

# Õhukese kile paksuse ja murdumisnäitaja määramine läbilaskvusspektrist

Valter Kiisk

Viimati redigeeritud: 14. 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. Kile paksuse ja murdumisnäitaja määramine spektrist.....	2
2. Töö käik.....	3
3. Andmete töötlemine ja protokollide vormistamine.....	3
Kirjandus.....	3
Lisa A. Kile läbilaskvusspektri tuletamine.....	3
Lisa B. Klaasplaadi läbilasketeguri tuletamine.....	4

## Töö eesmärk

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

## Tööülesanne

Kvartsalusele sadestatud õhukese  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kile paksuse ja murdumisnäitaja hindamine läbilaskvusspektrist.

## Töövahendid

Spektrofotomeeter (Jasco V-570), õhukese  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kilega kaetud kvartsplaat, paljas kvartsplaat, vahendid katseobjekti kinnaamiseks.

## 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 mürdosast mõne mikromeetrini. Selliste kiledede karakteristikute kindlakstegemine on tüüpiline eksperimentaalne ülesanne materjaliuuringutes. Homogeenset ainekihti iseloomustab antud kontekstis kolm parameetrit: paksus  $d$ , murdumisnäitaja  $n$  ja neeldumiskoeffitsient  $\alpha$ . Kaks viimast sõltuvad veel lainepikkusest  $\lambda$ , 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 spektrofotomeetrilisi või ellipsomeetrilisi mõõtmisi. Käesolevas praktikumis vaadeldakse võimalusi, mida pakub läbilaskvuse mõõtmine (st spektrofotomeetri kõige tavalisem töörežiim).

### 1.2. Interferents kilestruktuurides

Kahe homogeenise 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 valemitte kaudu [1]. Kui valgus langeb pinnale risti, omandavad need valemid eriti lihtsa kuju:

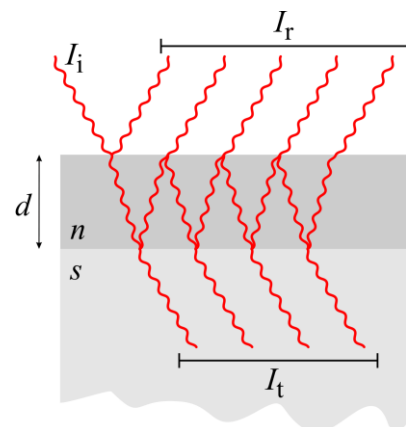
$$\frac{E_r}{E_i} = \frac{n_i - n_t}{n_i + n_t}, \quad \frac{E_t}{E_i} = \frac{2n_i}{n_i + n_t}. \quad (1)$$

(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 energieetiliselt mõttes

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

sellele langevast valgusest.

Vaatleme homogeenist ainekihti lõpmatu paksusega alusel ja jälgime, mis juhtub sellisele süsteemile piki pinnanormaalil langeva 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. 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.



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

Siinkohal me piirdumegi sellise lihtsustusega. Lisaks pakub meile huvi *õhuke* kile, mille paksus on hulga väiksem kui on valguse koherentsipikkus. Sel juhul kile pealmisel ja alumisel pinnalt peegeldunud lainete vahel tekib interferents. Faasivahe nende kahe laine vahel on määratud ilmselt kile kahekordse optilise paksusega:  $2\phi = 2\pi \cdot 2nd/\lambda$ , kus  $\lambda$  on lainepikkus vaakumis (lainepikkusele  $\lambda$  vastab üks täisvõnne ehk faasimuutus  $2\pi = 360^\circ$ ). See faasinihe sõltub lainepikkusest — viimase skaneerimisel lainete interferentsi tulemus hakkab perioodiliselt muutuma ühest äärmusest teise. Selle tõttu on õhukeste kilede korral nii peegeldus- kui ka läbilaskespekter moduleeritud. Samas kõnealused kaks interfereeruvat lainet on üldiselt erineva amplituudiga, mistõttu täielikult destrukttiivset interferentsi ei saa tekkida, st kile peegeldab osaliselt igal lainepikkusel. Ometigi on efekt sageli piisav, et tekiks ka silmaga selgelt tajutav värvimuutus. On võimalik disainida kilestruktuure (selgendavad katted), mis tõepoolest suudavad elimineerida eespool leitud 4%-lise peegelduse klaasi pinnalt. Ja ka vastupidi, saab realiseerida selliseid interferentskatteid (dielektrilised peeglid), mis suudavad teatud lainepikkuste vahemikus valguse peaaegu täielikult tagasi peegeldada.

