SiO}_2$  на кремниевой подложке, так как оптические свойства таких структур хорошо изучены. Разные по толщине слои могут иметь одинаковый цвет в различных порядках и поэтому для получения однозначного результата сравнение окрашивания необходимо выполнять при различных углах падения. Если показатель преломления исследуемого слоя известен и удастся идентифицировать цвет слоя с одним из цветов в справочной таблице, способ сравнения окрашивания, пригодный в диапазоне толщин 50 — 1500 нм, обеспечивает погрешность измерения порядка 10 %.

Измерение более значительных толщин слоев можно выпол-

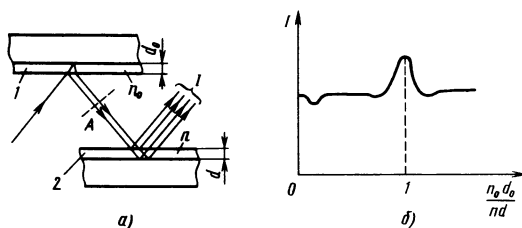
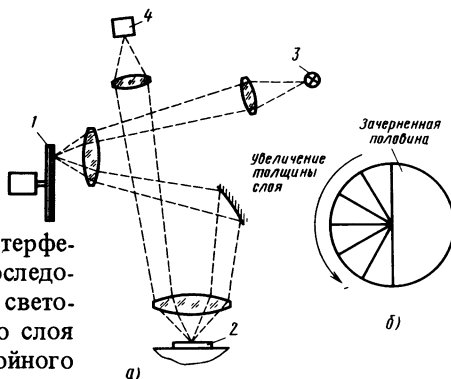


Рис. 7. Прохождение световых лучей:

*a* – через образцовый (1) и исследуемый (2) слой; *б* – кривая интенсивности выходящего светового пучка

Рис. 8. Оптическое контрольное устройство:

*a* – принципиальная схема (1 – образцовый слой; 2 – исследуемый слой; 3 – источник света; 4 – фотоприемник); *б* – стандартный образец слоев заданной толщины



нить с использованием интерференции белого света при последовательном прохождении световым пучком исследуемого слоя и стандартного тонкослойного образца известной толщины [36].

Идею способа иллюстрирует рис. 7, *a*, *б*. При отражении пучка белого света образцовым слоем в плоскости *A* выполняется условие образования интерференционных максимумов для дискретного набора длин волн ( $\lambda_1, \lambda_2, \dots, \lambda_p$ ). Если оптические толщины исследуемого ( $nd$ ) и образцового ( $n_0 d_0$ ) слоев совпадают, то интенсивность светового пучка после прохождения обоих слоев максимальна (рис. 7, *б*). Способ реализован устройством, принципиальная схема которого изображена на рис. 8, *a*. В качестве стандартного тонкослойного образца применен кремниевый полудиск (рис. 8, *б*) с нанесенными секторными слоями  $\text{SiO}_2$ , толщина которых изменяется от нуля по линейному закону. Устройство обеспечивает измерение оптической толщины слоев с погрешностью порядка 1 % в диапазоне от 500 нм до 10 мкм. С некоторой потерей точности можно измерить толщины до 200 нм. Устройство легко модернизировать для контроля слоев с толщиной более 10 мкм.



## 2. КОНТРОЛЬ ТОЛЩИНЫ ПОКРЫТИЙ НА ДВУХЛУЧЕВЫХ ИНТЕРФЕРОМЕТРАХ

Толщина прозрачных и непрозрачных покрытий может быть измерена на интерферометре типа Физо по смещению полос, возникающих в зазоре между поверхностью подложки с покрытием и образцовой поверхностью прозрачной оптической детали [9]. Исследуемый слой наносят на одну половину поверхности подложки (рис. 9, *а*). Затем на подложку со слоем накладывают прозрачную оптическую деталь с образцовой поверхностью, причем таким образом, чтобы главное сечение, возникающее между поверхностями воздушного клина, было параллельно линии, разделяющей чистую поверхность подложки и поверхность исследуемого слоя. При освещении воздушного зазора квазимонохроматическим светом возникают две смещенные относительно друг друга системы интерференционных полос, перпендикулярных линии раздела (рис. 9, *б*). Одна система полос образуется при отражении световых лучей от образцовой поверхности и чистой поверхности подложки, а вторая система — от образцовой поверхности и наружной поверхности слоя. Толщину слоя вычисляют по формуле:

$$d = \frac{\Delta B}{B} \frac{\lambda}{2}, \quad (30)$$

где  $B$  — ширина полос;  $\Delta B$  — смещение полос.

Если толщина слоя превышает  $\lambda/2$ , то данный способ может привести к грубой погрешности, так как он не позволяет выявить смещение полос, равное целому числу  $B$ . Поэтому в данном случае толщину покрытия необходимо предварительно измерить более грубым способом. Однако более удобно, если это в принципе возможно, при нанесении слоя обеспечить не ступеньку, а

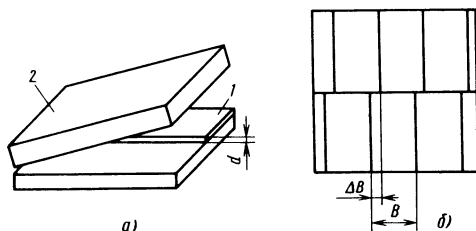
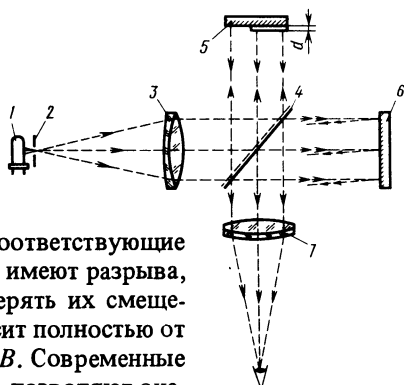


Рис. 9. Измерение толщины слоев по смещению интерференционных полос:

*а* — расположение измеряемого образца со слоем (1) и образцовой детали (2); *б* — вид интерференционной картины

**Рис. 10. Измерение толщины слоев на интерферометре Майкельсона:**

1 — источник света; 2 — диафрагма; 3, 7 — объективы; 4 — светоделитель; 5 — зеркало со слоем; 6 — зеркало



скошенный край. Тогда соответствующие интерференционные полосы не имеют разрыва, что позволяет правильно измерять их смещение. Точность измерений зависит полностью от погрешности определения  $\Delta B/B$ . Современные фотоэлектрические устройства позволяют оценить эту величину с погрешностью порядка 0,005, что соответствует погрешности измерения порядка 3 нм.

По существу такой же способ реализуется с помощью интерферометра Майкельсона (рис. 10), если одно из зеркал частично покрыто исследуемым слоем. Интерференционная картина, аналогичная изображенной на рис. 9, б, образуется при взаимодействии пучков, отраженных от двух зеркал. Толщину слоя вычисляют по формуле (30). При использовании источника белого света по интерференционной полосе нулевого порядка можно правильно определять величину смещения интерференционных полос при толщинах слоев как меньших  $\lambda/2$ , так и превышающих эту величину.

Если слой, нанесенный на зеркало, является прозрачным, то световая волна дважды проходит через него и изменение оптического пути равно  $2d(n - 1)$ . Поэтому толщину прозрачного покрытия в этом случае вычисляют по формуле

$$d = \frac{\Delta B}{B} \frac{\lambda}{2(n-1)}, \quad (31)$$

где  $n$  — показатель преломления покрытия.

Формула (31) справедлива для прозрачных слоев на прозрачных подложках и без соответствующих поправок ее нельзя применять для случая слоев на поглощающих подложках. Изменение фазы при отражении на границе слоя с поглощающей подложкой влияет на смещение интерференционных полос  $\Delta B$ . Для точного определения толщины слоя необходимо знать его показатель преломления и оптические постоянные подложки. Тогда по этим данным можно вычислить поправку к значению толщины, полученному по формуле (31). Кроме измерительных схем, представленных на рис. 9, 10 и соответствующих интерферомет-

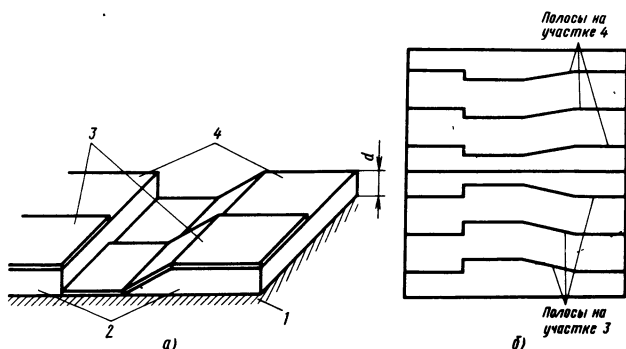


Рис. 11. Специальный пленочный образец для измерения геометрической и оптической толщины покрытия

рам Физо и Майкельсона, для измерения толщины слоев можно использовать серийно выпускаемые отечественные и зарубежные микроинтерферометры, например, МИИ-4. Методика измерения толщины слоев на микроинтерферометре практически не отличается от рассмотренной выше.

Использование специальных пленочных образцов (рис. 11) позволяет определить их геометрическую и оптическую толщину одновременно и, следовательно, дает дополнительную возможность вычислить показатель преломления покрытия. На рис. 11, а изображен один из возможных вариантов такого образца [31], выполненного в виде высокоотражающей подложки 1 с двумя участками пленки 2, часть которой 3 покрыта тонким отражающим слоем, а другая часть 4 оставлена непокрытой. Если по схеме Физо или Майкельсона получить интерферограмму образца (рис. 11, б), то одна ее часть, соответствующая металлизированному участку образца, несет информацию о геометрической толщине покрытия, а другая часть — об оптической толщине и изменении фазы при отражении от границы слой — поглощающая подложка. Обработка такой интерферограммы позволяет определить толщину слоя  $d$  с погрешностью 2,5 — 3 нм, а показатель преломления с относительной погрешностью порядка 1 %. Достоинством способа является слабая зависимость результатов измерения от поглощения в слое.

Важной практической задачей является контроль толщины слоев в процессе их получения в вакууме. Наибольшее распространение в промышленности получил фотометрический контроль, который основан на освещении измеряемого покрытия в процессе его нанесения и регистрации экстремальных значений интенсивности прошедшего или отраженного света [23].

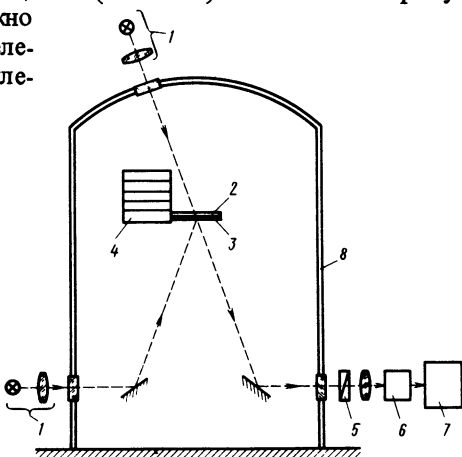
Благодаря интерференции света при увеличении толщины покрытия регистрируемый сигнал изменяется периодически во времени. Подсчет интерференционных экстремумов позволяет фиксировать оптические толщины, кратные  $\lambda/4$ . При измерении текущих значений сигнала и сравнении их с экстремальными величинами можно оценивать промежуточные значения толщин. Измерения толщины выполняются или непосредственно на рабочих образцах изделий, или на вспомогательной контрольной пластине — "свидетеле", устанавливаемой на некотором расстоянии от рабочего образца.

На рис. 12 представлена принципиальная схема одного из возможных фотометрических контрольных устройств. Контрольные пластины, на которые наносится исследуемый слой, заменяются при достижении на них предельно допустимой толщины слоя. В некоторых вариантах конструкции контрольного устройства пластины — "свидетели" располагаются по окружности на поворотной карусели. В тех случаях, когда освещение исследуемого слоя необходимо выполнить под большим углом со стороны подложки, целесообразно использовать призму, оптический контакт которой с задней поверхностью подложки легко обеспечить пленкой вакуумного масла [23].

При фотометрическом контроле можно записать на ленту самописца диаграмму энергетического коэффициента пропускания  $T$  (рис. 13) или отражения  $R$  как функции толщины слоя. Строгая периодичность кривых  $T(d)$  и  $R(d)$ , а также постоянство значений в экстремальных точках говорит об однородности показателя преломления в процессе напыления слоя и о практическом отсутствии поглощения ( $\kappa < 10^{-4}$ ). Значения экстремумов в этом случае можно использовать для определения показателя преломления наносимого слоя.

Рис. 12. Принципиальная схема фотометрического устройства для контроля толщины слоев:

1 — осветители; 2 — контрольная пластина — "сидель"; 3 — контролируемый слой; 4 — узел смены свидетелей; 5 — поляризатор; 6 — спектральное устройство; 7 — регистрирующий блок; 8 — вакуумная камера



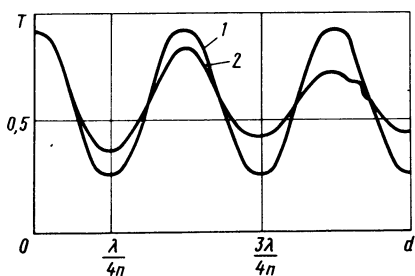


Рис. 13. Кривые пропускания слоя в процессе его напыления:

1 — показатель преломления однороден, поглощение отсутствует; 2 — имеются поглощение и неоднородности показателя преломления

При фотометрическом контроле экстремум обнаруживается только после его прохождения, причем скорость изменения сигнала в экстремальных точках очень мала. Поэтому оптическая толщина покрытия фиксируется со значительной погрешностью и всегда получается несколько более четвертьволнового значения (на 5 — 10 % при контроле толщины оператором). Точность контроля можно в несколько раз повысить используя модуляцию по гармоническому закону длины световой волны пучка лучей, освещающего исследуемый слой. В этом случае сигнал становится равным нулю в момент, когда пропускание или отражение слоя достигает максимума или минимума и точность фиксации экстремума повышается более чем на порядок. Практически эта идея реализована в устройствах, в которых используются фильтры, вводимые в два световых пучка, полученных из отраженного или прошедшего через слой пучка излучения. Полосы пропускания фильтров симметричны относительно длины волны, в долях которой измеряется оптическая толщина слоя [23]. Разностный сигнал при этом проходит через нуль в момент достижения оптической толщиной экстремальных значений.

Другая идея, направленная на повышение точности контро-

ля толщины покрытий в процессе их получения, реализуется на базе двух-лучевого фотометра при

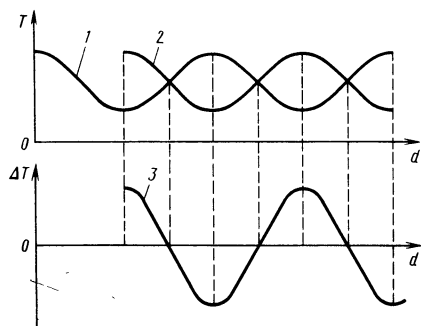


Рис. 14. Графики коэффициентов пропускания в двух-лучевом фотометре:

1 — коэффициент пропускания предварительно покрытого участка; 2 — коэффициент пропускания чистого участка; 3 — разностный сигнал

использовании контрольного образца со ступенькой (например, четвертьволновой) напыляемого вещества. Ступеньку можно обеспечить заранее или нанести непосредственно при изготовлении измеряемого покрытия [21]. Контроль толщины ведется путем измерения разности интенсивности света, отраженного или прошедшего через различные участки контрольного образца. Наличие ступеньки обуславливает сдвиг кривых отражения или пропускания на половину периода (рис. 14). Разностный сигнал обращается в нуль при значениях оптической толщины  $nd = (2m + 1)\lambda/8$ , где  $m = 0, 1, 2, 3, \dots$ . Это дает возможность контролировать соответствующие толщины по нулевым значениям разностного сигнала, крутизна которого в области нулевых значений максимальна, что обеспечивает повышение точности контроля оптической толщины на порядок и более.

### 3. МНОГОЛУЧЕВАЯ ИНТЕРФЕРОМЕТРИЯ

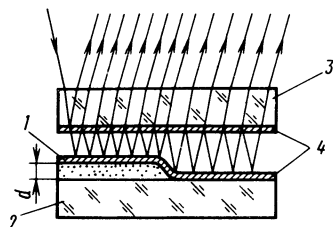
Повышение точности измерения толщины слоев можно обеспечить применением многолучевых интерференционных полос. Для получения таких полос на поверхность подложки, частично покрытую исследуемым слоем, а также на образцовую поверхность пробного стекла наносят высокоотражающие слои, толщина которых значительно меньше толщины исследуемого слоя (рис. 15). Ступенька или канавка в слое при определении его толщины выполняются царапанием, травлением или маскированием в процессе нанесения слоя. В качестве высокоотражающих слоев чаще других используют слои серебра толщиной не более 100 нм.

Принципиальная схема получения многолучевых интерференционных полос равной толщины при наличии в слое канавки изображена на рис. 16. Глубина канавки, равная толщине слоя  $d$ , связана с величиной относительного искривления полос  $\Delta B/B$  формулой (30). Повышение точности измерения связано с тем, что многолучевые интерференционные полосы по сравнению с двухлучевыми имеют значительно более высокую резкость  $F$ , определяемую следующей формулой [4]:

$$F = 2\pi/\epsilon, \quad (32)$$

где  $\epsilon$  — полуширина интерференционного экстремума.

Рис. 15. Образование многолучевых интерференционных полос:  
1 — слой; 2 — подложка; 3 — пробное стекло; 4 — высокоотражающие слои



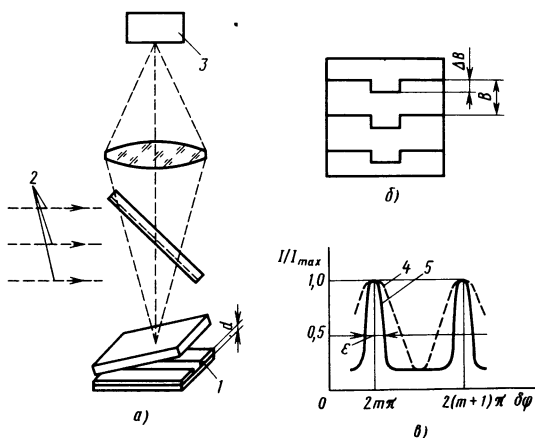


Рис. 16. Принципиальная схема измерения толщины слоев с помощью полос равной оптической толщины:

*a* – оптическая схема измерительного устройства (*1* – слой; *2* – квазимонохроматическое излучение; *3* – регистратор интерференционной картины); *б* – форма интерференционных полос; *в* – распределение интенсивности в двухлучевых (4) и многолучевых (5) интерференционных полосах

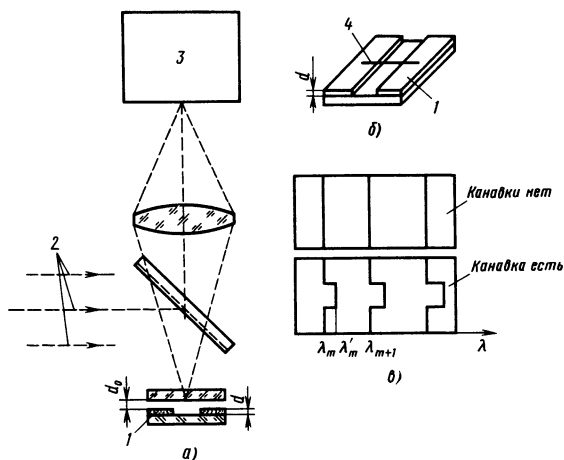


Рис. 17. Принципиальная схема измерения толщины слоев с помощью полос равного хроматического порядка:

*a* – оптическая схема устройства (*1* – слой; *2* – белый свет; *3* – спектрограф); *б* – расположение канавки в слое относительно изображения щели спектрографа (4); *в* – форма интерференционных полос

При высоком коэффициенте отражения поверхностей, например 0,9, резкость полос достигает 30, а полуширина уменьшается более чем на порядок по сравнению с двухлучевой интерференцией. Благодаря этому обеспечивается простая возможность измерения координат полос с более высокой точностью. При толщинах слоев в диапазоне 3 — 2000 нм толщина может быть измерена с погрешностью менее 1 нм. Реализация измерений с использованием многолучевых интерференционных полос возможна на измерительном микроскопе при введении стеклянной пластины с образцовой высокоотражающей поверхностью и соответствующей оправы, обеспечивающей небольшие наклоны пластины в любом направлении.

Еще более высокую точность измерений обеспечивают многолучевые интерференционные полосы равного хроматического порядка, принципиальная схема получения которых изображена на рис. 17. Образцовую высокоотражающую поверхность и наружную поверхность слоя, также покрытую высокоотражающим слоем, устанавливают параллельно друг другу на расстоянии  $d_0$  и освещают параллельным пучком монохроматического, например, белого света. Интерференционная картина регистрируется с помощью спектрографа, щель которого ориентирована таким образом, что ее изображение располагается перпендикулярно канавке в исследуемом слое.

Для некоторых длин волн, содержащихся в спектре освещающего слой пучка излучения, выполняется условие образования интерференционных экстремумов и в спектрографе регистрируются узкие неравноотстоящие интерференционные полосы. Значение зазора  $d_0$  при измерениях неизвестно, но его можно определить по длинам волн, соответствующих интерференционным полосам двух различных порядков. Для полос, имеющих порядки интерференции, равные  $m$  и  $(m + 1)$ , можно записать следующее равенство:

$$m\lambda_m = (m + 1)\lambda_{m+1} = 2d_0, \quad (33)$$

где  $\lambda_m, \lambda_{m+1}$  — длины волн, соответствующие полосам с порядками  $m$  и  $(m + 1)$ , соответственно.

Из равенства (33) получаем, что

$$m = \frac{\lambda_{m+1}}{\lambda_m - \lambda_{m+1}}, \quad (34)$$

$$d_0 = \frac{m\lambda_m}{2} = \frac{\lambda_m\lambda_{m+1}}{2(\lambda_m - \lambda_{m+1})}. \quad (35)$$

Канавка в слое глубиной  $d$  приводит к тому, что полосе



порядка  $m$  соответствует новая длина волны  $\lambda'_m$  и поэтому можно записать следующее выражение:

$$d + d_0 = m \frac{\lambda'_m}{2}. \quad (36)$$

Объединяя выражения (35) и (36), получаем окончательную формулу для вычисления толщины слоя по измеренным значениям  $\lambda_m$ ,  $\lambda'_m$  и  $\lambda_{m+1}$ :

$$d = \frac{\lambda_{m+1}(\lambda'_m - \lambda_m)}{2(\lambda_m - \lambda_{m+1})}. \quad (37)$$

При высоком качестве поверхности исследуемого слоя и образцовой поверхности пробного стекла, а также при тщательной установке параллельности этих поверхностей погрешность измерения толщины слоя может быть доведена до 0,1 нм.

#### 4. ПОЛЯРИЗАЦИОННАЯ ИНТЕРФЕРОМЕТРИЯ

Использование поляризационных элементов (поляризаторов, поляризационных светоделителей, компенсаторов, фазовых пластинок) позволяет конструировать высокоточные виброустойчивые интерференционные устройства для контроля оптической и геометрической толщины слоев [22]. Принципиальная схема контрольного устройства применительно к прозрачному слою, частично покрывающему прозрачную подложку, приведена на рис. 18. Поляризованный пучок с плоским волновым фронтом  $\Phi$  после прохождения подложки со слоем становится ступенчатым ( $\Phi'$ ) с глубиной ступеньки  $(n - 1)d$ , где  $n$  и  $d$  — показатель преломления и толщина слоя, соответственно. Пластина Савара обеспечивает разделение светового пучка на два ортогонально поляризованных пучка, волновые фронты которых ( $\Phi'_1$ ,  $\Phi'_2$ ) смещены вдоль линий, перпендикулярной направлению распространения светового пучка.

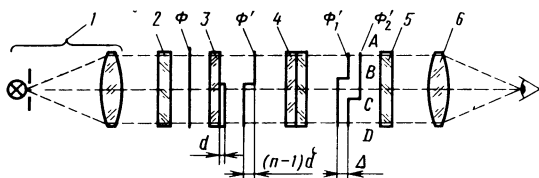
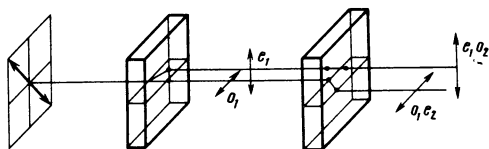


Рис. 18. Принципиальная схема поляризационного интерферометра:  
1 — коллиматор; 2 — поляризатор; 3 — подложка с покрытием; 4 — пластина Савара; 5 — анализатор; 6 — объектив

Рис. 19. Пластина Савара



Конструктивно пластина Савара (рис. 19) может быть выполнена из двух одинаковых пластин одноосного кристалла, вырезанных таким образом, что нормаль к пластине составляет угол  $\pi/4$  с оптической осью. Из положения с одинаковой ориентацией вторая пластина повернута вокруг нормали на угол  $\pi/2$ . Если плоскость поляризации падающего пучка ориентирована произвольно по отношению к главной плоскости кристалла, то на выходе первой пластины образуются два пучка ( $o_1$  и  $e_1$ ), ортогонально поляризованных и смещенных относительно друг друга. Оптическая разность хода между пучками  $o_1$  и  $e_1$  зависит от оптических параметров кристаллической пластины. При прохождении пучков через вторую пластину, повернутую вокруг нормали на  $\pi/2$ ,  $o$ -лучи становятся  $e$ -лучами и наоборот. Если толщины обеих пластин одинаковые, то на выходе системы появляются два пучка ( $o_1e_2$  и  $e_1o_2$ ), смещенных относительно друг друга, но прошедших одинаковый оптический путь.

В общем случае волновые фронты ( $\Phi'_1$ ,  $\Phi'_2$ ) ортогонально поляризованных световых пучков, выходящих из пластины Савара, смещены на величину  $\Delta$ , зависящую от угла падения света на пластину Савара. Для нормального падения, как это указывалось выше,  $\Delta$  равна нулю и при скрещенных поляризаторе и анализаторе освещенность двух половин поля ( $AB$  и  $CD$ ) равна нулю (см. рис. 18). При изменении угла падения света на пластину Савара минимумы освещенности будут в положениях, при которых  $\Delta = m\lambda$ , где  $m$  — целое число. Поворачивая пластину Савара, можно получить минимум освещенности в центральной части поля ( $BC$ ), где проходит граница слоя. Это имеет место при следующем соотношении:

$$\Delta + (n - 1)d = m\lambda, \quad (38)$$

где  $m$  — целое число.

Из выражения (38) следует, что величина  $(n - 1)d$  может быть определена по двум положениям пластины Савара. Для повышения точности измерений при реализации схемы, изображенной на рис. 18, можно использовать полутеновой поляриметр, разделяющий наблюдаемое поле на половины, в которых направления колебаний перпендикулярны друг другу. Линия раздела располагается перпендикулярно направлению края слоя (рис. 20). Соот-

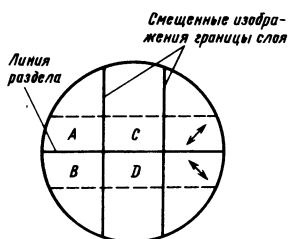


Рис. 20. Наблюдаемое поле в полутеневом поляриметре

ветствующим поворотом пластины Савара можно уравнивать освещенности сначала областей *A* и *B* и затем *C* и *D*. Анализ этой системы показывает [22], что при угле  $45^\circ$  направлений колебаний двух пучков после пластины

Савара к линии раздела чувствительность устройства максимальна и составляет  $\lambda/600$ .

Если исследуемый слой является непрозрачным или допускает нанесение отражающего покрытия, для измерения его толщины можно использовать схему, изображенную на рис. 21 [22]. Призма Волластона 5 разделяет поляризованный пучок на два пучка, каждый из которых строит на поверхности подложки изображение щели 2. Два изображения щели на поверхности подложки можно перемещать вращением плоскопараллельной пластины 7. При отсутствии слоя отраженные от поверхности подложки ортогонально поляризованные пучки света после прохождения в обратном ходе через объектив 6 и призму Волластона 5 образуют один пучок, плоскость поляризации которого составляет угол  $45^\circ$  с главными направлениями призмы. Однако, если световые пучки падают на исследуемый образец по разные стороны от края слоя, то после отражения между ними возникает оптическая разность хода и из призмы Волластона выходит эллиптически поляризованный свет. Для обеспечения условия, при котором выходящий пучок будет плоско поляризованным, можно повернуть подложку около оси, перпендикулярной плоскости

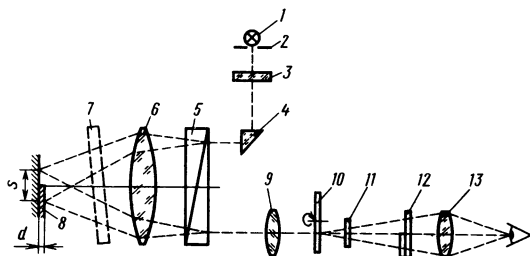


Рис. 21. Оптическая схема поляризационного интерферометра для контроля толщины непрозрачных слоев:

1 — источник света; 2 — щель; 3 — поляризатор; 4 — призма; 5 — призма Волластона; 6, 9, 13 — объективы; 7 — плоскопараллельная пластина; 8 — слой; 10 — матовый экран; 11 — четвертьволновая пластина; 12 — полутеневое устройство

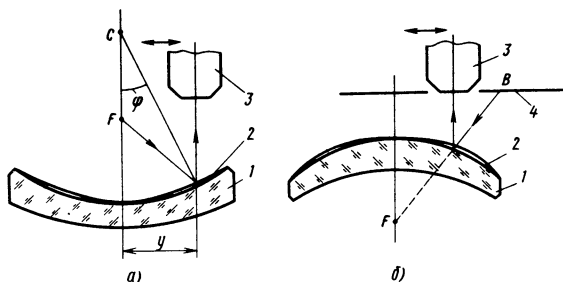
чертежа, на угол  $d/2s$ , где  $d$  — толщина слоя. Можно также сместить объектив 6 в направлении, перпендикулярном оптической оси на расстояние  $f'_{06}d/2s$ , где  $f'_{06}$  — фокусное расстояние объектива.

Использование длиннофокусного объектива позволяет сделать его смещения достаточно большими, что дает возможность измерять эти смещения с высокой точностью. Регистрирующая система устройства включает объектив 9, вращающийся стеклянный матовый экран 10, четвертьволновую пластину 11, полутеневое устройство 12 и объектив 13. Глаз наблюдателя помещается в точке, сопряженной с изображением щели на вращающемся экране 10. При использовании квазимонохроматического света добиваются равенства освещенностей частей наблюдаемого поля. Разброс результатов измерения в устройстве по схеме на рис. 21 составлял менее  $0,0003\lambda$ , что соответствует погрешности измерения толщины слоя порядка  $\pm 0,01$  нм. Эти цифры показывают, что поляризационные интерферометры являются одними из наиболее точных приборов для определения толщины покрытий.

## 5. КОНТРОЛЬ СЛОЕВ ПЕРЕМЕННОЙ ТОЛЩИНЫ

Слои переменной толщины находят важное применение для образования асферической формы оптической поверхности путем нанесения слоя вещества на сферическую или плоскую поверхность детали. В настоящее время получены слои с максимальной толщиной до нескольких десятков микрометров. Если переменный по толщине слой нанесен на плоскую поверхность детали, то контроль его толщины не встречает затруднений и его можно выполнить по интерференционной картине, полученной на приборах типа Физо или Майкельсона. Пригоден для этих целей также микроинтерферометр, с помощью которого можно по ряду дискретных замеров толщины слоя воспроизвести его профиль в любом сечении детали.

Дополнительные трудности на микроинтерферометре возникают для значительных толщин слоев ( $d \geq 10$  мкм), когда при одновременном наблюдении в поле интерференции полос нулевого порядка от слоя и исходной поверхности, они становятся очень мелкими. Однако и в этом случае можно сохранить высокую точность интерференционного метода, применяя способ перефокусировки, рекомендованный ВНИИ Стандартов для измерительных приборов. Идея способа сводится к использованию оптимальной ширины интерференционных полос в процессе измерения любой толщины слоя. Для этого, освещая слой белым



**Рис. 22.** Принципиальная схема контроля слоя переменной толщины:  
1 — деталь; 2 — слой; 3 — микроскоп; 4 — протяженный осветитель

светом, вначале фокусируют прибор на одну из поверхностей слоя и производят наводку перекрестия окулярного микрометра на нулевую интерференционную полосу. Затем посредством тонкой наводки производят перефокусировку на вторую поверхность слоя с переходом на подсветку монохроматическим светом.

Для нахождения нулевой полосы используют периодическое переключение прибора на работу в белом свете. Заключительный этап — отсчет дробной части полосы  $\Delta m$ . С учетом целого числа полос  $m$  толщину слоя подсчитывают по известной формуле  $d = (m + \Delta m)\lambda/2n$ . Трудоемкость способа возрастает по мере увеличения толщины слоя, и, например, для слоя в 15 мкм, необходимо подсчитать прохождение в окулярном поле примерно 55 интерференционных полос. Поэтому для измерения значительных толщин слоев рационально использовать фотоэлектрические способы подсчета интерференционных полос.

Контроль слоев переменной толщины по всей площади детали удобно выполнять с помощью интерференционных полос равной оптической толщины, наблюдаемых при освещении слоя квазимонохроматическим светом. Измерение координат полос позволяет построить профиль оптической толщины слоя в любом его сечении. При контроле слоев, нанесенных на исходную поверхность с относительно большой кривизной, удобно осуществлять подсветку слоя из фокуса  $F$  исходной поверхности. В этом случае (рис. 22) интерферирующие лучи, отраженные от поверхностей слоя, составляют малые углы с оптической осью исходной поверхности и могут наблюдаться на любой зоне детали с помощью микроскопа, способного перемещаться в направлении, перпендикулярном оптической оси. В первом приближении толщину слоя по нормали к поверхности можно подсчитать по формуле

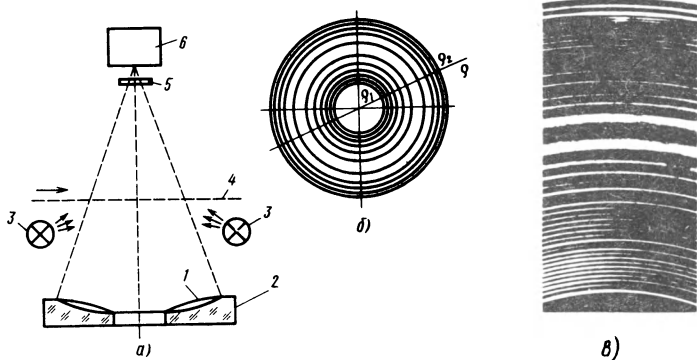
$$d = \frac{m\lambda}{2\sqrt{n^2 - \sin^2\varphi}}, \quad (39)$$

где  $\varphi$  — угол между нормалью к поверхности и оптической осью.

