

Õhukese kile paksuse ja optiliste konstantide määramine läbilaskvusspektrist

Valter Kiisk

Viimati redigeeritud: 7. juuni 2015. a.

Sisukord

Töö eesmärk	1
Tööülesanne	1
Töövahendid.....	1
1. Sissejuhatus ja teoreetiline ülevaade.....	1
1.1. Probleemiasetus	1
1.2. Interferents kilestruktuurides	1
1.3. Mudel	2
1.4. Lähendamise meetod	3
1.5. Mähisjoone meetod.....	3
2. Töö käik.....	4
3. Andmete töötlemine ja protokoll vormistamine	4
Kirjandus	4

Töö eesmärk

Optikanähtusega tutvumine (interferentsi tekkimine õhukeses tasaparalleelses plaadis) ja selle rakendamine kilematerjalide uurimiseks; spektrofotomeetri tööpõhimõtte ja käsitlemise omandamine.

Tööülesanne

Kvartsalusele sadestatud õhukese Al_2O_3 kile paksuse ja optiliste konstantide hindamine läbilaskvusspektrist.

Töövahendid

Spektrofotomeeter (Jasco V-570), õhukese Al_2O_3 kilega kaetud kvartsplaat, paljas kvartsplaat, vahendid katseobjekti kinematiseks.

1. Sissejuhatus ja teoreetiline ülevaade

1.1. Probleemiasetus

Valmistusmeetodi või rakenduse eripärast tulenevalt prepareeritakse materjale paljudel juhtudel üliõhukeste kiledena mõnesuguse aluse pinnale (nt selgendavad katted optilistel elementidel, läbipaistvad elektroodid mikroelektroonikas ja päikese-patareides jms). Nende kilede paksused varieeruvad nanomeetri murdosast mõne mikromeetri. Selliste kilede karakteristikute kindlakstegemine on tüüpiline eksperimentaalne ülesanne materjaliuuringutes. Homogeenset ainekihti iseloomustab antud kontekstis kolm parameetrit: paksus d , murdumisnäitaja n ja neeldumiskoeffitsient α . Kaks viimast sõltuvad veel lainepikkusest λ , seega mõõtmise lõpptulemina peaks teada saada sõltuvused $n(\lambda)$ ja $\alpha(\lambda)$. Keerulisematel juhtudel tuleb arvestada ka pinnakaredust, optiliste konstantide ruumilist gradienti jms.

Paksust on mõnikord võimalik kindlaks teha otseselt, kasutades profilomeetrit, aatomjõumikroskoopi või elektronmikroskoopi. Optilisi karakteristikuid tuleb aga määrata kaudsemate võtetega. Kõige sagedamini kasutatakse selleks spektrofoto-

meetrilisi või ellipsomeetrilisi mõõtmisi. Käesolevas praktikumis vaadeldakse võimalusi, mida pakub läbilaskvuse mõõtmine (st spektrofotomeetri kõige tavalisem töörežiim).

1.2. Interferents kilestruktuurides

Kahe homogeense läbipaistva dielektriku piirpinnale (nt õhk/klaas) langev valguskiir jaguneb kaheks: peegeldunud ja murdunud kiireks. Optikakursuses näidatakse, et vastavate lainete elektrivälja amplituudid võrrelduna pealangeva laine amplituudiga on määratud keskkondade murdumisnäitajatega ja kiire langemisnurgaga Fresneli valemite kaudu [1]. Kui valgus langeb pinnale risti, omandavad need valemid eriti lihtsa kuju:

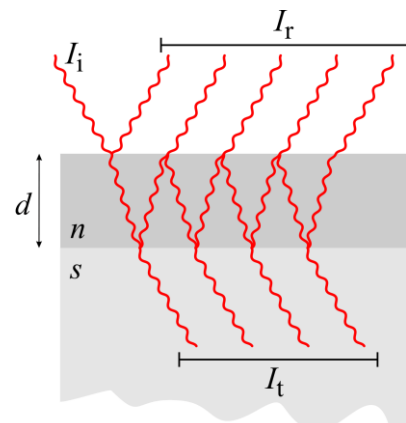
$$\frac{E_r}{E_i} = \frac{n_i - n_t}{n_i + n_t}, \quad \frac{E_t}{E_i} = \frac{2n_i}{n_i + n_t}. \quad (1)$$

(Indeksid i , r , t tulenevad sõnadest *incident*, *reflected*, *transmitted* ja on levinud ingliskeelses kirjanduses.) Laine intensiivsus (kiiritustihedus) on võrdeline amplituudi ruuduga. Näiteks tavalise klaasi ($n=1,5$) pind peegeldab energeetiliselt mõttes

$$\left(\frac{E_r}{E_i}\right)^2 = \left(\frac{1-1,5}{1+1,5}\right)^2 = 4\%$$

sellele langevast valgusest.