### 1.3. Mudel

Selle praktikumitöö jaoks piisab meile kõige lihtsamast mudelist, kus õhuke, ühtlase paksusega ja valgust mitteneelavast materjalist kile on sadestatud võrdlemise paksu, samuti mitteneelavast materjalist alusplaadi pinnale (rafineerimat mudelit ja spektri analüüsi meetodit, mis arvestab ka neeldumist ja dispersiooni, kirjeldatakse viites [2]). Interferents leiab aset ainult kiles, mitte alusplaadis. Lisas A näidatakse, et kahekiirelist interferentsi arvestades avaldub sellise süsteemi läbilasketegur lainepikkusel  $\lambda$  järgmiselt:

$$T = A(1 + B^2 + 2B \cos 2\phi), \quad (2)$$

kus

$$A = \frac{8ns}{(1+n)(n+s)(1+s)}, \quad (3)$$

$$B = \frac{(n-s)(n-1)}{(n+s)(n+1)}$$

Siin  $s$  on alusmaterjali murdumisnäitaja.

Kilega katmata alusplaadi läbilasketegur avaldub väga lihtsa valemiga, sest interferentsi siin ei esine (lisa B):

$$T_s = \frac{2s}{s^2 + 1}. \quad (4)$$

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. Interferentsist tingitud modulatsiooni sügavuse määrab esmajärjekorras kile murdumisnäitaja  $n$ .
2. Neeldumine tingib interferentsimaksimumide eemaldumise palja aluse läbilaskvusest  $T_s$ . Nagu öeldud, eeldame selles praktikumis, et neeldumine puudub.
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, eeldades dispersiooni puudumist, saadakse ühtlase sammuga modulatsioon vaid sagedusskaalas (näiteks lainearvudes).

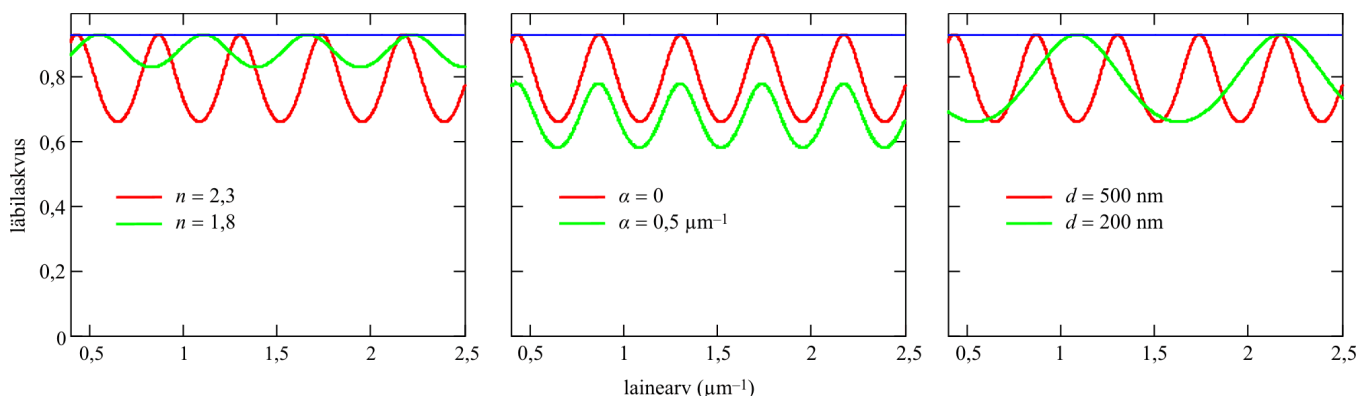
### 1.4. Kile paksuse ja murdumisnäitaja määramine spektrist

Esmane tähelepanek eelneva teooria baasilt on see, et interferentsist tingitud spektraalse modulatsiooni samm kajastab kile optilist paksust  $nd$ . Kui me valime läbilaskespektril kaks järjestikust „samasis“ olevat punkti (nt kaks järjestikust interferentsimaksimumi või -miinimumi) lainepikkustega  $\lambda_1$  ja  $\lambda_2$ , siis ilmselt faasivahe  $2\phi$  vastav muutus on  $2\pi$ , mis annab

$$2nd \left( \frac{1}{\lambda_1} - \frac{1}{\lambda_2} \right) = 1. \quad (5)$$

Siin me lihtsuse huvides ei arvesta murdumisnäitaja dispersiooniga. Ilmselt üks nendest kahest suurusist ( $n$  või  $d$ ) peab olema teada, et saaks ainuüksi interferentsisammu põhjal teist määrata. Ligikaudse hinnangu andmiseks kile paksusele piisab, kui kasutada mingit orienteeruvat murdumisnäitaja väärtust, sest nagu öeldud, on dielektriliste materjalide korral  $n$  varieeruvus väike.