В качестве осветителя удобно использовать протяженный диффузно-рассеивающий экран, на котором создают нужный уровень освещенности. При этом одинаково просто достигается контроль слоев как на вогнутых, так и на выпуклых поверхностях (соответственно рис. 22, а, б).

В том случае, когда необходимо получить интерферограмму сразу по всей поверхности контролируемого слоя переменной толщины, задача решается при использовании диффузно-рассеивающего экрана с отверстиями (рис. 23). При быстром периодическом перемещении такого экрана он становится эквивалентным полупрозрачному сплошному осветителю [А.с. 530169 (СССР)], через который возможна регистрация интерференционной картины. Для наглядного представления результата контроля удобно сделать графическое построение экспериментальной и расчетной кривых профиля слоя (рис. 24).

Рассмотренный способ измерения оптической толщины слоя можно применить для контроля асферизующих слоев в процессе их нанесения в вакууме [27]. Для случая прозрачной подложки схема контрольного устройства изображена на рис. 25. В случае непрозрачных подложек можно составить аналогичную схему с подсветкой со стороны слоя. Объектив 7 проецирует радиаль-



**Рис. 23. Контроль слоев переменной толщины:**  
а — схема устройства для регистрации интерференционной картины (1 — слой; 2 — подложка; 3 — источники света; 4 — рассеивающий экран с отверстиями; 5 — светофильтр; 6 — фотокамера); б — вид интерференционной картины; в — фотография радиального участка интерференционной картины

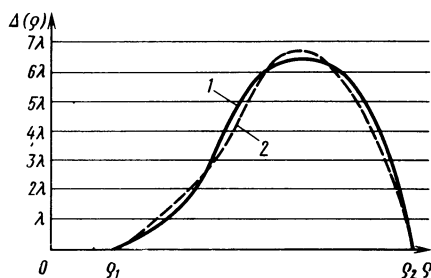


Рис. 24. Сравнение экспериментального и расчетного профилей слоя:

1 — расчетная кривая; 2 — экспериментальная кривая

растания толщины слоя в средней зоне подложки 2 происходит периодическое появление темной и светлой интерференционных полос, которые затем раздвигаются и перемещаются в разные стороны. Общее число возникающих в слое полос позволяет оценить максимальную толщину слоя и прекратить в нужный момент его дальнейшее наращивание. По замеренным координатам полос определяется профиль слоя без разгерметизации вакуумной установки. Если это выполнить до достижения требуемой максимальной толщины, то на окончательный профиль слоя можно повлиять посредством специальных экранирующих масок, вводимых на пути молекулярного пучка.

При определении координат интерференционных полос малые погрешности имеют место только при достаточно высоком контрасте. Поэтому при контроле толщины слоев по интерференционным полосам равной оптической толщины целесообразно использовать излучение, линейно поляризованное в плоскости падения. В этом случае всегда существует угол падения, при котором контраст полос равен единице, так как коэффициент отражения границы воздух — слой изменяется между 0 и 1 для углов падения, превышающих угол Брюстера.

Точностные возможности рассмотренных интерференционных способов можно охарактеризовать погрешностью ошибки определения профиля слоев порядка 0,01 — 0,03 мкм.

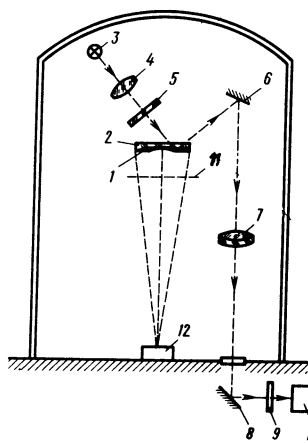


Рис. 25. Схема оптического устройства для контроля толщины асферирующих слоев в процессе их нанесения:

1 — наносимый слой; 2 — подложка; 3 — источник света; 4 — конденсор; 5 — матовое стекло; 6, 8 — зеркала; 7 — объектив; 9 — светофильтр; 10 — анализатор интерференционной картины; 11 — маска; 12 — испаритель

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИЧЕСКИХ ПОСТОЯННЫХ

Оптические постоянные покрытия (показатель преломления  $n$  и главный показатель поглощения  $\kappa$ ) являются наряду с толщиной его важнейшими параметрами. При слабом поглощении ( $\kappa < 10^{-4}$ ) задача обычно сводится к определению только показателя преломления. Методы измерения показателя преломления составляют специальный раздел прикладной оптики, называемый рефрактометрией, а приборы, предназначенные для этой цели, носят общее наименование — рефрактометров. В отечественной литературе наиболее полно рефрактометрия рассмотрена в книге Б. В. Иоффе [7].

## 1. РЕФРАКТОМЕТРИЯ ВНУТРЕННЕГО ОТРАЖЕНИЯ

Методы внутреннего отражения основаны на использовании свойств световой волны при падении на границу раздела двух сред из среды оптически более плотной в среду оптически менее плотную. Как известно при достижении критического (предельного) угла падения  $\epsilon_{\text{пр}}$ , свет может полностью отражаться в более плотную среду, из которой он падает.

Этот случай, называемый явлением полного внутреннего отражения (ПВО), имеет место лишь для непоглощающих сред, обладающих достаточной толщиной ( $d > \lambda$ ). Если одно или оба эти условия не выполняются, то для углов падения  $\epsilon \geq \epsilon_{\text{пр}}$  интенсивность отраженной волны оказывается меньше, чем падающей. Это явление, названное нарушенным полным внутренним отражением (НПВО), получило широкое применение в спектроскопии [15]. Как известно, при критическом угле падения в случае полного внутреннего отражения свет заходит в менее плотную среду, но в среднем входящий поток энергии равен выходящему. При этом место выхода потока несколько смещается от места входа. В результате имеет место некоторое движение энергии вдоль границы раздела. Для предельного угла падения лучей характерно резкое изменение интенсивности отраженного света. Это свойство широко используется в классических рефрактометрах предельного угла типа Аббе и Пульфриха.

Кроме полного внутреннего отражения при падении световой волны на границу раздела двух сред имеют место и другие закономерности. К ним относятся полная поляризация света для угла Брюстера ( $\epsilon_{\text{Бр}}$ ), а также фазовые изменения для орто-





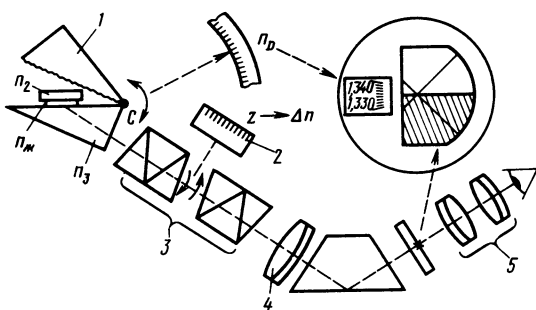


Рис. 27. Принципиальная схема рефрактометра ИРФ-22 типа Аббе

выходя из измерительной призмы, отклоняется в сторону преломляющего угла  $\theta$  (луч показан штриховой линией). Знак — соответствует выходящему лучу, расположенному по другую сторону от нормали.

В случае измерительной полусферы расчетной формулой служит простое соотношение  $n_2 = n_3 \sin \epsilon_3$ . Полусфера предпочтительна для измерений в невидимых областях спектра и для анизотропных материалов, так как ее разворот вокруг оси не нарушает прохождение предельного луча. Однако фокусирующее действие сферической поверхности эталона обычно приходится компенсировать с помощью дополнительной отрицательной линзы  $L$ .

Путем дифференцирования формулы (41) по  $n_3$ ,  $\theta$  и  $\epsilon_4$  можно получить соотношения, позволяющие учесть влияние погрешностей указанных параметров на измеряемый показатель преломления образца. По паспортным данным погрешности прибора составляют:  $\Delta n_D = \pm 2 \cdot 10^{-4}$ ,  $\Delta(n_F - n_C) = \pm 1,5 \cdot 10^{-5}$ . При этом предполагается, что размер измеряемого образца обеспечивает полное заполнение отраженным от него пучком входного зрачка визирной системы для достижения максимальной точности наводки на границу раздела. Отечественный рефрактометр типа Аббе, например, ИРФ-22 (рис. 27) представляет собой компактный прибор, непосредственно предназначенный для измерения  $n_D$  жидкостей и твердых тел в интервале показателей преломления 1,3 — 1,7 (в проходящем свете) и 1,3 — 1,57 (в отраженном свете). В последней модели прибора ИРФ-454 указанный диапазон значительно расширен.

При измерении твердых материалов образец ( $n_2$ ) устанавливают на эталонную призму ( $n_3$ ) с использованием иммерсионной жидкости ( $n_{ж}$ ) для создания оптического контакта. При этом необходимо выполнить условие  $n_2 < n_{ж} < n_3$ . Следует от-

метить, что клиновидность в слое иммерсионной жидкости вносит существенную погрешность в результат измерения. Поэтому измеряемый образец устанавливают так, чтобы в слое жидкости наблюдалось не более трех интерференционных полос, расположенных параллельно направлению падающего пучка лучей.

К достоинствам прибора относится использование белого света и возможность измерения средней дисперсии ( $n_F - n_C$ ) при помощи компенсатора 3, состоящего из двух спектральных призм прямого зрения (призмы Амичи). Эти призмы при повороте в разные стороны посредством рукоятки 2 компенсируют хроматизм в системе образец — измерительный элемент и позволяют по отсчету  $z$  определить дисперсию.

Визирная телескопическая система, состоящая из объектива 4 и окуляра 5, позволяет одновременно наблюдать как границу раздела светлого и темного полей, так и шкалу лимба, оцифрованную в значениях показателя преломления измеряемого образца. Для измерений показателя преломления жидкостей используют вспомогательную призму 1, которая при повороте вокруг оси  $C$  накрывает своей матовой гранью рабочую поверхность измерительной призмы с каплей жидкости на ней.

Для уменьшения случайных погрешностей используют специальную методику измерения [7]. Источниками систематических погрешностей прибора являются аппаратные погрешности, обусловленные качеством изготовления данного экземпляра прибора, субъективные погрешности, зависящие от особенностей цветоощущения экспериментатора, и погрешности, вызванные спектральным составом источника света. Для установления значения систематической погрешности используют юстировочные пластины с известным  $n$ . Если при многократном измерении обнаруживается несоответствие более  $\pm 1 \cdot 10^{-4}$ , то в результаты измерений вносят поправку.

При работе в широкой области спектра целесообразно использовать модифицированный рефрактометр Аббе (рис. 28). Схема прибора включает рефрактометрический призмный блок 3, расположенный на гониометрическом столике в парал-

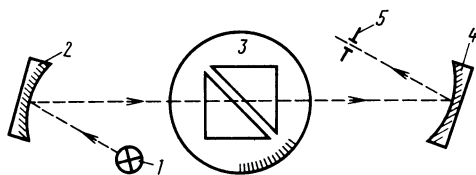


Рис. 28. Принципиальная схема рефрактометра типа Аббе для широкой области спектра

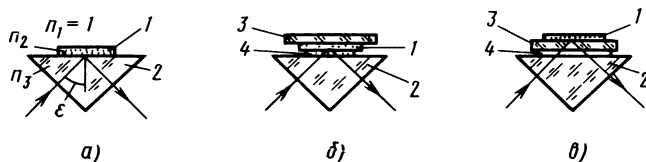


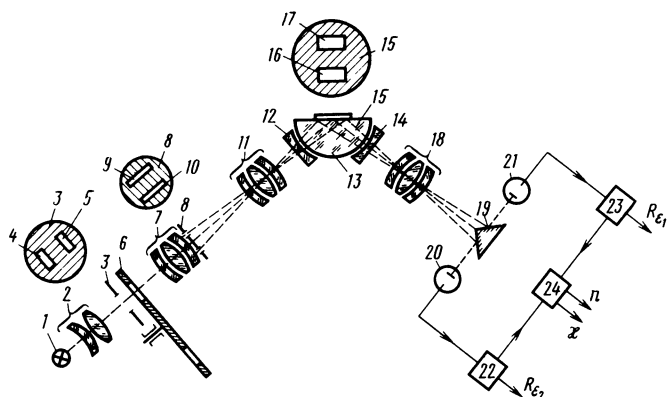
Рис. 29. Возможные варианты размещения исследуемого слоя на призме рефрактометра:

1 — исследуемый слой; 2 — призма рефрактометра; 3 — подложка; 4 — иммерсионная жидкость

тельном ходе лучей между внеосевыми параболическими зеркалами 2 и 4. На рис. 28 указаны также излучатель 1 и диафрагма 5 фотоприемного блока. Призмы изготовлены из трехсернистого мышьяка ( $n = 2,4$ ), прозрачного по спектру до 6 мкм. Между призмами помещают слой исследуемой жидкости и определяют предельный угол, при котором светопропускание близко к нулю. Погрешность измерения составляет  $\pm 3 \cdot 10^{-4}$ . Рефрактометры по схеме, показанной на рис. 28, выпускаются отечественной промышленностью, а также фирмой К. Цейсс (ГДР).

Рефрактометры типа Аббе рекомендуется применять для измерения оптических покрытий с толщиной порядка 1 мкм и более. На рис. 29 показаны различные варианты размещения исследуемого слоя на призме рефрактометра. Наилучший, но трудоемкий способ — это образование слоя непосредственно на призме рефрактометра (рис. 29, а). Можно использовать иммерсионную жидкость, граничащую со слоем (рис. 29, б). Наконец, можно использовать иммерсионную жидкость, граничащую с подложкой (рис. 29, в). В последнем случае необходимо в измерительном блоке выдержать определенное соотношение между показателями преломления, а также выполнить строгое требование к плоскопараллельности подложки. Очевидно, что для пористых слоев не желателен контакт с иммерсионной жидкостью, так как она может заполнить некоторые из пор и это приведет к искажению результата измерения.

В современных разработках рефрактометров НПВО успешно решается задача автоматического измерения характеристик отраженной от исследуемого образца световой волны и быстрого вычисления оптических констант путем использования специализированных вычислительных устройств. Применительно к исследованию жидкостей, по-видимому, можно говорить о полной автоматизации измерений, в то время, как для твердых измеряемых образцов в силу трудности их установки в правильное положение можно говорить лишь о частичной автоматизации. Из последних отечественных разработок следует отметить два авто-



**Рис. 30. Принципиальная схема автоматизированного рефрактометра:**  
 1 – источник света; 2 – конденсор; 3 – диафрагма; 4, 5 – прозрачные зоны в диафрагме; 6 – obtюратор; 7 – объектив; 8 – марка; 9, 10 – щели в марке; 11 – объектив коллиматора; 12, 14 – отрицательные линзы; 13 – оптический измерительный элемент рефрактометра; 15 – рабочая поверхность элемента; 16, 17 – исследуемый и образцовый слой; 18 – объектив; 19 – разделитель; 20, 21 – фотоприемники; 22, 23 – измерители отношения; 24 – вычислитель

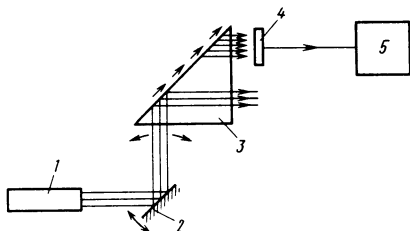
матизированных рефрактометра. Один из них [16] выполнен по схеме, представленной на рис. 30.

В рефрактометре производится измерение коэффициента отражения при двух углах падения в естественном или поляризованном свете. Особенностью измерительной схемы прибора является освещение измерительного элемента под двумя углами одновременно при разности углов падения  $\sim 1^\circ$ . Формирование двух параллельных световых пучков происходит при освещении марки 8 с двумя щелями, установленной в фокальной плоскости объектива 11. Угол между пучками определяется расстоянием между щелями 9 и 10 и фокусным расстоянием объектива 11. Оптический измерительный элемент 13 представляет собой полусферу (полуцилиндр) на входе и выходе которой с минимальным зазором установлены две плосковогнутые линзы 12, 14, имеющие те же значения показателя преломления и радиуса кривизны, что и полусфера. Для перестройки углов падения полусфера поворачивается вокруг оси вращения, а выходная линза 13 вместе со всей регистрирующей системой поворачивается на удвоенный угол.

Элементы 7, 11, 12, 13 строят изображения участков 4 и 5 на поверхностях исследуемого 16 и образцового 17 слоев соответственно. На границе с образцовым слоем обеспечено отражение на 100 %. Углы падения выбирают меньше предельного угла пол-

Рис. 31. Принципиальная схема рефрактометра, построенного на основе эффекта боковой волны:

1 — лазер; 2 — вращающееся зеркало; 3 — призма; 4 — фотоприемник; 5 — регистратор



ного внутреннего отражения. Электронные измерители отношения 22, 23 обеспечивают определение коэффициентов отражения исследуемой среды при двух углах падения. При погрешности установки углов падения не более  $10 - 20''$  и погрешности измерения порядка 0,5 % теоретическая относительная погрешность определения показателя преломления исследуемого материала составляет  $\sim 10^{-4}$  при его поглощении  $\kappa \sim 10^{-2}$  и менее.

Во втором автоматизированном рефрактометре [2] используется эффект боковой волны (рис. 31). Полезным свойством боковой волны является узкий угловой интервал, в котором она существует. Это позволяет сравнительно точно определить критический угол, а следовательно, и показатель преломления. При использовании лазерного излучения относительно слабая интенсивность боковой волны не является препятствием для ее надежной регистрации с помощью фотодиодов. В лабораторном образце рефрактометра для уменьшения расходимости пучка лучей после лазера 1 (рис. 31) располагалась телескопическая система с увеличением  $\Gamma = 23\times$  (на схеме не показана).

К гипотенузной грани призмы прикрепляли две кюветы с образцовой ( $H_2O$ ) и измеряемой жидкостями. Посредством равномерного вращения зеркала 2 достигается падение лазерного пучка на призму 3 под разными углами в диапазоне, охватывающем критические углы обеих жидкостей. Боковые волны, образующиеся в разные моменты времени, воспринимались фотоприемником 4. После преобразования импульсов они подавались на регистратор 5. По угловой скорости вращения пучка лучей  $\omega$  и интервалу между импульсами  $\Delta t$  находили разность предельных углов  $(\epsilon_2 - \epsilon_1)_{пр} = \Delta t \omega$ , которую использовали для подсчета показателя преломления:

$$n_2 = n_{2,0} \cos(\Delta t \omega) + \sqrt{n_3^2 - n_{2,0}^2} \sin(\Delta t \omega), \quad (42)$$

где  $n_{2,0}$  и  $n_3$  — показатели преломления образцовой жидкости и призмы.

Теоретическая погрешность составляет  $\sim 2 \cdot 10^{-6}$ , результаты экспериментов показали  $5 \cdot 10^{-5}$ . Необходимо отметить, что рефрактометрические методы внутреннего отражения учитывают

лишь поверхностные свойства исследуемых материалов и измерительных элементов. Однако для последних в справочных материалах обычно приводятся данные по объемным свойствам, которые могут значительно отличаться от поверхностных.

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ ПО УГЛУ БРЮСТЕРА ПРИ ВНЕШНЕМ ОТРАЖЕНИИ ОТ ПОКРЫТИЯ

Для измерения показателя преломления прозрачных покрытий широкое распространение получил способ, основанный на измерении угла Брюстера при внешнем отражении от поверхности подложки с покрытием [9, 19, 22, 24]. Идея этого способа, носящего имя Абелеса, основана на том, что при освещении покрытия под углом Брюстера для границы раздела окружающей среды и покрытия пучком света, поляризованным в плоскости падения, отражение от наружной поверхности покрытия отсутствует. В этом случае интерференционные полосы в неоднородных по оптической толщине покрытиях не наблюдаются и приближенное значение угла Брюстера можно зафиксировать по моменту исчезновения интерференционных полос. Подставляя в формулу (6)  $r_{12} = 0$ , получим, что

$$(R_{\parallel})_{13} = (r_{\parallel})_{23}^2. \quad (43)$$

Выражение для  $(r_{\parallel})_{23}$  находим с помощью формулы (5), подставив в нее  $\epsilon_1 = \epsilon_1$ ,  $\epsilon_2 = 90^\circ - \epsilon_1$ ,  $\epsilon_3 = \epsilon_3$ . В результате имеем

$$(R_{\parallel})_{13} = \left[ \frac{\operatorname{tg}(\epsilon_1, \epsilon_3) - \epsilon_3}{\operatorname{tg}(\epsilon_1, \epsilon_3) + \epsilon_3} \right]^2. \quad (44)$$

Из последнего выражения следует, что энергетический коэффициент отражения поверхности подложки с нанесенным прозрачным покрытием при освещении под углом Брюстера пучком света, поляризованным в плоскости падения, не зависит от толщины покрытия и равен коэффициенту отражения непокрытой подложки. Угол Брюстера слоя  $\epsilon_1$ ,  $\epsilon_3$  связан с его показателем преломления  $n_2$  следующей общеизвестной формулой:

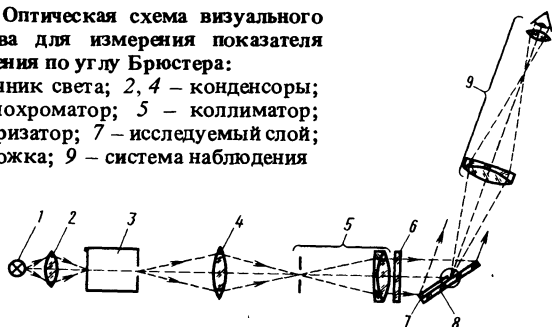
$$n_2 = n_1 \operatorname{arctg} \epsilon_1, \epsilon_3, \quad (45)$$

где  $n_1$  — показатель преломления среды, граничащей с покрытием (в случае воздуха  $n_1 = 1$ ).

При реализации этого способа слой наносят на часть поверхности подложки и фиксируют угол Брюстера по моменту равенства коэффициентов отражения поверхности подложки со слоем

**Рис. 32. Оптическая схема визуального устройства для измерения показателя преломления по углу Брюстера:**

1 – источник света; 2, 4 – конденсоры; 3 – монохроматор; 5 – коллиматор; 6 – поляризатор; 7 – исследуемый слой; 8 – подложка; 9 – система наблюдения



и без него. Можно также нанести на разные участки поверхности подложки слои разной толщины и фиксировать угол Брюстера по моменту равенства коэффициентов отражения от этих слоев. Одна из возможных схем визуального устройства, реализующего способ, представлена на рис. 32. Монохроматор 3 обеспечивает измерение показателя преломления на различных длинах волн. Наблюдательная система 9 сфокусирована на край слоя. Поворачивая подложку со слоем и наблюдательную систему, фиксируют угол Брюстера по моменту выравнивания яркости поверхности подложки со слоем и без него.

Устройства по способу Абелеса легко автоматизировать, обеспечивая сканирование или вращение образца и используя фотоэлектрическую систему обработки сигнала. Одна из возможных схем автоматизированного устройства представлена на рис. 33. Подложка с нанесенным в виде ступеньки слоем вращается, что обеспечивает поочередное освещение различных участков слоя. Угол Брюстера соответствует нулевой амплитуде переменного сигнала, снимаемого с фотодетектора.

Способ обеспечивает измерение показателя преломления прозрачных слоев с толщинами от нескольких десятков нанометров до нескольких микрометров. Если разность показателей преломления слоя и подложки не превышает 0,3, то погрешность определения показателя преломления слоя не превышает 0,002. Для расширения возможного перепада показателей преломления слоя и подложки разработана модификация способа, согласно которой подложку, частично покрытую слоем, освещают через поляризатор, повернутый к плоскости падения на угол примерно в  $1^\circ$ . Наблюдение ведется через анализатор и по-прежнему выравнивается интенсивность света, отраженного от подложки со слоем и без него. При угле Брюстера интенсивности световых пучков, отраженных от обеих областей подложки, становятся равными только в том случае, когда свет поляризован в плос-



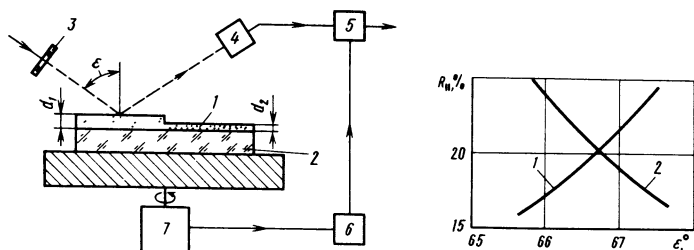


Рис. 33. Принципиальная схема автоматизированного устройства для измерения показателя преломления по углу Брюстера:

1 – исследуемый слой; 2 – подложка; 3 – поляризатор; 4 – фотодетектор; 5 – электронный блок; 6 – генератор опорного сигнала; 7 – двигатель

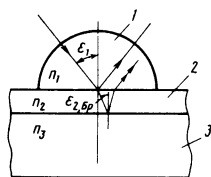
Рис. 34. Кривые зависимости  $R_{||}(\epsilon)$  для поверхности подложки (1) и подложки со слоем (2) при его оптической толщине  $(2m + 1)\lambda/4$ ;  $n_2 = 1,46$ ;  $n_3 = 2,3$

кости падения. В этом случае анализатор должен пропускать только составляющую, поляризованную в плоскости падения. При других углах падения ориентация анализатора будет иной. Если заранее определить зависимость угловой ориентации анализатора от угла падения, то можно точно зафиксировать угол Брюстера по нулевому положению анализатора. Использование данной методики определения показателя преломления слоев при  $n \approx 1,2$  обеспечивает погрешность измерения в диапазоне  $\pm 0,0002$ , а при  $n \approx 2,3$  – в диапазоне  $\pm 0,0006$  независимо от значения показателя преломления подложки.

Погрешность измерения показателя преломления по углу Брюстера зависит от толщины слоев. Погрешности измерений минимальны при оптической толщине слоя (под углом Брюстера), равной  $(2m + 1)\lambda/4$ , где  $m$  – целое число. Это связано с тем, что при таких толщинах пересечение кривых энергетических коэффициентов отражения подложки без слоя и со слоем происходит под наибольшим углом (рис. 34). При толщинах слоев, кратных  $\lambda/2$ , угол пересечения этих кривых очень мал и затруднительно определить точку пересечения.

Если слой обладает поглощением, то коэффициент отражения поверхности подложки со слоем уменьшается, что приводит к занижению значений показателя преломления слоя. При малом поглощении вносимая систематическая погрешность невелика. Так, например, при оптических постоянных слоя  $n_2 = 2,3$  и  $k_2 = 0,004$  и показателе преломления подложки  $n_3 = 1,5$  относительная погрешность измерений, обусловленная поглощением слоя, не превышает  $0,005$  [22].

Рис. 35. Использование прозрачного полуцилиндра для выполнения условия  $n_1 > n_2$  при измерении угла Брюстера границы слой — подложка:  
1 — прозрачный полуцилиндр; 2 — слой; 3 — подложка



В целях снижения влияния толщины и поглощения слоя на результаты измерения его показателя преломления предложен способ, основанный на измерении угла Брюстера  $\epsilon_2, Br$  границы слой — подложка [34]. Указанный угол связан с показателем преломления слоя  $n_2$  следующим выражением:

$$n_3/n_2 = \operatorname{arctg} \epsilon_2, Br, \quad (46)$$

где  $n_3$  — показатель преломления подложки.

Угол Брюстера для границы слой — подложка значительно слабее зависит от толщины слоя и его поглощения. При  $n_1 < n_2$  угла Брюстера ( $\epsilon_2, Br$ ) может не существовать, но при  $n_1 > n_2$  он всегда имеет место. Для выполнения последнего условия удобно использовать дополнительную оптическую деталь в виде полуцилиндра (рис. 35). Однако именно выполнение этого условия существенно снижает область применимости способа.

### 3. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ИММЕРСИОННЫХ ЖИДКОСТЕЙ

Новые возможности для измерения показателя преломления тонких слоев открывает использование иммерсионных жидкостей. Если слой, нанесенный на подложку, поместить в жидкость, показатель преломления которой равен показателю преломления слоя, то отражение от границы раздела жидкость — слой отсутствует и интерференционные полосы в слое не наблюдаются. Измерение показателя преломления слоя сводится к подбору иммерсионной жидкости, при которой интерференционные полосы в слое исчезают, и точному измерению показателя преломления жидкости на рефрактометре. Так как в слоях с постоянной оптической толщиной интерференционные полосы непосредственно не наблюдаются, такие слои необходимо освещать излучением с изменяемой длиной волны или с переменным углом падения и регистрировать в отраженном или прошедшем свете чередующиеся максимумы и минимумы интенсивности света. Достоинством применения иммерсионных жидкостей является возможность исследования слоев с шероховатой наружной поверхностью, что при использовании любых других известных способов приводит к значительной погрешности.

Рассмотрим более подробно иммерсионный контроль показателя преломления применительно к случаю диэлектрических слоев переменной толщины. На рис. 36 представлена одна из возможных оптических схем контрольного устройства. Исследуемый слой 1 переменной толщины помещается в иммерсионную жидкость 3, заполняющую кювету 4. На слой накладывается пробное стекло 5 с образцовой поверхностью 6, радиус кривизны которой равен по модулю и противоположен по знаку радиусу кривизны поверхности подложки 2, на которую нанесен исследуемый слой. Освещение слоя можно выполнить с помощью источников света 7 посредством быстро перемещающегося диффузно-рассеивающего экрана 8 с отверстиями, через который с помощью объектива 9 и интерференционных светофильтров 10 в фотокамере 11 регистрируется интерференционная картина.

Каждый световой луч, идущий от экрана 8, частично отражается от поверхности 6 и частично от границы раздела слой — подложка. В результате взаимодействия всех лучей, отраженных от слегка децентрированных поверхности 6 и границы слой — подложка, возникают интерференционные полосы (рис. 37, а), искривление которых зависит от соотношения показателей преломления исследуемого слоя  $n$  и иммерсионной жидкости  $n_{\text{ж}}$ . Одновременно с рабочей интерференционной картиной возникает помеховая интерференция, которая получается при взаимо-

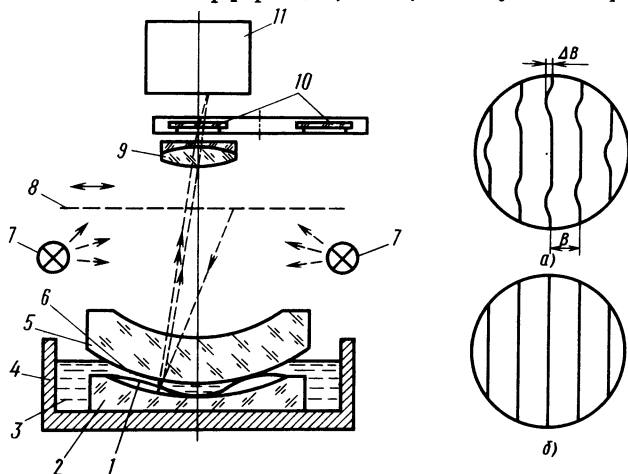


Рис. 36. Оптическая схема устройства для иммерсионного контроля показателя преломления слоев переменной толщины

Рис. 37. Наблюдаемые интерференционные полосы:  
а — при  $n \neq n_{\text{ж}}$ ; б — при  $n = n_{\text{ж}}$

действии световых волн, отраженных от образцовой поверхности  $b$  и наружной поверхности слоя, а также включает интерференцию от обеих поверхностей слоя.

В процессе выравнивания  $n_{\text{ж}}$  и  $n$  контраст рабочей интерференционной картины остается практически постоянным, в то время как контраст интерференционных помех падает вследствие уменьшения коэффициента отражения границы жидкость — слой. Оценим величину  $|n_{\text{ж}} - n|$ , при которой контраст  $K$  интерференционных помех не превышает 0,1, т.е. когда они становятся не различимы визуально. Неравенство  $K \leq 0,1$  соответствует случаю, когда отношение амплитуд интерферирующих пучков превышает 20. Используя формулы Френеля для коэффициентов отражения границ жидкость — слой и слой — подложка при  $n_{\text{ж}} \approx n$ , получим для этого случая следующее неравенство:

$$|n_{\text{ж}} - n|/n \leq 0,1\sqrt{R}, \quad (47)$$

где  $R$  — энергетический коэффициент отражения границы слой — подложка.

Из формулы (47) следует, что даже для максимального значения  $R = 1$  (случай идеально отражающей подложки) исчезновение интерференционных помех имеет место при отличии  $n_{\text{ж}}$  от  $n$  не более чем на 10 %. Это можно использовать для приближенной оценки  $n$  по значению  $n_{\text{ж}}$ , соответствующему моменту полного исчезновения интерференционных помех. Оптическая разность хода  $\Delta$  в рабочей интерференционной картине в случае касания образцовой поверхностью  $b$  (рис. 36) исследуемого слоя и их центрированного расположения может быть вычислена по следующей формуле:

$$\Delta = 2[n_{\text{ж}}d_{\text{max}} + d(n - n_{\text{ж}})], \quad (48)$$

где  $d$  и  $d_{\text{max}}$  — текущая и максимальная толщины слоя, соответственно.