Vaatleme homogeenset ainekihti lõpmatu paksusega alusel ja jälgime, mis juhtub sellisele süsteemile piki pinnanormali langeva monokromaatse valguslainega (joon. 1). Kõigepealt kile pealmine, õhuga piirnev pind peegeldab tagasi teatud väikese osa valguslainest vastavalt valemile 1. Ülejäänud laine siseneb kilesse, ja kui kile on piisavalt läbipaistev, jõuab välja kile-aluse piirpinnani, millelt omakorda peegeldub osaliselt.



Joonis 1: Kordsete peegelduste tekkimine valguse levikul läbi õhukese kile (selguse huvides on valguskiired kaldu).

Suurem osa sellest peegeldunud lainest väljub läbi kile pealispinna (liitudes esimese peegeldunud lainega), väike osa aga peegeldub jälle tagasi kile sisse, jne. Kui kile murdumisnäitaja ei ole just erakordselt kõrge, siis kõigi nende ülejäänud peegelduste panus resultatiivsesse peegeldunud lainesse on võrdlemisi väike. Samas ei ole võimatu ka kõigi (lõpmatu arvu) peegelduste arvessevõtmine, mis viib lihtsalt teatava geometrilise jada summeerimisele. Nende lainete summeerimisel esineb reeglina üks kahest piirjuhust sõltuvalt kasutatava valguse monokromaatsusest ja kile paksusest. Kui valguse koherentsipikkus on hulga väiksem kui kile paksus, siis järjestikused peegeldused ei ole omavahel koherentsed (nende faasivahe muutub juhuslikult). Tähistades kiirguse spektraallaiuse $\Delta\lambda$, realiseerub selline situatsioon juhul, kui

$$d \gg \frac{\lambda^2}{n\Delta\lambda}, \quad (2)$$

kus lainepikkused on mõõdetud vaakumis. Lainete liitumine taandub sel juhul intensiivsuste summeerimisele. Kui aga valguse koherentsipikkus on hulga suurem kui kile paksus, siis järjestikused peegeldused on vastastikku koherentsed (nende faasivahe säilib) ja nende vahel tekib interferents. Selline situatsioon realiseerub juhul, kui

$$d \ll \frac{\lambda^2}{n\Delta\lambda}. \quad (3)$$

Sellisel juhul nimetame kile õhukeseks. Sellise kile läbilaskvuse analüüs huvitabki meid käesolevas praktikumis.

Peegeldunud lainete liitmisel õhukeses kiles tuleb arvesse võtta faasivahet järjestikuste peegelduste vahel. Paksuse d edasi-tagasi läbimisel tekib faasivahe $2\pi \times 2nd/\lambda$ ($2nd$ on kile kahekordne optiline paksus, lainepikkusele λ vastab faasimuutus 2π). See faasinihe sõltub lainepikkusest, mille skaneerimisel lainete interferentsi tulemus hakkab perioodiliselt muutuma ühest äärmusest teise. Selle tõttu ongi õhukeste kiled korral nii peegeldus- kui ka läbilaskespekter moduleeritud. Modulatsiooni spektraalne samm kajastab kile optilist paksust nd . Vähemalt üks nendest kahest suurusel (n või d) peab olema teada, selleks et ainuüksi interferentsisammu põhjal teist määrata.

1.3. Mudel

Esitame järgnevalt ilma tuletuskäiguta läbilaskvusspektri arutamise täpse eeskirja konkreetse mudelsituatsiooni jaoks. Olgu õhuke kile sadestatud lõpliku paksusega alusmaterjali pinnale, kusjuures olgu täidetud järgmised tingimused:

1. Kile on homogeenne ja ühtlase paksusega.
2. Neeldumine kiles ei ole väga suur, nii et $k \ll n$, kus $k = \alpha\lambda/4\pi$.
3. Alusmaterjal on hästi läbipaistev (st neeldumine selles on tühine).
4. Aluse paksus on hulga suurem valguse koherentsipikkusest (st aluses interferentsiefekte ei ilmne).