Teine infokild spektrist on modulatsiooni sügavus. Valemist 2 on ilmne, et läbilasketeguri väärtused interferentsimaksimumides ja -miinimumides (tähistagem need  $T_M$  ja  $T_m$ ) vastavad tingimusele  $\cos 2\phi = \pm 1$ . Järelikult saame näiteks kergesti avaldada suhte



Joonis 2: Erinevate parameetrite mõju õhukese kile läbilaskvusspektrile (aluse murdumisnäitaja  $s = 1,46$ ).

$$\frac{T_M}{T_m} = \frac{T(\cos 2\phi = +1)}{T(\cos 2\phi = -1)} = \frac{1+B^2+2B}{1+B^2-2B} = \frac{(n^2+s)^2}{n^2(s+1)^2},$$

mis on ruutvõrrand kile murdumisnäitaja määramiseks:

$$n^2 - \sqrt{\frac{T_M}{T_m}}(s+1)n + s = 0. \quad (6)$$

## 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 objektihoidja; kõigi edasiste mõõtmiste ajaks peab objektihoidja (apertuuri) asend jääma muutumatuks.

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

**Photometric Mode: T**

**Response: Medium**

**Band Width: 2 nm**

**Scanning Speed: 200 nm/min**

**Start: 650 nm**

**End: 450 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 andmetöötlusel. Keela baasjoone kasutamine dialoogist **Measurement ▶ Baseline**. Aseta objektikambri 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 korda mõõtmist.

5. Korda mõõtmist kilega kaetud alusklaasi jaoks.

## 3. Andmete töötlemine ja protokollivormistamine

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.

1. Nii kilega kaetud kui ka katmata alusklaasi spektrid tuleb läbi jagada võrdlusspektriga, mis saadi tühja objektihoidiku korral (viimane vastab definitsioonijärgselt 100%-lisele läbilaskvusele). Esitage kilega ja kileta alusklaasi

läbilaskespektrid ühel ja samal, korrektselt vormistatud graafikul.

2. Valige kile läbilaskespektrist kaks järjestikust „samasis“ punkti. Need ei pruugi tingimata olla interferentsimaksimumid ega -miinimumid, mille täpse lainepikkuse määramine on raskendatud. Pigemini võib valida kahe ekstreemumi vahele jäävad, samal kõrgusel paiknevad punktid (joon. 3). Kile paksuse esmaseks hindamiseks otsige (näiteks internetist)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  murdumisnäitaja ja rakendage seost 5.

3. Järgmises etapis püüame hinnata ka kile murdumisnäitajat. Määrake samas spektriipiirkonnas, kus asuvad  $\lambda_1$  ja  $\lambda_2$ , läbilasketegurid  $T_M$  ja  $T_m$  interferentsimaksimumide ja -miinimumide kohal. Tarvis on teada saada ka alusmaterjali murdumisnäitaja, mille saab avaldada valemist 4. Alternatiivselt võite otsida vastava väärtuse ka teatmekirjandusest või veebiandmebaasidest, teades et tegemist on kvartsklaasiga (i.k. *fused silica*). Aluse murdumisnäitaja väärtus tuleb samuti leida või arvutada selle lainepikkuse ümbruses, kus on kavas kile murdumisnäitaja määramine, sest kõik materjalid omavad siiski teatud dispersiooni. Kõiki olemasolevaid andmeid kasutades saab nüüd võrrandi 6 lahendamise teel teada kile murdumisnäitaja ja sealt edasi ka täpsema hinnangu kile paksusele. Saadud murdumisnäitajate jaoks näidata ka orienteeriv lainepikkus, millele need vastavad.

4. Lõpuks, võttes aluseks viimati leitud parameetrite väärtused, demonstreerige, et valemi 2 põhjal arvutatud läbilaskespekter kvalitatiivselt sarnaneb eksperimentaalse kõveraga. Et veelgi täpsustada kile paksuse hinnangut, püüdke kile paksuse timmimise teel saavutada paremat kooskõla interferentsimaksimumide ja -miinimumide kokkulangevuses.

## Kirjandus

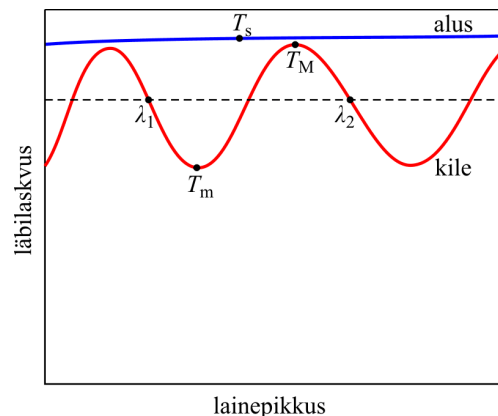
[1] E. Hecht, *Optics*, 4. trükk, ptk. 9.

