

**Ковалев Владимир Витальевич**

**СВЕТОДИОДНЫЙ ЭЛЛИПСОМЕТР СО СТАТИЧНОЙ СХЕМОЙ  
ИЗМЕРЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ КОНСТАНТ  
И ТОЛЩИН ТОНКИХ ПЛЕНОК**

05.11.16 – Информационно-измерительные и  
управляющие системы

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Москва – 2020

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «МИРЭА - Российский технологический университет» (РТУ МИРЭА) и в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте радиотехники и электроники им. В.А.Котельникова Российской академии наук (ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН), г. Москва.

**Научный руководитель:** доктор технических наук, профессор Увайсов Сайгид Увайсович

**Официальные оппоненты:** Мурашкина Татьяна Ивановна, доктор технических наук, профессор, ФГБОУ ВО «Пензенский государственный университет», профессор кафедры «Приборостроение»

Азарова Валентина Васильевна, кандидат физико-математических наук, доцент, АО «НИИ «Полюс» им. М.Ф. Стельмаха», начальник отдела

**Ведущая организация:** Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт общей физики им. А.М. Прохорова Российской академии наук (ИОФ РАН)

Защита диссертации состоится «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2020 г. в \_\_\_ на заседании диссертационного совета Д308.006.01 при «Всероссийском научно-исследовательском институте оптико-физических измерений» по адресу: 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГУП «ВНИИОФИ» и на сайте <http://www.vniiofi.ru/disser.html>

Автореферат разослан «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2020 г.

Ученый секретарь диссертационного совета,  
кандидат технических наук



С.А. Москалюк

## СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ

ИИС – информационно-измерительная система;

СЭ – спектральная эллипсометрия;

PSG – плечо поляризатора;

PSA – плечо анализатора;

UV-VIS-NIR – Ультрафиолетовый – Видимый – Ближний инфракрасный диапазон;

DUV – глубокий ультрафиолетовый диапазон;

SCE – метод перемешанной комплексной эволюции;

ЧЗК – четырехзеркальный компенсатор;

ТО – техническое обеспечение ИИС;

АРМ – автоматизированное рабочее место ИИС;

БД – база данных ИИС;

САПР – система автоматизированного проектирования;

ПО – программное обеспечение ИИС;

IDE – интегрированная среда разработки;

MOVPE – осаждение металлоорганических соединений из газообразной фазы.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### **Актуальность темы**

Технологии создания тонкопленочных структур имеют ключевое значение в процессе создания целого ряда продукции в секторе высокотехнологичного производства. Характеристики данной продукции напрямую зависят от физических параметров создаваемых пленочных структур, что обуславливает необходимость их контроля. В этих случаях часто используют оптические методы и системы, для которых характерны возможности проведения бесконтактных и высокоточных измерений толщин и оптических постоянных таких тонкопленочных структур.

Широкое распространение получил аналитический метод спектральной эллипсометрии (СЭ). С помощью СЭ открывается возможность определять толщины и спектры оптических постоянных широкого круга различных материалов (металлов, полупроводников, диэлектриков). При этом метод спектральной эллипсометрии предоставляет наибольший объем аналитических данных и позволяет проводить исследования *in-situ* в процессе производства тонкопленочных структур, что находит применение в широкой области междисциплинарных исследований.

Обзор и анализ предметной области исследования показывает, что возможности использования СЭ непрерывно расширяются. Актуальными задачами при разработке новых информационно измерительных систем на основе метода спектральной эллипсометрии являются расширение рабочего диапазона, повышение точности и воспроизводимости измерения эллипсометрических параметров, а также упрощение конструкции измерительной установки с целью улучшения технико-экономических характеристик и расширения применимости в междисциплинарных задачах и на производстве.

### **Степень разработанности темы**

Существенный вклад в разработку технологий контроля оптических характеристик и толщин тонкопленочных структур эллипсометрическим методом внесли такие ученые как Дэвид Аспнес, Рашид Аззам, *Bashara N.M.*, Эдвард Палик и Анатолий Васильевич Ржанов, предоставив к концу XX века фундаментальную основу для прикладного применения данного метода. При этом в силу простоты автоматизации процесса измерения, развитие получили модуляционные фотометрические измерительные схемы, глубоко проработанные в работах *Collins R.W.*, Джона Вуллама, Софьян Тая и Марии Лосурдо, воплощенные в коммерчески доступных спектральных эллипсометрах, лидирующих в области оптического неразрушающего контроля компаний *J.A. Woollam Co.* (США), *Horiba France SAS* (Франция), *Sentech Instruments GmbH* (Германия) и *Accurion GmbH* (Германия). Разработке отечественных спектральных эллипсометров и оригинальных измерительных систем на их основе посвящены труды Ковалева Виталия Ивановича, развившего оригинальное направление спектральной эллипсометрии в ФИРЭ им. В.А.

Котельникова РАН. В институте физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН занимались решением научных и прикладных задач с использованием метода эллипсометрии. Предложен ряд моделей лазерных и спектральных эллипсометров на основе оригинальной оптической схемы, предложенной Швецом Василием Александровичем.

В современной спектральной эллипсометрии можно выделить несколько наиболее популярных направлений. Широкое присутствие эллипсометров с вращающимися поляризационными элементами и эллипсометров с фотоупругими модуляторами объяснимо простотой реализации фотометрических измерительных схем.

В то же время, модуляционные фотометрические спектральные эллипсометры, основанные на использовании вращающихся поляризующих элементов и эллипсометры с фазовой модуляцией, наиболее широко представленные на коммерческом рынке, имеют фундаментальные ограничения. Эллипсометры использующие архитектуру с вращающимися поляризационными элементами затрудняют или вовсе не позволяют исследовать быстропротекающие процессы. В силу того, что величина отношения сигнал/шум в подобных измерительных установках определяется в первую очередь качеством блока вращающегося поляризационного элемента, это налагает жесткие требования на вибрационную устойчивость и необходимость сложной процедуры калибровки. Эллипсометры с фазовой модуляцией лишены этих недостатков, но диапазон длин волн и температурная зависимость поляризационной модуляции, является ограничивающим фактором. Кроме того, быстрая модуляция поляризации, налагаемая РЕМ или ЕОМ, затрудняет комбинирование с использованием многоканального спектрометра, оборудованного камерой CCD или CMOS.