Обеспечивая небольшой наклон образцовой детали 5 (порядка нескольких угловых секунд), можно наблюдать искривленные интерференционные полосы шириной  $B$  (рис. 37, а). Величина искривления полос  $\Delta B$  оценивается с помощью следующей зависимости:

$$\Delta B/B = 2d_{\text{max}}(n - n_{\text{ж}})/\lambda. \quad (49)$$

В случае  $n = n_{\text{ж}}$  получаем  $\Delta B = 0$ , т.е. полосы становятся идеально прямыми (рис. 37, б). Визуально нетрудно различать относительное искривление полос  $\Delta B/B$  до 0,1. При такой оценке из формулы (49) получаем следующее выражение для вычис-

ления разности показателей преломления иммерсионной жидкости и асферизирующего слоя:

$$|n - n_{\text{ж}}| = 0,05\lambda/d_{\text{max}} \quad (50)$$

При максимальной толщине слоя 10 мкм и  $\lambda = 0,5$  мкм формула (50) дает значение  $|n - n_{\text{ж}}| = 0,0025$ . Эта величина, по существу, является погрешностью измерения  $n$  иммерсионным способом. Для кварцевых слоев ( $n \approx 1,45$ ) указанная погрешность в относительной мере составляет примерно 0,2 %. Переход к определению искривления полос с помощью различных фотоэлектрических устройств или телевизионной техники позволит реализовать дополнительное повышение точности.

Измерение  $n$  на устройстве, схема которого изображена на рис. 36, сводится к следующему. Заполняют кювету иммерсионной жидкостью, показатель преломления которой примерно равен расчетному значению  $n$ . Затем изменяют показатель преломления  $n_{\text{ж}}$  до момента, при котором наблюдается только рабочая интерференционная картина, а интерференционные помехи практически отсутствуют. Соответствующее этому моменту значение  $n_{\text{ж}}$  с помощью формулы (47) дает приближенную оценку  $n$  с погрешностью, не превышающей 10 %. Изменение  $n_{\text{ж}}$  можно осуществить, изменяя состав жидкости или используя иммерсионную жидкость, дисперсия которой отличается от дисперсии слоя. В последнем случае, изменяя длину волны последовательной заменой интерференционных фильтров, можно выполнить на некоторой длине волны  $\lambda$  равенство  $n_{\text{ж}} = n$ , при котором интерференционные полосы становятся практически прямыми. При данной  $\lambda$  измеряют показатель преломления иммерсионной жидкости на любом из известных приборов [7]. Полученное значение будет соответствовать показателю преломления исследуемого слоя.

Измерение  $n_{\text{ж}}$  на рефрактометрах не составляет большого труда, причем относительная погрешность измерения может быть доведена до  $10^{-5}$ . Для определения показателя преломления слоя на другой длине волны необходимо использовать другую иммерсионную жидкость. Наиболее трудным при реализации на практике рассматриваемого контроля показателя преломления слоев является подбор иммерсионной жидкости. Оптические постоянные большинства жидкостей содержатся в справочной литературе, причем диапазон показателей преломления различных жидкостей достаточно велик (от 1,33 до 1,95).

#### 4. ИЗМЕРЕНИЕ ОПТИЧЕСКИХ ПОСТОЯННЫХ В СЛОЯХ ПЕРЕМЕННОЙ ТОЛЩИНЫ

Показатель преломления и главный показатель поглощения в слоях переменной толщины можно определить из зависимости коэффициента отражения слоя от его толщины. Если параметры подложки известны, а искомые параметры  $n$ ,  $k$  не зависят от толщины слоя, то для их определения достаточно измерить значения двух экстремумов функции коэффициента отражения слоя. Получаемая при этом система двух трансцендентных уравнений решается относительно  $n$ ,  $k$  слоя. Данный способ применим как для слоев, толщина которых изменяется по площади слоя, так и для случая контроля оптических параметров слоев в процессе их получения. Систему трансцендентных уравнений можно решать графически. Для каждого из экстремумов с помощью уравнения (14) получается кривая  $n(k)$ , а пересечение двух кривых позволяет определить  $n$  и  $k$  слоя. Основным недостатком способа является низкая точность измерений при наличии в слоях трудноконтролируемого светорассеяния.

В некоторых случаях встречается задача измерения только одного показателя преломления в слоях переменной толщины. Это имеет место, например, при контроле профиля слоев по интерференционным полосам равной оптической толщины. Измерение координат полос позволяет построить профиль только оптической толщины слоя в любом его сечении, и поэтому для перехода к геометрической толщине необходимо дополнительное измерение показателя преломления слоя.

Рассмотрим способ измерения показателя преломления слоев, основанный на использовании интерференционных полос равной оптической толщины и их смещении при изменении угла падения [8] или длины волны освещающего слой излучения. Для получения расчетной зависимости используем рис. 38, на котором изображен в трех проекциях исследуемый слой и показано направление падающего на него светового пучка. Исследуемый слой  $l$  освещается пучком  $3(3')$  монохроматического света на длине волны  $\lambda_1(\lambda_2)$  под углом падения  $\epsilon_1(\epsilon'_1)$ . Толщина  $d$  слоя в сечении  $uoz$  является произвольной функцией координаты  $z$ . Оптическая разность хода  $\Delta$  интерферирующих лучей  $4(4')$  вычисляется по общеизвестной формуле:

$$\Delta(z) = 2d(z)\sqrt{n^2 - \sin^2 \epsilon_1} + \frac{\lambda_1}{2}, \quad (51)$$

где  $d(z)$  — толщина слоя;  $n$  — показатель преломления слоя.

При освещении слоя под углом  $\epsilon_1$  на длине волны  $\lambda_1$  на не-

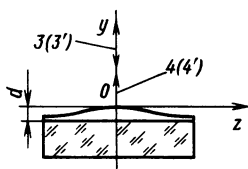
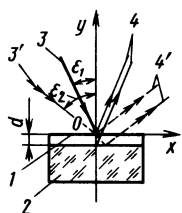
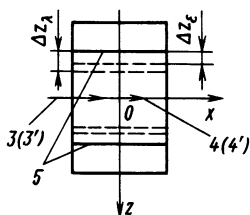


Рис. 38. Ориентация освещающего пучка относительно исследуемого слоя переменной толщины:

1 — слой переменной толщины; 2 — подложка; 3, 3' — лучи освещающего слой пучка; 4, 4' — interfering beams; 5 — интерференционные полосы



большом участке слоя возникают практически прямые интерференционные полосы, параллельные оси  $ox$ . Для выбранной полосы  $m$ -го порядка имеем уравнение

$$(m - 0,5)\lambda_1 = 2d(z)\sqrt{n^2 - \sin^2 \epsilon_1} \quad (52)$$

Если осветить слой по длине волны  $\lambda_1$  под углом падения  $\epsilon_1$ , полоса  $m$ -го порядка сместится относительно своего первоначального положения на величину  $\Delta z_\epsilon$ , что можно показать с помощью следующего уравнения:

$$(m - 0,5)\lambda_1 = 2[d(z) + d'(z)\Delta z_\epsilon]\sqrt{n^2 - \sin^2 \epsilon_1}, \quad (53)$$

где  $d'(z)$  — производная функции  $d(z)$ .

Угол падения целесообразно изменять в плоскости, параллельной интерференционным полосам в слое и перпендикулярной его наружной поверхности, что дает возможность не учитывать проекционные искажения. При дополнительном освещении слоя под углом падения  $\epsilon_1$  излучением на длине волны  $\lambda_2$  полоса  $m$ -го порядка сместится на величину  $\Delta z_\lambda$ . Если  $\lambda_2$  мало отличается от  $\lambda_1$ , например, при  $|\lambda_2 - \lambda_1|$ , равной 10–50 нм, дисперсией слоя можно пренебречь и для полосы  $m$ -го порядка в смещенном положении справедливо следующее функциональное равенство:

$$(m - 0,5)\lambda_2 = 2[d(z) + d'(z)\Delta z_\lambda]\sqrt{n^2 - \sin^2 \epsilon_1} \quad (54)$$

Умножив обе части уравнения (53) на  $\frac{\sqrt{n^2 - \sin^2 \epsilon_1}}{\sqrt{n^2 - \sin^2 \epsilon_1'}}$ ,

получим

$$\begin{aligned} (m - 0,5)\lambda_1 \sqrt{\frac{n^2 - \sin^2 \epsilon_1}{n^2 - \sin^2 \epsilon_1'}} &= \\ &= 2[d(z) + d'(z)\Delta z_\epsilon]\sqrt{n^2 - \sin^2 \epsilon_1}. \end{aligned} \quad (55)$$

Вычитая уравнение (52) из равенств (54) и (55), получим, соответственно, следующие два уравнения:

$$(m - 0,5)(\lambda_2 - \lambda_1) = 2d'(z)\Delta z_\lambda \sqrt{n^2 - \sin^2 \epsilon_1'} ; \quad (56)$$

$$\begin{aligned} (m - 0,5)\lambda_1 \left( \frac{\sqrt{n^2 - \sin^2 \epsilon_1'}}{\sqrt{n^2 - \sin^2 \epsilon_1}} - 1 \right) = \\ = 2d'(z)\Delta z_\epsilon \sqrt{n^2 - \sin^2 \epsilon_1} . \end{aligned} \quad (57)$$

Разделив уравнение (57) на (56) и решая полученное уравнение, имеем в результате следующую расчетную формулу для вычисления показателя преломления слоя:

$$n^2 = \frac{\left[ \frac{\lambda_2 - \lambda_1}{\lambda_1} \frac{\Delta z_\epsilon}{\Delta z_\lambda} + 1 \right]^2 \sin^2 \epsilon_1' - \sin^2 \epsilon_1}{\left[ \frac{(\lambda_2 - \lambda_1)}{\lambda_1} \frac{\Delta z_\epsilon}{\Delta z_\lambda} + 1 \right]^2 - 1} . \quad (58)$$

Если исследуемый слой имеет постоянную клиновидность ( $d'(z) = \text{const}$ ), то для определения показателя преломления достаточно выполнить измерение смещения ( $\Delta z_\epsilon$ ) полосы  $m$ -го порядка при переходе от угла  $\epsilon_1$  к углу  $\epsilon_1'$ . Формула (58) в этом случае преобразуется к виду [8]:

$$n^2 = \frac{\left[ 1 + \frac{\Delta z_\epsilon}{B(m - 0,5)} \right]^2 \sin^2 \epsilon_1' - \sin^2 \epsilon_1}{2 \frac{\Delta z_\epsilon}{B(m - 0,5)} + \left[ \frac{\Delta z_\epsilon}{B(m - 0,5)} \right]^2} , \quad (59)$$

где  $B$  — ширина интерференционных полос.

Входящий в формулу (59) порядок  $m$  интерференционной полосы может быть определен подсчетом числа полос от края слоя. Точностные возможности рассматриваемого способа зависят, в основном, от погрешности измерения смещений  $\Delta z_\epsilon$ ,  $\Delta z_\lambda$  интерференционных полос. Существующие фотоэлектрические устройства позволяют измерить эти смещения с погрешностью порядка 0,005 ширины полосы, что обеспечивает определение показателя преломления слоя с погрешностью менее 1%.

При реализации способа можно обеспечить равенство  $\Delta z_\epsilon = \Delta z_\lambda$ , что позволяет получить следующую упрощенную расчетную формулу:

$$n = \sqrt{\frac{\lambda_2^2 \sin^2 \epsilon_1' - \lambda_1^2 \sin^2 \epsilon_1}{\lambda_2^2 - \lambda_1^2}} . \quad (60)$$

В этом случае для определения  $n$  слоя выделяют полосу  $m$ -го порядка на исследуемом участке слоя при его освещении под углом  $\epsilon_1$  на длине волны  $\lambda_1$ , затем освещают слой на длине



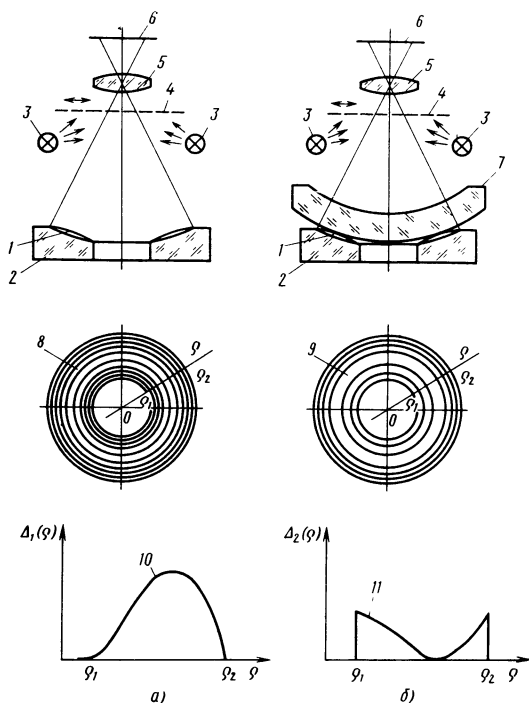


Рис. 39. Оптическая схема устройства для регистрации интерферограммы в слое и в зазоре между наружной поверхностью слоя и образцовой поверхностью пробного стекла:

$a$  — в слое;  $b$  — в зазоре; 1 — слой; 2 — подложка; 3 — источники света; 4 — рассеиватель с отверстиями; 5 — объектив; 6 — регистратор; 7 — пробное стекло; 8 — интерферограмма в слое; 9 — интерферограмма в зазоре; 10 — оптическая разность хода в слое; 11 — оптическая разность хода в зазоре

волны  $\lambda_1$  под углом  $\epsilon'_1$  и запоминают положение полосы  $m$ -го порядка, смещенной на величину  $\Delta z_\epsilon$ . Далее освещают слой под углом  $\epsilon_1$  и изменяют длину волны до величины  $\lambda_2$ , при которой соответствующее смещение  $\Delta z_\lambda$  равно  $\Delta z_\epsilon$ . Таким образом, смещения полос непосредственно не измеряются, а лишь обеспечивается равенство смещений при переходе от  $\epsilon_1$  к  $\epsilon'_1$  и от  $\lambda_1$  к  $\lambda_2$ .

Рассматриваемый способ может быть реализован как для технологического контроля асферирующих слоев в процессе их получения в вакууме, так и для аттестационного контроля слоев. В первом случае целесообразно использовать двухканальное устройство [А.с. 805141 (СССР)], обеспечивающее освещение слоя и наблюдение интерференционных полос при двух различ-

ных, но фиксированных углах падения. Изменение длины волны легко обеспечить с помощью набора узкополосных интерференционных светофильтров. Для аттестационного контроля в качестве базового прибора можно использовать любой выпускаемый промышленностью гониометр или эллипсометр, дополнив его элементами крепления исследуемого образца и набором светофильтров. В этом случае обеспечиваются любые углы падения светового пучка на исследуемый образец.

Для измерения показателя преломления слоев переменной толщины, нанесенных на сферические поверхности подложек, можно также использовать способ, основанный на измерении координат интерференционных полос в слое и в зазоре между наружной поверхностью слоя и образцовой поверхностью пробного стекла [А.с. 805145 (СССР)]. Сущность способа понятна из рис. 39. Показатель преломления слоя определяют в виде следующего отношения:

$$n = \frac{\Delta'_1(\rho)}{\Delta'_2(\rho)}, \quad (61)$$

где  $\Delta'_1$  — производная оптической разности хода в слое;  $\Delta'_2$  — производная оптической разности хода в зазоре.

## 5. КОНТРОЛЬ ПОГЛОЩЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

Большинство прозрачных веществ даже в тонких слоях обладает некоторым поглощением, особенно в коротковолновой области спектра. Незначительные потери на поглощение в ряде случаев не влияют на качество оптических покрытий. Однако в некоторых применениях, например, в интерференционных светофильтрах, элементах интегральной оптики и т.д., недопустимо даже небольшое поглощение. Наиболее простой способ оценки потерь на поглощение состоит в определении энергетических коэффициентов отражения  $R$  и пропускания  $T$  и вычисления коэффициента поглощения  $A$  по следующей формуле:

$$A = 1 - R - T. \quad (62)$$

Выявить наличие поглощения и оценить приближенное значение коэффициента поглощения можно также по затуханию интерференционных экстремумов с ростом толщины слоя. Однако указанные приближенные способы не позволяют определить небольшие значения  $A$ .

Для количественной оценки малых потерь на поглощение разработан способ [9], сущность которого поясняется с помощью

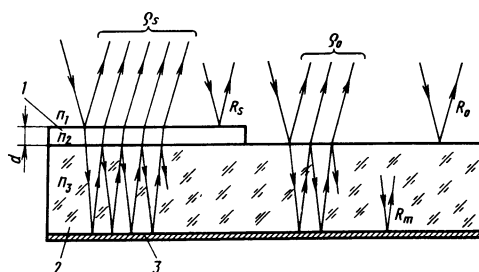


Рис. 40. Схема определения коэффициента поглощения слоя:  
1 — слой; 2 — подложка; 3 — высокоотражающий слой

рис. 40. На половину поверхности прозрачной подложки наносят испытуемый слой. Обратную сторону подложки покрывают высокоотражающим слоем серебра или алюминия. Измеряют коэффициенты отражения подложки без слоя  $\rho_0$  и со слоем  $\rho_s$  при падении света, близком к нормальному. Свет, падающий на поверхность подложки со слоем, дважды проходит через него и поэтому в первом приближении потери на поглощение слоя  $A_s$  можно определить по следующей формуле:

$$2A_s = \rho_0 - \rho_s. \quad (63)$$

Точные выражения для  $\rho_0$  и  $\rho_s$  можно получить методом суммирования многократно отраженных лучей. В предположении малого поглощения в подложке коэффициент поглощения  $A_s$  слоя с высоким показателем преломления можно вычислить по более точной формуле:

$$A_s = \frac{(\rho_0 - \rho_s) - \epsilon^2 \left( \frac{R_0}{1 - R_0} - \frac{R_s}{1 - R_s} \right)}{2 \left[ 1 - \epsilon \left( \frac{1}{1 - R_s} \right) \right]}, \quad (64)$$

где  $R_0$  — коэффициент отражения границы воздух — подложка;  $R_s$  — коэффициент отражения исследуемого слоя;  $\epsilon = 1 - R_m \beta^2$ ,  $R_m \approx 1$  — коэффициент отражения слоя металла; здесь  $\beta \approx 1$  — пропускание подложки.

Для слоев с низким показателем преломления  $R_s$  мало, величиной  $\epsilon^2$  можно пренебречь и формула для вычисления  $A_s$  принимает вид:

$$A_s \approx (\rho_0 - \rho_s) / [2(1 - \epsilon)]. \quad (65)$$

После определения коэффициентов отражения  $R_0$ ,  $R_s$  и  $R_m$  поверхности подложки без слоя, с исследуемым слоем и со

слоем металла, соответственно, а также после измерения разности  $\rho_0 - \rho_s$  коэффициент поглощения слоя  $A_s$  вычисляют по формуле (64) или (65). Измерения проводят в монохроматическом свете для выбранной спектральной области, причем небольшие отклонения угла падения от нормали не имеют значения. Полученное значение  $A_s$  дает возможность оценить показатель поглощения  $\alpha$  покрытия (при малых  $\alpha d$ ) по следующей формуле:

$$\alpha = A_s / [(1 - R_s)d]. \quad (66)$$

Рассмотренный способ применяли для оценки поглощения в слоях криолита, сульфида цинка, двуокиси титана и др. При измерениях коэффициентов отражения с погрешностью  $\pm 1\%$  сходимость результатов при определении  $A_s$  несколько меньше ( $\sim 0,6\%$ ). Минимально измеренные значения главного показателя поглощения  $k$  слоев составляют  $\sim 5 \cdot 10^{-3}$ .

## ГЛАВА 4

### ОДНОВРЕМЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЛЩИНЫ И ОПТИЧЕСКИХ ПОСТОЯННЫХ

Большое количество оптических способов позволяет определить толщину и оптические постоянные слоя одновременно. В основе этих способов лежит измерение коэффициентов отражения и пропускания слоя, а также скачков фазы световой волны при различных состояниях поляризации освещающего пучка или нескольких углах падения пучка на поверхность слоя. Широкое распространение в последние годы получили способы измерения толщины и оптических констант слоев, основанные на измерении параметров распространяющихся в них волноводных мод.

#### 1. ЭЛЛИПСОМЕТРИЯ

Эллипсометрический метод определения толщины и оптических постоянных слоев на диэлектрических, полупроводниковых и металлических подложках основан на измерении изменений состояния поляризации монохроматического поляризованного светового пучка при его отражении от системы слой — подложка или прохождении через нее. Эллипсометрия является наиболее точным методом измерения параметров тонких (толщиной 10 — 100 нм) и сверхтонких (толщиной от десятых долей до нескольких нанометров) слоев, контроля равнотолщинности и однородности слоев по площади, а также изучения процессов роста слоев

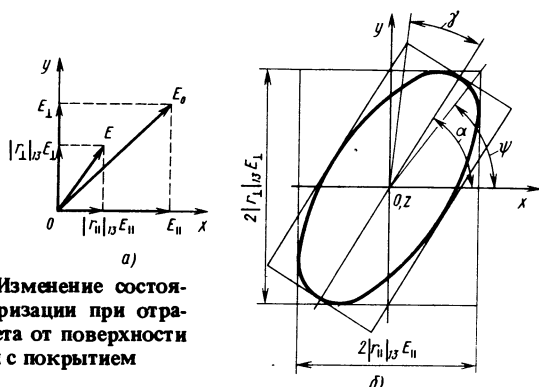


Рис. 41. Изменение состояния поляризации при отражении света от поверхности подложки с покрытием

[9, 14, 17]. Тонкие и сверхтонкие слои, например, окисные слои на поверхностях полупроводников широко используются в полупроводниковой микро- и оптоэлектронике.

Теория эллипсометрического метода базируется на использовании формул Френеля. Пусть на слой, нанесенный на подложку, падает параллельный пучок линейно поляризованного света с амплитудой  $E_0$  (рис. 41, а). Проекции  $E_0$  на плоскость падения и плоскость, ей перпендикулярную, составляют  $E_{\parallel}$  и  $E_{\perp}$ . Так как амплитудные коэффициенты отражения системы слой — поверхность подложки  $(r_{\parallel})_{13}$ ,  $(r_{\perp})_{13}$  в общем случае поглощающего слоя на произвольной подложке являются различными комплексными величинами, то амплитуда напряженности электрического поля ( $E_r$ ) отраженного пучка имеет другую величину и ориентацию, а отраженный пучок становится эллиптически поляризованным (рис. 41, б).

Для описания изменения состояния поляризации при отражении от системы слой — поверхность подложки используется основное уравнение эллипсометрии, которое обычно записывается в виде:

$$\frac{(r_{\parallel})_{13}}{(r_{\perp})_{13}} = \operatorname{tg} \psi e^{i\Delta}, \quad (67)$$

где  $\operatorname{tg} \psi = \left| \frac{(r_{\parallel})_{13}}{(r_{\perp})_{13}} \right|$ ;  $\Delta = (\delta\varphi_{\parallel})_{13} - (\delta\varphi_{\perp})_{13}$ ; здесь  $(\delta\varphi_{\parallel})_{13}$  и  $(\delta\varphi_{\perp})_{13}$  — скачки фазы световой волны при отражении для соответствующей поляризации падающей волны.

Угла  $\psi$  и  $\Delta$ , характеризующие относительный коэффициент отражения, обычно называются поляризационными углами или эллипсометрическими параметрами. Через формулы Френеля

(1), (5) параметры  $\psi$  и  $\Delta$  связаны неявными математическими зависимостями с показателем преломления  $n_1$  окружающей среды, физическими характеристиками слоя  $d_2$ ,  $n_2$ ,  $\kappa_2$  и подложки  $n_3$ ,  $\kappa_3$ , длиной световой волны  $\lambda$  и углом падения  $\epsilon$ . Эту связь можно записать в виде следующей системы двух уравнений:

$$\left. \begin{aligned} \psi &= f_1(n_1, d_2, n_2, \kappa_2, n_3, \kappa_3, \epsilon, \lambda); \\ \Delta &= f_2(n_1, d_2, n_2, \kappa_2, n_3, \kappa_3, \epsilon, \lambda). \end{aligned} \right\} \quad (68)$$

В простейшем случае прозрачного слоя при известных параметрах подложки и фиксированных  $\epsilon$  и  $\lambda$  поляризационные углы  $\psi$  и  $\Delta$  представляют собой периодические функции с периодом  $D = \lambda / (2 \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \epsilon})$ . Поэтому между значениями углов  $\psi$  и  $\Delta$  и параметрами слоя  $n_2$ ,  $d_2$  в пределах интервала толщин  $0 \leq d_2 \leq D$  существует взаимно-однозначное соответствие. Систему уравнений (68) обычно решают численными методами относительно  $d_2$  и  $n_2$  слоя. Для сверхтонких слоев ( $d_2 \ll \lambda$ ) вместо точных уравнений (68) можно пользоваться соответствующими приближениями [17], полученными на основе разложения в ряд основного эллипсометрического уравнения. Погрешность определения толщины и показателя преломления по приближенным уравнениям зависит от оптических параметров подложки и составляет 10 %.

При произвольной толщине слоев ее значение определяют с точностью до периода интерференции, который должен быть известен из других измерений, а метод эллипсометрии используют для уточнения значения толщины. На практике удобно пользоваться системой графиков, рассчитанных и построенных заранее для различных наборов  $d_2$ ,  $n_2$ . Примеры таких графиков для кремниевой подложки показаны на рис. 42, 43 [14]. В случае поглощающих слоев зависимости  $\psi(d_2)$  и  $\Delta(d_2)$  теряют свою периодичность и соответствующая кривая плоскости ( $\psi - \Delta$ ) приобретает форму спирали, что в принципе позволяет определять однозначно любую толщину слоя при известных его оптических постоянных.

Измерения двух эллипсометрических параметров недостаточно для

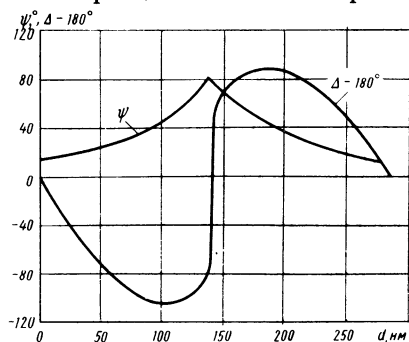


Рис. 42. Кривые для определения толщины слоя известного показателя преломления ( $n_2 = 1,45$ ) на кремниевой подложке при  $\epsilon = 70^\circ$

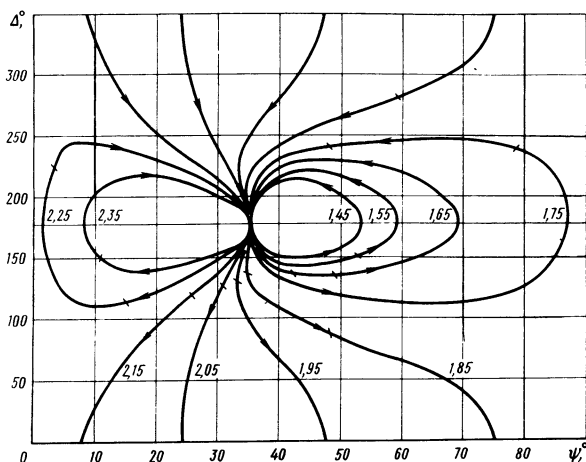


Рис. 43. Диаграмма  $\Delta - \psi$  для диэлектрических слоев на поверхности кремния

определения толщины  $d_2$  и оптических постоянных  $n_2, \kappa_2$  поглощающего слоя при неизвестных оптических постоянных  $n_3, \kappa_3$  подложки. Существуют три общих метода увеличения числа эллипсометрических измерений: использование слоев различной толщины, освещение одного слоя под различными углами, выполнение измерений для одного слоя в различных средах с известными показателями преломления, например, в воздухе и бензоле. Наиболее удобным является способ освещения одного слоя под различными углами. Оптимальный выбор необходимых углов освещающего слой светового пучка позволяет получить систему уравнений, решение которой с использованием метода наименьших квадратов значительно повышает точность определения параметров слоя. Однако эллипсометрические измерения в разных средах и при различных толщинах также полезны, например, при определении  $n_2, \kappa_2$  прозрачных слоев на металлических подложках при одновременном определении параметров подложки.

Определение  $d_2, n_2, \kappa_2$  слоя по измеренным величинам  $\psi$  и  $\Delta$  на двух и более углах падения можно выполнить, например, на ЭВМ по программе "Поиск", разработанной в Институте физики полупроводников СО АН СССР [17]. В основе этой программы лежит использование комплекта номограмм, связывающих пары значений  $\psi, \Delta$  с  $d_2, n_2$  при двух углах падения и различных условных значениях главного показателя поглощения  $\kappa_2$ . По измеренным при двух углах падения  $\psi$  и  $\Delta$  находят услов-

ные толщины и показатели преломления, соответствующие различным  $\kappa_2$ . При некотором  $\kappa_2$ , совпадающем с его истинным значением, толщины и показатели преломления слоя, полученные при двух углах падения, совпадают. Существенным моментом при определении параметров слоев с помощью программы "Поиск" является правильный выбор области изменения этих параметров. Привлечение любых дополнительных условий сводится фактически к ограничению объема пространства ( $n_2, \kappa_2, d_2$ ), внутри которого ведется поиск решения, что уменьшает число ложных решений, хотя полностью неоднозначность решения не устраняет.

Применительно к различным частным случаям слоев и подложек разработан ряд специальных методик эллипсометрических измерений. Большое внимание уделяют эллипсометрическому исследованию диэлектрических и полупроводниковых слоев на металлических подложках. При отсутствии поглощения слоем в небольшой области спектра, что часто имеет место для полупроводниковых слоев в красной или ИК областях спектра, эллипсометрические параметры  $\psi, \Delta$  можно измерять для различных  $\lambda$  при фиксированных углах падения. В области прозрачности по измеренным величинам  $\psi, \Delta$  однозначно определяются параметры  $d_2, n_2$  слоя. В области поглощения измеренные  $\Delta$  и  $\psi$  удобно представить в виде графиков  $\Delta(\kappa_2)$  и  $\text{tg}^2 \psi(\kappa_2)$  для ряда показателей преломления. Анализ точек пересечения этих кривых позволяет определить единственную пару значений  $n_2, \kappa_2$  слоя на любой длине волны.

Эллипсометрические измерения параметров слоев выполняются с помощью приборов, называемых эллипсометрами. В большинстве случаев в силу практических удобств эллипсометрические измерения выполняются в отраженном свете, хотя теоретические возможности эллипсометрии в проходящем свете не менее широки. Два возможных варианта оптической схемы эллипсометра представлены на рис. 44, 45. В одной из схем (рис. 44) компенсатор (обычно четвертьволновая пластина) расположен в плече, содержащем источник света. Схему часто

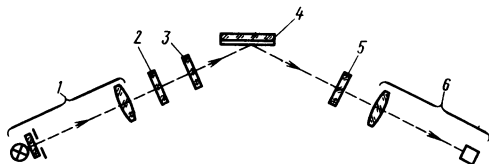


Рис. 44. Оптическая схема эллипсометра PKSA:

1 — осветитель; 2 — поляризатор; 3 — компенсатор; 4 — образец со слоем; 5 — анализатор; 6 — детектор излучения



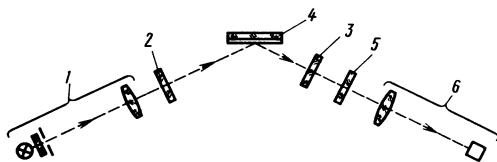


Рис. 45. Оптическая схема эллипсометра PSKA

обозначают PKSA (поляризатор — компенсатор — образец — анализатор). Возможно также использование измерительной схемы с компенсатором в одном плече с анализатором отраженного от пленки света (PSKA, рис. 45).

Поляризатор позволяет выбрать плоскость поляризации освещающего слой светового пучка. Компенсатор компенсирует эллиптическую поляризацию, создаваемую исследуемым слоем. Анализатор служит для гашения входящего в него линейно-поляризованного света. В процессе измерения один из поляризационных элементов, например, поляризатор или компенсатор остается фиксированным, а два других вращаются вокруг оптической оси до момента гашения отраженного от слоя светового пучка (нулевой метод измерения). По углам поворота (положениям гашения) вращающихся элементов относительно плоскости падения (азимутам) определяются эллипсометрические параметры  $\Delta$  и  $\psi$ . Возможны также более сложные ненулевые методы, основанные на непосредственном измерении интенсивности рабочего светового пучка на выходе эллипсометра.

Прохождение света через компенсатор существенно зависит от положения его главных осей. Одну из них, соответствующую меньшему показателю преломления и, следовательно, большей фазовой скорости волны, называют быстрой осью. Вторая главная ось компенсатора называется медленной осью. Оси эллипса световой волны должны совпасть с главными осями компенсатора. Только в этом случае на анализатор поступает линейно-поляризованный свет и возможно его полное гашение. Указанное совпадение можно осуществить поворотом поляризатора относительно компенсатора и наоборот.

Для эллипсометрической схемы измерений по нулевому методу существуют 32 независимые комбинации угловых положений поляризатора и анализатора при неподвижном компенсаторе, обеспечивающих гашение светового пучка. Число комбинаций можно уменьшить до 8 без заметного ухудшения точности измерений, выбирая два фиксированных азимута компенсатора:  $+45^\circ$  и  $-45^\circ$ . Методика определения параметров  $\Delta$  и  $\psi$  по угловым положениям  $P$ ,  $K$  и  $A$  содержится во многих работах [17].

Эллипсометрические параметры могут быть также определены по результатам измерений азимута поляризации, отраженного от слоя светового пучка для двух значений азимута падающего на слой линейно-поляризованного света. В принципе возможны и уже реализованы нулевые методы, в которых состояние гашения света достигается свободным вращением только одного оптического элемента и варьированием одного из внешних параметров (угла падения или показателя преломления внешней среды).

Эллипсометры для исследования тонких слоев в УФ, видимой и ИК областях спектра выпускаются отечественной (ЛЭФ-2, ЛЭФ-3, ЛЭФ-3М, ЛЭМ-2 и др.) и зарубежной промышленностью. Применяется как вертикальная, так и горизонтальная компоновка осветительной и регистрирующей ветвей.

Погрешность угловых отсчетов  $P$  и  $A$  в эллипсометрах не превышает  $1'$ , угол падения определяется с погрешностью менее  $20''$ . Современные эллипсометры, как правило, снабжены микрокомпьютерами, позволяющими полностью автоматизировать обработку результатов измерений. Конструкции отечественных и зарубежных эллипсометров обычно обеспечивают изменение угла падения света на образец в пределах  $45 - 90^\circ$ . С учетом требований микроэлектроники эллипсометры дают возможность производить локальные измерения параметров слоя на участках его поверхности до  $10 \times 10$  мкм.