Sel juhul saadakse läbilaskvusteguri jaoks lainepikkusel λ järgmine avaldis [2]:

$$T = \frac{AX}{B - CX \cos \varphi + DX^2}, \quad (4)$$

kus

$$\begin{aligned} A &= 16n^2s \\ B &= (n+1)^3(n+s^2) \\ C &= 2(n^2-1)(n^2-s^2) \\ D &= (n-1)^3(n-s^2) \\ \varphi &= 4\pi nd/\lambda \\ X &= \exp(-\alpha d). \end{aligned} \quad (5)$$

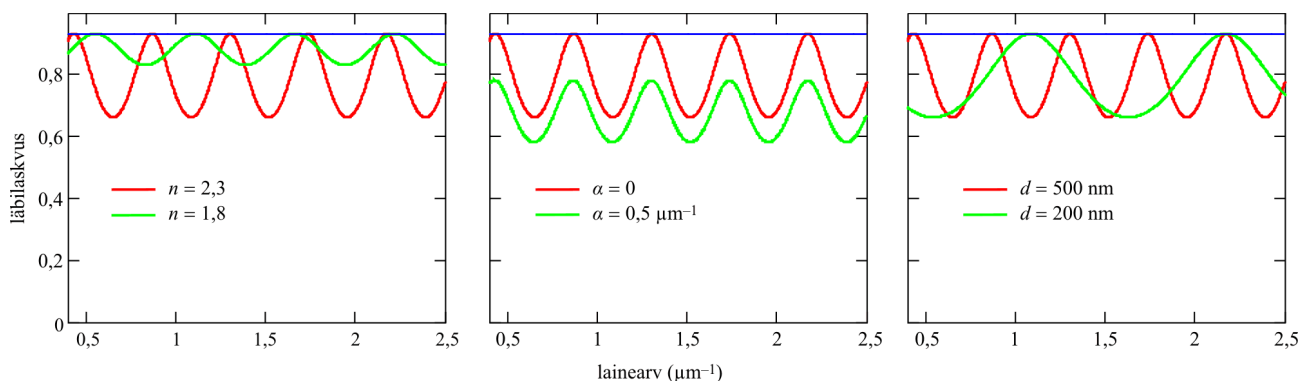
Siin s on alusmaterjali murdumisnäitaja. Piiril $d \rightarrow 0$ peame saama siit katmata alusplaadi läbilaskvusteguri, mis avaldub järgmiselt

$$T_s = \frac{2s}{s^2+1}. \quad (6)$$

Kilega kaetud aluse läbilaskvus ei ületa ühelgi lainepikkusel T_s -i. Piirjuhul — neeldumise puudumisel — interferentsimaksimumid parajasti puudutavad T_s -i. Seda asjaolu võib silmas pidada eksperimentitulemuste tõepärasuse hindamisel ja kvalitatiivse hinnangu andmiseks kile neeldumisele.

Joonis 2 ilmestab seda, kuidas erinevad parameetrid kajastuvad spektri käitumises. Näeme, et:

1. Ostsillatsioonide sügavuse määrab esmajärjekorras kile murdumisnäitaja n .
2. Neeldumistegur α määrab seda, kuivõrd interferentsimaksimumid on eemaldunud palja aluse läbilaskvusest T_s .
3. Kile paksus d kontrollib interferentsisammu (n mõjutab seda küll samamoodi, kuid n varieerub tavaliselt väikeses ulatuses, enamikel dielektrilistel kiledel $1,4 < n < 2,5$). Seejuures,



Joonis 2: Erinevate parameetrite mõju õhukese kile läbilaskvusspektrile valemi 4 järgi (alus murdumisnäitaja $s = 1,46$).

eeldades dispersiooni puudumist, saadakse ühtlase sammuga modulatsioon vaid sagedusskaalas (näiteks lainearvudes).