Таким образом, возникает **проблема** ограниченности технико-экономических характеристик ИИС контроля оптических констант и толщин тонкопленочных структур на основе метода спектральной эллипсометрии, фундаментальными ограничениями, присущими известным оптическим схемам спектральных эллипсометров.

**Объект исследования:** процесс контроля оптических констант и толщин тонких, в том числе, многослойных структур.

**Предмет исследования:** математическое, программное и техническое обеспечение ИИС определения оптических констант и толщин многослойных тонкопленочных структур на основе метода спектральной эллипсометрии.

**Цель работы:** снижение погрешности и повышение воспроизводимости измерений толщин и оптических констант тонкопленочных структур путем решения **научной задачи** по разработке и исследованию нового метода и средств светодиодной спектральной эллипсометрии.

Поставленная в диссертационной работе цель, предопределила следующие **задачи**:

1. Анализ доступных аналитических методов и средств измерения толщин и оптических констант многослойных тонких пленок;
2. Разработка модифицированного метода спектральной эллипсометрии, реализующего статическую оптическую схему, учитывающего влияние неустранимых статистических шумов на погрешность определения эллипсометрических параметров;
3. Разработка математической модели и алгоритма расчета светодиодного источника излучения с целевым спектральным распределением;
4. Обоснование архитектуры и разработка аппаратно-программного обеспечения ИИС определения толщин и оптических констант тонких пленок на основе светодиодной спектральной эллипсометрии;
5. Проведение экспериментальных исследований ИИС определения толщин и оптических констант тонких пленок для верификации предложенных методов и аппаратно-программных средств;
6. Апробация и внедрение результатов исследования в промышленность и в учебный процесс вузов.

#### **Методология и методы исследования**

Для решения поставленных задач в диссертационном исследовании использовались методы математического моделирования, численной оптимизации, матричные методы и формализм Джонса, метод матрицы Мюллера и векторов Стокса для расчета оптических систем, а так же методы компьютерного моделирования и анализа технологических систем. Достоверность полученных в работе результатов подтверждена соответствием полученных экспериментальных данных и предварительных результатов моделирования.

#### **Научная новизна:**

1. Разработана математическая модель процесса четырехзонных статических эллипсометрических измерений, отличающаяся учетом влияния неустранимых шумов на погрешность оценки эллипсометрических параметров в конечном числе заданных азимутальных положений поляризационных устройств;
2. Предложен метод статических эллипсометрических измерений, отличающийся переключением ортогональных состояний поляризации, позволяющий упростить калибровку и повысить стабильность измерения эллипсометрических параметров в оптимальных положениях поляризационных устройств;
3. Разработан алгоритм расчета светодиодного источника излучения с целевым спектральным распределением, отличающийся учетом индивидуальной интенсивности каждого отдельного светодиода, позволяющий формировать плоский спектральный профиль широкодиапазонных светодиодных источников;
4. Предложена структура ИИС определения оптических констант и толщин тонких пленок, использующая статическую схему эллипсометрических измерений со светодиодным

источником излучения, отличающаяся отсутствием подвижных поляризационных элементов и фотоупругих модуляторов, вносящих в измерительную систему шумы, ограничивающие пороговую чувствительность и сходимость эллипсометрических измерений.

**Теоретическая значимость** состоит в развитии теории проектирования ИИС для определения оптических констант и толщин тонких пленок и методов эллипсометрических измерений с конечным числом положений поляризационных устройств.

**Практическая значимость:**

1. Предложенная ИИС, использующая статическую схему эллипсометрических измерений со светодиодным источником излучения позволяет снизить погрешность и повысить воспроизводимость измерений оптических констант и толщин тонкопленочных структур;
2. Использование предложенного алгоритма расчета широкодиапазонного светодиодного источника излучения с целевым спектральным распределением, открывает возможности проектирования высокоэффективных и малошумящих источников излучения для широкого круга измерительных задач;
3. Разработанные оригинальные поляризационные устройства, реализующие переключение ортогональных состояний поляризации и вносящие заданный сдвиг фаз, позволяют повысить устойчивость ИИС к внешним воздействиям, таким как вибрация и колебания температуры, а так же улучшить технико-экономические характеристики измерительной системы;
4. Выполненные с применением разработанной ИИС практически значимые исследования магнитооптических свойств наноструктур типа  $\text{FeNiCo/Ti}$  и оптических свойств тонкопленочных структур  $\text{Bi}_2\text{Te}_{3-x}\text{Se}_x$ .

**Положения, выносимые на защиту:**

1. Численное моделирование процесса эллипсометрических измерений позволяет рассчитать оптимальное положение поляризационных устройств с целью определения статических архитектур эллипсометра, которые оптимизируют погрешность оценки эллипсометрических параметров при наличии двух неустранимых источников шума, искажающих измерения: белый аддитивный гауссов шум и дробовый шум.
2. Переключение ортогональных состояний поляризации светового пучка позволяет исключить из конструкции измерительного устройства движущиеся поляризационные элементы. При этом снижается влияние шума на стабильность измерений эллипсометрических параметров в оптимальных положениях поляризационных устройств не менее, чем в два раза и упрощается процесс калибровки измерительного тракта.