Перед проведением измерений необходимо выполнить юстировку эллипсометра, которая, в основном, сводится к точному определению отсчетов лимбов поляризатора и анализатора, отвечающих пропусканию этих элементов в плоскости падения света на образец и в плоскости, ей перпендикулярной, а также включает определение положения лимба компенсатора, при котором его быстрая ось совпадает с одной из этих плоскостей. Точность измерения параметров слоев на эллипсометре определяется преимущественно точностью измерения величин  $\psi$  и  $\Delta$ . Суммарная погрешность определения толщины для слоев в диапазоне толщин  $100-200$  нм составляет  $\pm 5$  нм, а при измерении показателя преломления относительная погрешность примерно равна  $1\%$ . Следует также отметить, что при малых толщинах ( $d \ll 20$  нм) совместное определение толщины и показателя преломления практически невозможно из-за большой погрешности в определении этих параметров. Поэтому для точного определения толщины слоя его показатель преломления должен быть известен.

## 2. ПОЛЯРИМЕТРИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Поляриметрические измерения толщины и оптических постоянных тонких слоев базируются на использовании поляризованного света и различных специальных приемов, позволяющих найти параметры слоев без непосредственного определения эллипсометрических углов  $\psi$  и  $\Delta$ . Рассмотрим поляриметрический способ определения толщины и показателя преломления прозрачных слоев, основанный на том, что линейно-поляризованный свет, падающий на прозрачный слой на прозрачной подложке, после отражения остается линейно-поляризованным только для дискретного набора углов падения [28]. Теория способа базируется на анализе формулы (1) для амплитудного коэффициента отражения применительно к случаю прозрачного слоя на поверхности прозрачной подложки. Амплитудный коэффициент отражения, являющийся в общем случае комплексным, становится действительной величиной при выполнении следующего соотношения:

$$\exp 2i\beta = \pm 1, \quad (69)$$

$$\text{где } \beta = \frac{2\pi}{\lambda} n_2 d_2 \cos \epsilon_2 = \frac{2\pi}{\lambda} d_2 \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \epsilon_1}.$$

Соотношение (69) справедливо, если

$$\frac{2d_2}{\lambda} \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \epsilon_1, m} = \frac{m}{2}, \quad (70)$$

где  $m$  — целое число.

Для любой пары углов падения  $\epsilon_{1, m}$  и  $\epsilon_{1, m+1}$ , удовлетворяющих условию (70), можно образовать систему двух уравнений, которую можно решить относительно искомого толщины и показателя преломления слоя при условии, что коэффициент  $m$  известен. Измерив три угла  $\epsilon_{1, m-1}$ ,  $\epsilon_{1, m}$ ,  $\epsilon_{1, m+1}$ , можно определить коэффициент  $m$  по следующей формуле [28]:

$$m = \frac{\sin^2 \epsilon_{1, m-1} - \sin^2 \epsilon_{1, m+1}}{4 \sin^2 \epsilon_m - 2(\sin^2 \epsilon_{1, m-1} + \sin^2 \epsilon_{1, m+1})}. \quad (71)$$

На углах  $\epsilon_{1, m}$  при четных  $m$  свет отражается от системы слоев — поверхность подложки как и при отсутствии слоя.

Это можно использовать для определения показателя преломления  $n_2$  слоя по результатам измерения азимута поляризации падающего и отраженного света на одном угле  $\epsilon_{1, m}$ . Результаты этих измерений позволяют получить отношение  $(r_{\parallel})_{13}/(r_{\perp})_{13} = \tan \psi$  и вычислить показатель преломления слоя по следующей формуле:

$$n_2 = n_1 \sin \epsilon_{1, m} [1 + \operatorname{tg}^2 \epsilon_{1, m} \operatorname{tg}^2 (\psi \pm \frac{\pi}{4})], \quad (72)$$

где  $\pm$  соответствует случаям  $\epsilon_{1, m} < \epsilon_{1, \text{Бр}}$  и  $\epsilon_{1, m} > \epsilon_{1, \text{Бр}}$ , соответственно;  $\epsilon_{1, \text{Бр}}$  — угол Брюстера.

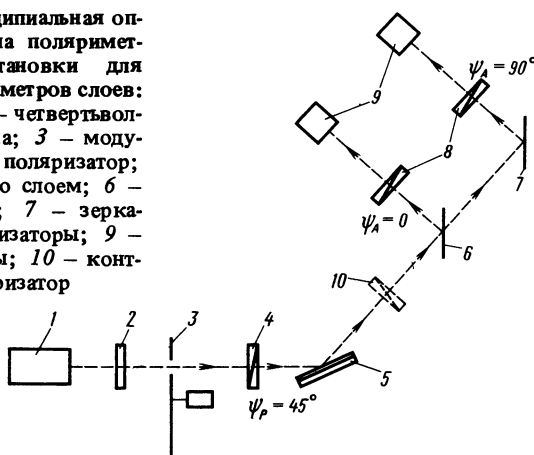
Экспериментально углы  $\epsilon_{1, m}$  можно определить на эллипсометре при фиксированном положении поляризатора (или анализатора) с любым углом азимута, не равным 0 или  $\pi/2$ . Полное гашение отраженного от слоя света достигается изменением угла падения и поворотом анализатора (или поляризатора). Способ

применим для слоев, толщина которых превышает  $\frac{\lambda}{4n_2}$ , причем малое поглощение слоев практически не влияет на окончательный результат.

В качестве второго примера поляриметрических измерений рассмотрим контроль оптических параметров слоев непосредственно в процессе их наращивания на полупроводниковой подложке. Идея способа основана на измерении временной зависимости азимута поляризации  $\psi(t)$ , снимаемой в ходе выращивания диэлектрического слоя [3]. Соответствующая принципиальная схема поляриметрической установки представлена на рис. 46. Работа устройства сводится к измерению интенсивности отраженного от исследуемого слоя света при двух ортогональных поляризациях, что обеспечивается с помощью анализаторов 8.

Изменение азимута поляризации  $\psi(t, d_2, n_2, n_3, \kappa_3)$  по мере увеличения толщины слоя ( $d_2$ ) носит периодический характер, причем экстремальные значения  $\psi_{\max}$  и  $\psi_{\min}$  не зависят от толщины слоя. Значение  $\psi_{\max}$  можно использовать для оценки по-

Рис. 46. Принципиальная оптическая схема поляриметрической установки для контроля параметров слоев: 1 — лазер; 2 — четвертьволновая пластина; 3 — модулятор; 4 — поляризатор; 5 — образец со слоем; 6 — светоделитель; 7 — зеркало; 8 — анализаторы; 9 — фотодетекторы; 10 — контрольный поляризатор



казателя преломления слоя, а  $\psi_{\min}$  — для одного из параметров подложки ( $n_3$  или  $\kappa_3$ ). После определения  $n_2$  и  $n_3$  текущую толщину ( $d_2$ ) наносимого слоя можно однозначно определить по текущему значению  $\psi(t)$ . Экспериментальное апробирование измерительной установки показало, что погрешность измерения  $d_2$  не превышала  $\pm(0,2 - ,06)$  нм для естественного слоя окисла на кремнии перед процессом нанесения при толщинах от  $\sim 1$  нм до  $\sim 3$  нм и  $\pm 6$  нм для толщин выращиваемых слоев  $\sim 150$  нм. Погрешность в определении  $n_2$  не превышала 1 %.

### 3. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ КОЭФФИЦИЕНТОВ ОТРАЖЕНИЯ И ПРОПУСКАНИЯ ПОДЛОЖКИ С ПОКРЫТИЕМ

Одновременное измерение энергетических коэффициентов отражения и пропускания подложки с исследуемым слоем позволяет определить толщину и оптические постоянные слоя [37]. Данный способ предусматривает использование качественной плоскопараллельной подложки с известными параметрами. Система слой — подложка освещается с двух сторон параллельными пучками монохроматического излучения, идущими в направлении нормалей к поверхности слоя и имеющими комплексные амплитуды  $E_1$  и  $E_4$ , соответственно (рис. 47). В результате по разные стороны образца со слоем идут световые волны с комплексными амплитудами  $E'_1$  и  $E'_4$ . Волна с амплитудой  $E'_1$  образуется при суммировании части волны  $E_1$ , отраженной от образца со слоем, и части волны  $E_4$ , прошедшей через образец. Соответственно, волна  $E'_4$  есть сумма части волны  $E_1$ , прошедшей через образец, и части волны  $E_4$ , отраженной от него.

Один из возможных вариантов схемы устройства для измерения параметров слоев представлен на рис. 48. Сигналы с фотоприемников 9, 10 подаются на X, Y клеммы измерительного осциллографа. Зеркало 4 закреплено на пьезоэлектрическом модуляторе, с помощью которого фаза волны  $E_4$  изменяется по синусоидальному закону. В результате на клеммы X, Y измерителя приходят синусоидальные сигналы, амплитуды, фазы и постоянные составляющие которых связаны с параметрами слоя ( $d_2$ ,  $n_2$ ,  $\kappa_2$ ). На экране измерительного осциллографа высвечивается эллипс (рис. 49), ориентация, эллиптичность и координаты центра которого однозначно определяют указанные выше парамет-

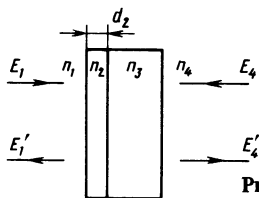


Рис. 47. Двустороннее освещение образца со слоем

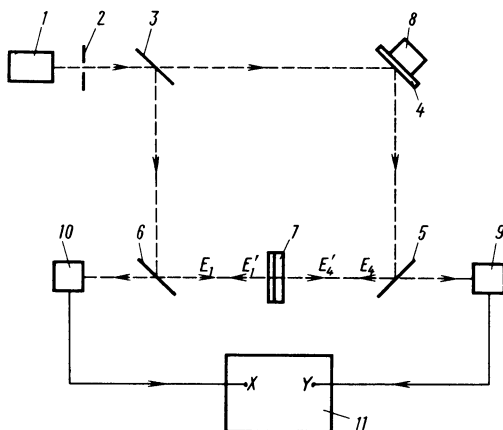


Рис. 48. Схема устройства для измерения параметров слоев:

1 – лазер; 2 – диафрагма; 3, 5, 6 – светоделители; 4 – зеркало; 7 – образец со слоем; 8 – пьезоэлектрический модулятор; 9, 10 – фотоприемники; 11 – измерительный осциллограф

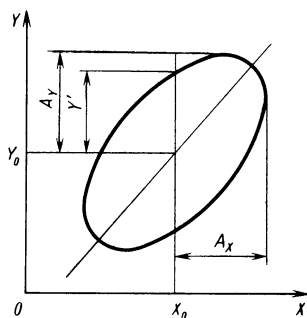


Рис. 49. Измеряемые параметры эллипса, наблюдаемого на экране измерительного осциллографа

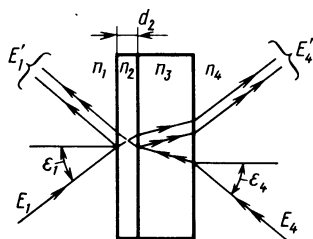


Рис. 50. Освещение образца со слоем под произвольным углом падения

ры. При этом экспериментально достаточно определить только относительные величины амплитуд  $A_y/A_x$  и координат  $Y_0/X_0$  центра эллипса, а также отношение  $Y'/A_y$ , которое задает фазовый угол. Уравнения, связывающие параметры эллипса и исследуемого слоя, являются трансцендентными и их решение требует применения ЭВМ [37].

В рассматриваемом способе можно использовать освещение слоя под произвольным углом падения (рис. 50). Как и в случае нормального падения, измеряется отношение интенсивностей света  $I'_1 = |E'_1|^2$  и  $I'_4 = |E'_4|^2$ . При модуляции фазы световой вол-

ны  $E'_4$  (или  $E'_1$ ) сигналы, пропорциональные  $I'_1$  и  $I'_4$  и поданные на клеммы  $X, Y$  измерительного осциллографа, позволяют получить эллипс, параметры которого однозначно связаны с параметрами слоя.

Способ применим для анализа тонких слоев при толщинах  $d_2 < 20$  нм. Его достоинствами являются высокая чувствительность к поглощению, возможность извлечения информации о всех параметрах слоя из одного измерения, достаточность измерения только относительных величин, постоянство поляризации излучения в измерениях и возможность самокалибровки экспериментальных установок. Ограничением применимости способа является требование прозрачности подложек. Измерение параметров пленок  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{In}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgF}_2$ , а также металлических пленок  $\text{Al}$  подтвердили достоинства способа.

Измерение коэффициентов пропускания и отражения при различных углах падения и двух ортогональных поляризациях позволяет определить параметры как однослойных, так и многослойных структур.

#### 4. МЕТОДЫ ПЕРЕМЕННОГО УГЛА ПАДЕНИЯ

Широкое распространение при определении толщины и оптических постоянных тонких слоев получили методы, основанные на освещении исследуемого слоя под различными углами падения. Основной из этих методов, называемый в научно-технической литературе VAMFO (Variable Angle Monochromatic Fringe Observation), включает определение углового положения интерференционных экстремумов в отраженном от слоя свете [19]. Рассмотрим сущность метода VAMFO применительно к определению толщины и показателя преломления прозрачного однородного слоя. Оптическая разность хода (51) световых лучей в слое зависит от угла падения и при его изменении в отраженном от слоя свете будут возникать чередующиеся максимумы и минимумы интенсивности света. Для двух интерференционных экстремумов различных порядков, соответствующих двум углам падения  $\epsilon_1, \epsilon'_1$  можно записать следующую систему двух уравнений:

$$\left. \begin{aligned} 2d_2 \sqrt{n_2^2 - \sin^2 \epsilon_1} &= m\lambda; \\ 2d_2 \sqrt{n_2^2 - \sin^2 \epsilon'_1} &= m'\lambda, \end{aligned} \right\} \quad (73)$$

где  $d_2, n_2$  — толщина и показатель преломления слоя;  $m, m'$  — порядки интерференционных экстремумов.

Система уравнений (73) элементарно решается относительно толщины слоя в следующем виде:

$$d_2 = \frac{(m - m')\lambda}{2(\sqrt{n_2^2 - \sin^2 \epsilon_1} - \sqrt{n_2^2 - \sin^2 \epsilon_1'})}. \quad (74)$$

Величина  $(m - m')$ , входящая в формулу (74), равна числу интерференционных экстремумов, образующихся в диапазоне углов падения от  $\epsilon_1$  до  $\epsilon_1'$ . Для определения показателя преломления формулу (74) подставляют в одно из уравнений (73), в результате чего получают следующее неявное относительно  $n_2$  уравнение:

$$m = (m - m') \frac{\sqrt{n_2^2 - \sin^2 \epsilon_1}}{\sqrt{n_2^2 - \sin^2 \epsilon_1} - \sqrt{n_2^2 - \sin^2 \epsilon_1'}}. \quad (75)$$

Порядок  $m$  можно определить, установив его связь с порядком, соответствующим  $\epsilon_1 = 0$  и определяемым путем подсчета числа интерференционных полос от края слоя. Если этот порядок определить невозможно, то фиксируют угловые положения интерференционных экстремумов в некотором диапазоне углов от  $\epsilon_1$  до  $\epsilon_1'$ . Затем подбирают показатель преломления слоя таким образом, чтобы интерференционному максимуму соответствовало целое значение порядка, а интерференционному минимуму — полуцелое значение. Пример нескольких итераций подбора показателя преломления представлен в табл. 2. Данная методика подбора показателя преломления обеспечивает относительную погрешность менее 0,2 %.

Если слой слишком тонкий и невозможно наблюдать достаточное изменение порядка интерференции при изменении угла падения в возможном диапазоне, то для получения двух экстремумов необходимо использовать излучение на различных дли-

Таблица 2

Интерференционные экстремумы	$\epsilon_1, ^\circ$	$n_2 = 1,460$		$n_2 = 1,477$		$n_2 = 1,476$	
		$\sqrt{n_2^2 - \sin^2 \epsilon_1}$	$m$	$\sqrt{n_2^2 - \sin^2 \epsilon_1}$	$m$	$\sqrt{n_2^2 - \sin^2 \epsilon_1}$	$m$
min	14,8	0,9846	12,18	0,9850	12,50	0,9849	12,49
max	28,5	0,9451	11,69	0,9463	12,01	0,9463	12,00
min	38,7	0,9037	11,18	0,9059	11,50	0,9059	11,49
max	47,2	0,8645	10,70	0,8678	11,01	0,8677	11,00
min	56,1	0,8227	10,18	0,8271	10,50	0,8269	10,49



нах волн. Система уравнений (73) в этом случае может быть переписана в следующем виде:

$$\left. \begin{aligned} 2d_2 \sqrt{n_2^2 - \sin^2 \epsilon_1} &= m\lambda_1; \\ 2d_2 \sqrt{(n_2 + \Delta n)^2 - \sin^2 \epsilon_1'} &= m'\lambda_2. \end{aligned} \right\} \quad (76)$$

При близких длинах волн  $\lambda_1, \lambda_2$  дисперсия слоя  $\Delta n$  обычно мала и известна. Пренебрегая величиной  $(\Delta n)^2$ , из системы уравнений (76) можно получить следующую формулу для вычисления показателя преломления слоя:

$$n_2 = \sqrt{\frac{\Lambda \sin^2 \epsilon_1' - \sin^2 \epsilon_1}{\Lambda - 1}} - \frac{\Lambda \Delta n}{\Lambda - 1}, \quad (77)$$

где  $\Lambda = \left(\frac{m\lambda_1}{m'\lambda_2}\right)^2$ .

С учетом возможности использования нескольких длин волн метод VAMFO может применяться для слоев, толщина которых изменяется от единиц нанометров до нескольких микрометров.

В других работах [35] метод VAMFO получил дальнейшее развитие. Дополнительно к угловому положению интерференционных экстремумов учитывают их интенсивность. Формулу для вычисления экстремальных значений интенсивности можно получить дифференцированием по  $d$  формулы (6) для энергетического коэффициента отражения слоя и приравниванием производной нулю. В результате имеем

$$R_{13, \text{экс}} = \left[ \frac{r_{12} + (-1)^m r_{23}}{1 + (-1)^m r_{12} r_{23}} \right]^2, \quad (78)$$

где  $r_{12}, r_{23}$  — амплитудные коэффициенты отражения границ слоя, вычисляемые по формулам (5).

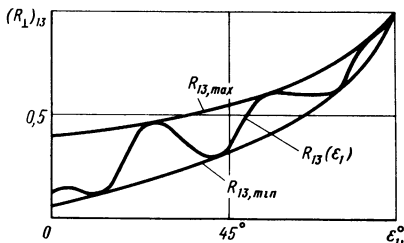
Если  $R_{13, \min}$  и  $R_{13, \max}$  изобразить в виде графиков от угла падения ( $\epsilon_1$ ), то получаются кривые, огибающие кривую  $R_{13}(\epsilon_1)$  (рис. 51). При четных  $m$  из формулы (78) с учетом формул Френеля (5) можно получить следующие зависимости:

$$(R_{\perp})_{13, \text{чет}} = \left( \frac{n_1 \cos \epsilon_1 - n_3 \cos \epsilon_3}{n_1 \cos \epsilon_1 + n_3 \cos \epsilon_3} \right)^2; \quad (79)$$

$$(R_{\parallel})_{13, \text{чет}} = \left( \frac{n_3 \cos \epsilon_1 - n_1 \cos \epsilon_3}{n_3 \cos \epsilon_1 + n_1 \cos \epsilon_3} \right)^2. \quad (80)$$

Величины  $R_{13, \text{чет}}$  для обеих поляризаций соответствуют  $R_{13, \min}$  или  $R_{13, \max}$ , что зависит от соотношения показателей преломления слоя ( $n_2$ ) и подложки ( $n_3$ ) [35]. Правые части формул (79), (80) не зависят от показателя преломления слоя и

Рис. 51. Пример зависимости энергетического коэффициента отражения от угла падения для света, поляризованного перпендикулярно плоскости падения (при  $n_2 < n_3$ )



поэтому данные формулы можно использовать для определения показателя преломления подложки. Для этого на экспериментально полученный график  $R_{13}(\epsilon_1)$  наносят кривую  $R_{13, \text{чет}}(\epsilon_1)$ , полученную расчетным путем по одной из формул (79), (80) при некотором значении  $n_3$ . Затем подбирают  $n_3$  до тех пор, пока не будет обеспечено касание кривой  $R_{13, \text{чет}}(\epsilon_1)$  экспериментального графика  $R_{13}(\epsilon_1)$ . Соответствующее значение  $n_3$  является показателем преломления подложки.

Показатель преломления слоя  $n_2$  определяют по аналогичной методике. Подставив в формулу (78) нечетные  $m$ , можно получить формулы для  $R_{13, \text{неч}}$ , зависящие от  $n_2$ . Значение  $n_2$  подбирают до тех пор, пока соответствующая ему кривая  $R_{13, \text{неч}}(\epsilon_1)$  не будет касаться экспериментально полученной кривой  $R_{13}(\epsilon_1)$ . Толщину слоя, как это указывалось ранее, можно определить по формуле (74). При использовании света, поляризованного в плоскости падения, показатель преломления слоя можно также определить по углу Брюстера слоя, при котором в одной точке пересекаются все три кривые  $R_{13}(\epsilon_1)$ ,  $R_{13, \text{чет}}(\epsilon_1)$  и  $R_{13, \text{неч}}(\epsilon_1)$  (рис. 52). Достоинством рассматриваемой методики является возможность проверки отсутствия поглощения в слое. Для этого при полученных значениях  $d_2$ ,  $n_2$ ,  $n_3$  рассчитывают зависимость  $R_{13}(\epsilon_1)$  по формуле (6). При совпадении рассчитанной и экспериментальной кривых  $R_{13}(\epsilon_1)$  поглощение в слое отсутствует.

При наличии в слое или подложке слабого поглощения угловое положение интерференционных экстремумов практически не изменяется, в то время как значения экстремумов сильно зависят от значений главных показателей поглощения слоя  $\kappa_2$  и подложки  $\kappa_3$ .

Метод VAMFO применительно к определению параметров  $d_2$ ,  $n_2$ ,  $\kappa_2$  слабопоглощающего слоя сводится к следующему. Выбирают два экстремума на экспериментальной кривой  $R_{13}(\epsilon_1)$  и определяют соответствующие им углы  $\epsilon_1$  и  $\epsilon_1'$ . Для каждого из этих углов при выбранном порядке интерференции ( $m$ ) записывают условие экстремума, из которого получают кривую  $d_2(n_2)$ .

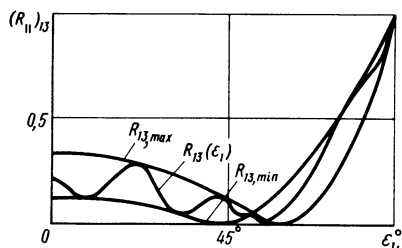


Рис. 52. Пример зависимости энергетического коэффициента отражения от угла падения для света, поляризованного параллельно плоскости падения (при  $n_2 < n_3$ )

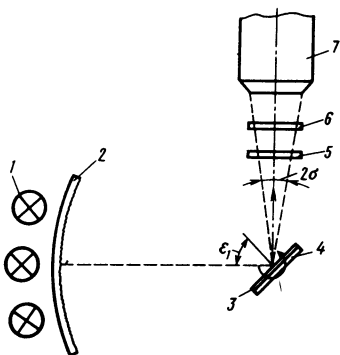


Рис. 53. Оптическая схема устройства по методу VAMFO:

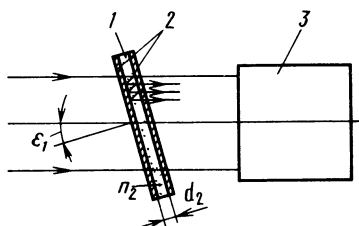
1 — источники света; 2 — рассеиватель; 3 — исследуемый слой; 4 — подложка; 5 — светофильтр; 6 — поляризатор; 7 — микроскоп

Точка пересечения двух таких кривых, соответствующих двум углам падения, дает параметры слоя  $d_2$  и  $n_2$ . Затем при различных  $\kappa_2$  вычисляют зависимость  $R_{13}(\epsilon_1)$ . Если при некотором  $\kappa_2$  обеспечивается совпадение расчетной и экспериментальной кривых  $R_{13}(\epsilon_1)$ , то соответствующие значения  $d_2$ ,  $n_2$ ,  $\kappa_2$  являются параметрами слоя. В противном случае выбирается другое значение порядка интерференции  $m$  и указанная выше последовательность действий повторяется.

Устройства, реализующие метод VAMFO, весьма разнообразны. Одна из наиболее простых схем устройства представлена на рис. 53 [8]. Микроскоп фокусируется в точку на поверхности слоя, и именно относительно этой точки поворачивается образец со слоем для изменения угла падения. Угловые размеры рассеивателя должны соответствовать диапазону изменения углов падения. При обработке результатов целесообразно вводить поправки на апертурный угол ( $2\sigma$ ) микроскопа. В более сложных вариантах устройства используются лазер и фотоэлектронная регистрация сигнала. Угол падения и сигнал фотодетектора регистрируются автоматически с помощью двухкоординатного самописца.

Повышение точности измерения параметров слоев способами, использующими переменные углы падения, потенциально связано с применением многолучевых интерференционных полос. В этом случае удобно использовать полосы равного хроматического порядка. При наклонном падении лучей на исследуе-

Рис. 54. Получение интерференционных полос равного хроматического порядка для определения толщины и показателя преломления слоя: 1 – слой; 2 – высокоотражающие слои; 3 – спектрограф



мый слой, имеющий на обеих поверхностях высокоотражающие слои (рис. 54), условие экстремумов в проходящем свете может быть записано по аналогии с выражением (73) в виде следующего уравнения:

$$2d_2\sqrt{n_2^2 - \sin^2 \epsilon_1} = m^*\lambda, \quad (81)$$

где  $m^*$  – порядок интерференционного экстремума с учетом сдвига фазы на высокоотражающих слоях, нанесенных на поверхности исследуемого слоя.

Уравнение (81) можно записать несколько иначе:

$$\lambda^2 = \frac{4d_2^2 n_2^2}{(m^*)^2} - \frac{4d_2^2}{(m^*)^2} \sin^2 \epsilon_1. \quad (82)$$

Для малых  $\epsilon_1$  ( $0 \leq \epsilon_1 \leq 15^\circ$ ) уравнение (82) соответствует прямой линии. Экспериментально получая, как минимум, две точки этой прямой (при двух углах падения), можно вычислить показатель преломления слоя через коэффициенты уравнения прямой

$$n_2 = \sqrt{\frac{P}{S}}, \quad (83)$$

где  $P = \frac{4d_2^2 n_2^2}{(m^*)^2}$ ,  $S = \frac{4d_2^2}{(m^*)^2}$ .

Далее, определяя наклон прямой, соответствующий полосе порядка  $(m^* + 1)$ , можно вычислить порядок полосы  $m^*$ , а через него и толщину слоя  $d_2$ . Предполагая также, что фазовый сдвиг при отражении от поверхности слоя слабо зависит от угла падения, этот сдвиг можно определить путем фиксации двух длин волн  $\lambda$  и  $\lambda'$ , соответствующих полосе одного порядка при двух углах падения. Увеличение угла падения приводит к сдвигу полос в сторону коротких длин волн. При регистрации полос для удобства расшифровки целесообразно вместе с ними фиксировать линии Hg – Cd или Fe. Погрешность измерения  $\lambda$  составляет 0,02 – 0,05 нм, что соответствует погрешности определения  $d_2, n_2$  менее 1 %.

## 5. МЕТОД ВОЛНОВОДНЫХ МОД

Оптические волноводы широко применяются в интегрально-оптических устройствах [6]. В общем случае оптические волноводы представляют собой диэлектрические слои с толщиной порядка длины световой волны и с показателем преломления либо постоянным и превосходящим показатель преломления окружающих слой сред, либо плавно изменяющимся в поперечном направлении. В первом случае волноводы называются ступенчатыми, а во втором — градиентными или диффузными (рис. 55, а, б).

Большинство существующих способов контроля параметров волноводов основано на измерении характеристик световой волны, распространяющейся в волноводах. Рассмотрим кратко физическую картину этого явления. Распространение света в волноводе можно наглядно объяснить с помощью полного внутреннего отражения световых лучей от границ волновода и интерференции многократно отраженных от них световых пучков. Если световое излучение введено в волновод, то незатухающая волна возможна в нем только при условии полного внутреннего отражения излучения от границ среды волновода ( $n_2$ ) с окружающими средами ( $n_1, n_3$ ), и, следовательно, для угла падения ( $\epsilon$ ) световой волны внутри волновода должны выполняться следующие неравенства:

$$\left. \begin{aligned} \epsilon &\geq \arcsin \frac{n_1}{n_2} ; \\ \epsilon &\geq \arcsin \frac{n_3}{n_2} . \end{aligned} \right\} \quad (84)$$

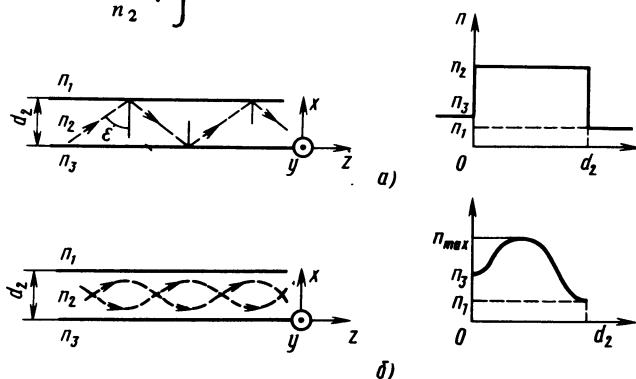


Рис. 55. Распространение световых лучей в волноводах:  
а — в ступенчатом; б — в градиентном

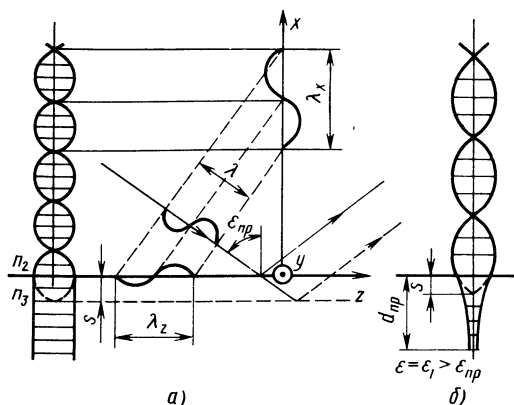


Рис. 56. Образование стоячей волны при полном внутреннем отражении

В среде с большим показателем преломления (в волноводе) в результате взаимодействия падающей и отраженной волн образуется стоячая волна (рис. 56), длина которой  $\lambda_x$  находится из следующего соотношения:

$$\lambda_x = \lambda / \cos \epsilon. \quad (85)$$

При полном внутреннем отражении излучение заходит в среду с меньшим показателем преломления. Поле в этой среде представляет собой неоднородную плоскую волну, бегущую вдоль границы диэлектриков, амплитуда которой убывает в направлении, перпендикулярном границе. Такая волна не переносит энергии через границу раздела двух сред. Расстояние от границы диэлектриков, на котором поле неоднородной волны ослабевает в  $e \approx 2,7$  раз, называют глубиной проникновения ( $d_{\text{пр}}$ ) света в оптически менее плотную среду. Для предельного угла ( $\epsilon = \epsilon_{\text{нр}}$ )  $d_{\text{пр}} = \infty$  (рис. 56, а), а при увеличении  $\epsilon$  значение  $d_{\text{пр}}$  быстро падает (рис. 56, б).

Вследствие проникновения поля в среду с меньшим показателем преломления можно считать, что отражение происходит не от самой поверхности раздела, а от смещенной в направлении нормали на расстояние  $s$  эффективной отражающей поверхности, на которой как бы расположен узел стоячей волны. Величина  $s$  зависит от угла падения и направления поляризации волны. Распространяясь внутри волновода, световая волна как бы испытывает полное внутреннее отражение от двух эффективных отражающих поверхностей, удаленных от реальных поверхностей волновода на расстояния  $s_1$  и  $s_2$  (см. штриховую линию на рис. 57). Можно также считать, что отражение происходит от

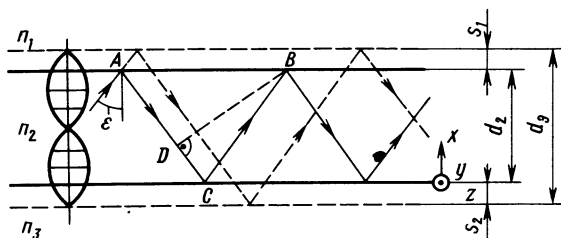


Рис. 57. Образование стоячей волны в волноводе

реальных поверхностей волновода с соответствующим скачком фазы (сплошной луч  $ACB$  на рис. 57).

Передача энергии без затухания возможна в тех случаях, когда после двух последовательных отражений (например, в точках  $C$  и  $B$ ) волна повторяется по фазе. Тогда все многократно отраженные волны находятся в фазе и образуются самосогласованное поле. В этом случае между эффективными отражающими поверхностями на вертикальном интервале  $d_3 = d_2 + s_1 + s_2$  укладывается целое число стоячих полуволн

$$(m + 1) \frac{\lambda_x}{2} = d_2 + s_1 + s_2, \quad (86)$$

где  $m = 0, 1, 2, \dots$

Уравнение (86) эквивалентно тому, что оптическая длина пути световой волны в волноводе после двух последовательных отражений (например, в точках  $C$  и  $B$ ) изменяется на величину, кратную  $\lambda$ . Это уравнение называется дисперсионным уравнением волновода. В случае невыполнения дисперсионного уравнения многократно отраженные волны интерферируют между собой таким образом, что могут ослаблять друг друга и вызывать затухание суммарного поля волновода. Объединяя уравнения (85) и (86), можно записать дисперсионное уравнение в следующем виде:

$$\cos \epsilon_m = (m + 1) \frac{\lambda}{2(d_2 + s_1 + s_2)}. \quad (87)$$

Световые волны, распространяющиеся в соответствии с дисперсионным уравнением (87), называются модами плоского диэлектрического волновода, каждая из которых характеризуется

соответствующими длинами волн  $\lambda_{zm} = \frac{\lambda}{\sin \epsilon_m}$ ,  $\lambda_{xm} = \frac{\lambda}{\cos \epsilon_m}$ ,

фазовой постоянной  $k_m = \frac{2\pi}{\lambda_{zm}}$  и фазовой скоростью  $v_{zm} =$

$$= \frac{\omega \lambda_{zm}}{2\pi} \quad \text{по оси волновода. Каждому числу } m \text{ соответствуют}$$

две волноводные моды:  $TE_m$  (вектор  $E$  ориентирован перпендикулярно плоскости падения) и  $TM_m$  (вектор  $H$  ориентирован перпендикулярно плоскости падения). Характеристики этих мод совпадают лишь при  $\epsilon = \epsilon_{\text{пр}}$ , так как в этом случае величина  $s$  является бесконечно большой для обеих поляризаций. Моды с  $m = 0$  называются основными модами волновода. Каждую моду характеризуют эффективным показателем преломления  $N$ , который вычисляют по формуле:

$$N_m = \frac{c}{v_{zm}} = n_2 \sin \epsilon_m, \quad (88)$$

где  $n_2$  — показатель преломления среды волноводного слоя.