Järgnevalt käsitleme kahte traditsioonilist meetodit läbilaskvusspektrist parameetrite d , $n(\lambda)$ ja $\alpha(\lambda)$ hindamiseks. On selge, et mistahes meetodi puhul tuleb teha teatavaid füüsikaliselt põhjendatud eeldusi $n(\lambda)$ ja $\alpha(\lambda)$ käigu kohta, sest kindlal lainepikkusel on kolm tundmatut (d , n , α), kuid ainult üks võrrand, $T=f(d, n, \alpha)$.

1.4. Lähendamise meetod

Selle meetodi puhul postuleeritakse kõigepealt mõnesugused füüsikaliselt põhjendatud avaldised funktsioonidele $n(\lambda)$ ja $\alpha(\lambda)$. Need avaldised sisaldavad teatava hulga tundmatuid parameetreid, millele lisandub veel kile paksus d . Kõiki otsitavaid parameetreid varieeritakse leidmaks vähimruutude mõttes parimat kooskõla modelleeritud ja eksperimentaalselt mõõdetud spektri vahel. Teisisõnu, otsitakse miinimumi funktsioonile

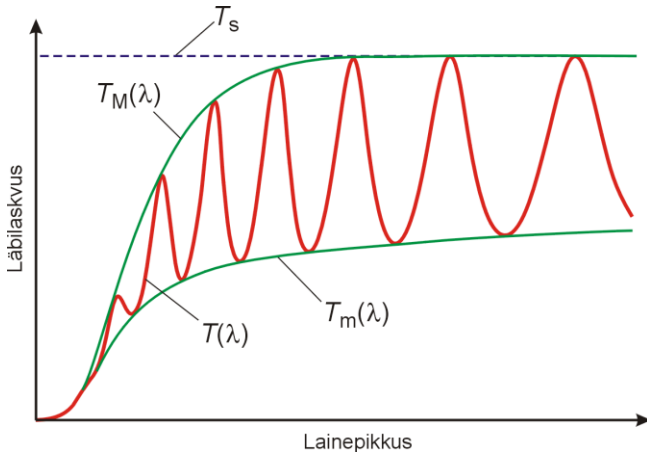
$$S(p_1, p_2, \dots) = \sum_{\lambda} [T_{\text{eksp}}(\lambda) - T_{\text{model}}(\lambda, p_1, p_2, \dots)]^2,$$

kus p_1, p_2, \dots tähistavad kõiki tundmatuid parameetreid (kaasa arvatud d).

Meetodi puuduseks on vajadus leida suhteliselt vähe parameetreid sisaldavad ja füüsikaliselt mõistlikud avaldised sõltuvuste $n(\lambda)$ ja $\alpha(\lambda)$ kirjeldamiseks. Samuti tuleb parameetritele omistada realistlikud algühendid, vastasel korral võib tekkida raskusi funktsiooni S globaalse miinimumi leidmisega. Meetodi arvutusmahukus ei ole praeguste arvutusressursside juures enam reeglina probleemiks.

1.5. Mähisjoone meetod

Eelmist meetodit võiks nimetada jõumeetodiks. Mõneti elegantsem lähenemine eksisteerib juhul kui kile paksus on piisavalt suur, nii et läbilaskvusspekter on interferentsi tõttu tihealt läbi moduleeritud. Sel juhul on võimalik küllalt täpselt visandada mähisjooned, mis ühendavad interferentsi maksimume või miinimume (joon. 3). Valemi 4 kontekstis vastavad need mähisjooned tingimusele $\cos \varphi = \pm 1$. Seega valemi 4 kehtivuspiirides ei sõltu T_M ja T_m kile paksusest, vaid on määratud suurustega n ja X . Seega on meil kaks tundmatut ja kaks võrrandit. Teades T_M ja T_m , saab n ja X avaldada järgmiselt:



Joonis 3: Interferentsi tõttu moduleeritud läbilaskvusspekter (punane kõver) ja selle interferentsimaksimume ning -miinimume ühendavad mähisjooned (rohelistes kõverad).