[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>.

## Lisa A. Kile läbilaskvusspektri tuletamine

Interferentsinähtuste matemaatilisel analüüsil tuleb kokku liita laineid, millel on küll sama sagedus, kuid mis võivad olla üksteise suhtes meelevaldse faasinihkega. Seda on kõige mugavam teostada kompleksesituses, kus võnkumisele



Joonis 3. Andmed läbilaskespektri graafikult.

$E_0 \cos(\omega t + \varphi)$  seatakse vastavusse kompleksarv  $E_0 e^{i\varphi}$ . Hiljem resultantlaine intensiivsuse leidmiseks tuleb lihtsalt arvutada sellele vastava kompleksarvu mooduli ruut, mis annabki  $E_0^2$ . Teepikkuse  $\Delta x$  läbimine keskkonnas, mille murdumisnäitaja on  $n$ , annab faasimuutuse  $\Delta\varphi = 2\pi \cdot n \cdot \Delta x / \lambda$ , mis kompleksesituses saavutatakse algvõnkumise  $E_0 e^{i\varphi}$  läbikorrutamise teel teguriga  $e^{i\Delta\varphi}$ .

Langevu kilega kaetud alusele piki pinnanormaali valguslaine amplituudiga  $E_0$ . Võttes arvesse laine läbilasketegurid valemist 1, saame avaldada selle laine amplituudi, mis peale kile läbimist jõuab lõpuks välja alusesse:

$$E_0 \times \frac{2}{1+n} \times e^{i\phi} \times \frac{2n}{n+s},$$

kus  $\phi = 2\pi nd / \lambda$ . Selle lainega liitub laine, mis tekib ühe täiendava edasi-tagasi peegelduse tulemusel kile sees:

$$E_0 \times \frac{2}{1+n} \times e^{i\phi} \times \frac{n-s}{n+s} \times e^{i\phi} \times \frac{n-1}{n+1} \times e^{i\phi} \times \frac{2n}{n+s}.$$

Kui ülejäänud peegeldusi enam mitte arvestada, siis resultantlaine, mis kilest väljub alusesse, on

$$E_s = E_0 \frac{4n e^{i\phi}}{(1+n)(n+s)} \left[ 1 + \frac{(n-s)(n-1)}{(n+s)(n+1)} e^{i2\phi} \right].$$

Laine amplituudi esindab saadud kompleksarvu moodul, mille leiame kaaskompleksiga läbikorrutamise teel:

$$|E_s|^2 = E_s E_s^* = E_0^2 \left[ \frac{4n}{(1+n)(n+s)} \right]^2 (1 + B^2 + 2B \cos 2\phi),$$

kus  $B$  on defineeritud valemities 3. See laine peab viimaks läbi tungima ka aluse-õhu piirpinnast, mis tähendab (jällegi valemities 1 põhjal) korrutamist teguriga  $2s/(s+1)$ . Peale läbijagamist alglaaine intensiivsusega saamegi objekti kui terviku läbilasketeguri

$$\left( \frac{E}{E_0} \right)^2 = A(1 + B^2 + 2B \cos 2\phi),$$

kus  $A$  defineeritud valemities 3.

## Lisa B. Klaasplaadi läbilasketeguri tuletamine

Kui objekti paksus on hulga suurem kui valguse koherentsipikkus, siis järjestikused peegeldused ei ole omavahel koherentsed ja interferentsiefektid keskmistuvad välja. Sel juhul ei pea tegelema välja amplituudidega (nagu õhukese kile korral), vaid saab opereerida otse intensiivsustega. Kuivõrd intensiivsus on võrdeline laine amplituudiga, siis pinna energeetiline peegeldustegur on ilmselt  $R_0 = (n-1)^2 / (n+1)^2$ , ja seda sõltumata sellest, kummas suunas valgus pinnale langeb. Vastavalt pinna läbilasketegur valgusele on

$$T_0 = 1 - R_0 = \frac{4n}{(n+1)^2}.$$

Eeldades, et neeldumine on tühine ja võttes arvesse kõiki peegeldusi plaadi sees (joon. 1), saame plaadist väljuvate komponentide summeerimisel järgmise rea:

$$\begin{aligned} T &= T_0 \cdot T_0 + T_0 \cdot R_0 \cdot R_0 \cdot T_0 + T_0 \cdot R_0 \cdot R_0 \cdot R_0 \cdot R_0 \cdot T_0 + \dots \\ &= T_0^2 (1 + R_0^2 + R_0^4 + \dots) \end{aligned}$$

See on koonduv geometriline rida:

$$T = \frac{T_0^2}{1 - R_0^2} = \frac{2n}{n^2 + 1}.$$