3. Расчет параметров целевого спектра широкодиапазонного светодиодного источника позволяет сформировать спектральный профиль с максимальным отклонением от расчетного  $\delta_{\max} < 5\%$ .
4. ИИС определения оптических констант и толщин тонких пленок, реализующая модифицированный метод эллипсометрических измерений с конечным числом состояний поляризации, обеспечивает высокую устойчивость к внешним воздействиям и позволяет достичь требуемых для спектральных эллипсометров показателей воспроизводимости и стабильности измерений параметров  $\Psi$  и  $\Delta$ . Среднее квадратическое отклонение результатов измерений не более:  $0.005^\circ$  для  $\Psi$  и  $0.03^\circ$  для  $\Delta$  (образец  $\text{SiO}_2/\text{Si}$ ).

**Соответствие паспорту научной специальности.** Основная направленность исследования находится в соответствии с пунктами паспорта специальности 05.11.16 – «Информационно-измерительные и управляющие системы»: п.1, п.4, п.6.

**Степень достоверности** изложенных в работе результатов исследования обусловлена корректным применением указанных методов исследования, использованием современных технических средств и технологий, компьютерного моделирования и программирования, а также согласованностью теоретических и экспериментальных выводов. Научные положения и практические рекомендации, содержащиеся в представленной работе, подтверждены результатами эксплуатации лабораторного образца разработанной ИИС контроля оптических констант и толщин тонких пленок.

**Апробация результатов.** Основные результаты работы были доложены и обсуждены на научно-технических конференциях:

1. Международный симпозиум «Инженерная экология 2013» (г. Москва, 2013).
2. XII Международная конференция «Прикладная оптика-2016» (г. Санкт-Петербург, 2016).
3. XII Международный симпозиум «Проблемы экоинформатики» (г. Москва, 2016).
4. XIII Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов» (г. Москва, 2016).
5. Научно-практическая конференция «Научное приборостроение – современное состояние и перспективы развития» (г. Москва, 2016).
6. International conference «Optics + Photonics» (SPIE-2017) (г. Сан Диего, США, 2017).
7. Конкурс молодых ученых им. И. В. Анисимкина (г. Москва, 2018).
8. Научно-практическая конференция «Инновации в условиях развития информационно-коммуникационных технологий» (г. Сочи, 2018).



9. XX Всероссийская молодежная конференция «Физика полупроводников и наноструктур, полупроводниковая опто- и наноэлектроника» (г. Санкт-Петербург, 2018).

По теме диссертации опубликовано 12 работ, в том числе 3 в изданиях, рекомендованных ВАК, 1 индексируемая в Scopus и 3 в Web of Science.

**Личный вклад соискателя** заключается в постановке основных задач исследования, исследования теоретических и прикладных методов их решения, в обработке полученных экспериментальных данных и формулировке выводов. Лично автором предложена концепция построения и структура светодиодного эллипсометра со статичной схемой поляризационных устройств. Самостоятельно разработаны математическая модель процесса четырехзонных статических эллипсометрических измерений и алгоритм расчета светодиодного источника излучения с целевым спектральным распределением. Все экспериментальные исследования и обработка их результатов выполнены соискателем лично.

**Реализация и внедрение.** Результаты диссертационного исследования внедрены в производственный процесс организаций, от которых были получены акты внедрения. На предприятии ГНЦ РФ АО «НПО «Орион» в рамках выполнения работ по созданию фотоприемников и фотоприемных устройств, в технологический процесс производства тонкопленочных структур внедрена и успешно применяется информационно-измерительная система контроля оптических констант и толщин тонких пленок.

### **Структура диссертации**

Диссертация изложена в введении, четырех главах с выводами и заключении, содержит список литературы и приложения.

## СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обоснована актуальность проблемы, сформулированы основная цель и соответствующие научно-технические задачи исследования, приведена структура и объем работы.

**В первой главе** проведен обзор современного состояния информационно-измерительных систем контроля толщин и оптических констант многослойных тонкопленочных структур. Проанализированы основные тенденции в области контроля тонкопленочных структур полупроводниковой индустрии и нанoeлектроники.

Определено место спектральной эллипсометрии среди других аналитических методов исследования тонкопленочных структур с суб-нанометровым разрешением.

В области исследований нанотехнологий выявлены основные особенности и потребности ИИС, заключающиеся в разработке и представлении управляемых теоретических моделей с наивысшей предсказательной способностью и четко определенными интерфейсами для взаимодействия с экспериментально доступными входными данными.

В ходе анализа оптических конфигураций измерительных систем на основе метода спектральной эллипсометрии было выявлено, что существующие в настоящее время модуляционные фотометрические эллипсометры, основанные на использовании вращающихся поляризующих элементов и эллипсометры с фазовой модуляцией, наиболее широко представленные на коммерческом рынке, имеют фундаментальные ограничения показателей стабильности и воспроизводимости измерений. Установлена необходимость проведения математического моделирования процесса статических эллипсометрических измерений, учитывающего влияния неустранимых шумов на погрешность оценки эллипсометрических параметров в конечном числе заданных азимутальных положений поляризационных устройств.

При исследовании теоретических возможностей повышения технико-экономических показателей проектируемых ИИС контроля толщин и оптических характеристик тонкопленочных структур методом спектральной эллипсометрии, выявлена возможность замены традиционных ламповых блоков освещения на светодиодные источники излучения в спектральном диапазоне UV-VIS-NIR, что значительно улучшит отношение сигнал/шум и стабильность зондирующего излучения.

На рисунках 1 и 2 представлены графики сравнения галогенных и светодиодных источников излучения.