$$n = \sqrt{N + \sqrt{N^2 - s^2}}, \text{ kus } N = 2s \frac{T_M - T_m}{T_M T_m} + \frac{s^2 + 1}{2}, \quad (7)$$

$$X = \frac{F - \sqrt{F^2 - (n^2 - 1)^3 (n^2 - s^4)}}{(n-1)^3 (n-s^2)}, \quad (8)$$

$$\text{kus } F = 4n^2 s \frac{T_M + T_m}{T_M T_m}.$$

X on seotud α ja d korrutisega vastavalt seosele 5. Seega α ei saa enne määrata, kui on arvatud d . Kuna aga n on teada, siis d saab määrata juba interferentsisammu järgi:

$$d = \frac{M}{2 \left[\frac{n(\lambda_1)}{\lambda_1} - \frac{n(\lambda_2)}{\lambda_2} \right]},$$

kus λ_1 ja λ_2 on kahe interferentsimaksimumi (või miinimumi) lainepikkused, mis eraldatud M ostsillatsiooniperioodiga. Viimasena saab arvutada α :

$$\alpha = -\frac{1}{d} \ln X. \quad (9)$$

Kile paksuse täpsemaks arvutamiseks võib kasutada ka rohkem kui kahte interferentsipiiki. Valemi 4 põhjal maksimumide asukohad on määratud tingimusega $\cos \varphi = 1$ ehk $\varphi = 2\pi m$ ehk

$$\frac{2n_m d}{\lambda_m} = m, \quad m = 0, 1, 2, \dots \quad (10)$$

Analoogselt interferentsimiinimumid vastavad tingimusele $\cos \varphi = -1$ ehk

$$\frac{2n_m d}{\lambda_m} = m + \frac{1}{2}, \quad m = 0, 1, 2, \dots \quad (11)$$

Seega spektri punapiiril ($\lambda \rightarrow \infty$) tekib interferentsimaksimum. Tingimused 10 ja 11 võib kokku võtta kujul

$$\frac{4n_\mu d}{\lambda_\mu} = \mu, \quad \mu = 0, 1, 2, \dots$$

ehk

$$\Lambda_\mu = a\mu, \quad \text{kus } \Lambda_\mu \equiv \frac{4n_\mu}{\lambda_\mu}, \quad a \equiv \frac{1}{d}$$

See tingimus määrab kõigi ekstreemumite asukohad. Seega, kui katsepunktid kanda graafikule, kus on kujutatud $4n_\mu / \lambda_\mu$ sõltuvus μ -st, siis nad peaksid langema sirgele, mis läbib koordinaatide alguspunkti ja mille tõus on $1/d$. Vähimruutude mõttes parima, koordinaatide alguspunkti läbiva lähendussirge tõusu arvutamise eeskiri on järgmine:

$$a = \frac{\sum_{\mu} \mu \Lambda_\mu}{\sum_{\mu} \mu^2}. \quad (12)$$

(See on erinev üldisest regressioonsirge tõusu arvutamise eeskirjast.) Mõningane probleem võib tekkida interferentsipiikide nummerdamisega (μ määramisega), eriti paksemate kilede korral, kus μ väikestele väärtustele vastavad interferentsipiigid spektri punases otsas ei ole näha (spektrofotomeetrid võimaldavad spektrit registreerida tüüpiliselt kuni 2500 μm -ni ja sügavamas infrapunases hakkab ka infrapunaneeldumine häirima spektri tõlgendamist). Lähendussirge ja katsepunktide kokkulangevust jälgides on võimalik μ väärtused enamasti kergesti paika ajada.

2. Töö käik

Mõõtmised teostatakse Jasco V-570 spektrofotomeetriga, mille juhend on saadaval aineveebis [3].

1. Kinnita objektihoidik ja veendu, et selle apertuur on enam-vähem tsentreeritud langeva kiire suhtes. Valguskiire nähtavuse parendamiseks sea ajutiselt dialoogist **Measurement** ▶ **Parameter** kiire spektraallaius (**Band Width**) võimalikult suureks ja käsuga **Measurement** ▶ **Move Wavelength** sea lainepikkuseks ~550 nm (silma tundlikkuse maksimum). Fikseeri objektihoidik; kõigi edasiste mõõtmiste ajaks peab objektihoidiku (apertuuri) asend jääma muutumatuks.

2. Sea paika mõõtmise parameetrid (**Measurement** ▶ **Parameter**):

Photometric Mode: T

Response: Medium

Band Width: 2 nm, NIR: 8 nm

Scanning Speed: 200 nm/min

Start: 2100 nm

End: 200 nm

Data Pitch: 2 nm

Nende seadete puhul efektiivne spektraallahutus (3–4 nm) on piisav, et ei kannataks interferentsi modulatsiooni sügavus.