Из формулы (88) следует, что значения  $N$  лежат между показателями преломления волноводного слоя и окружающей среды. Выполненный анализ возникновения волноводных мод непосредственно относится к случаю ступенчатых плоских волноводов. В градиентных волноводах световые лучи в результате плавного преломления (рефракции) распространяются вдоль зигзагообразных плавных кривых (см. рис. 55, б), однако общий характер возникновения мод остается аналогичным только что рассмотренному.

Большинство известных способов контроля параметров волноводных слоев основано на определении направления и числа возникающих в слоях волноводных мод [6]. Измерение, например, двух углов падения, при которых в слое возбуждаются волноводные моды, достаточно для определения его толщины и показателя преломления. Суммарная погрешность определения толщины слоя при этом составляет 0,2 %, а показателя преломления — в несколько раз меньше. Рассмотрим один из возможных способов определения параметров слоя, основанный на возбуждении мод в слое путем освещения его через призму сходящимся пучком лазерного излучения [39]. Принципиальная оптическая схема контроля показана на рис. 58. Слой на тонкой подложке выгибается небольшим усилием и с помощью прокладки толщиной 5 мкм обеспечивается контакт слоя с призмой в малой области. Объектив формирует пятно лазерного излучения в месте контакта слоя с призмой.

Лучи сходящегося пучка, попадающие в слой под углами, удовлетворяющими уравнению (87), образуют волноводные моды в слое. В отраженном от грани призмы свете образуются темные полосы, которые наблюдаются на экране. Слой может иметь значительные потери на поглощение и рассеяние, так как сами



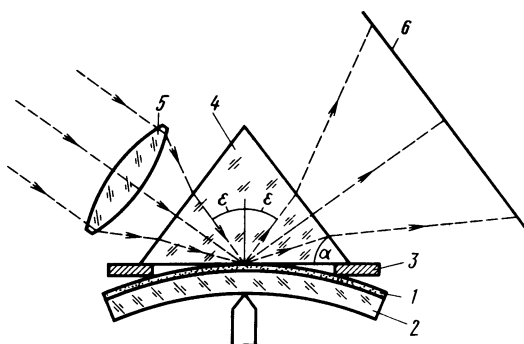


Рис. 58. Принципиальная оптическая схема для определения параметров слоя по угловому положению волноводных мод:

1 – исследуемый слой; 2 – подложка; 3 – прокладка; 4 – призма; 5 – объектив; 6 – экран

волноводные моды не наблюдаются. Для определения параметров слоя необходимо измерить координаты не менее двух темных полос на экране. Калибровку положения темных полос можно выполнить с помощью слоя, параметры которого известны. Достоинством способа является возможность исследования поглощающих и рассеивающих слоев на непрозрачных подложках, что может быть очень полезно для быстрой сортировки диэлектрических слоев в полупроводниковой технологии.

К волноводным слоям предъявляются очень жесткие требования по однородности показателя преломления и толщины. В ряде случаев относительная неоднородность слоев по фазовой скорости распространяющихся в них волноводных мод составляет 0,1–0,01 %, что соответствует изменениям по толщине слоя на единицы и даже доли единиц нанометров. В литературе сообщалось, что контроль изменений толщины волноводного слоя можно выполнить по интерференционной картине, образованной двумя волноводными модами с ортогональной поляризацией. При распространении двух волноводных мод, например  $TE_0$  и  $TM_0$ , практически всегда имеет место рассеяние оптического излучения на поверхностных и объемных центрах, и вследствие деполаризации полей рассеяния возникает интерференционная картина. Если толщина волноводного слоя изменяется вдоль направления распространения волн, то период интерференционной картины нарушается. Фотографирование последней и измерение ширины полос позволяет оценить изменения толщины слоя с погрешностью до единицы нанометров.

Спектрофотометрические измерения параметров оптических покрытий основаны на экспериментальном получении и последующей обработке спектральных зависимостей энергетических коэффициентов отражения и пропускания. Эти зависимости позволяют извлечь информацию практически о всех параметрах покрытия: толщине, оптических постоянных, их дисперсии, шероховатости поверхностей, неоднородностях оптических постоянных и т.д. [9, 15, 22, 24]. При наличии соответствующей спектральной аппаратуры спектрометрические измерения параметров тонкослойных покрытий являются наиболее простыми и поэтому получили наибольшее распространение.

Для определения толщины и оптических постоянных слоя в принципе достаточно одной экспериментальной кривой:  $T(\lambda)$  или  $R(\lambda)$ . Обработка спектральной кривой  $R(\lambda)$  проще, так как на нее не влияют неоднородности материала подложки и ее нерабочая поверхность. Однако для получения спектральной зависимости коэффициента отражения требуется применение специальных приставок к серийно выпускаемым спектрофотометрам. При наличии значительного поглощения в слое целесообразно, если это возможно, регистрировать обе спектральные кривые  $T(\lambda)$  и  $R(\lambda)$ .

### 1. СПЕКТРАЛЬНАЯ АППАРАТУРА

Спектральный прибор в общем случае [11] состоит из трех основных частей (рис. 59). Осветительная часть *I* включает источник света *1* и конденсорные линзы (зеркала) *2*. Здесь же часто располагается объект исследования *3*. Собственно спектральный прибор *II* состоит из входного коллиматора (объектив *5*, в фокальной плоскости которого расположена диафрагма *4*, обычно щель), диспергирующей системы *6* (призмы или дифракционной решетки) и, наконец, выходного объектива *8*, образующего изображение спектра источника в фокальной плоскости *9*. Приемно-регистрирующая часть *III* состоит в простейших случаях из окуляра *10*, для наблюдения спектра непосредственно глазом *11*, или фотопластины *12*. В общем случае она включает выходную диафрагму (щель) *13*, приемник излучения *14*, усилитель *15* и регистрирующее устройство *16*. Оптическая схема строится так, что апертурная диафрагма *7*, как правило, совмещается с диспергирующей системой, а входным окном является диафрагма *4*.

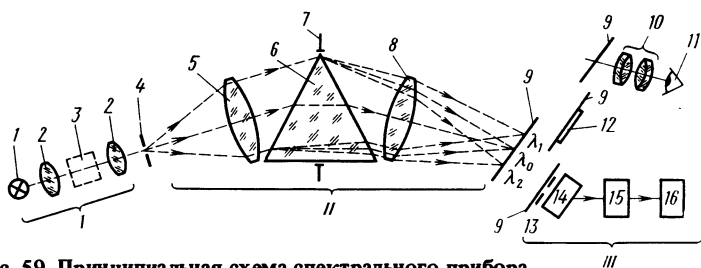


Рис. 59. Принципиальная схема спектрального прибора

Кроме классических схем спектральных приборов с призмами и дифракционными решетками за последние годы созданы новые типы спектральных приборов с селективной модуляцией. В зависимости от рабочего диапазона длин волн различают спектральные приборы для дальней (вакуумной) и ближней ультрафиолетовой области (1 — 185 и 185 — 400 нм); для видимой области (400 — 700 нм); для ближней, средней и дальней инфракрасных областей (0,7 — 2,5; 2,5 — 50 и более 50 мкм).

Основными характеристиками спектральных приборов являются дисперсия, разрешающая способность и светосила. Под дисперсией спектрального прибора понимают его способность пространственно разделять излучение по длинам волн. Угловая дисперсия характеризует только свойство диспергирующей системы и определяется отношением  $d\omega/d\lambda$ , т.е. углом между лучами с длинами волн  $\lambda$  и  $\lambda + d\lambda$ . Линейная дисперсия определяет расстояние между длинами волн  $\lambda$  и  $\lambda + d\lambda$  в фокальной плоскости выходного объектива. Между ними существует связь:

$$\frac{dl}{d\lambda} = \frac{f'}{\cos \gamma} \left( \frac{d\omega}{d\lambda} \right), \quad (89)$$

Разрешающая способность  $R$  спектрального прибора по определению равна отношению  $\frac{\lambda}{\delta \lambda}$ , где  $\delta \lambda$  — спектральный промежуток (предел разрешения) между двумя разрешаемыми длинами волн. Когда учитывается лишь явление дифракции в изображении бесконечно узкой щели, освещаемой монохроматическим светом, теоретическая разрешающая способность согласно критерию Рэлея определяется следующей формулой:

$$R = a(d\omega/d\lambda), \quad (90)$$

где  $a$  — ширина выходящего пучка из диспергирующей системы.

Расчеты показывают, что решетка с 1200 штр/мм в первом порядке дифракции начинает превосходить по угловой дисперсии одиночную кварцевую призму ( $\theta = 60^\circ$ ) для длин волн, на-

чина с 0,25 мкм. Применение нескольких призм позволяет эту границу несколько сместить. В итоге можно утверждать, что дифракционные решетки имеют предпочтение перед призмами по указанным характеристикам. Однако по коэффициенту пропускания призмённые приборы обычно в несколько раз превосходят дифракционные, а также сохраняют преимущество и по широте охватываемой области спектра.

В реальном спектральном приборе распределение энергии в изображении щели имеет форму размытой трапецевидной кривой (аппаратной функции), обусловленной явлением дифракции, конечной шириной входной щели, присутствием aberrаций в системе, а также наличием немонохроматического света при освещении входной щели и рассеянного света в приборе. Поэтому разрешающая способность реального прибора значительно ниже своего максимально возможного значения. В качестве критерия разрешения реального прибора обычно используют ширину контура аппаратной функции  $\alpha$  на уровне половинной интенсивности в максимуме. В этом случае имеем

$$R = \frac{\lambda}{\alpha} \frac{dl}{d\lambda} . \quad (91)$$

Суждение о качестве спектрального прибора достаточно объективно получается путем сравнения экспериментально замеренной аппаратной функции реального прибора с ее теоретическим видом для конечной ширины щели.

Светосила спектрального прибора  $S_\lambda$  характеризует его фотометрические свойства и равна коэффициенту пропорциональности между спектральной яркостью источника света  $L_\lambda$  и непосредственно регистрируемой спектральной плотностью потока:

$$\Phi_\lambda = S_\lambda L_\lambda . \quad (92)$$

Светосила зависит от ряда геометрических параметров спектрального прибора, потерь излучения на всем пути от источника до приемника, а также метода регистрации спектра.

Применяемые в спектральных приборах приемники света: глаз, фотографическая эмульсия и фотоэлектрические или термоэлектрические приемники имеют различную реакцию на излучение. В первом случае определяющей является яркость (для протяженных источников), во втором — освещенность, в третьем — поток. В зависимости от этого обосновывается выбор конструктивных параметров спектральных приборов различных видов. Современный подход к оценке качества спектрального прибора с позиций его информационной способности основан на учете как предела разрешения, так и случайной средней квадра-

тической ошибки измерения  $\delta\Phi$  потока  $\Phi$  в спектре. Если в заданное время регистрируется участок спектра  $\Delta\lambda$ , то полное число минимально разрешаемых спектральных интервалов равно  $\Delta\lambda/\delta\lambda$ .

При среднем измеряемом потоке энергии  $\Phi$  полное число регистрируемых энергетических элементов или отношение сигнал/шум составит  $\Phi/\delta\Phi$ . Произведение  $\frac{\Delta\lambda}{\delta\lambda} \frac{\Phi}{\delta\Phi}$  принимается за параметр качества спектрального прибора. Таким образом информационная способность спектрального прибора пропорциональна произведению светосилы на разрешающую способность. Обычно для каждого спектрального прибора это произведение остается практически постоянным.

Перейдем к рассмотрению спектрофотометров. Этот тип спектральных приборов, базирующихся на схеме монохроматора, предназначен для сравнения в определенном спектральном диапазоне интенсивностей двух монохроматических пучков, один из которых проходит через исследуемый объект, а другой — через образцовый элемент сравнения. Кроме осветителя с излучателем сплошного спектра; монохроматора (часто двойного) и приемно-регистрирующей системы, спектрофотометры содержат фотометрическую часть, располагающуюся как перед монохроматором, так и после него. Фотометрическая часть обычно состоит из кюветного отделения, модуляторов и фотометрических клиньев. Спектрофотометры бывают однолучевые и двухлучевые. В первых исследуемый и образцовый элементы поочередно помещаются в один световой пучок и сравнение прошедших пучков происходит раздельно по времени.

Двухлучевые спектрофотометры имеют два отдельных канала. один — для измеряемого образца, другой — для образцового элемента. Измерение отношения световых потоков, поступающих обычно на один приемник, производится автоматически при сканировании в заданном диапазоне длин волн с записью на самопишущем приборе кривой спектрального пропускания.

По методу измерения спектрофотометры подразделяют на два основных типа: а) приборы с отсчетным методом или спектрофотометры с электрической компенсацией; б) приборы с нулевым методом или оптической компенсацией. Рассмотрим схемы отечественных спектрофотометров, относящихся к указанным типам. На рис. 60 показана схема прибора СФ-8 с электрической компенсацией, предназначенного для ультрафиолетовой, видимой и ближайшей инфракрасной областей спектра. В качестве источника сплошного спектра  $I$  используется водородная лампа низкого давления ДВС-25 ( $\Delta\lambda = 0,125 \div 0,32$  мкм) и лам-

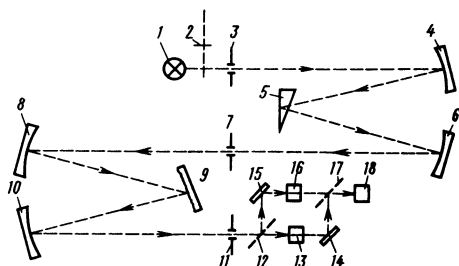


Рис. 60. Принципиальная оптическая схема спектрофотометра СФ-8

па накаливания ОП-0,3-33 ( $\Delta\lambda = 0,35 \div 2,5$  мкм). Излучение источника, промодулированное диском 2 с частотой 500 Гц, поступает на входную щель 3 двойного монохроматора. Первый монохроматор с зеркальными коллиматорными объективами 4 и 6 имеет в качестве диспергирующего элемента кварцевую призму 5 с зеркальной задней гранью. Из первого монохроматора излучение поступает через щель 7 во второй монохроматор. Он имеет в качестве объектива коллиматоров зеркала 8 и 10 и две сменные дифракционные решетки 9, функционирующие в первом и втором порядках.

Дисперсия призмленного монохроматора сравнительно мала (кроме ультрафиолетовой области), поэтому его называют предварительным. Он позволяет устранить рассеянный свет и спектры высших порядков второго, основного монохроматора. За выходной щелью 11 находится светоделительное устройство, состоящее из двух неподвижных 14, 15 и двух синхронно вращающихся зеркал 12, 17, позволяющих последовательно разделять пучок по двум каналам и затем снова их объединять по одному направлению. В одном канале помещается исследуемый объект 13, в другом образцовый элемент сравнения 16. В результате на приемник излучения 18 поочередно поступает свет то из канала образца, то из канала сравнения. В качестве приемников используются: фотоэлектронный умножитель ФЭУ-39А ( $\Delta\lambda = 0,205 \div 0,650$  мкм), фотоэлектронный умножитель ФЭУ-62 ( $\Delta\lambda = 0,65 \div 1,0$  мкм) и сернисто-свинцовое фотосопротивление PbS ( $\Delta\lambda = 1,0 \div 2,5$  мкм).

Из разности сигналов посредством механического вибропреобразователя получают переменный сигнал частотой 50 Гц, который усиливается и подается на реверсивный электродвигатель отработки, механически связанный с подвижным контактом отсчетного потенциометра. Кривая спектрального пропускания образца вычерчивается на бланке пером. Для поддержания постоян-

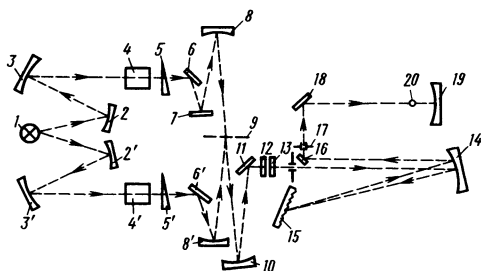


Рис. 61. Принципиальная оптическая схема спектрофотометра ИКС-25

ного уровня сигнала канала сравнения в приборе применяется автоматический регулятор ширины раскрытия щелей монохроматора. Рабочая область спектра разбита на четыре диапазона, для каждого из которых предусмотрена оптимальная комбинация решетки, источника и приемника. Погрешность измерения составляет 1 %, воспроизводимость — 0,5 %.

В качестве второго прибора рассмотрим инфракрасный спектрофотометр ИКС-25 (рис. 61), в котором отношение световых потоков определяется методом оптической компенсации. Это достигается посредством линейного компенсирующего клина, представляющего собой металлическую гребенку с зубцами в виде вытянутых треугольников, которая кинематически связана с пером самопишущего прибора. Источником излучения служит глобар (силитовый стержень из карбида кремния), нагреваемый электрическим током до  $1200^{\circ}\text{C}$ . Излучение источника 1 с помощью зеркал 2 и 3 направляется на образец 4, компенсирующий клин 5, а затем зеркалами 6, 7 и 8 на зеркальный модулятор 9. Второй канал имеет аналогичные оптические элементы 2', 3', 6' и 8', только за образцом сравнения 4' располагается фотометрический клин 5'. Таким образом модулятор поочередно направляет излучение из обоих каналов на фокусирующее зеркало 10, от которого оно далее падает на вспомогательное зеркало 11 и, проходя через сменные фильтры 12, поступает на входную щель 13 дифракционного автоколлимационного монохроматора. Объективом служит внеосевое параболическое зеркало 14, которое направляет параллельный пучок на сменную дифракционную решетку 15. От дифракционной решетки лучи снова проходят через зеркало 14, отражаются от зеркала 16 и фокусируются на выходной щели 17. Выходящее из монохроматора излучение отражается от зеркала 18 и посредством эллиптического зеркала 19 собирается на висмутовый болометр 20. Запись спектра производится непрерывно во всем рабочем диапа-

зоне длин волн с помощью пера на бумажном бланке. При этом происходит автоматическая смена решеток и фильтров.

Косекансный механизм обеспечивает линейную развертку спектра по волновым числам. Постоянный уровень мощности излучения на выходе монохроматора поддерживается автоматическим раскрытием щели. Согласно каталоговым данным погрешность шкалы волновых чисел во всем рабочем диапазоне  $\pm 1 \text{ см}^{-1}$ , погрешность фотометрической шкалы в диапазоне 10–90 % —  $\pm 1 \%$ . При измерениях на спектрофотометрах возникают как случайные, так и систематические погрешности. Случайная погрешность возникает за счет изменения параметров оптической системы во время эксперимента, флуктуационных явлений на приемнике и вследствие других причин, не поддающихся предварительному учету. Из систематических погрешностей необходимо отметить две. Первая связана с аппаратной функцией реального прибора и определяется соответствующим интегралом свертки. Вторая обусловлена конечной скоростью сканирования при наличии инерционности приемника.

Указанные систематические и случайные погрешности различным образом зависят от ширины щели монохроматора, скорости сканирования и постоянной времени усилителя. Снижение систематических погрешностей за счет уменьшения ширины щели или постоянной времени приводят к увеличению случайной ошибки и наоборот. Поэтому для выбора оптимальных условий измерения на спектрофотометрах необходимо исходить из требования минимума суммарной погрешности, оцениваемой, например, квадратической зависимостью. Известны следующие соотношения между погрешностями для оптимальных условий: инерционная погрешность должна быть в 4 раза меньше погрешности, обусловленной аппаратной функцией прибора при равенстве последней случайной погрешности.

Большинство серийно выпускаемых спектрофотометров предназначены для измерения пропуска-

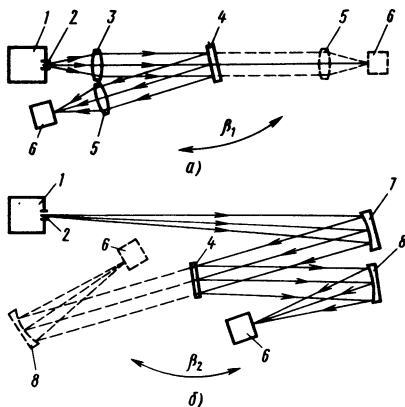


Рис. 62. Оптические схемы отражательных приставок с параллельным пучком в канале исследуемого образца:

а — с линзовыми объективами; б — с зеркальными объективами



ния образцов сравнительно большой площади (несколько квадратных сантиметров). Поэтому для исследования спектров отражения приходится изменять оптическую схему измерительного канала. На рис. 62 показана оптическая схема отражательных приставок, устанавливаемых между выходной щелью 2 монохроматора 1 и приемником 6. Они возможны как с линзовыми 3 и 5, так и зеркальными 7 и 8 объективами. Исследуемые образцы 4 располагаются в параллельном ходе лучей. Штриховой линией показан ход лучей, соответствующий измерению спектров пропускания.

Достижение малых углов падения на образец ( $5-10^\circ$ ) возможно при расположении его на значительном расстоянии от объективов. Когда исследуемые образцы имеют малые размеры, их приходится располагать в тех местах светового пучка, где его сечение имеет минимальные размеры. Такими местами могут служить входные или выходные щели монохроматора, а также плоскости их промежуточных изображений, специально создаваемые в каналах источника или приемника.

## 2. ИЗМЕРЕНИЕ СПЕКТРАЛЬНОГО КОЭФФИЦИЕНТА ОТРАЖЕНИЯ

Определение параметров тонкослойных покрытий из полученной экспериментально спектральной зависимости энергетического коэффициента отражения возможно для поглощающих и непоглощающих подложек. Влияние нерабочей поверхности непоглощающей подложки легко устранить матированием этой поверхности или использованием подложки в форме клина с углом  $3-5^\circ$ . Измерение спектральной зависимости коэффициента отражения целесообразно выполнять при нормальном падении или при малых углах не более  $10^\circ$ , когда еще пренебрежимо мало влияние поляризации света.

Рассмотрим сущность методики определения параметров слоев на примере простейшего случая однородного непоглощающего слоя на непоглощающей подложке [9]. Соответствующая спектральная зависимость энергетического коэффициента отражения  $R_{13}(\lambda)$  системы слой — поверхность подложки описывается формулой (6), а спектральные кривые показаны на рис. 63. Следует отметить, что иногда удобнее иметь функцию коэффициента отражения от волнового числа  $\nu = 1/\lambda$ , так как при отсутствии дисперсии расстояние между экстремумами  $R_{13}(\nu)$  остается постоянным. Экстремальные значения функции  $R_{13}(\lambda)$  для случая нормального падения имеют место при выполнении следующего условия:

$$n_2 d_2 = m\lambda/4, \quad (93)$$

где  $n_2, d_2$  — показатель преломления и толщина слоя;  $m$  — порядковый номер экстремума.

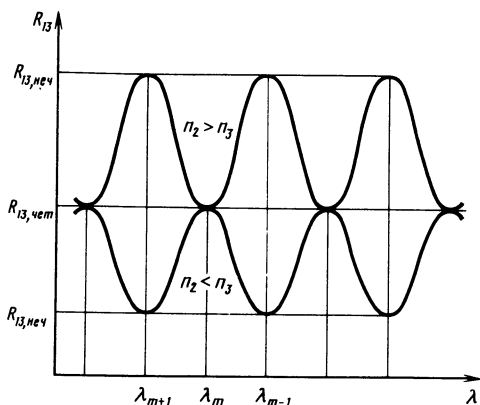


Рис. 63. Спектральные кривые коэффициента отражения непоглощающего слоя на поверхности непоглощающей подложки

Если  $m$  четное, то из формулы (6) при выполнении условия (93) получается следующая формула для экстремальных значений коэффициента отражения:

$$R_{13, \text{чет}} = \left( \frac{r_{12} + r_{23}}{1 + r_{12}r_{23}} \right)^2 = \left( \frac{n_3 - n_1}{n_3 + n_1} \right)^2. \quad (94)$$

где  $n_1, n_3$  — показатели преломления окружающей среды и подложки, соответственно.

Для нечетных  $m$  имеем

$$R_{13, \text{неч}} = \frac{(r_{12} - r_{23})^2}{1 - r_{12}r_{23}} = \frac{(n_2^2 - n_1n_3)^2}{n_1n_3 + n_2^2}. \quad (95)$$

Решая уравнение (95) относительно показателя преломления пленки  $n_2$ , получаем расчетную формулу в следующем виде:

$$n_2 = \sqrt{n_1n_3 \frac{1 + \sqrt{R_{13, \text{неч}}}}{1 - \sqrt{R_{13, \text{неч}}}}}, \quad (96)$$

где  $R_{13, \text{неч}} = R_{\max}$  при  $n_2 > n_3$ ;  $R_{13, \text{неч}} = R_{\min}$  при  $n_2 < n_3$ .

Для определения толщины слоя  $d_2$  из формулы (93) необходимо знать порядковый номер экстремума  $m$ . Если он неизвестен, его можно определить, измерив координаты двух, например, соседних  $(\lambda_m, \lambda_{m+1})$  экстремумов на шкале длин волн. Образова с помощью формулы (93) систему двух уравнений и решая ее относительно  $m$ , получим следующую формулу:

$$m = \lambda_{m+1} / (\lambda_m - \lambda_{m+1}). \quad (97)$$

Объединяя формулы (93) и (97), получим расчетную зависимость для определения толщины слоя:

$$d_2 = \lambda_m \lambda_{m+1} / [4(\lambda_m - \lambda_{m+1})n_2]. \quad (98)$$

Формулы (97), (98) можно использовать только в том случае, если дисперсия материала слоя в диапазоне  $(\lambda_m, \lambda_{m+1})$  пренебрежимо мала. Расчетную формулу для относительной погрешности определения показателя преломления слоя можно получить дифференцированием формулы (96):

$$\frac{\Delta n_2}{n_2} \approx \frac{\sqrt{R_{13, \text{неч}}}}{2(1 - R_{13, \text{неч}})} \frac{\Delta R_{13, \text{неч}}}{R_{13, \text{неч}}}. \quad (99)$$

Из последнего выражения следует, что относительная погрешность определения  $n_2$  задается, в основном, относительной погрешностью измерения экстремальных значений энергетического коэффициента отражения, которая на современных спектрофотометрах составляет примерно (0,5 – 1) %. В качестве примера в табл. 3 приведены результаты обработки спектральной кривой  $R_{13}(\lambda)$ , полученной в ближней ИК области спектра для слоя монооксида кремния толщиной  $\sim 4,5$  мкм на подложке из стекла К8.

В табл. 3 использованы следующие дополнительные обозначения:

$\lambda_m$  — длины волн, соответствующие экстремальным значениям коэффициента отражения; считаются непосредственно с экспериментальной кривой;

$MR$  — коэффициент отражения поверхности стекла К8,

Таблица 3

$\lambda_m$ , мкм	2,29	2,15	2,01	1,88	1,78	1,68	1,59	1,51
$n_3$	1,489	1,493	1,494	1,496	1,497	1,499	1,500	1,501
$MR$	0,200	0,200	0,200	0,200	0,200	0,210	0,210	0,210
$R_T$	0,0386	0,0391	0,0392	0,0394	0,0396	0,0398	0,040	0,040
$MR_{13, \text{max}}$	0,772		0,710		0,645		0,685	
$MR_{13, \text{min}}$		0,215		0,205		0,217		0,267
$R_{13, \text{max}}$	0,136		0,139		0,128		0,136	
$R_{13, \text{min}}$		0,042		0,040		0,043		0,053
$n_2$	1,80		1,81		1,78		1,80	

умноженный на некоторый масштабный коэффициент  $M$ ; значения  $MR$  для различных длин волн определяют экспериментально;

$R_T$  — теоретическое значение коэффициента отражения поверхности стекла К8, вычисляемое по формуле (94);

$MR_{13, \max}, MR_{13, \min}$  — экстремальные значения коэффициента отражения системы слой — поверхность подложки, умноженные на масштабный коэффициент  $M$ ; эти значения определяют по экспериментальной кривой;

$R_{13, \max}, R_{13, \min}$  — экспериментальные значения коэффициента отражения, вычисляемые путем деления экспериментальных значений  $MR_{13, \max}, MR_{13, \min}$  на масштабный коэффициент  $M$ , который в свою очередь вычисляют по формуле:

$$M = MR/R_T. \quad (100)$$

Показатель преломления слоя  $n_2$  определяют по формуле (96) при подстановке в нее значений  $R_{13, \max}$ . В представленном примере значения  $R_{13, \min}$  и  $R_T$  не совпадают, что говорит о неоднородности исследуемого слоя  $\text{SiO}_2$  по толщине [9].

Рассмотренная методика обработки спектрофотометрической кривой  $R_{13}(\lambda)$  не является единственно возможной. Целесообразно, например, измерять отношение  $R_{13, \max}/R_{13, \min}$ , что избавляет от необходимости вводить и определять масштабный коэффициент. Указанное отношение с учетом формул (94), (95) можно записать в следующем виде:

$$\frac{R_{13, \max}}{R_{13, \min}} = \frac{(r_{12} \pm r_{23})^2 (1 \mp r_{12} r_{23})^2}{(r_{12} \mp r_{23})^2 (1 \pm r_{12} r_{23})^2}, \quad (101)$$

где верхние знаки соответствуют случаю  $n_1 < n_2 < n_3$ , а нижние —  $n_1 < n_2; n_3 < n_2$ .

Измеряя  $R_{13, \max}/R_{13, \min}$  и решая уравнение (101) с учетом формул Френеля (5), можно получить значение показателя преломления слоя  $n_2$ . Строго говоря, решение получается неоднозначным. Однако, если такой же слой нанести на другую подложку с известным показателем преломления, то неопределенность можно устранить. Кроме того, диапазон изменения  $n_2$  обычно известен.

Дополнительные возможности для определения  $n_2, d_2$  прозрачных слоев появляются при записи спектральной кривой коэффициента отражения при двух углах падения. Экстремумы одного и того же порядка при различных углах падения имеют различные координаты на шкале длин волн  $\lambda$  или волновых чисел  $\nu = 1/\lambda$ . Измеряя смещения  $\Delta\nu_1$  и  $\Delta\nu_2$  координат двух экстремумов при переходе от одного угла падения  $\epsilon_1$  к другому углу

$\epsilon'_1$ , показатель преломления слоя можно вычислить по следующей формуле:

$$n_2 = \sqrt{\frac{\Delta\nu_1^2 \sin^2 \epsilon_1 - \Delta\nu_2^2 \sin^2 \epsilon'_1}{\Delta\nu_1^2 - \Delta\nu_2^2}}. \quad (102)$$

Толщина слоя находится по результатам измерения координат интерференционных экстремумов при одном угле падения в соответствии со следующей формулой:

$$d_2 = \frac{\Delta m}{4\Delta\nu\sqrt{n_2^2 - \sin^2 \epsilon_1}}, \quad (103)$$

где  $\Delta m$  — разность порядковых номеров выбранных экстремумов (для соседних  $\max$  и  $\min$   $\Delta m = 1$ );  $\Delta\nu$  — разность волновых чисел, соответствующих выбранным экстремумам.

Начинать спектрофотометрические измерения целесообразно в спектральной области, где дисперсия незначительна (по возможности дальше от полосы поглощения) и соседние значения  $R_{13}$ , экс имеют практически одинаковые значения. При наличии дисперсии показателя преломления координаты и значения экстремумов изменяются. Кроме того, значительные изменения в спектр вносят поглощение, рассеяние и другие факторы. Наличие поглощения приводит к постепенному понижению максимумов коэффициента отражения, что может быть использовано для определения главного показателя поглощения слоя.

Спектрофотометрические измерения параметров покрытий возможны при оптических толщинах покрытий не менее  $\lambda_1/4$ , где  $\lambda_1$  — координата первого экстремума. В случае измерений в видимой области минимальные оптические толщины исследуемых покрытий составляют примерно 100 нм. Ограничения по толщине снизу связаны с тем, что для определения толщины покрытия необходимо иметь, как минимум, два интерференционных экстремума.

С некоторой потерей точности толщину и показатель преломления можно измерить у более тонких слоев, которые не обнаруживают интерференционных экстремумов при записи спектральных кривых отражения и пропускания [26]. Для этого на полученной экспериментально спектральной кривой измеряют в выбранной точке значения коэффициента отражения  $R_{13}$  и его производной  $dR_{13}/d\lambda$  и составляют систему двух уравнений с двумя неизвестными  $n_2$  и  $d_2$ . Решение системы удобно выполнять методом последовательных приближений путем подстановки приближенного значения  $n_2$  слоя в уравнение для  $R_{13}$ , определения из него толщины слоя  $d_2$ , сравнения вычисленных и измеренных значений  $dR_{13}/d\lambda$  при первом приближении  $n_2$  и  $d_2$  и

последующей их корректировки. С учетом точности экспериментального определения производной  $dR_{13}/d\lambda$  по крутизне спектральной кривой данный прием обеспечивает определение  $n_2$  и  $d_2$  слоя с погрешностью  $\sim 3\%$  без ограничения на толщину слоя.