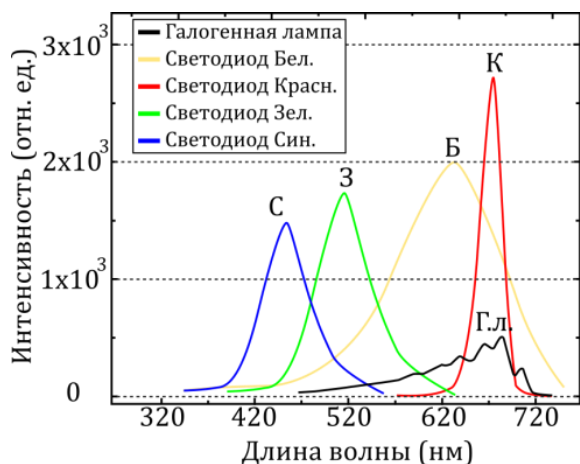


Рисунок 1 – Сравнение интенсивности галогенных ламп и светодиодов

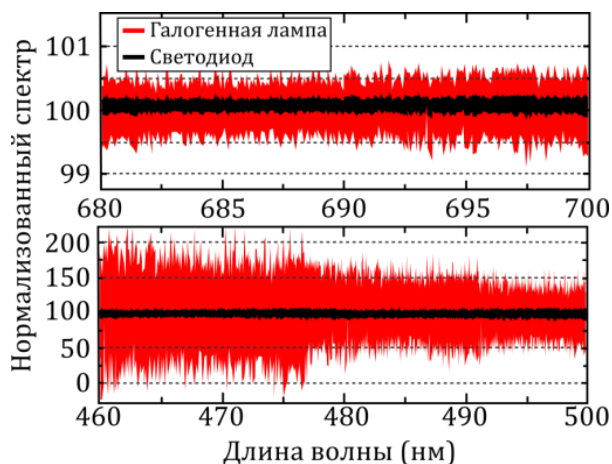


Рисунок 2 – Сравнение нормализованного отношения сигнал/шум галогенной лампы и светодиодов

На основе обзора литературных источников прогнозируется появление коммерчески доступных высокоэффективных светодиодов DUV (глубокого ультрафиолетового) спектрального диапазона, способных полностью заменить технически устаревшие и громоздкие дейтериевые лампы в приложениях требующих измерений в глубоком ультрафиолете.

По итогам обзора современного состояния информационно-измерительных систем контроля толщин и оптических констант многослойных тонкопленочных структур, определены области требующие проведения научных исследований. Актуальными задачами при разработке новых спектральных эллипсометров являются расширение рабочего диапазона, повышение точности и скорости измерения эллипсометрических параметров, а также упрощение конструкции спектральных эллипсометров с целью улучшения технико-экономических характеристик и расширения применимости в междисциплинарных задачах и на производстве. При этом обнаружена возможность использования эффективных светодиодных источников излучения, превосходящих по ключевым параметрам традиционные ламповые источники, используемые в спектральной эллипсометрии.

Сформулирована научная задача, заключающаяся в разработке информационно-измерительной системы контроля оптических констант и толщин тонких пленок, реализующей модифицированный метод спектральной эллипсометрии со светодиодным широкодиапазонным источником излучения, обеспечивающей снижение погрешности и повышение сходимости измерений эллипсометрических параметров с сопутствующим улучшением технико-экономических характеристик ИИС.

Во **второй главе** приведено описание математического аппарата, применяемого при построении эллипсометрических измерительных систем и сопутствующих поляризационных устройств.

Предлагается математическая модель, описывающая процесс измерения степени поляризации зондирующего пучка при реализации модифицированного метода статической эллипсометрии.

Решается задача формализация модели четырехзонных статических эллипсометрических измерений с целью определение статических архитектур эллипсометра, которые оптимизируют погрешность оценки эллипсометрических параметров при наличии двух основных источников шума, искажающих измерения: аддитивный гауссов шум и дробовый шум. В силу того, что представленные источники шума являются неустранимыми, то полученные результаты будут представлять собой фундаментальные пределы точности измерения эллипсометрических параметров при статических эллипсометрических измерениях.

Оптимальные конфигурация системы полной матричной поляриметрии Мюллера представлена на рисунке 3.

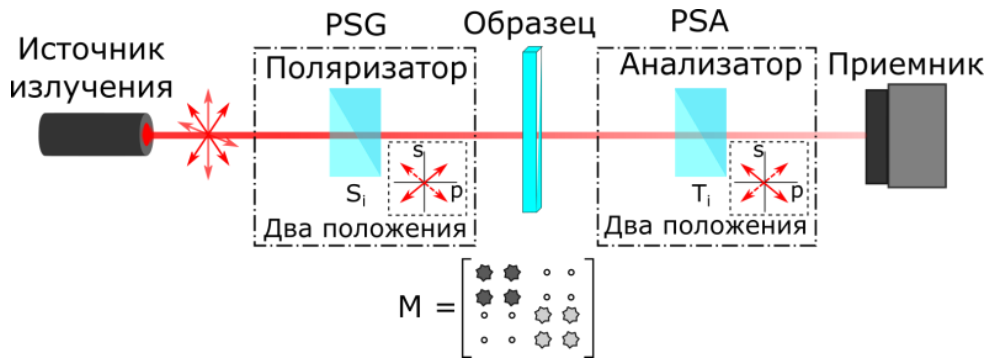


Рисунок 3 – Схема оптимальной конфигурации четырехзонных поляриметрических измерений

Собственные состояния векторов  $S_i, T_i, i \in \{1,2\}$  зависят от азимутов и эллиптичности  $(\alpha_i^S, \varepsilon_i^S)$  и  $(\alpha_i^T, \varepsilon_i^T)$  состояний поляризации, используемых в PSG и PSA, соответственно:

$$\begin{aligned} S(\alpha_i^S, \varepsilon_i^S) &= [1, s_{i1}, s_{i2}, s_{i3}]^T = [1, \cos(2\alpha_i^S) \cos(2\varepsilon_i^S), \sin(2\alpha_i^S) \cos(2\varepsilon_i^S), \sin(2\varepsilon_i^S)]^T \\ T_i(\alpha_i^T, \varepsilon_i^T) &= [1, t_{i1}, t_{i2}, t_{i3}]^T = [1, \cos(2\alpha_i^T) \cos(2\varepsilon_i^T), \sin(2\alpha_i^T) \cos(2\varepsilon_i^T), \sin(2\varepsilon_i^T)]^T \end{aligned} \quad (1)$$

, где  $\alpha \in [-\pi/2, \pi/2], \varepsilon \in [-\pi/4, \pi/4], i \in \{1,2\}$ .