3. Didaktilistel ja praktilistel (aja kokkuhoid) kaalutlustel loobume selles praktikumis juhtprogrammi sisse ehitatud baasjoone arvestamise võimalusest ja teostame kõik vastavad arvutused käsitsi hilisemal andmetöötusel. Keela baasjoone kasutamine dialoogist **Measurement** ▶ **Baseline**. Aseta objektikambrisse hoidik ilma proovita (võrdlusproovi hoidik jääb siin ja edaspidi tühjaks). Sulge kambri kaas ja käivita mõõtmine (**Measurement** ▶ **Start**). Salvesta saadud spekter tekstifailina.

4. Aseta objektihoidikusse katmata (ilma kileta) alusklaas ja teosta mõõtmine uuesti.

5. Korda mõõtmist kilega kaetud alusklaasi jaoks.

3. Andmete töötlemine ja protokollivormistamine

Detailsed juhised andmetöötuse läbiviimiseks Mathcad'i keskkonnas on saadaval eraldi failina.

Spektrofotomeetri programm salvestab mõõtmistulemused kaheveerulise tekstifailina. Spektraalmuutujaks on lainepikkus nanomeetrites ja läbilaskvuse väärtused on protsentides. Faili päises on ka hulk ridu mõõtmisparameetritega; need read tuleb vajadusel kustutada.

Esmalt tuleb nii palja kui ka kilega kaetud alusklaasi spektrid läbi jagada võrdlusspektriga (sest tühja objektihoidikuga mõõdetud spekter vastab definitsioonijärgselt 100%-lisele läbilaskvusele). Seejärel tuleks lainepikkuste skaala konverteerida elektronvoltidesse, kuna energia- ehk sagedusskaalas on interferentsisamm ühtlasem.

Järgmine, võrdlemisi triviaalne etapp on alusmaterjali (kvartsklaasi) murdumisnäitaja dispersiooni määramine lähtudes valemist 6 (tuntud materjalide korral võiks need andmed võtta muidugi ka käsiraamatust või (veebi)andmebaasist, kuid aluse paralleelne mõõtmine võib aidata kompenseerida spektrofotomeetri võimalikku süstemaatilist viga). Leitud dispersiooni (nii aluse kui ka hiljem kile puhul) võib andmete silumise eesmärgil modelleerida Cauchy valemiga, mis kehtib puhaste dielektrike puhul läbipaistvusalas:

$$n(\lambda) = A + \frac{B}{\lambda^2} + \frac{C}{\lambda^4} + \dots$$

Töömahukam ülesanne on kile spektrile mähisjoonte konstrueerimine (seda tegevust on keeruline automatiseerida). Selleks tuleb graafikult määrata nende punktide asukohad, kus silma järgi vaadates mähisjooned peaksid graafikut puudutama. Olles koostanud vastava andmemassiivi, saab mähisjoone konstrueerida interpoleerimise teel (võib juhtuda et katsepunktide paigutus on liiga ebaregulaarne või järsk kuupsplaini kasutamiseks ja tuleb leppida lineaarse interpolatsiooniga). Rakendage valemeid 7, 8, 9 ja 12 sõltuvuste $n(\lambda)$ ja $\alpha(\lambda)$ ning kile paksuse d määramiseks.

Protokollis tuleb ära tuua järgmised tulemused:

1. Kile ja aluse läbilaskvusspektrid ühel graafikul.
2. Kile läbilaskvus ning konstrueeritud mähisjooned ühel graafikul nagu kujutatud joonisel 3.
3. Alusklaasi murdumisnäitaja dispersioon ning murdumisnäitaja väärtus lainepikkusel 550 nm.
4. Kile murdumisnäitaja ja neeldumiskoeffitsiendi sõltuvused lainepikkusest.
5. Kile paksus.
6. Eksperimentaalse ja valemi 4 põhjal arvutatud läbilaskvuse võrdlus (võttes aluseks eespool leitud parameetrite väärtused).

Kirjandus

[1] E. Hecht, *Optics*, 4. trükk, ptk. 9.

[2] R. Swanepoel, *Determination of thickness and optical constants of amorphous silicon*, J. Physics E **16** (1983), 1214–1222.

[3] Spektrofotomeetri Jasco V-570 juhend, <http://kodu.ut.ee/~kiisk/Jasco.pdf>.