При измерении спектральной зависимости коэффициента отражения могут возникнуть трудноисключимые источники систематических погрешностей. Даже небольшой наклон образца может привести к смещению светового пучка относительно фотодетектора. Другим потенциальным источником систематической погрешности является неопределенность коэффициента отражения зеркала сравнения.

Спектральная зависимость  $R_{13}(\lambda)$  часто используется для определения дисперсии слоя  $n_2(\lambda)$  в заданном спектральном диапазоне. Так, например, по результатам спектрофотометрических измерений определены показатели преломления слоев  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  в диапазоне 275 – 1400 нм, которые хорошо аппроксимируются следующей формулой [30]:

$$n_2(\lambda) = 1,85 + \frac{167,1}{\lambda - 90,3}, \quad (104)$$

где  $\lambda$  – в нанометрах.

Измерение спектральной зависимости коэффициента отражения при использовании иммерсионной жидкости позволяет определять параметры слоев с шероховатыми поверхностями [33]. На практике может иметь место произвольная и подобная шероховатость поверхностей слоя (рис. 64). В обоих случаях слой можно охарактеризовать средней толщиной  $\bar{d}_2$  и средними квадратическими отклонениями  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  высоты неровностей поверхностей слоя. В случае равенства показателей преломления слоя  $n_2$  и иммерсионной жидкости  $n_1$  контраст спектрофотометрической кривой  $R_{13}(\lambda)$  становится равным нулю (рис. 65). Для слоев  $\text{SiO}_2$  на кремниевых подложках в качестве иммерсионных жидкостей можно использовать воду,  $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{Br}$ ,  $\text{C}_7\text{H}_8$  и их смеси. Последующее измерение показателя преломления жидкости на рефрактометре позволяет определить показатель преломления

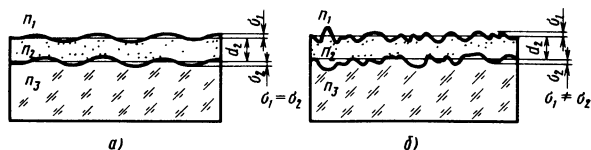


Рис. 64. Слои с шероховатыми поверхностями:

*a* – подобная шероховатость; *б* – произвольная шероховатость

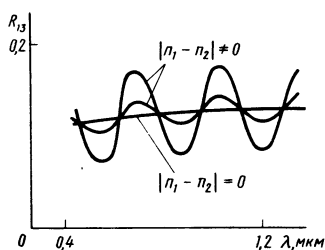


Рис. 65. Спектральные зависимости коэффициента отражения системы слой — поверхность подложки при наличии иммерсионной жидкости и различных значениях  $|n_1 - n_2|$

слоя с относительной погрешностью менее 0,005. Среднюю толщину слоя  $\bar{d}_2$  определяют по формуле (98) по результатам измерения координат полос при  $|n_1 - n_2| \neq 0$ . Коэффициент отражения системы слой — поверхность подложки при  $|n_1 - n_2| = 0$  вычисляют по следующей формуле:

$$R_{13} = |\hat{r}_{23}|^2 \exp\left(-\frac{16\pi^2 n_2^2 \sigma_2^2}{\lambda^2}\right), \quad (105)$$

где  $\hat{r}_{23} = \frac{n_2 - \hat{n}_3}{n_2 + \hat{n}_3}$ ;  $\hat{n}_3$  — комплексный показатель преломления подложки.

Формулу (105) можно использовать для вычисления  $\sigma_2$  по результатам измерения значений  $R_{13}$  при  $|n_1 - n_2| = 0$ . Величину среднего квадратического отклонения неровностей  $\sigma_1$  первой поверхности можно вычислить по очень громоздкой общей формуле для  $R_{13}$  при  $|n_1 - n_2| \neq 0$  [33], подставляя в нее измеренное значение  $R_{13}$  и найденные величины  $n_2$ ,  $\bar{d}_2$  и  $\sigma_2$ .

### 3. ИЗМЕРЕНИЕ СПЕКТРАЛЬНОГО КОЭФФИЦИЕНТА ПРОПУСКАНИЯ

В случае прозрачных или слабопоглощающих подложек наиболее распространенным является определение параметров слоев по экспериментально полученной спектральной зависимости энергетического коэффициента пропускания подложки со слоем. Обычно измерения выполняются при углах падения, близких к нулю. Так как подложка оказывает сильное влияние на результаты измерений, ее обычно делают в виде однородной, плоскопараллельной пластины, хотя ее показатель преломления, в общем случае, может быть неизвестным. Рассмотрим подробно важный для практики случай определения толщины  $d_2$  и оптических постоянных  $n_2$ ,  $\kappa_2$  слабопоглощающих слоев на прозрачных подложках. Энергетический коэффициент пропускания  $T_{14}$  системы слой — подложка с учетом непокрытой поверхности подложки может быть вычислен по следующей формуле [15]:

$$T_{14} = \frac{T_{31} T_{34}}{1 - R_{31} R_{34}} = \frac{T_{34}}{\frac{1}{T_{31}} - \frac{R_{31} R_{34}}{T_{31}}}, \quad (106)$$

где  $T_{34}$ ,  $R_{34}$  — коэффициенты пропускания и отражения непокрытой поверхности подложки;  $T_{31}$ ,  $R_{31}$  — коэффициенты пропускания и отражения слоя при ее освещении из подложки;

$$\begin{aligned} \frac{1}{T_{31}} &= \frac{1}{16n_2^2 n_3} [(n_3 + n_2)^2 (n_2 + 1)^2 e^{\gamma_2} + \\ &+ (n_3 - n_2)^2 (n_2 - 1)^2 e^{-\gamma_2} + 2(n_3^2 - n_2^2)(n_2^2 - 1) \cos \varphi_2 + \\ &+ 4\kappa_2 (n_3 + 1)(n_2^2 - n_3) \sin \varphi_2]; \\ \frac{R_{31}}{T_{31}} &= \frac{1}{16n_2^2 n_3} [(n_3 - n_2)^2 (n_2 + 1)^2 e^{\gamma_2} + \\ &+ (n_3 + n_2)^2 (n_2 - 1)^2 e^{-\gamma_2} + 2(n_3^2 - n_2^2)(n_2^2 - 1) \cos \varphi_2 - \\ &- 4\kappa_2 (n_3 - 1)(n_2^2 + n_3) \sin \varphi_2]; \\ \gamma_2 &= \frac{4\pi}{\lambda} \kappa_2 d_2; \quad \varphi_2 = \frac{4\pi}{\lambda} n_2 d_2. \end{aligned}$$

При выводе этой формулы удобно рассматривать образец со слоем в виде плоскопараллельной пластины, одна поверхность которой является фиктивной и эквивалентной системе слоев — поверхность подложки, а вторая представляет собой реальную границу подложка — воздух.

Для слабопоглощающих слоев в точках экстремумов  $\varphi_2$  мало отличается от  $m\pi$ , где  $m$  (номер экстремума) — целое число. Подставляя  $\varphi_2 = m\pi$  в формулу (106), получим следующее выражение для экстремальных значений коэффициента пропускания системы слой — подложка:

$$T_{14, \text{экс}} = 16n_2^2 n_3 / P, \quad (107)$$

где  $P = (n_2 + 1)^3 (n_3^2 + n_2) e^{\gamma_2} - (n_2 - 1)^3 (n_3^2 - n_2) e^{-\gamma_2} + (-1)^m \times$   
 $\times 2(n_2^2 - 1)(n_3^2 - n_2^2).$

В случае непоглощающих слоев  $\gamma_2 = 0$ , и формула для соответствующих экстремальных значений коэффициента пропускания  $T_{14}^{\circ}, \text{экс}$  имеет вид

$$T_{14}^{\circ}, \text{экс} = \left\{ \begin{aligned} \frac{2n_3}{n_3^2 + 1} &= T_{\text{подл}}, & m - \text{четное;} \\ \frac{4n_2^2 n_3}{(n_2^2 + 1)(n_3^2 + n_2^2)}, & & m - \text{нечетное,} \end{aligned} \right\} \quad (108)$$

где  $m = 4n_2 d_2 / \lambda$  — порядковый номер экстремума.



Из этой формулы следует, что при четном  $m$  экстремальные значения коэффициента пропускания при отсутствии поглощения в слое совпадают с коэффициентом пропускания подложки без слоя. При нечетном  $m$  из формулы (108) можно получить следующую расчетную зависимость для показателя преломления слоя:

$$n_2 = \sqrt{\frac{-[T_{14, \text{неч}}^{\circ}(n_3^2 + 1) - 4n_3] + \dots}{2T_{14, \text{неч}}^{\circ}}} \dots \rightarrow \dots \rightarrow \frac{1}{1 + \sqrt{[T_{14, \text{неч}}^{\circ}(n_3^2 + 1) - 4n_3]^2 - 4(T_{14, \text{неч}}^{\circ})^2 n_3^2}}. \quad (109)$$

Если показатель преломления слоя больше показателя преломления подложки ( $n_2 > n_3$ ), то в формуле (109) в качестве  $T_{14, \text{неч}}^{\circ}$  необходимо использовать  $T_{14, \text{min}}^{\circ}$ , а при  $n_2 < n_3$  —  $T_{14, \text{max}}^{\circ}$ . Толщина слоя  $d_2$ , как и в случае обработки спектральной кривой отражения, находится с помощью измеренных значений координат ( $\lambda_m, \lambda_{m+1}$ ) соседних интерференционных экстремумов коэффициента пропускания. Следует также отметить, что показатель преломления прозрачного слоя может быть вычислен по формуле, аналогичной (109), через отношение  $T_{14, \text{max}}^{\circ}/T_{14, \text{min}}^{\circ}$ .

Строгий анализ формулы для коэффициента пропускания непоглощающего слоя также показывает, что при наличии малой дисперсии материала слоя ( $\frac{dn_2}{d\nu} \ll \frac{n_2}{\nu}$ ) положения четных экстремумов не зависят от значения этой дисперсии. Однако остальные экстремумы из-за дисперсии показателя преломления слоя соответствуют числам близким, но не точно равным нечетным целым числам, причем направление сдвига экстремумов по отношению к случаю отсутствия дисперсии зависит от соотношения показателей преломления слоя и подложки. Измерение сдвигов координат нечетных экстремумов позволяет оценить дисперсию показателя преломления слоя.

Для оценки погрешности определения показателя преломления продифференцируем формулу (109). В результате имеем следующее выражение:

$$\Delta n_2 = - \frac{[n_2^4 + (n_3^2 + 1)n_2^2 + n_3^2]}{2n_2 \{2n_2^2 T_{14, \text{неч}}^{\circ} + [T_{14, \text{неч}}^{\circ}(n_3^2 + 1) - 4n_3]\}}. \quad (110)$$

Возьмем, для примера, слой монооксида кремния на стеклянной подложке. Подставляя в выражение (110)  $n_2 \approx 2, n_3 \approx 1,5$ ,

$T_{14, \text{неч}}^{\circ} \approx 0,8$ , имеем  $\frac{\Delta n_2}{n_2} \approx \frac{\Delta T_{14, \text{неч}}^{\circ}}{T_{14, \text{неч}}^{\circ}}$ , т.е. относительная

погрешность определения  $n_2$  примерно равна относительной погрешности экстремального значения коэффициента пропускания, которая на современных спектрофотометрах обеспечивается в пределах  $(0,5 - 1) \%$ .

Существуют различные приемы повышения точности обработки спектрофотометрических данных. В работе [32] использовано свойство существования только одного значения толщины однородного, прозрачного слоя с гладкими поверхностями, при котором может быть получена приемлемая, непрерывная кривая дисперсии. Указанное свойство доказано численными расчетами на примере слоев с  $n_2 = 1,2$ ;  $d_2 = 400$  нм, а также с  $n_2 = 2,0$ ;  $d_2 = 160$  нм на подложках с  $n_3 = 1,45$ . Для этих слоев по формуле (106) при  $\gamma_2 = 0$  была вычислена зависимость  $T_{14}^{\circ}(\lambda)$  в диапазоне от 400 до 1600 нм. Затем с помощью значений длин волн, соответствующих экстремумам, определяли предварительное значение толщины  $d_2$ , которое использовали для вычисления  $n_2$  при различных длинах волн. Полученные кривые дисперсии слоя  $n_2(\lambda)$  анализировали при различных толщинах слоя  $d_2$ . Приемлемые кривые дисперсии получались только при истинной толщине слоя. В результате по данной методике можно обеспечить относительную погрешность определения толщины и показателя преломления менее 1 %. Методика была успешно опробована экспериментально со слоями  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  в диапазоне толщин от 60 до 150 нм на кварцевых подложках.

Вернемся к рассмотрению слабопоглощающих слоев. Раскладывая в формуле (107)  $e^{\pm \gamma_2}$  в ряд до членов второго порядка по  $\gamma_2$ , можно представить эту формулу для нечетных  $m$  в следующем виде [15]:

$$T_{14, \text{экс}} = T_{14, \text{экс}}^{\circ} [1 - A\gamma_2^2 + (A^2 - \frac{B}{2})\gamma_2^2], \quad (111)$$

где

$$A = \frac{(n_3^2 + n_2)(n_2 + 1)^3 + (n_3^2 - n_2)(n_2 - 1)^3}{4(n_2^2 + 1)(n_3^2 + n_2^2)};$$

$$B = \frac{(n_3^2 + n_2)(n_2 + 1)^3 - (n_3^2 - n_2)(n_2 - 1)^3}{4(n_2^2 + 1)(n_3^2 + n_2^2)},$$

а  $T_{14, \text{экс}}^{\circ}$  определяется выражением (108).

Формулы (111) являются рабочими при определении оптических постоянных ( $n_2$ ,  $\kappa_2$ ) слабопоглощающих слоев на прозрачных подложках. При наличии поглощения в подложке коэф-

коэффициент пропускания системы слой — подложка усложняется и имеет следующий вид [15]:

$$T_{14} = \frac{T_{13} T_{34} e^{-\gamma_3}}{1 - R_{31} R_{34} e^{-2\gamma_3}}, \quad (112)$$

где  $\gamma_3 = \frac{4\pi}{\lambda} \kappa_3 d_3$ .

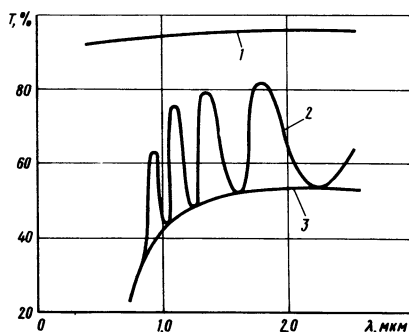
Эта формула при  $\kappa_3 \ll 1$  и не слишком высоких значениях  $n_3$  или  $n_2$  допускает запись в следующем виде:

$$T_{14}^{\circ} = \frac{T_{\text{подл}}^{\circ}}{T_{\text{подл}}} T_{14}, \quad (113)$$

где  $T_{\text{подл}}$  — измеренный коэффициент пропускания слабопоглощающей подложки;  $T_{14}$  — измеренный коэффициент пропускания системы слой — подложка;  $T_{\text{подл}}^{\circ} = \frac{2n_3}{n_3^2 + 1}$ ,  $T_{14}^{\circ}$  — коэффициент пропускания системы слой — подложка при  $\kappa_3 = 0$ .

Спектрофотометрические измерения параметров слабопоглощающих слоев выполняются следующим образом. Сначала регистрируется спектральное распределение коэффициента пропускания подложки без слоя. Полученные значения должны удовлетворять равенству (108) при четном  $m$ . Если это равенство не выполняется и измеренные коэффициенты пропускания подложки оказываются меньше расчетных значений, то подложка обладает слабым поглощением.

Далее на одной спектрограмме с кривой пропускания подложки регистрируется спектральная кривая коэффициента пропускания системы слой — подложка, а также базовые линии 100 %-ного и нулевого коэффициента пропускания (рис. 66). При наличии поглощения в слое экстремальные значения  $T_{14}(\lambda)$ , со-



ответствующие четным  $m$ , имеют меньшие значения по сравнению с  $T_{\text{подл}}(\lambda)$  чистой подложки. Обработка спектрограммы сводит-

Рис. 66. Спектральные кривые коэффициента пропускания: 1 — для подложки  $\text{CaF}_2$ ; 2 — для слоя  $\text{CdTe}$  на ней; 3 — интерполяционная кривая, соединяющая экстремумы с нечетными  $m$

ся к нахождению длин волн ( $\lambda_m$ ), соответствующих экстремумам коэффициента пропускания, и определению этих экстремумов ( $T_{14, \max}$ ,  $T_{14, \min}$ ). Порядковый номер интерференционного экстремума определяется, как и в случае обработки спектральной кривой коэффициента отражения по формуле (97), причем в качестве  $m$  берется ближайшее целое число, если расчет по данной формуле дает дробное значение.

Главный показатель поглощения ( $\kappa_2$ ) может быть приближенно оценен по формуле:

$$\kappa_2 = \frac{(T_{\text{подл}} - T_{14, \text{чет}}) \lambda}{4\pi d_2(1 - R_{13})}, \quad (114)$$

где  $R_{13}$  — коэффициент отражения системы слой — поверхность подложки.

Более точно оптические константы  $n_2$  и  $\kappa_2$  для длины волны  $\lambda_m$ , соответствующей экстремуму с четным  $m$ , можно найти методом последовательных приближений [15]. Первое приближение для  $n_2$  вычисляют по формуле (108) для нечетных  $m$ . Соответствующее значение  $T_{14, \text{экс}}$  считают с интерполяционной кривой 3 (см. рис. 66), соединяющей экстремумы, соответствующие нечетным  $m$ . Первое приближение для  $\gamma_2$  получают из формулы (107), взятой с четным  $m$  при подстановке в нее  $n_2$ .

Для перехода к последующим приближениям можно воспользоваться формулой (111). Подставляя в правую часть этой формулы значения  $\gamma_2$ ,  $A$  и  $B$ , соответствующие предыдущему приближению, а в левую часть — экспериментальное значение  $T_{14, \text{экс}}$ , находят соответствующее значение  $T_{14, \text{экс}}^0$ , которое можно использовать в формуле (108) при нечетном  $m$  для определения следующего приближенного значения  $n_2$ . По полученному  $n_2$  из формулы (107) находят следующее приближение для  $\gamma_2$ . Этот прием повторяют до тех пор, пока следующее приближение не станет равным предыдущему. По окончательно найденным  $n_2$  и  $\gamma_2$  определяют показатель поглощения  $\kappa_2$  по формуле:

$$\kappa_2 = n_2 \gamma_2 / (m\pi), \quad (115)$$

где  $m$  — порядковый номер интерференционного экстремума.

В табл. 4 в качестве примера [15] приведены данные по определению оптических констант слоя CdTe на флюоритовой подложке (спектрограмма на рис. 66).

Рассмотренная методика с незначительными изменениями широко применяется для исследования тонких слоев, и в научно-технической литературе содержится обширный материал с результатами измерений  $n_2$ ,  $\kappa_2$  пленок  $\text{MgF}_2$ ,  $\text{ZnS}$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_3\text{NIF}_6$

Таблица

Исходные данные	$\lambda_m$ , мкм	1,80	1,36	1,11	0,95
	$m$	6	8	10	12
	$T_{\text{подл}}(\text{CaF}_2)$	0,947	0,944	0,940	0,937
	$n_3(\text{CaF}_2)$	1,400	1,415	1,430	1,445
	$T_{14}$ , min	0,519	0,488	0,450	0,385
	$T_{14}$ , max	0,812	0,788	0,748	0,623
Первое приближение	$n_2$	2,75	2,89	3,07	3,43
	$\gamma_2$	0,108	0,122	0,148	0,240
	$T_{14}$ , min	0,564	0,536	0,502	0,455
Второе приближение	$n_2$	2,58	2,70	2,85	3,07
	$\gamma_2$	0,113	0,127	0,157	0,265
	$T_{14}$ , min	0,568	0,543	0,509	0,469
Третье приближение	$n_2$	2,57	2,67	2,82	3,0
	$\gamma_2$	0,113	0,129	0,160	0,260
	$\kappa_2$	0,015	0,014	0,014	0,021

и др. При этом необходимо отметить, что методика применима для слабопоглощающих слоев, у которых пренебрежимо малы величины  $\kappa_2^2$  и  $\gamma_2^2$ . Для измерения оптических констант слабопоглощающих слоев на слабопоглощающих подложках используют аналогичную методику. Только для первого приближения берут значение коэффициента пропускания в соответствующем экстремуме, вычисленное по формуле (113). При измерениях желателен в канале сравнения двухлучевого спектрофотометра использовать подложку без слоя, имеющую аналогичную спектральную характеристику. В этом случае регистрируемая спектральная кривая не зависит от поглощения подложки, что упрощает обработку спектрофотометрических данных.

Следует отметить, что изложенная методика определения оптических параметров справедлива для тонких слоев с идеально плоскими поверхностями. Наличие шероховатости поверхностей

пленки порядка  $0,1\lambda$  вызывает уменьшение  $\left| \frac{1}{T_{14, \max}} - \right|$

$\left| \frac{1}{T_{14, \min}} \right|$  на несколько процентов. В случае однородных слоев

с известным показателем преломления этот эффект можно использовать для оценки значения шероховатостей поверхностей слоя, что было успешно опробовано рядом авторов на фотополупроводниковых слоях, применяемых для оптической записи в микроэлектронике.

Кроме рассмотренной методики последовательных прибли-

жений параметры слабопоглощающего слоя можно достаточно точно оценить путем однократных вычислений. Для этого необходимо иметь спектральную кривую коэффициентов пропускания  $T_{13}(\lambda)$  системы слой — поверхность подложки. Отношение  $T_{13, \max}/T_{13, \min}$  позволяет вычислить показатель преломления слоя  $n_2$ , а  $T_{13, \max} = \exp(-\frac{4\pi\kappa_2}{\lambda}d_2)$ . Определяя толщину слоя  $d_2$  по формуле (98), можно вычислить главный показатель поглощения  $\kappa_2$ . Так как экспериментально регистрируемая кривая коэффициента пропускания включает составляющую, обусловленную отражением на непокрытой поверхности подложки, эта составляющая учитывается путем использования формулы Френеля ( $r_{34} = \frac{n_3 - n_4}{n_3 + n_4}$ ) для границы раздела подложка—воздух. Измеренные параметры  $n_2, \kappa_2$  соответствуют длине волны  $\lambda$ , лежащей примерно посредине между длинами волн, на которых коэффициент пропускания имеет экстремальные значения.

#### 4. ОДНОВРЕМЕННОЕ ИЗМЕРЕНИЕ СПЕКТРАЛЬНЫХ КОЭФФИЦИЕНТОВ ПРОПУСКАНИЯ И ОТРАЖЕНИЯ

Одновременное измерение коэффициентов пропускания и отражения системы слой — подложка позволяет определить оптические постоянные тонких поглощающих слоев на прозрачных и слабопоглощающих подложках. Соответствующие формулы для прозрачных подложек можно записать в следующем виде [15]:

$$\left. \begin{aligned} T_{14} &= \frac{1 - R_{12}}{1 - R_{12}R'_{(*)}} T_{(*)}; \\ R_{14} &= R_{(*)} + \frac{R_{12}T_{(*)}^2}{1 - R_{12}R'_{(*)}}, \end{aligned} \right\} \quad (116)$$

где

$$R_{12} = \left(\frac{n_2 - 1}{n_2 + 1}\right)^2, \quad R_{(*)} = \frac{C}{A}, \quad R'_{(*)} = \frac{B}{A};$$

$$T_{(*)} = \frac{16n_3(n_2^2 + \kappa_2^2)}{A};$$

$$A = \rho t e^{\gamma\kappa_2} + \delta t e^{-\gamma\kappa_2} + 2s \cos n_2 \gamma + 2t \sin n_2 \gamma;$$

$$B = \sigma \rho e^{\gamma \kappa_2} + \delta \tau e^{-\gamma \kappa_2} + 2q \cos n_2 \gamma - 2r \sin n_2 \gamma;$$

$$C = \delta \tau e^{\gamma \kappa_2} + \sigma \rho e^{-\gamma \kappa_2} + 2q \cos n_2 \gamma + 2r \sin n_2 \gamma;$$

$$\delta = (n_2 - 1)^2 + \kappa_2^2;$$

$$q = (n_2^2 + \kappa_2^2)(1 + n_3^2) - (n_2^2 + \kappa_2^2) - n_3 - 4n_3 \kappa_2^2;$$

$$\rho = (n_2 + 1)^2 + \kappa_2^2;$$

$$s = (n_2^2 + \kappa_2^2)(1 + n_3^2) - (n_2^2 + \kappa_2^2) - n_3 + 4n_3 \kappa_2^2;$$

$$\sigma = (n_2 - n_3)^2 + \kappa_2^2;$$

$$r = 2\kappa_2(n_3 - 1)(\kappa_2^2 + n_2^2 + n_3);$$

$$\tau = (n_2 + n_3)^2 + \kappa_2^2;$$

$$t = 2\kappa_2(n_3 + 1)(\kappa_2^2 + n_2^2 - n_3);$$

$$\gamma = \frac{4\pi d_2}{\lambda};$$

Если подложка обладает слабым поглощением ( $\kappa_3 \ll 1$ ), то вместо формул (116) можно использовать следующую систему уравнений:

$$\left. \begin{aligned} T_{14} &= \frac{1 - R_{12}}{1 - R_{12}R'_{(*)}} T_{(*)}(1 - \alpha_3 d_3); \\ R_{14} &= R_{(*)} + \frac{R_{12}T_{(*)}^2}{1 - R_{12}R'_{(*)}} (1 - 2\alpha_3 d_3), \end{aligned} \right\} \quad (117)$$

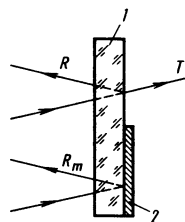
где  $\alpha_3$ ,  $d_3$  — натуральный показатель поглощения и толщина подложки, соответственно.

Решить системы уравнений (116), (117) можно итерационным методом при подстановке в систему экспериментальных значений  $T_{14}$  и  $R_{14}$  или с помощью номограмм, которые строят при известных длине волны, толщине слоя и параметрах подложки. Номограммы можно построить в системе координат  $n_2$ ,  $\kappa_2$ . Они будут представлять собой систему кривых, над которыми указаны параметры  $T_{14}$  и  $R_{14}$ . Решением системы являются параметры  $n_2$  и  $\kappa_2$ , соответствующие пересечению кривых  $T_{14} = \text{const}$  и  $R_{14} = \text{const}$ . В общем случае могут получиться два решения и правильное решение выбирают из чисто физических соображений, путем анализа дисперсионных кривых  $n_2(\lambda)$  и  $\kappa_2(\lambda)$ . Для этого целесообразно рассчитать несколько номограмм для различных длин волн, затем, используя эти номограммы, вычислить на ЭВМ дисперсии  $n_2$  и  $\kappa_2$ , задавая область правильных решений.

Номограммы можно построить в системе координат  $T_{14}$ ,  $R_{14}$ . В этом случае номограммы связывают величины  $T_{14}$ ,  $R_{14}$  и

Рис. 67. Измерение параметров слоя без подложки:

1 — слой; 2 — высокоотражающее покрытие



$n_2$ ,  $\kappa_2$ , и по измеренным значениям  $R_{14}$ ,  $T_{14}$  в одном из экстремумов с помощью этих номограмм можно однозначно определить оптические постоянные слоя. Толщину поглощающих слоев, как и в случае отсутствия поглощения, определяют с помощью формулы (98) по значениям длин волн, соответствующих экстремумам коэффициентов отражения и пропускания.

Для более толстых слоев, которые могут существовать без подложек, возможны другие методики определения толщины и оптических постоянных [38]. Можно, например, измерить спектральные коэффициенты отражения  $R$  и пропускания  $T$  такого слоя, а также спектральный коэффициент отражения  $R_m$  слоя с непрозрачным покрытием на его задней поверхности (рис. 67). Измерения  $R$ ,  $T$ ,  $R_m$  необходимо выполнить для образцов различной толщины  $d$ , которую определяют другими известными способами. Далее для различных длин волн в выбранном спектральном диапазоне рассчитывают функции  $R(d)$ ,  $T(d)$ ,  $R_m(d)$  для разных наборов оптических постоянных  $n$  и  $\kappa$ . Измеренные параметры  $R$ ,  $T$ ,  $R_m$  для заданных толщин слоев сравнивают с расчетными и в случае их совпадения соответствующие  $n$  и  $\kappa$  выбирают в качестве искоемых параметров слоя. Эксперименты, выполненные на слоях слюды [38], подтвердили реализуемость и полезность этого способа.

Анализ точностных возможностей всех известных методов обработки результатов спектрофотометрических измерений позволяет сделать следующее заключение. Относительные погрешности измерения коэффициентов пропускания и отражения находятся на уровне  $\pm 0,5\%$ , а относительные погрешности определения толщины и показателя преломления слоев при главном показателе поглощения менее 0,1 не превышают 1%. В то же время главный показатель поглощения слоев определяют со значительными погрешностями, существенно возрастающими с уменьшением его значения. Это говорит о том, что главный показатель поглощения слоев является наиболее чувствительным параметром к погрешностям измерения спектральных коэффициентов отражения и пропускания.



## 5. АНАЛИЗ ОПТИЧЕСКОЙ НЕОДНОРОДНОСТИ ПОКРЫТИЙ

Получаемые экспериментально слои обычно бывают в той или иной степени неоднородными. Характер неоднородности показателя преломления может быть очень разнообразным. Он определяется структурой вещества покрытия и технологией его получения, в частности, термообработкой. Для химических слоев тип неоднородности во многом зависит от концентрации раствора, условий протекания гидролиза и т.д. Наиболее частый вид неоднородности — это более низкое значение показателя преломления слоя на границе с воздухом и более высокое — на границе с подложкой [9]. Обратное направление неоднородности возникает, например, при быстрой термообработке при высокой температуре, когда на границе с воздухом образуется область с повышенной плотностью.

Данные типы неоднородности можно охарактеризовать двумя значениями показателя преломления слоя:  $n'_2$  — на границе с воздухом и  $n''_2$  — на границе с подложкой. Исследовать зависимость оптических постоянных от толщины можно на образцах с покрытиями разной толщины, нанесенными при одном и том же технологическом процессе. Можно также послойно сравнивать исследуемый слой, например, в водном растворе щелочи. Однако наибольший интерес представляют спектрофотометрические измерения неоднородностей в слое, которые не требуют разрушения исследуемого образца.

Как уже указывалось ранее, у прозрачных однородных слоев с оптической толщиной, кратной  $\lambda/2$ , при  $n_2 < n_3$  отражение в максимумах, а при  $n_2 > n_3$  отражение в минимумах от системы слой — поверхность подложки равно отражению от чистой поверхности подложки. У неоднородных слоев с низким показателем преломления в случае  $n''_2 > n'_2$  отражение в максимуме будет ниже, чем отражение от подложки, а при обратном направлении неоднородности ( $n''_2 < n'_2$ ) оно будет выше. При оптической

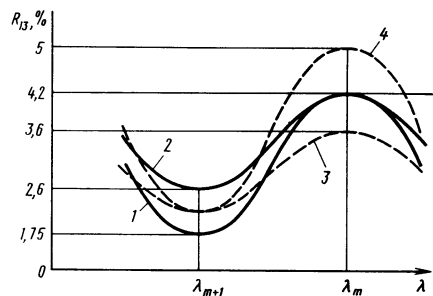
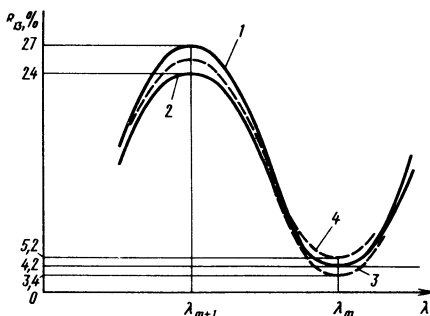


Рис. 68. Спектральные кривые коэффициента отражения однородного и неоднородного слоев с низким показателем преломления на стеклянной подложке ( $n_3 \approx 1,52$ ): 1 — при  $n_2 = 1,40$ ; 2 — при  $n_2 = 1,45$ ; 3 — при  $n_2 = 1,40$ ;  $n'_2 = 1,45$ ; 4 — при  $n_2 = 1,45$ ;  $n'_2 = 1,40$

Рис. 69. Спектральные кривые коэффициента отражения однородного и неоднородного слоев с высоким показателем преломления на стеклянной подложке ( $n_3 \approx 1,52$ ):

1 — при  $n_2 = 2,2$ ; 2 — при  $n_2 = 2,1$ ; 3 — при  $n_2' = 2,1$ ;  $n_2'' = 2,2$ ; 4 — при  $n_2' = 2,2$ ;  $n_2'' = 2,1$



толщине слоя, равной  $m\lambda/4$ , где  $m$  — нечетное число, отражение в минимуме в обоих случаях будет иметь некоторое среднее значение между  $R_{13, \min}(n_2')$  и  $R_{13, \min}(n_2'')$ . Рис. 68 иллюстрирует рассмотренные случаи слоев с низким показателем преломления на стеклянной подложке, а рис. 69 — с высоким показателем преломления.

Если показатель преломления слоя незначительно изменяется с толщиной, то коэффициент отражения системы слой — поверхность подложки вычисляют по следующей формуле [9]:

$$R_{13}(\lambda) = \frac{(n_1 \sqrt{\frac{n_2''}{n_2'}} + n_3 \sqrt{\frac{n_2'}{n_2''}})^2 + (\frac{n_1 n_3}{n_2' n_2''} - \sqrt{\frac{n_2'}{n_2''}})^2 \operatorname{tg}^2 \beta}{(n_1 \sqrt{\frac{n_2''}{n_2'}} + n_3 \sqrt{\frac{n_2'}{n_2''}})^2 + (\frac{n_1 n_3}{n_2' n_2''} + \sqrt{\frac{n_2'}{n_2''}})^2 \operatorname{tg}^2 \beta}, \quad (118)$$

где  $\beta = \frac{2\pi}{\lambda} \int_0^{d_2} n_2 dx$ ;  $x$  — текущее значение толщины слоя от поверхности подложки;  $d_2$  — толщина слоя.