Четыре интенсивности, измеренные детектором, таким образом, равны:

$$I_i = \frac{1}{2} T_i^T M S_i, i = \{1,2\} \quad (2)$$

, где  $T$  обозначает транспонирование матрицы, а  $M$  - произведение матрицы Мюллера на интенсивность источника. Чтобы облегчить восприятие, четыре измеренные интенсивности переписаны как произведение векторной матрицы:

$$I_i = \frac{1}{2} A_i^T V_M \leftrightarrow I = \frac{1}{2} Q V_M, \forall i \in \{1,2\} \quad (3)$$

, где  $I$  - вектор интенсивности четырех измеренных интенсивностей  $I_i$ ,  $V_M$  - 16-мерный вектор, полученный путем считывания измеренной матрицы Мюллера  $M$  образца в

лексикографическом порядке, а  $A_i = T_i \otimes S_i$  - 16-мерный вектор, вычисленный из произведения Кронекера  $\otimes$  между вектором собственного состояния PSG и  $i$ -м вектором собственного положения PSA.

Следовательно,  $Q$  - это матрица  $4 \times 16$ , полученная путем суммирования векторов  $A_i^T$  строка за строкой.

Учитывая, что только восемь ненулевых элементов в матрице Мюллера должны быть измерены, мы выбираем эти восемь элементов в  $V_M$  и получаем восьмимерный вектор  $V_M^\Omega$ , содержащий все ненулевые элементы матрицы Мюллера как:

$$V_M^\Omega = [r, ra, ra, r, rb, -rc, rc, rd]^T \quad (4)$$

Интенсивность, измеренная детектором в формуле (3), таким образом, определяется как:

$$I = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 + s_{11}t_{11} & t_{11} + s_{11} & s_{12}t_{12} + s_{13}t_{13} & s_{13}t_{12} - s_{12}t_{13} \\ 1 + s_{11}t_{21} & t_{21} + s_{11} & s_{12}t_{22} + s_{13}t_{23} & s_{13}t_{22} - s_{12}t_{23} \\ 1 + s_{21}t_{11} & t_{11} + s_{21} & s_{22}t_{12} + s_{23}t_{13} & s_{23}t_{12} - s_{22}t_{13} \\ 1 + s_{21}t_{21} & t_{21} + s_{21} & s_{22}t_{22} + s_{23}t_{23} & s_{23}t_{22} - s_{22}t_{23} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} r \\ ra \\ rb \\ rc \end{bmatrix} \quad (5)$$

За  $V_M^4 = [r, ra, rb, rc]^T$  обозначим четырехмерный вектор измеряемой матрицы Мюллера, называемый в дальнейшем «вектор Мюллера», и определим матрицу:

$$W_{2 \times 2} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 + s_{11}t_{11} & t_{11} + s_{11} & s_{12}t_{12} + s_{13}t_{13} & s_{13}t_{12} - s_{12}t_{13} \\ 1 + s_{11}t_{21} & t_{21} + s_{11} & s_{12}t_{22} + s_{13}t_{23} & s_{13}t_{22} - s_{12}t_{23} \\ 1 + s_{21}t_{11} & t_{11} + s_{21} & s_{22}t_{12} + s_{23}t_{13} & s_{23}t_{12} - s_{22}t_{13} \\ 1 + s_{21}t_{21} & t_{21} + s_{21} & s_{22}t_{22} + s_{23}t_{23} & s_{23}t_{22} - s_{22}t_{23} \end{bmatrix} \quad (6)$$

$$I = WV_M^4 \quad (7)$$

С целью обоснования рациональности использования данной модели, проводится ее оценочный анализ на устойчивость к аддитивному гауссовскому шуму и пуассоновскому шуму (дробовый шум).

Согласно формуле (1) каждый собственный вектор PSG и PSA определяется двумя параметрами (азимут  $\alpha$  и эллиптичность  $\epsilon$ ), и, таким образом, численная оптимизация состоит в оптимизации 8 параметров PSG (четыре параметра:  $\alpha_i^s, \epsilon_i^s$ ) и PSA (четыре параметра:  $\alpha_i^T, \epsilon_i^T, i \in \{1, 2\}$ ).

Применялся метод перемешанной комплексной эволюции (SCE), который устойчив к наличию локальных максимумов, когда необходимо оптимизировать несколько параметров.

В силу того, что представленные источники шума являются неустранимыми, то полученные результаты будут представлять собой фундаментальные пределы точности измерения эллипсометрических параметров при статических эллипсометрических измерениях.

Представлен алгоритм расчета светодиодного плоского спектра, необходимого для сшивания конечного набора спектров светодиодов в широкодиапазонный спектр с заданной интенсивностью. Основная цель предлагаемого алгоритма для заданного количества светодиодов

заключается в нахождении весовых коэффициентов, которые умножают управляющие токи светодиода таким образом, чтобы суммарный выходной спектральный профиль представлял наилучшее возможное приближение к желаемому.

Схема предложенного алгоритма оптимизации представлена на рисунке 4.

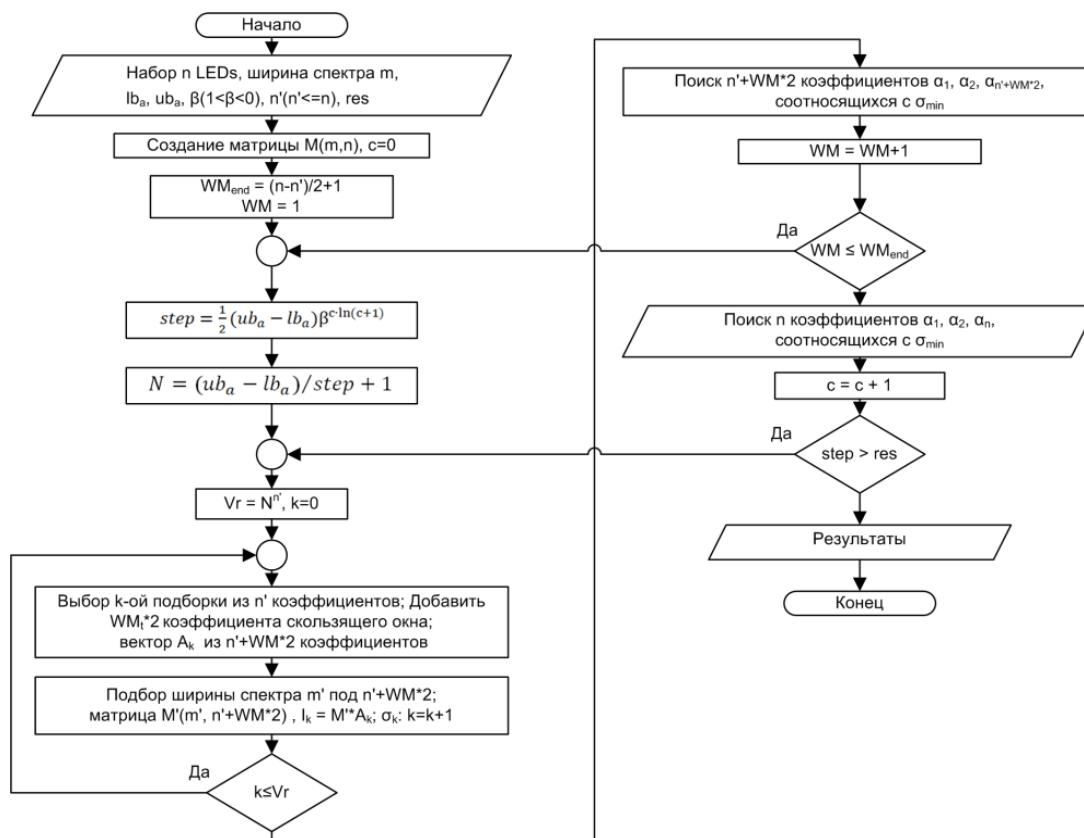


Рисунок 4 – Алгоритм оптимизации спектра широкодиапазонного светодиодного источника излучения

Среди различных монотонно убывающих функций, которые были исследованы,

$$f(c) = \beta^{-\ln(c+1)} \tag{8}$$

оказалась одной из самых простых и эффективных для определения шага убывания во время итераций.

На рисунках 5 - 6 показаны типичные результаты моделирования для «плоского» целевого спектра и графического представления отклонений полученного спектра от целевой кривой.

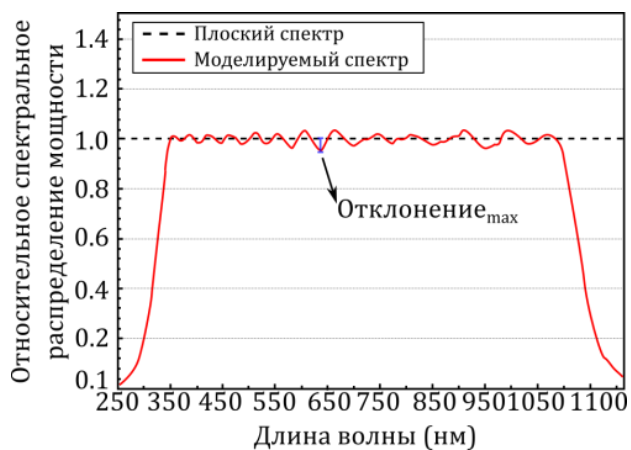


Рисунок 5 – Моделирование для «плоского» целевого спектра

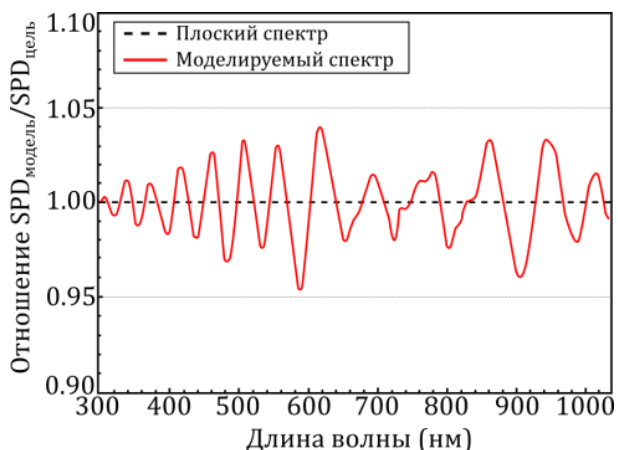


Рисунок 6 – Отклонение полученного спектра от целевого

Предлагаемый алгоритм выгодно отличается от других методов формирования выходного спектрального профиля перестраиваемых светодиодных источников света, что обеспечивает эффективную теоретическую базу для практической реализации широкополосных светодиодных источников.

Элемент разделения и объединения поляризованных пучков предлагается выполнить в виде равнобедренной призмы из двулучепреломляющего материала (кальцита), его оптическая схема представлена на рисунке 7.