Экстремальные значения коэффициента отражения соответствуют  $\beta = m\pi/2$ , где  $m$  — целое число. При нечетном  $m$  имеет место следующая зависимость:

$$R_{13, \text{неч}} = \left( \frac{n_3 - n_2' n_2''}{n_3 + n_2' n_2''} \right)^2. \quad (119)$$

В случае четных  $m$  экстремальные значения коэффициента отражения вычисляют по следующей формуле:

$$R_{13, \text{чет}} = \left( \frac{n_2'' - n_3 n_2'}{n_2'' + n_3 n_2'} \right)^2. \quad (120)$$

С помощью выражений (119), (120), если не учитывать дисперсию материала слоя, можно определить показатели преломления  $n_2'$  и  $n_2''$ . Для слоев с низким показателем преломления, на-

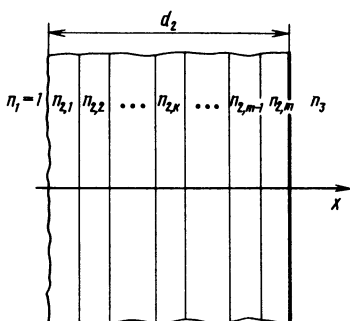


Рис. 70. Неоднородный слой со сложной структурой

пример, слоев фтористого стронция на стеклянных подложках, формула (119) дает  $R_{13, \min}$ , а формула (120) —  $R_{13, \max}$ . Решая формулы (119) и (120) как систему двух уравнений, можно получить следующие расчетные зависимости:

$$(n'_2)^2 = \frac{(1 + \sqrt{R_{13, \min}})(1 + \sqrt{R_{13, \max}})}{(1 - \sqrt{R_{13, \min}})(1 - \sqrt{R_{13, \max}})}; \quad (121)$$

$$(n''_2)^2 = n_3^2 \frac{(1 + \sqrt{R_{13, \min}})(1 - \sqrt{R_{13, \max}})}{(1 - \sqrt{R_{13, \min}})(1 + \sqrt{R_{13, \max}})}. \quad (122)$$

Так как  $R_{13, \max}$  и  $R_{13, \min}$  получаются экспериментально на различных  $\lambda$ , целесообразно все максимумы и минимумы соединить касательными (огibaющими) и в формулы (121) и (122) подставить значения, считываемые с этих огibaющих для одной и той же длины волны.

Слой с более общим типом неоднородности можно представить в виде набора сверхтонких чередующихся параллельных слоев, каждый из которых имеет свои оптические постоянные, причем граница воздух — слой может быть шероховатой (рис. 70). Формулы для коэффициентов пропускания и отражения такой системы известны. Используя экстремальные значения  $T_{\max}$ ,  $T_{\min}$ ,  $R_{\max}$ ,  $R_{\min}$ , можно определить показатели преломления участков слоя, граничащих с подложкой и воздухом ( $n_{2, 1}$  и  $n_{2, m}$ ), главный показатель поглощения и среднее квадратическое значение шероховатостей границы воздух — слой. Если, кроме того, известна зависимость  $n_2(x)$ , то с помощью положения экстремумов можно определить толщину слоя  $d_2$  и наоборот, определить  $n_2(x)$  по известной толщине  $d_2$ .

Электронно-микроскопические исследования и применение методов дифракции электронов позволяют обнаружить более сложные неоднородности, в том числе кристаллическую структуру слоев и их анизотропию.

## 6. МЕТОД НАРУШЕННОГО ПОЛНОГО ВНУТРЕННЕГО ОТРАЖЕНИЯ

Спектроскопия нарушенного и многократно нарушенного полного внутреннего отражения (МНПВО) широко используется для исследования тонких слоев и основана на получении спектров в отраженном свете при падении светового пучка из оптически более плотной среды под углом падения больше критического на исследуемую менее плотную среду, которая приводится в оптический контакт с более плотной средой [15]. При полном внутреннем отражении излучение проникает в исследуемую оптически менее плотную среду, взаимодействует с ней и спектр, а также поляризация отраженного излучения несут информацию об оптических параметрах исследуемой среды, ее однородности, наличии неконтролируемых примесей и т.д.

В отечественной литературе термин НПВО включает оба возможных случая уменьшения интенсивности отраженного потока как за счет поглощения в исследуемой среде, так и за счет распространения части излучения в исследуемую среду. В зарубежной научно-технической литературе различают "ослабленное полное внутреннее отражение" (Attenuated Total Reflection – ATR), при котором имеет место поглощение в исследуемой среде и "расстроенное полное внутреннее отражение" (Frustrated Total Reflection – FTR), учитывающее распространение потока излучения в исследуемую среду без поглощения. Достоинствами метода НПВО являются его применимость к сильно поглощающим веществам любой протяженности и отсутствие интерференционных эффектов, которые искажают обычные спектры пропускания и внешнего отражения тонких слоев. При этом слой может быть из твердого материала, жидкости, пасты, в виде порошка и т.д.

Полное внутреннее отражение на границе двух прозрачных сред с показателями преломления  $n_1$  и  $n_2$  ( $n_1 > n_2$ ) имеет место в диапазоне углов падения от  $\epsilon_{\text{пр}} = \arcsin n_2/n_1$  до  $90^\circ$ . При этом возникают сдвиги по фазе, различные для параллельной и перпендикулярной компонент. Значение амплитуды поля во

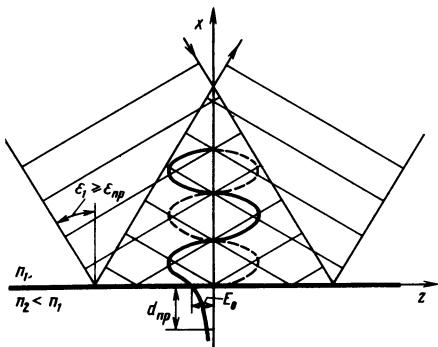


Рис. 71. Полное внутреннее отражение на границе двух диэлектрических сред

второй среде при полном внутреннем отражении уменьшается по мере увеличения расстояния  $x$  от границы раздела (рис. 71) согласно формуле

$$E = E_0 \exp\left(\frac{x}{d_{\text{пр}}}\right), \quad (123)$$

где  $E_0$  — амплитуда поля стоячей волны на границе раздела;  $d_{\text{пр}}$  — глубина проникновения поля в оптически менее плотную среду.

Для прозрачных изотропных сред величина  $d_{\text{пр}}$  определяется следующим выражением:

$$d_{\text{пр}} = \frac{\lambda_1}{2\pi\sqrt{\sin^2 \epsilon_1 - n_{21}^2}}, \quad (124)$$

где  $\lambda_1 = \lambda/n_1$  — длина волны в оптически более плотной среде;  $n_{21} = n_2/n_1$ .

В случае исследуемых объектов с оптическими константами, лежащими в пределах  $n_2 = 1,35 \div 1,55$ ;  $0 \leq \kappa_2 \leq 0,2$ , при углах падения  $\epsilon_1 \gg \epsilon_{\text{пр}}$  в спектрофотометрии НПВО с достаточной точностью можно пользоваться следующей формулой:

$$R \approx e^{-\alpha N d_{\text{эф}}}, \quad (125)$$

где  $\alpha$  — натуральный показатель поглощения;  $N$  — число отражений;  $d_{\text{эф}}$  — эффективная толщина, эквивалентная действительной толщине слоя вещества, при которой оптические плотности спектра пропускания и спектра НПВО одинаковы.

Отклонение коэффициента отражения от единицы является прямой мерой коэффициента поглощения  $A$  слоя

$$A = 1 - R \approx \alpha N d_{\text{эф}}. \quad (126)$$

Эффективная толщина характеризует интенсивность взаимодействия затухающего электрического поля с образцом и используется в качестве параметра при сравнении спектров НПВО и МНПВО со спектрами пропускания. Для исследуемых образцов, толщина которых намного больше глубины проникновения  $d_{\text{пр}}$ , при малом поглощении для параллельной и перпендикулярной поляризаций имеют место следующие формулы:

$$\left. \begin{aligned} (d_{\perp})_{\text{эф}} &= \lambda_1 \frac{n_{21} \cos \epsilon_1}{\pi(1 - n_{21}^2)(\sin^2 \epsilon_1 - n_{21}^2)^{1/2}}; \\ (d_{\parallel})_{\text{эф}} &= \lambda_1 \frac{n_{21} \cos \epsilon_1 (2\sin^2 \epsilon_1 - n_{21}^2)}{\pi(1 - n_{21}^2)[(1 + n_{21}^2)\sin^2 \epsilon_1 - n_{21}^2](\sin^2 \epsilon_1 - n_{21}^2)^{1/2}}. \end{aligned} \right\} \quad (127)$$

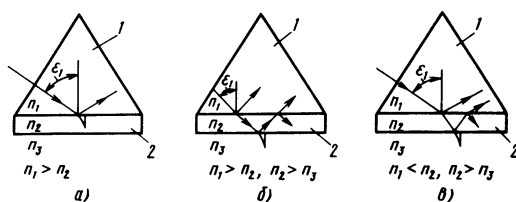


Рис. 72. Возможные варианты полного внутреннего отражения на границах слоя с призмой и окружающей средой:

1 – призма; 2 – слой

При наличии образца с пленкой полное внутреннее отражение возможно как на границе подложка – слой (рис. 72, а), так и на границе слой – воздух (рис. 72, б, в). Для всех этих случаев при малой толщине слоя ( $d_2 \ll d_{\text{пр}}$ ) и малом поглощении также вводится понятие эффективной толщины слоя в соответствии со следующими формулами:

$$\left. \begin{aligned} (d_{\perp})_{\text{эф}} &= \frac{4n_{21}d_2 \cos \epsilon_1}{(1 - n_{31}^2)}; \\ (d_{\parallel})_{\text{эф}} &= \frac{4n_{21}d_2 \cos \epsilon_1 [(1 + n_{32}^4) \sin^2 \epsilon_1 - n_{31}^2]}{(1 - n_{31}^2)[(1 + n_{31}^2) \sin^2 \epsilon_1 - n_{31}^2]}, \end{aligned} \right\} \quad (128)$$

где  $n_{31} = n_3/n_1$ ,  $n_{32} = n_3/n_2$ .

Остановимся более подробно на случае очень малого поглощения, когда контраст спектра НПВО также очень мал. В этом случае можно применять измерительные схемы, в основе которых лежит многократное взаимодействие светового пучка с исследуемым слоем. Принципиальная измерительная схема с усилением поглощения, называемая "световым конденсором", соответствует рис. 72, б. Световой пучок падает на границу сред  $n_1, n_2$  под углом  $\epsilon_1$ , меньшим предельного, а преломленный в слое пучок света испытывает на границе сред  $n_2, n_3$  полное внутреннее отражение. В результате многолучевой интерференции волн, отраженных в среду 1 от поверхностей раздела сред с показателями преломления  $n_1, n_2$  и  $n_2, n_3$ , максимумы интенсивности образуются при выполнении следующего условия:

$$\frac{4\pi n_2 d_2 \cos \epsilon_2}{\lambda} - \delta \varphi_{23} = 2\pi m, \quad (129)$$

где  $m = 1/2, 3/2, \dots$

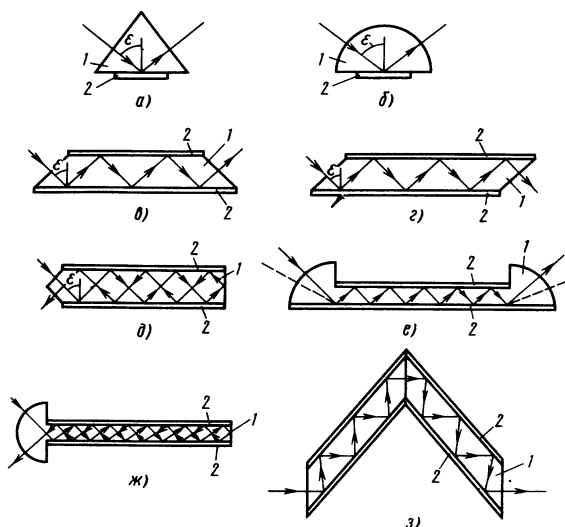
Скачок фазы  $\delta \varphi_{23}$  на границе сред с показателями преломления  $n_2, n_3$  определяется следующими формулами [4]:

$$\left. \begin{aligned} \operatorname{tg} \frac{(\delta \varphi_{\parallel})_{23}}{2} &= \frac{(\sin^2 \epsilon_2 - n_{32}^2)^{\frac{1}{2}}}{n_{32}^2 \cos \epsilon_2}; \\ \operatorname{tg} \frac{(\delta \varphi_{\perp})_{23}}{2} &= \frac{(\sin^2 \epsilon_2 - n_{32}^2)^{\frac{1}{2}}}{\cos \epsilon_2}. \end{aligned} \right\} \quad (130)$$

Пользуясь формулами (129), (130), можно подсчитать толщину слоя  $d_2$ , при которой имеет место максимальное отражение от него. При этом следует отметить, что область изменения углов падения для описанной системы очень невелика. Например, для слоя  $\text{SiO}_2$  ( $n_2 = 1,45$ ) на поверхности призмы из кремния ( $n_1 = 3,5$ ;  $n_3 = 1$ ) такие условия выполняются при  $16^\circ 30' < \epsilon < 24^\circ 30'$ . Указанные ограничения не позволяют применять схему "светового конденсора" для исследования спектров поглощения слоев в зависимости от их толщины.

На практике спектры НПВО и МНПВО получают на спектрометрах с помощью специальных оптических элементов и приставок к спектрометрам. Типичными материалами специальных оптических элементов являются Ge, Si, ZnSe, KPS-5,  $\text{CaF}_2$  и др. Исследуемый образец (слой) приводят в контакт с поверхностью отражения элемента. Качество получаемых спектров определяется характеристиками соответствующего элемента: рабочим углом (или интервалом углов) падения лучей, размером светового отверстия, числом отражений, числом прохождения через элемент светового пучка, выбором материала и качеством подготовки поверхности элемента. Так как контраст спектра растет с увеличением эффективной толщины  $d_{\text{эф}}$ , то для увеличения последней желательно использовать элемент с минимально возможными показателем преломления и углом падения [см. формулы (127), (128)].

На рис. 73 изображены элементы НПВО и МНПВО, применяемые для спектрофотометрии тонкослойных покрытий, которые образуются непосредственно на рабочих отражающих плоскостях элемента или приводятся в контакт с ними. Введение элементов НПВО и МНПВО в рабочий канал спектрофотометра увеличивает оптическую длину проходящего светового пучка. При этом возникают потери световой энергии на отражение при входе пучка в элемент, выходе из него и поглощении и рассеянии в самом элементе. В связи с этим в канал сравнения прибора вводят пластины-компенсаторы, представляющие собой либо аналогичные элементы, рабочая поверхность которых не покрыта исследуемым слоем, либо плоскопараллельные пластины из того



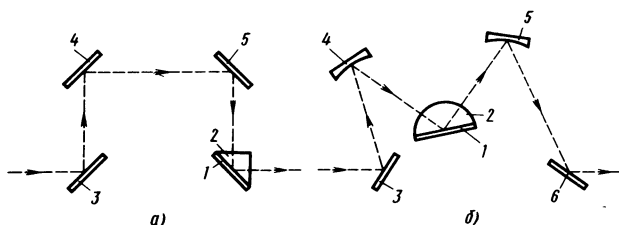
**Рис. 73. Различные типы элементов НПВО и МНПВО:**

1 — оптический элемент; 2 — исследуемый слой; а, б — элементы НПВО с постоянным и переменным углами падения; в, г — элементы МНПВО однократного прохождения с постоянным углом падения; д — элемент МНПВО двойного прохождения с постоянным углом падения; е, ж — элементы МНПВО с переменным углом падения; з — U-образный элемент МНПВО

же материала, что и элемент. При выполнении измерений на одноручевом спектрофотометре экспериментально полученный спектр слоя, нанесенного на оптический элемент, необходимо разделить на спектр оптического элемента без слоя.

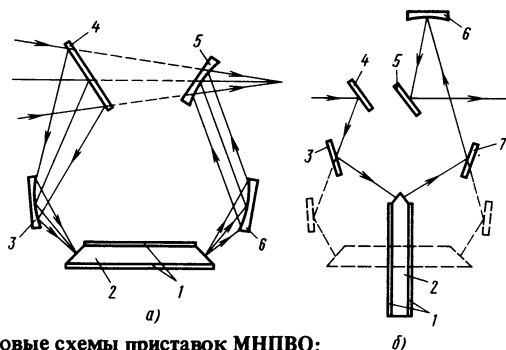
В настоящее время разработано большое количество приставок НПВО и МНПВО к серийно выпускаемым спектрофотометрам. На рис. 74, 75 изображены оптические схемы типовых отечественных и зарубежных приставок НПВО и МНПВО. Приставки НПВО позволяют устанавливать угол падения в интервале  $30^{\circ}$ – $60^{\circ}$  с погрешностью  $10^{\circ}$ – $30^{\circ}$  и менее путем поворота элемента НПВО и соответствующих зеркал. В приставках МНПВО обычно предусматривается замена элементов, имеющих различное число отражений (от 5 до 50) и изготовленных из различных материалов. Рабочий угол падения в большинстве приставок равен  $45^{\circ}$ , но отдельные модели позволяют получать спектры при углах  $30^{\circ}$ ,  $45^{\circ}$  и  $60^{\circ}$ . Спектры МНПВО имеют систематические искажения из-за особенностей прохождения сходящегося светового пучка через протяженные элементы МНПВО. Основные искажения связаны с многократным отражением света от входных граней





**Рис. 74. Типовые схемы приставок НПВО:**

*а* — с постоянным углом падения; *б* — с переменным углом падения; 1 — исследуемое покрытие; 2 — оптический элемент НПВО; 3 — 6 — плоские и сферические зеркала



**Рис. 75. Типовые схемы приставок МНПВО:**

*а* — с однократным прохождением через элемент МНПВО; *б* — с двойным прохождением через элемент МНПВО; 1 — исследуемый слой; 2 — оптический элемент МНПВО; 3 — 7 — плоские и сферические зеркала

элемента и сильным перераспределением энергии по апертуре пучка. Эти факторы необходимо учитывать при расшифровке спектров.

Исследования тонких слоев методами НПВО и МНПВО имеют существенные преимущества при определении фазового состава очень тонких слоев с малой концентрацией инородных примесей, при изучении оптической однородности тонких слоев, а также при исследовании тонких слоев на сильно поглощающих подложках. Поэтапно стравливая слой и измеряя дисперсию оптических констант методом МНПВО, можно выявить зависимость спектрального распределения показателей преломления и поглощения от толщины слоя. Если распределение по спектру этих величин не меняется, то исследуемый слой однороден. В противном случае можно выявить наличие неоднородностей и удалить их от границы раздела слой — подложка.

Оптические константы пленочных покрытий можно определить по измеренным значениям коэффициентов отражения для

неполяризованного света или для параллельной и перпендикулярной поляризаций при различных углах падения из решения уравнений, получаемых на основе формул Френеля. С целью повышения удобства можно выполнить расчеты по формулам Френеля в некотором диапазоне  $n_2$ ,  $k_2$  и составить номограммы, выполняющие отображение оптических постоянных слоя в соответствующую пару значений коэффициента отражения. Обратный переход от экспериментально измеренных значений коэффициентов отражения к оптическим постоянным слоя осуществляется с помощью номограмм. Для очень тонких слоев можно использовать упрощенные выражения (125), (127), которые позволяют оценить дисперсию главного показателя поглощения  $k_2(\lambda)$ .

Распространенным методом вычисления  $n_2$  и  $k_2$  слоев по спектрам НПВО и МНПВО является метод Крамерса—Кронига [1], в основе которого лежит зависимость, связывающая сдвиг фазы  $\delta\varphi$  световой волны при отражении с дисперсией энергетического коэффициента отражения  $R(\nu)$ :

$$\delta\varphi(\nu_0) = - \frac{\nu_0}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{\ln R(\nu) d\nu}{\nu^2 - \nu_0^2}. \quad (131)$$

Интегрирование в формуле (131) ведется в полубесконечном диапазоне от 0 до  $\infty$ . Поэтому для повышения точности при использовании экспериментальных спектров желательно максимально расширять спектральный диапазон, в котором регистрируется спектр. Недостаточные участки спектра, получаемого экспериментально, обычно дополняют некоторой модельной функцией на основе априорной информации об исследуемой среде. Вычислив сдвиг фазы  $\delta\varphi(\nu_0)$  по формуле (131), можно определить комплексный амплитудный коэффициент отражения  $\hat{r}(\nu_0) =$

$\frac{1}{R^2} \exp i[\delta\varphi(\nu_0)]$ , с помощью которого по формулам Френеля определяют оптические постоянные слоя, соответствующие  $\nu_0$ .

Некоторое затруднение возникает в том, что применительно к тонким слоям  $\hat{n}$  нельзя явно выразить через  $\hat{r}$ . Это, однако, не является принципиальным, так как определение оптических постоянных слоев сводится к решению системы трансцендентных уравнений, что можно выполнить известными приближенными методами [1]. Несомненным достоинством метода Крамерса—Кронига является возможность получения путем одного экспериментального измерения спектрального коэффициента отражения обеих оптических постоянных вещества в измеренной области спектра. При оптимальных условиях выполнения эксперимента (погрешность измерения  $R \approx \pm 0,5\%$ ) ошибка вычисления главного показателя поглощения слоя методом Крамерса—

Кренига составляет величину порядка 1 — 3 %, а погрешность вычисления показателя преломления слоя несколько выше.

Применение метода МНПВО позволяет установить наличие слоя на непрозрачной подложке, измерить поглощение слоя, выявить его структуру, изучить процесс старения. При достаточно малой толщине слоя ( $d_2 < d_{эф}$ ) регистрируемый спектр содержит информацию о поглощении света как самим слоем, так и подложкой. Возможность разделения спектров определяется их сравнительным контрастом. Исследование поглощения тонких слоев на поглощающих подложках играет особенно важную роль в случае металлических зеркал с защитными слоями, применяемых с мощным лазерным излучением. Метод МНПВО позволяет выявить наличие поглощения в слоях порядка  $10^{-5}$  и менее. При изучении вопросов старения слоев спектры НПВО и МНПВО записывают через определенные промежутки времени.

## ГЛАВА 6

### ИЗМЕРЕНИЕ КАЧЕСТВЕННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

Кроме толщины, оптических постоянных, их дисперсии и неоднородности реальные оптические покрытия определяются рядом качественных характеристик, от которых во многом зависит их пригодность для использования по своему функциональному назначению. К качественным характеристикам покрытий можно отнести уровень рассеянного света, наличие внутренних напряжений, пористость, влагостойкость, подверженность старению, лучевую прочность, устойчивость к термовоздействию и т.д. Большинство из этих характеристик обычно коррелируют между собой и могут быть оценены оптическими методами.

#### 1. ИЗМЕРЕНИЕ РАССЕЯННОГО СВЕТА

Рассеяние света в покрытиях обусловлено шероховатостью границ слоя, пространственными флуктуациями его оптических постоянных, зернистостью и пористостью материала слоя, наличием микротрещин, пузырьков газа, микровключений, а также мазков, мутных налетов и других дефектов, часто имеющих место при недостаточно совершенной технологии изготовления слоев. Рассеяние света всегда сопровождается изменением направления распространения света и поэтому его можно детально охарактеризовать индикатрисой рассеяния  $I(\varphi)$ , где  $\varphi$  — угол рассея-

ния к направлению освещающего образец светового пучка. Рассеяние света в неоднородных средах с размерами неоднородностей, составляющих доли длины волны, называется рэлеевским. Если рассеивающие частицы не поглощают свет, то индикатриса рассеяния имеет следующий вид [10]:

$$I(\varphi) = AN_0 V^2 I_0 \frac{1 + \cos^2 \varphi}{L^2 \lambda^4}, \quad (132)$$

где  $A$  — коэффициент пропорциональности;  $N_0$  — число частиц в единице объема среды;  $V$  — объем одной частицы;  $L$  — расстояние от рассеивающего объема до точки наблюдения;  $I_0$  — интенсивность падающего света.

Из выражения (132) следует, что интенсивность рассеянного света пропорциональна  $\lambda^{-4}$  (закон Рэлея).

Рассеяние света, имеющее место в оптически чистых средах, не содержащих инородных частиц, называется молекулярным. Оно обусловлено флуктуациями плотности и ориентации молекул. Индикатриса молекулярного рассеяния в случае электрически изотропных молекул описывается следующей формулой [10]:

$$I(\varphi) = \frac{2\pi^2 k T}{L^2 \lambda^4} \beta(\rho n \frac{dn}{dL}) I_0 (1 + \cos^2 \varphi), \quad (133)$$

где  $k$  — постоянная Больцмана;  $T$  — абсолютная температура;  $\beta$  — термодинамический коэффициент сжимаемости среды;  $\rho$  — плотность среды;  $n$  — показатель преломления на длине волны  $\lambda$ ;  $L$  — расстояние от рассматриваемого объекта до точки наблюдения рассеянного света.

Если линейные размеры неоднородностей сравнимы с длиной волны или больше нее, то зависимость интенсивности рассеянного света от  $\lambda$  имеет следующий вид:

$$I \approx \lambda^{-m}, \quad (134)$$

где  $m < 4$  и убывает с увеличением размеров неоднородностей.

При этом рассеяние вперед преобладает над рассеянием назад (эффект Ми). По мере увеличения размеров частиц характер индикатрисы усложняется, так как возможно появление дифракционных максимумов. Для рассеивающих частиц с размерами порядка световой волны и более нельзя указать достаточно строгих закономерностей, так как форма частиц, влияющая на свойства рассеянного света, трудно поддается учету ввиду ее разнообразия.

Рассеяние света на шероховатых поверхностях зависит сложным образом от формы и размеров неровностей, длины волны

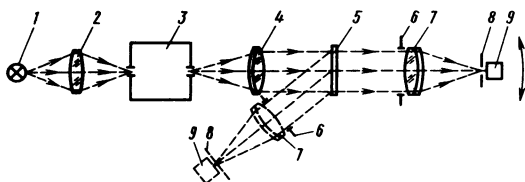


Рис. 76. Схема гониоспектрофотометрической установки для измерения индикатрисы рассеяния:

1 — источник света; 2 — конденсор; 3 — монохроматор; 4, 7 — объективы; 5 — исследуемый образец; 6 — диафрагма; 8 — шель; 9 — фотоприемник

излучения и состояния его поляризации. Теория рассеяния света от шероховатых поверхностей основана на рассмотрении поверхности как совокупности статистически распределенных микроплощадок, различных по размерам и расположению, с некоторой функцией распределения, часто экспоненциальной, по углам наклона. Профиль шероховатой поверхности в соответствии с ГОСТ 2789—73 характеризуется параметрами, важнейшими из которых являются  $Ra$  — среднее отклонение точек профиля от средней линии и  $Rz$  — средняя разность высот пяти наивысших и пяти наинизших точек на базовой длине профиля. Часто в научно-технической литературе используют среднее квадратическое отклонение от средней линии профиля ( $\sigma$ ), связанное с  $Ra$  и  $Rz$  следующим приближенным соотношением:  $Rz \approx 5Ra \approx 4\sigma$ . Когда размеры шероховатостей сравнимы с длиной волны, распределение света, отраженного или преломленного микрогранями поверхности, искажается дифракцией света.

Индикатрису рассеяния можно измерить на гониоспектрофотометрической установке, изображенной на рис. 76 [20]. С помощью электродвигателя приемная система (элементы 6, 7, 8, 9) перемещается по кругу и сигнал с фотоприемника подается на самопишущий потенциометр. Угловое разрешение установки составляет несколько угловых минут. В том случае, когда необходимо измерить только величину рассеянного света без учета зеркально отраженной составляющей, можно использовать установку, схема которой показана на рис. 77. Зеркально отраженный свет уходит обратно через отверстие в зеркале 4 и не попадает на фотоприемник, а апертура рассеянного света изменяется с помощью ирисовой диафрагмы 6.

Для оценки доли рассеянного света в общем уровне отраженного образцом излучения можно использовать установку с фотометрическим шаром, изображенную на рис. 78. Зеркально отраженный образцом свет выходит из шара через отверстие и га-

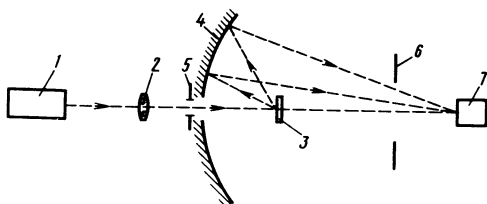
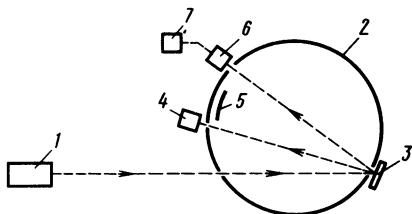


Рис. 77. Схема установки для измерения интенсивности рассеянного света:

1 — лазер; 2 — линза; 3 — исследуемый образец; 4 — зеркало; 5, 6 — диафрагмы; 7 — фотоприемник

Рис. 78. Схема установки с фотометрическим шаром:

1 — лазер; 2 — фотометрический шар; 3 — образец; 4 — ловушка; 5 — экран; 6 — фотоприемник; 7 — измерительный прибор



сится в ловушке 4. При этом диффузно отраженный образцом свет создает на стенках шара некоторую освещенность, уровень которой регистрируется фотоприемником 6 и измерительным прибором 7. При закрытии отверстия в шаре экраном 5 измерительный прибор фиксирует освещенность, обусловленную всем отраженным от образца световым потоком. Коэффициент светорассеяния оптических покрытий является важной эксплуатационной характеристикой. Кроме того, он позволяет косвенно оценить средние квадратические размеры неоднородностей и высоту шероховатости поверхностей покрытия.

Исследованию светорассеяния оптических покрытий и нахождению путей его снижения уделяется большое внимание. Хорошо известным фактором является, например, пониженное светорассеяние покрытий, полученных из смеси окислов, что свидетельствует о более тонкой структуре и более гладкой поверхности тонких слоев. Присутствие 10–25 % примеси  $\text{SiO}_2$  в окислах с высоким показателем преломления ( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  и др.) обеспечивает снижение светорассеяния слоев на порядок по сравнению со случаем отсутствия  $\text{SiO}_2$ .

Для снижения светорассеяния покрытий необходимо выполнять тщательную очистку подложки, обеспыливание технологического процесса, оптимизацию условий образования покрытий и их стабилизацию. Создание и стабилизация требуемого микроклимата обычно осуществляются путем кондиционирования. Температуру целесообразно поддерживать с погрешностью до

$\pm 1^\circ \text{C}$ , а относительную влажность до  $\pm 3\%$ . Большинство оптических покрытий, в частности окислов Ti, Zr, Th, Si и их смесей, полученных химическим методом в оптимальных условиях пленкообразования, имеют коэффициент светорассеяния порядка тысячных долей процента, т.е. близкий к коэффициенту рассеяния подложки. Однако оптимальные условия выполнить не всегда удается, что может привести к увеличению светорассеяния на 1–2 порядка.

Особо жесткие требования к коэффициенту светорассеяния предъявляются к покрытиям, применяемым в лазерной технике. Важную роль здесь играют слои сульфида цинка, обладающие одним из наименьших коэффициентов поглощения (примерно на порядок меньше, чем у тугоплавких окислов с высоким показателем преломления). Тем не менее экспериментально полученные в вакууме слои ZnS имеют значительное количество всевозможных неоднородностей, большая часть которых имеет размеры на уровне долей микрометра. Встречаются, однако, и крупные включения с размерами до 10 мкм. Большинство неоднородностей представляет собой включения с избыточным содержанием цинка или серы, вплоть до чистых фаз этих элементов. Кроме указанных неоднородностей в слоях ZnS обнаруживаются локальные нарушения толщины, а также участки поверхности, свободные от конденсата (пустоты).

Исследование современных диэлектрических зеркал с коэффициентом отражения 90 % и более, изготовленных с использованием пленок ZnS, показывает, что они имеют коэффициент обратного интегрального рассеяния порядка 0,1 %, причем разброс значений коэффициента рассеяния по зонам диаметром  $\sim 1$  мм находится в интервале 0,06 – 0,1 %. Микрофотографии участков слоев позволяют определить размеры и плотность дефектов рассеяния, обусловленных качеством подложки и размером кристаллов в слоях. Экстраполяция экспериментальных результатов показывает, что для "бездефектных" зеркал типа ZnS/криолит коэффициент рассеяния равен  $\sim 0,02\%$ , а для зеркал типа  $\text{ZrO}_2/\text{SiO}_2$  он составляет  $\sim 0,04\%$ .

В последние годы появились работы по применению оптики спеклов для изучения распределения рассеивающих элементов размерами  $\sim 0,01 - 10$  мкм, что имеет прямое отношение к измерению коэффициента рассеяния пленочных покрытий. Спекл-картина представляет собой фотографию распределения интенсивности света, отраженного образцом или прошедшего через него. Распределение интенсивности в спекл-картине позволяет определить статистические параметры рассеивающих элементов

образца. Выполненные работы свидетельствуют о том, что данное направление находится в стадии развития и является перспективным.

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ

Внутренние остаточные напряжения всегда имеют место в тонких слоях независимо от способа их получения (вакуумного или химического). Возникновение внутренних напряжений в вакуумных слоях преимущественно обусловлено различием коэффициентов расширения слоя и подложки, неодинаковым уплотнением отдельных участков слоев при термообработке в процессе стабилизации, реакциями вещества слоев с остаточными газами и т.д.

При изготовлении тонкослойных покрытий химическим методом причины возникновения внутренних напряжений определяются, в основном, механизмом пленкообразования и структурными характеристиками покрытия. Важную роль при этом играют атмосферные условия, в частности, температура и влажность. Химические слои получаются в результате коагуляции и гидролиза растворов. Коллоидные частицы сцепляются с подложкой и друг с другом прочными химическими связями. В результате реакции в слое возникают два вида сил: когезия, направленная параллельно плоскости подложки, и перпендикулярные ей силы адгезии. В процессе взаимодействия этих сил возникают внутренние напряжения в слое. К увеличению напряжений химических слоев приводят также явления, связанные с удалением растворителя, кислот и органического стекла, а также с кристаллизацией слоев [23].