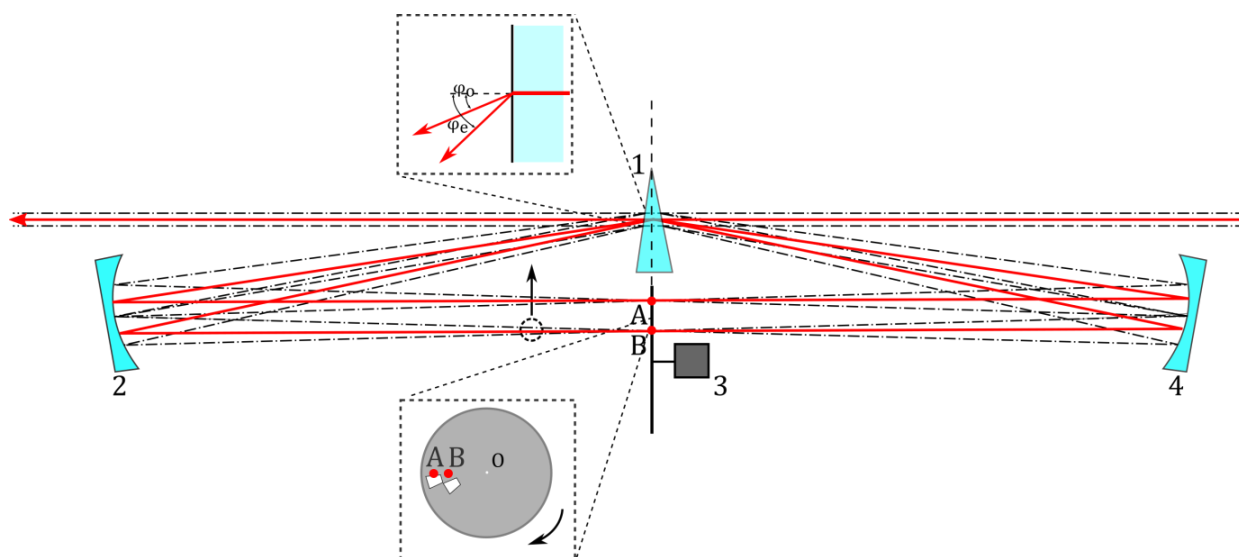


Рисунок 7 – Оптическая схема модулятора состояния поляризации

По ходу обыкновенного и необыкновенного пучков, выходящих из призмы 1 под углами  $\varphi_0$  и  $\varphi_e$  к первоначальному направлению пучка соответственно, расположены сферические зеркала 2 и 4, установленные симметрично относительно указанной плоскости, фокусирующие пучки А и В на оптический прерыватель 3.

Предложена модель соосного ахроматического компенсатора отражательного типа на основе четырех металлических зеркал. Геометрический фазовый анализ показал, что трехзеркальное фазосдвигающее устройство способно вращать поляризацию входящего луча на угол  $0 < \phi < \pi$ .

На рисунке 8 представлена схема четырехзеркального компенсатора (ЧЗК), удобная для реализации. Теоретические кривые фазового сдвига ЧЗК приведены на рисунке 9.

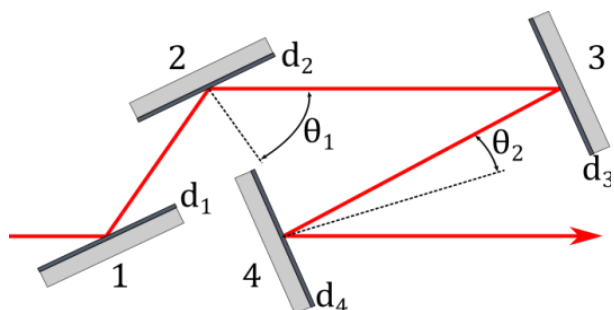


Рисунок 8 – Оптическая схема отражательного компенсатора

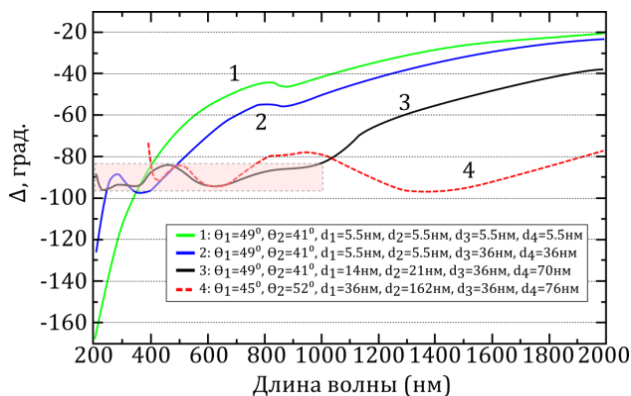


Рисунок 9 – Расчетные спектральные зависимости фазового сдвига  $\Delta$

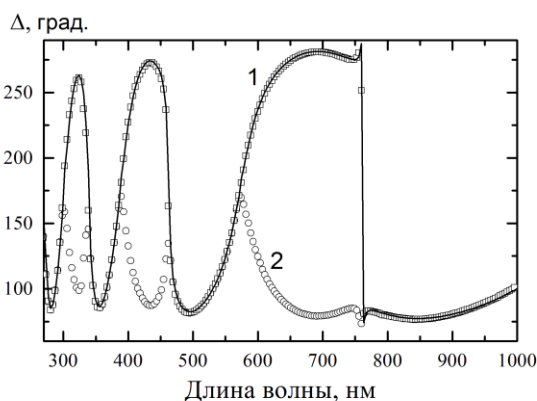


Рисунок 10 – Спектры эллипсометрического параметра  $\Delta$  эталонного образца окисла  $\text{SiO}_2$  толщиной 513 нм на Si: 1- измерения с компенсатором; 2- измерения без компенсатора

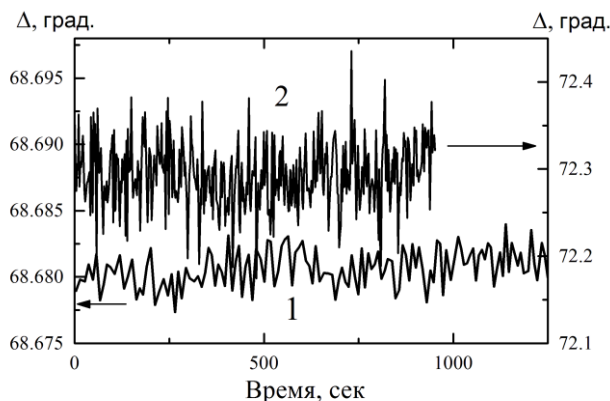


Рисунок 11 – Временные зависимости фазового сдвига ЧЗК: 1-  $\lambda = 550$  нм; 2 -  $\lambda = 280$  нм

Для кривой под номером 3 достигнута высокая ахроматичность и отклонения от  $-90^\circ$  не превышают  $4^\circ$  в спектральном диапазоне 200-1000 нм.