Значительные внутренние напряжения приводят к искажению качества поверхности подложки, нарушению стабильности оптических свойств слоев, их растрескиванию и отслаиванию от подложки. Очень часто свободная поверхность отслоившегося от подложки слоя имеет вогнутую форму, что подтверждает модель, согласно которой напряжения сосредоточены в тонкой приповерхностной области и практически равны нулю во всей остальной части слоя. Напряжения в слоях сильно зависят от относительной плотности и количества поглощенных паров воды. При выдержке на воздухе в слоях часто возникает рельеф напряжений.

Обычно напряжения определяют по результатам измерения прогиба подложки со слоем во время или после ее нанесения. Часто применяют длинный тонкий брусок, у которого зажимают



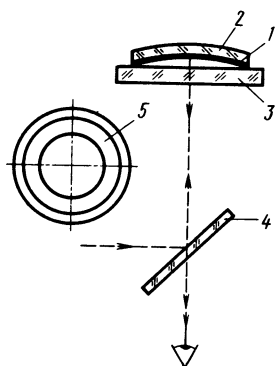


Рис. 79. Схема интерференционного устройства для измерения внутренних напряжений в слое:

1 — исследуемый слой; 2 — подложка; 3 — образцовая поверхность; 4 — светоделитель; 5 — наблюдаемая интерференционная картина

один конец (консоль) и измеряют прогиб свободного конца, или же оба конца бруска опирают на "ножи" и измеряют прогиб в центре. В случае консоли прогиб оценивают с помощью оптических, механических и

других измерительных средств. Наиболее чувствительна интерференционная оценка прогиба подложки [23]. Слой в этом случае удобно наносить на подложку в виде круглой стеклянной или кварцевой пластины с образцовыми плоскими поверхностями. После нанесения слоя поверхность подложки со слоем становится вогнутой или выпуклой, что можно количественно оценить, например, на интерферометре типа Физо (рис. 79).

Переход от деформации подложки к величине внутреннего напряжения осуществляется с учетом отношения диаметра подложки к ее толщине. Так, например, при внутренних напряжениях порядка  $70 \text{ Н/мм}^2$  в 11-слойной системе из слоев  $\text{PbF}_2$  и криолита поверхность стеклянной подложки с отношением диаметра к толщине 6:1 деформируется на величину, составляющую сотые доли микронметра [9].

Результаты измерений внутренних напряжений в различных металлических и диэлектрических слоях приведены в литературе [23]. Малые значения внутренних напряжений обычно имеют место в слоях двуокиси кремния и двуокиси тория, в то время, как напряжения в слоях двуокиси гафния и циркония значительны и могут приводить к растрескиванию слоев и их отслаиванию. Слои двуокиси титана также имеют значительные напряжения. Однако при химическом методе изготовления, используя гидролизующие растворы малой концентрации или добавляя двуокись тория, можно существенно снизить напряжения в слоях двуокиси титана.

В слоях  $\text{ZnS}$ , полученных при медленном напылении, могут возникать растягивающие напряжения. В слоях некоторых веществ, например  $\text{SiO}_2$ , внутренние напряжения после выноса слоев на воздух могут изменяться от растягивающих до сжимающих. Эти изменения напряжений часто сопровождаются короб-

лением слоя и его отделением от подложки. Ускоренный прогрев и охлаждение всегда увеличивают внутренние напряжения, в то время, как отжиг в течение нескольких часов с произвольным остыванием снижает их.

### 3. КОНТРОЛЬ ПОРИСТОСТИ, ВЛАГОСОДЕРЖАНИЯ, ПРОЦЕССОВ СТАРЕНИЯ И ТЕРМОВОЗДЕЙСТВИЙ

Пористость, влагостойкость, а также изменение свойств во времени (старение) и в результате термовоздействий во многом определяют надежность и длительность эксплуатации тонкослойных изделий. В реальных слоях всегда имеются поры различных типов и размеров, а также различной концентрации и распределения по объему. Пористость слоя можно оценивать отношением объема пор (пустот) в слое к геометрическому объему слоя, включающему в себя объем пор и основной матрицы, т.е. объемной концентрацией пор ( $C$ ). Пористость непосредственно влияет на адсорбционную способность слоев и на стабильность их оптических характеристик. Наличие пористости слоев ведет к изменению показателя преломления, а также увеличивает рассеяние света и обуславливает дополнительные потери на поглощение в адсорбируемых в порах молекул различных газов.

Для пористых слоев характерны пониженные значения показателя преломления. Уравнение, устанавливающее качественную связь между эффективным показателем преломления слоя  $n_{эф}$ , пористостью  $C$  и влажностью атмосферы, можно представить в следующем виде [13]:

$$n_{эф} = n_1 - C(n_1 - n_3) - (n_2 - n_3)f\left(\frac{P}{P_0}\right), \quad (135)$$

где  $n_1$  — показатель преломления вещества, составляющего скелет слоя;  $n_2$  и  $n_3$  — показатели преломления адсорбируемой воды ( $\sim 1,33$ ) и воздуха ( $\sim 1,0$ ), соответственно;  $f(P/P_0)$  — аналитическая запись в общей форме для изотермы адсорбции.

Микропоры в слое образуются за счет неплотной упаковки кристаллитов. Открытую пористость слоев можно успешно исследовать по спектрам МНПВО, однако основными методами исследования пористости слоев являются электронная микроскопия и рентгеновский анализ. Наименьшую пористость имеют слои, нанесенные методом катодного распыления. На пористость слоев, нанесенных в вакууме, сильно влияют скорость конденсации, степень вакуума и температура подложки [13]. Для уменьшения пористости очень важно получить первый слой в компактном состоянии, что можно достигнуть только при достаточно

нагретой поверхности подложки. Немаловажное значение для процессов порообразования в вакуумных конденсатах имеют тип подложки и состояние ее поверхности (чистота, шероховатость), а также наличие подслоя. При плохой очистке, а также при значительной шероховатости поверхности подложки пористость наносимых слоев значительно возрастает.

Пористость окислов металлов ( $ZrO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $Nd_2O_3$ ,  $MgO$  и др.) обычно увеличивается с ростом скорости конденсации при условии высокого вакуума и поэтому ее величину не следует задавать более 25 нм/мин. Интересно, что в условиях низкого вакуума наблюдается противоположная зависимость [13]. Значительной пористостью обладают слои всех фторидов металлов, в то время, как слои сульфида цинка образуют плотноупакованную поликристаллическую структуру. Пористые слои более чувствительны к давлению остаточных газов и паров воды. Пористость можно оценить по полосе поглощения воды вблизи длины волны 2,94 мкм, так как данная полоса поглощения не имеет отношения к исходным материалам слоев, а ее образование является следствием сорбции воды в порах слоя. Адсорбированная порами влага (особенно для слоев с малым показателем преломления) может привести к ошибочной трактовке результатов исследования оптических свойств тонкослойных систем.

В литературе сообщалось, что при снижении давления в вакуумной камере от  $1,33$  до  $6 \cdot 10^{-5}$  Па слои фторидов иттрия становятся более плотными и однородными. Этот вывод легко объясняется тем, что при снижении давления уменьшается число молекул остаточных газов, захватываемых молекулами испаряемого вещества и внедряемых в напыленный слой. Наибольшей пористостью слои фторида иттрия обладают при давлении остаточных газов  $6 \cdot 10^{-3}$  Па. В результате сорбции остаточных газов и паров воды пористыми слоями в них возникают внутренние напряжения, которые увеличивают толщину слоев. Этот эффект объясняется возникновением значительного давления сорбированной воды в порах.

Из сказанного выше следует, что влагосодержание в слоях сильно связано с их пористостью. Природа влагосодержания зависит от технологии нанесения слоев. Влагосодержание химических слоев характеризует в отличие от вакуумных слоев не только пористость, но и относительное число молекул воды в единице объема, часть которых может занимать вакантные места в кристаллической решетке того или иного окисла. Однако основная масса воды в слоях, получаемых химическим путем, находится как и в вакуумных слоях на границе участков контактирования гранул, из которых образован слой. Этот вывод под-

тверждается уменьшением абсолютного содержания воды при прогреве слоев  $\text{SiO}_2$  до температуры  $350^\circ\text{C}$ . Таким образом, влагосодержание, по крайней мере, при низких температурах будет косвенным образом характеризовать плотность упаковки вещества в окисле.

Изучение старения оптических покрытий, т.е. изменения их свойств как в обычных условиях, так и при повышенной влажности, является важной составной частью полного исследования покрытий. Старение покрытий обусловлено, в основном, заполнением пор покрытий атмосферной водой, что приводит к нестабильности во времени оптических параметров покрытия, а иногда и их разрушению. Вопросы изучения старения являются одними из наиболее сложных и трудоемких, так как требуют выполнения постоянных исследований для каждого конкретного покрытия в течение длительных промежутков времени (до года и более). Часто слои исследуют, выдерживая их в водных растворах. Качественно приготовленные слои  $\text{MgF}_2$ , многие окислы и их комбинации выдерживают такие испытания. При изучении вопросов старения необходимо принимать во внимание возможность химических реакций между слоем и подложкой и между соседними слоями из различных материалов в многослойных системах. Между стеклянными подложками типа  $\text{PbO}$  и тонкослойными материалами типа  $\text{La}_2\text{O}_3$  может протекать химическая реакция с выделением металлического свинца. Возможны также реакции между материалами слоев, особенно при повышенной температуре подложки [25].

Температура окружающего пространства, где изготовляют и используют оптические покрытия, влияет на их параметры. При нагревании подложки с покрытием изменяются ее показатель преломления и толщина, что обычно является обратимым процессом. Нагрев покрытия может привести также к его необратимым структурным изменениям. По существу, именно необратимые, целенаправленные изменения лежат в основе термообработки покрытий, позволяющей стабилизировать их свойства. Однако неконтролируемые изменения свойств покрытий чаще приводят к невозможности его дальнейшего использования.

Примерами обратимых изменений свойств покрытий являются вызванные нагревом смещения полосы пропускания интерференционных светофильтров и изменение коэффициента отражения диэлектрических зеркал. Нагрев покрытия в процессе эксплуатации может осуществляться как в результате изменения температуры окружающей среды, так и при воздействии на покрытие лазерного излучения. Обратимый сдвиг положения максимума пропускания фильтров для видимой области в диапазоне

температур от  $-60$  до  $+60^{\circ}\text{C}$  достигает  $0,01-0,03 \text{ нм}/^{\circ}\text{C}$ . При увеличении температуры максимум пропускания сдвигается в сторону более длинных волн. Для ИК-фильтров величины сдвига составляют  $\sim 0,0034-0,0125 \text{ }^{\circ}\text{C}$  [25].

Необратимые термические изменения свойств покрытий в некоторых случаях находят полезное применение. Так, например, прогрев выше  $300^{\circ}\text{C}$  слоев двуокиси олова, полученных электронно-лучевым испарением в вакууме, позволяет повысить электропроводность и прозрачность слоев, что позволяет применять их в качестве прозрачных электродов. Параметры покрытий, полученных различными технологическими методами из различных материалов, по-разному изменяются в результате термовоздействий. При нагреве до  $600^{\circ}\text{C}$  слоев окислов редкоземельных элементов, полученных электронно-лучевым испарением в вакууме, изменений показателя преломления и коротковолновой границы поглощения не наблюдается (за исключением слоев окислов празеодима и тербия), однако светорассеяние слоев возрастает в  $1,5-2$  раза.

Термообработка химических слоев из двуокиси титана при температуре  $700-900^{\circ}\text{C}$  приводит к возрастанию коэффициента светорассеяния примерно на порядок, что объясняется кристаллизацией в слоях, в то время, как слои окислов циркония, тория и кремния не показывают столь явной термической зависимости коэффициента светорассеяния, что свидетельствует об их аморфной структуре при температуре выше  $500^{\circ}\text{C}$ . Прогрев на воздухе при температуре выше  $150^{\circ}\text{C}$  слоев смесей окислов металлов и сульфида или селенида вольфрама приводит к окислению последнего с соответствующим понижением показателя преломления слоев. Прозрачность в УФ области спектра химических слоев двуокиси тория в отличие от слоев двуокиси гафния и циркония возрастает с повышением температуры сушки (до температуры  $700^{\circ}\text{C}$ ). Это делает указанные слои ценным пленкообразующим материалом, поскольку высокотемпературный прогрев является непременным условием получения слоев большой толщины.

#### 4. ИЗМЕРЕНИЕ ЛУЧЕВОЙ ПРОЧНОСТИ

Вопросам лучевой прочности оптических покрытий уделяется в последние годы повышенное внимание в связи с бурным развитием лазерной техники. Исследованию подвергаются как одиночные слои, так и многослойные оптические покрытия. Лазерное излучение до определенного уровня интенсивности  $I_{\text{пор}}$  при взаимодействии с покрытием вызывает его нагрев, что при-

водит к изменению его толщины и показателя преломления. В диапазоне интенсивностей  $I \leq I_{\text{пор}}$  изменения свойств покрытий носят обратимый характер. Увеличение плотности энергии излучения вызывает локальные разрушения покрытий вследствие поглощения излучения отдельными центрами (микродефектами). Дальнейшее увеличение энергии излучения приводит к разрушению покрытия по всей площади взаимодействия.

В качестве критерия разрушения покрытия обычно имеют в виду повреждения, видимые в пучке вспомогательного газового лазера или же фиксируемые визуально обычным или электронным микроскопом, а также возникновение на покрытии светящейся плазмы. Причиной разрушения прозрачных диэлектриков мощным лазерным излучением является сильное увеличение поглощения, в результате чего в локальных объемах выделяется значительная доля энергии излучения и развиваются термические напряжения, приводящие к разрушению материала. Поглощение излучения нарастает вследствие образования либо электронной лавины, либо сетки трещин (или деформированных областей) вокруг поглощающего центра.

Исследование лучевой прочности покрытий можно выполнить на установке, оптическая схема которой приведена на рис. 80 [12]. Излучение мощного лазера (рубинового,  $\lambda = 0,694$  мкм или неодимового,  $\lambda = 1,06$  мкм) фокусируется в пятно диаметром порядка  $\sim 0,2$  мм на образец с исследуемым покрытием. Измеряют как мощность излучения лазера, так и форму импульса.

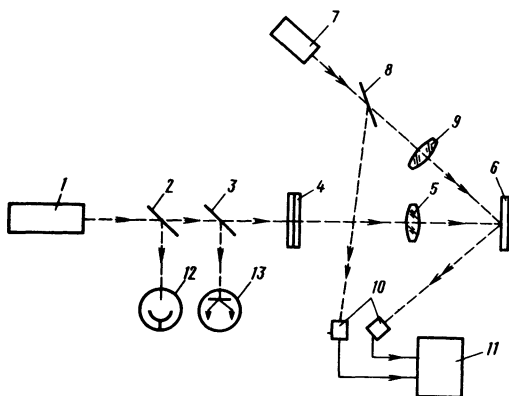


Рис. 80. Схема установки для измерения лучевой прочности:

1 — мощный лазер; 2, 3, 8 — светоделители; 4 — калиброванный аттенюатор; 5, 9 — линзы; 6 — исследуемый образец; 7 — вспомогательный газовый лазер; 10 — фотоприемники; 11 — измерительный осциллограф; 12 — фотоэлемент; 13 — угольный калориметр

Порог разрушения покрытий зависит от модового состава и длительности импульса, и поэтому эти характеристики излучения должны быть известны. Возникающие при ограниченных уровнях энергии облучения обратимые изменения коэффициента отражения исследуемого покрытия для излучения вспомогательного He — Ne лазера фиксируются измерительной схемой, включающей фотоприемники и измерительный осциллограф. Увеличение плотности энергии излучения вызывает разрушение покрытия.

Лучевая прочность оптических покрытий зависит от ряда факторов. Высокой лучевой прочностью обычно обладают покрытия, имеющие значительную термическую устойчивость, так как механизм разрушения носит тепловой характер. Основными факторами, понижающими лучевую прочность, являются наличие поглощающих включений, а также поверхностные и объемные дефекты покрытия. Поглощающие включения представляют собой микронеоднородности, мелкие вкрапления инородных частиц, кристаллики, частицы конденсата, осевшие на покрытие при напуске воздуха под колпак вакуумной камеры, а также пыль и органические загрязнения. Часто встречающимися дефектами являются царапины и микротрещины покрытий. Поэтому покрытия, имеющие мелкокристаллическую структуру, а также уплотненную структуру, полученную наслаиванием сверхтонких слоев и подвергнутую термообработке, имеют повышенную лучевую прочность. Оставшиеся внутренние напряжения всегда снижают лучевую прочность покрытий.

В качестве примера приведем результаты измерения порога разрушений покрытий при воздействии излучением в виде серий нескольких импульсов полушириной 80—240 нс рубинового лазера с модулированной добротностью. Для четвертьволновых и полуволновых диэлектрических слоев пороговые плотности лежат в области 470—30 Дж/см<sup>2</sup> с убыванием в следующей последовательности: ThF<sub>4</sub>, SiO<sub>2</sub>, MgF<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaF<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, 5NaF 3AlF<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, SiO, LiF, MgO, CeO<sub>2</sub> и ZnS. В качестве сравнения можно указать, что соответствующий порог для Al лежит в интервале 0,5—5,1 Дж/см<sup>2</sup> [25]. Пороговые энергии для многослойных покрытий принимают промежуточные значения между пороговыми энергиями отдельных слоев, за исключением ZnS, для которого пороговая энергия значительно ниже, чем для других составов.

Лучевая прочность многослойных покрытий слабо зависит от очередности слоев и, следовательно, от коэффициента отражения покрытия, а определяется, в основном, материалом слоев и наличием в них поглощающих неоднородностей. Число и разме-

ры последних обычно увеличиваются с ростом толщины слоев. Более тонкие исследования показывают, что кроме микроструктуры слоев на их лучевую прочность оказывают влияние интерференционные эффекты, возникающие при взаимодействии падающей на покрытие и отраженной от нее световых волн. В результате этого взаимодействия создаются неодинаковые амплитуды электрического поля на разных поверхностях покрытия при одном и том же падающем потоке. Поэтому порог разрушения поверхностей покрытия зависит от его толщины, углов падения лазерного излучения и его поляризации. Для слоев с высоким показателем преломления, например, из материала  $\text{TiO}_2$ , порог разрушения при толщинах кратных нечетному числу  $\lambda/4$ , выше, чем у слоев с четным числом  $\lambda/4$ , а для слоев с низким показателем преломления, например, из материала  $\text{MgF}_2$ , наоборот. При освещении излучением, поляризованным в плоскости падения, под углом Брюстера для границ слоя с окружающей средой интерференция отсутствует и лучевая прочность не зависит от его толщины.



## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Альперович Л. И., Пушкарев В. Н. Определение оптических постоянных тонких пленок из спектров отражения методом Крамерса – Кронига. — Оптика и спектроскопия, 1979, т. 47, вып. 5, с. 932 – 936.
2. Ахмедиев Н. Н., Владимиров В. И. Использование эффекта боковой волны в измерительной аппаратуре. — ОМП, 1982, № 2, с. 1 – 3.
3. Биленко Д. И., Галишникова Ю. Н., Дворкин Б. А. Эллипсометрический контроль диэлектрических слоев в полупроводниковых структурах в процессе их получения. — Оптика и спектроскопия, 1978, т. 45, вып. 1, с. 107 – 113.
4. Борн М., Вольф Э. Основы оптики / Пер. с англ. М.: Наука, 1970. 856 с.
5. Бурдун Г. Д., Марков Б. Н. Основы метрологии. М.: Изд-во стандартов, 1975. 335 с.
6. Интегральная оптика / Пер. с англ.; Под ред. Т. Тамира. М.: Мир, 1978. 344 с.
7. Иоффе Б. В. Рефрактометрические методы химии. Л.: Химия, 1983. 350 с.
8. Комраков Б. М. Измерение показателя преломления в диэлектрических слоях переменной толщины. Труды МВТУ, 1980, № 328, с. 73 – 80.
9. Крылова Т. Н. Интерференционные покрытия. Л.: Машиностроение, 1973. 224 с.
10. Кучикян Л. М. Физическая оптика волоконных световодов. М.: Энергия, 1979. 192 с.
11. Мальшев В. И. Введение в экспериментальную спектроскопию. М.: Наука, 1979. 478 с.
12. Павшуков А. В., Свечников М. Б., Тюнис В. М. О нагревании многослойных диэлектрических покрытий при воздействии излучения ОКГ. — ОМП, 1974, № 6, с. 8 – 10.
13. Палатник Л. С., Черемской П. Г., Фукс М. Я. Поры в пленках. М.: Энергоиздат, 1982. 216 с.
14. Применение голографической интерферометрии и лазерной техники для контроля качества промышленных изделий. Руководящие технические материалы / Под ред. М. М. Бутусова. Горький, 1971, с. 17 – 23.
15. Раков А. В. Спектрофотометрия тонкопленочных полупроводниковых структур. М.: Сов. радио, 1975. 176 с.
16. Рефрактометр нарушенного полного внутреннего отражения для измерения оптических констант поглощающих сред / Б. И. Молочников, М. В. Лейкин, И. С. Васильева и др. — ОМП, 1979, № 2, с. 26 – 28.
17. Основы эллипсометрии / А. В. Ржанов, К. К. Свиташев, А. И. Семенов и др. Новосибирск: Наука, Сибирское отделение, 1979. 423 с.
18. Сопоставление показателей преломления и ИК-спектров пленок двуокиси кремния, полученных различными методами / А. Я. Балагуров, В. П. Пелипас, Б. Н. Петров и др. — ОМП, 1979, № 2, с. 38 – 40.

19. Технология тонких пленок. Справочник / Пер. с англ.; Под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. Т. 1, 2. М.: Сов. радио, 1977.
20. Горонец А. С. Отражение света шероховатой поверхностью. — ОМП, 1979, № 1, с. 34 — 46.
21. Фазылыянов Р. Х. Анализ работы двухлучевого фотометра для контроля толщины тонких пленок. — ОМП, 1982, № 8, с. 47 — 50.
22. Физика тонких пленок / Пер. с англ.; Под ред. Г. Хасса и Р. Э. Туна. Т. II. М.: Мир, 1967, с. 136 — 185.
23. Физика тонких пленок / Пер. с англ.; Под ред. Г. Хасса и Р. Э. Туна. Т. III. М.: Мир, 1968, с. 7 — 57.
24. Физика тонких пленок / Пер. с англ.; Под ред. Г. Хасса и Р. Э. Туна. Т. IV. М.: Мир, 1970, с. 7 — 122.
25. Физика тонких пленок / Пер. с англ.; Под ред. Г. Хасса, М. Франкомба, Р. Гофмана. Т. VIII. М.: Мир, 1978, с. 7 — 60.
26. Черемухин Г. С., Рожнов В. П. Расчет толщины и показателя преломления тонкой прозрачной пленки на примере окиси циркония и титана. — ОМП, 1978, № 1, с. 3 — 5.
27. Шапочкин Б. А., Ключков А. М., Комраков Б. М. Прямой способ контроля асферизирующих слоев в процессе их получения. — ОМП, 1976, № 6, с. 67, 68.
28. Azzam R. M. A., Zaghloul A. — R. M. Determination of the index of refraction and thickness of a transparent film on a transparent substrate from the angles of incidence of zero reflected-induced ellipticity. — Optics Communications, 1978, v.24, N.3, p. 351 — 354.
29. Azzam R. M. A., Zaghloul A. — R. M. Polarization-independent reflectance matching (PIRM). A technique for the determination of the refractive index and thickness of transparent films. — Journal of Optics, 1977, v.8, N.3, p. 201 — 205.
30. Albella J. M., Martinez-Duart J. M. Index of refraction of tantalum oxide in the wavelength interval 2750—14000 Å. — Optica Acta, 1975, v.22, N.12, p. 973 — 979.
31. Buckman A. B., Kuo C. Fizeau interferometry for measuring refractive index and thickness of nearly transparent films. — Applied Optics, 1978, v.17, N.22, p. 3636 — 3640.
32. Khawaja E. E. The determination of the refractive index and thickness of a transparent film. — Journal of Physics. D. Applied Physics, 1976, v.9, N.14, p. 1939 — 1943.
33. Ohlidal I., Navratil K., Lukes P. The optical analysis of non-absorbing thin films with randomly rough boundaries by means of immersion spectrophotometry. — Thin Solid Films, 1979, v.57, N.1, p. 179 — 184.
34. Ruiz-Urbieta M., Sparrow E. M. Refractive index thickness and extinction coefficient of slightly absorbing thin films. — Journal of the Optical Society of America, 1972, v.62, N.8, p. 931 — 937.
35. Ruiz-Urbieta M., Sparrow E. M., Eckert E. R. G. Film thickness and refractive index of dielectric films on dielectric substrates. — Journal of the Optical Society of America, 1971, v.61, N.10, p. 1392 — 1396.
36. Sandercock J. R. Film thickness monitor based on white light interference. — Journal of Physics. E. Scientific Instruments, 1983, v.16, N.9, p. 866 — 870.
37. Shamir J. Optical parameters of partially transmitting thin films, 2: Experiment and further analysis of a novel method for their determination. — Applied Optics, 1976, v.15, N.1, p. 120 — 126.

38. Singleton E. B., Shirkey C. J. Optical constants in the IR from thin film interference and reflectance: the reststrahlen region of muscovite mica. – Applied Optics, 1983, v.22, N.1, p. 185 – 189.

39. Wei J. S., Westwood W. D. A new method for determining thin film refractive index and thickness using guided optical waves. – Applied Physical Letters, 1978, v.32, N.12, p. 819 – 821.

## ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие . . . . .	3
Введение . . . . .	4
<b>Глава 1. Теоретические основы оптических измерений параметров тонкослойных покрытий и важнейшие сведения об измерительном процессе . . . . .</b>	<b>7</b>
1. Параметры покрытий . . . . .	7
2. Отражение и преломление света тонкими слоями . . . . .	10
3. Сведения об измерениях . . . . .	15
<b>Глава 2. Измерение толщины покрытий . . . . .</b>	<b>22</b>
1. Интерферометрия в белом свете . . . . .	22
2. Контроль толщины покрытий на двухлучевых интерферометрах . . . . .	24
3. Многолучевая интерферометрия . . . . .	29
4. Поляризационная интерферометрия . . . . .	32
5. Контроль слоев переменной толщины . . . . .	35
<b>Глава 3. Определение оптических постоянных . . . . .</b>	<b>39</b>
1. Рефрактометрия внутреннего отражения . . . . .	39
2. Определение показателя преломления по углу Брюстера при внешнем отражении от покрытия . . . . .	46
3. Использование иммерсионных жидкостей . . . . .	49
4. Измерение оптических постоянных в слоях переменной толщины . . . . .	53
5. Контроль поглощения оптических покрытий . . . . .	57
<b>Глава 4. Одновременное определение толщины и оптических постоянных . . . . .</b>	<b>59</b>
1. Эллипсометрия . . . . .	59
2. Поляризметрические измерения . . . . .	66
3. Использование коэффициентов отражения и пропускания подложки с покрытием . . . . .	68
4. Методы переменного угла падения . . . . .	70
5. Метод волноводных мод . . . . .	76
<b>Глава 5. Спектрофотометрические измерения . . . . .</b>	<b>81</b>
1. Спектральная аппаратура . . . . .	81
2. Измерение спектрального коэффициента отражения . . . . .	88
3. Измерение спектрального коэффициента пропускания . . . . .	94
4. Одновременное измерение спектральных коэффициентов пропускания и отражения . . . . .	101
5. Анализ оптической неоднородности покрытий . . . . .	104
6. Метод нарушенного полного внутреннего отражения . . . . .	107

<i>Глава 6. Измерение качественных характеристик оптических покрытий</i> . . . . .	114
1. Измерение рассеянного света . . . . .	114
2. Определение внутренних напряжений . . . . .	119
3. Контроль пористости, влагосодержания, процессов старения и термовоздействий . . . . .	121
4. Измерение лучевой прочности . . . . .	124
Список литературы . . . . .	128

*Производственное издание*

**Борис Михайлович Комраков**  
**Борис Алексеевич Шапочкин**

# **ИЗМЕРЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ**

Редактор *Л. П. Строганов*  
Художественный редактор *С. С. Водчиц*  
Технический редактор *О. В. Чеботарева*  
Корректор *Н. В. Давыдова*

ИБ № 4358

---

Сдано в набор 18.10.85.	Подписано в печать 31.03.86.	T-04916.
Формат 84×108 1/32. Бумага офсетная № 2.	Гарнитура Пресс Роман.	
Печать офсетная.	Усл.печ.л.7.14.	Усл.кр.-отт.7.35.
Тираж 4500 экз.	Заказ 1870	Уч.-изд.л.7.73.
		Цена 40 к.

---

Ордена Трудового Красного Знамени издательство "Машиностроение",  
107076, Москва, Стромьинский пер., 4

---

Отпечатано в Московской типографии № 4 Союзполиграфпрома  
при Государственном комитете СССР по делам издательств, полиграфии  
и книжной торговли. 129041, Москва, Б. Переяславская, 46,  
с оригинал-макета, изготовленного в издательстве "Машиностроение"  
на наборно-пишущих машинах

## Производственная литература

**Брусков А. М., Брусков В. М. Конструирование зеркально-призмённых оптико-механических узлов.** — 8.: ил. — (Б-ка приборостроителя). — (В обл.): 40 к.

Изложены вопросы анализа конструкций узлов, оценки и отбора рациональных конструктивных элементов, обеспечения заданной точности замыкающего звена размерной цепи, оптимального базирования зеркально-призмённых узлов. Даны методика и примеры синтеза конструкций узлов. Особое внимание уделено вопросам обеспечения технологичности конструкций. Рассмотрены пути дальнейшего совершенствования конструкций узлов.

Для инженерно-технических работников оптического приборостроения: конструкторов, технологов, работников служб стандартизации и качества.

**Волоконная оптика и приборостроение / М. М. Бутусов, С. Л. Галкин, С. П. Оробинский, Б. П. Пал; Под общ. ред. М. М. Бутусова.** — 19 л.: ил. — (В пер.): 1 р. 50 к.

В книге, написанной совместно учеными СССР и Индии, обобщается отечественный и зарубежный опыт в области создания волоконной оптики. Рассмотрены технология получения волокна, методы и приборы контроля его характеристик, способы изготовления и прокладки волоконно-оптических кабелей, источники и детекторы света, методы соединения оптических волокон, технологические приемы получения элементов интегральной и градиентной оптики, волоконно-оптические интерферометры, гироскопы, неинтерферометрические датчики, волоконно-оптические линии и системы.

Для инженеров, занимающихся технологией создания волокна, конструированием, изготовлением и применением волоконной оптики.

**Высокоточные угловые измерения / Д. А. Аникст, К. М. Константинович, И. В. Меськин и др.; Под общ. ред. Ю. Г. Якушенкова.** — 33 л.: ил. — (В пер.): 2 р.

Приведены структурные схемы высокоточных оптических и оптико-электронных угломеров различного назначения. Описаны физические основы методов угловых измерений и способы оценки их точности. Рассмотрены особенности конструкций и пути совершенствования типовых узлов высокоточных угломеров. Указаны принципиальные особенности и даны технические

характеристики отечественных и зарубежных оптических и оптико-электронных угломеров.

Для инженерно-технических работников, занимающихся разработкой и применением методов и средств угловых измерений.

**Кинематическая точность приборных волновых передач /** С. Г. Борисов, С. Н. Истомин, П. К. Попов, А. Ф. Фирсаев, С. А. Шувалов. — 9 л.: ил. — (Б-ка приборостроителя). — (В обл.): 50 к.

Приведены общий расчет волновых зубчатых передач с применением ЭВМ, а также вероятностный с помощью ЭВМ и интегральный на базе номограмм методы расчета кинематической погрешности зубчатых и резьбовых волновых передач. Рассмотрены средства контроля кинематической точности, методы расшифровки кинематограмм и даны примеры исследований кинематической точности реальных конструкций волновых передач при работе в атмосфере и вакууме.

Для инженерно-технических работников — приборостроителей, занимающихся созданием передаточных механизмов приборов.

**Королев М. В., Стариков Б. П., Карпельсон А. Е. Ультразвуковые импульсные приборы контроля прочности материалов.** — 7 л.: ил. — (Б-ка приборостроителя). — (В обл.): 35 к.

Рассмотрены вопросы проектирования портативных приборов контроля прочностных и упругих свойств конструкционных материалов (металлов, сплавов, керамики и т.п.), основанных на прецизионном измерении скорости распространения импульсов ультразвуковых колебаний, связанной корреляционной или функциональной зависимостью с указанными свойствами материалов.

Особое внимание уделено вопросам повышения точности приборов с одновременным уменьшением их габаритов, что особенно важно при использовании приборов для контроля машин, механизмов и конструкций в процессе их эксплуатации.

Для инженерно-технических работников, занимающихся созданием средств контроля физико-механических свойств материалов, а также для работников заводских лабораторий и служб неразрушающего контроля качества оборудования и конструкций в различных отраслях машиностроения.

**Мишин В. А., Белый М. И. Защита электроизмерительных приборов от механических воздействий.** — 11 л.: ил. — (Б-ка приборостроителя). — (В обл.): 60 к.



Рассмотрены конструктивные, специальные и технологические методы защиты аналоговых электроизмерительных приборов от механических воздействий. Изложены вопросы расчета, конструирования и изготовления керновых опор с полимерными подпятниками, обеспечивающими высокие механические характеристики. Большое внимание уделено вопросам виброустойчивости, в частности предложен новый подход к определению параметров эквивалентности гармонических вибраций.

Для инженерно-технических работников, занимающихся разработкой и изготовлением электромеханических приборов.

**Яковлев П. П., Мешков Б. Б. Проектирование интерференционных покрытий.** — 12 л.: ил. — (Б-ка приборостроителя). — (В обл.): 65 к.

Изложены различные методы расчета многослойных интерференционных покрытий с заданными оптическими свойствами. Рассмотрено влияние ошибок в определении параметров слоев на спектральные характеристики покрытий. Даны программы расчета покрытий на ЭВМ. Приведены примеры покрытий различных типов — отражающих, просветляющих, фильтрующих и поляризующих.

Для инженерно-технических работников оптического приборостроения, занимающихся созданием оптических систем различного назначения.

40 коп.



« МАШИНОСТРОЕНИЕ »