На рисунке 10 проиллюстрированы возможности точного и однозначного определения спектров эллипсометрического параметра  $\Delta$  эталонного образца окисла  $\text{SiO}_2$  на Si в автоматическом режиме последовательных измерений с ЧЗК, и без ЧЗК на каждой длине волны. Показанные на рисунке 11 временные зависимости фазового сдвига  $\Delta$  ЧЗК, измеренные на длинах волн 288 нм и 550 нм, подтверждают высокие показатели воспроизводимости (до  $0.001^\circ$ ) и долговременной стабильности компенсатора в стандартных лабораторных условиях.



В третьей главе разработана структура светодиодного эллипсометра, представлена архитектура и состав функциональных блоков и модулей.

Специальные условия взаимодействия поляризованного светового пучка с образцом реализуются в измерительном канале экспериментальной установки (рисунок 12).

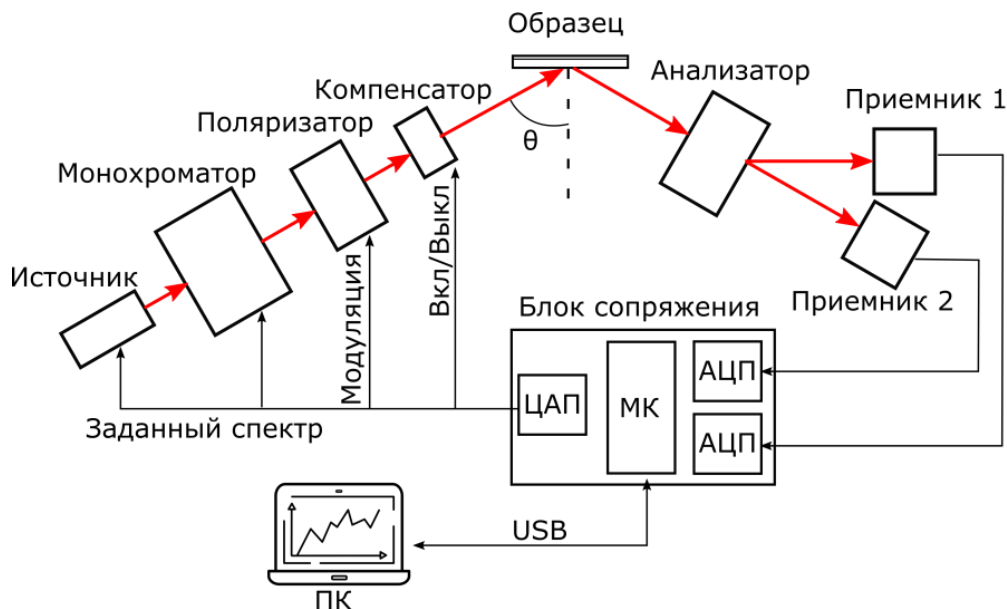


Рисунок 12 – Структурная схема технического обеспечения экспериментальной установки

Измерительная установка включает в себя блок широкодиапазонного источника излучения, излучающего в спектральном диапазоне 260-1000нм. На выходе из блока монохроматора имеем квазимонохроматический пучок света, который проходя через блок поляризатора с заданной частотой модуляции, преобразует непрерывное деполаризованное излучение в последовательность ортогонально поляризованных пучков квазимонохроматического света. До образца возможно введение в измерительный канал фазосдвигающего устройства – компенсатора, позволяющего устранить возможную неоднозначность при измерении тонких прозрачных пленок. После взаимодействия с исследуемым образцом, пучки света делятся блоком анализатора на ортогональные составляющие и соответствующая каждому пучку интенсивность излучения регистрируется на фотоприемниках. В последующем, после усиления и оцифровки аналогового сигнала с фотоприемников, экспериментальная информация направляется на ПК для дальнейшей обработки.

3D проектирование всех элементов измерительной системы в целом, происходило в программном комплексе САПР SolidWorks. Блок осветителя с встроенным монохроматором спроектирован таким образом, чтобы обеспечить непрерывный спектральный диапазон 250-1000 нм излучения светодиодов с низким уровнем оптического шума. Этого удается достичь использованием набора из 17 светодиодов, подобранных из доступной компонентной базы методом, описанным во второй главе.

Основные технические характеристики ИИС:

Спектральный диапазон длин волн	260 – 1000 нм
Спектральное разрешение	2 - 4 нм
Воспроизводимость эллипсометрических параметров $\Psi$ и $\Delta$ без микроприставки	$\Psi = 0.005^0$ $\Delta = 0.03^0$
Воспроизводимость толщины	0.1 нм*
Воспроизводимость показателя преломления	0.005*
Диапазон устанавливаемых углов падения	$45^0 - 90^0$ с интервалом $5^0$
Диапазон измеряемых толщин	0.1 нм – 5 мкм*
Диаметр светового луча	3 мм (200x400 мкм с микроприставкой)
Типичное время измерения на одной длине волны	0.5-2 с
Дискретность измерений	до 400 точек на спектр

\*Цифры приведены для тестовой системы SiO<sub>2</sub>/Si

На рисунке 12 представлена оптическая схема измерительной установки.

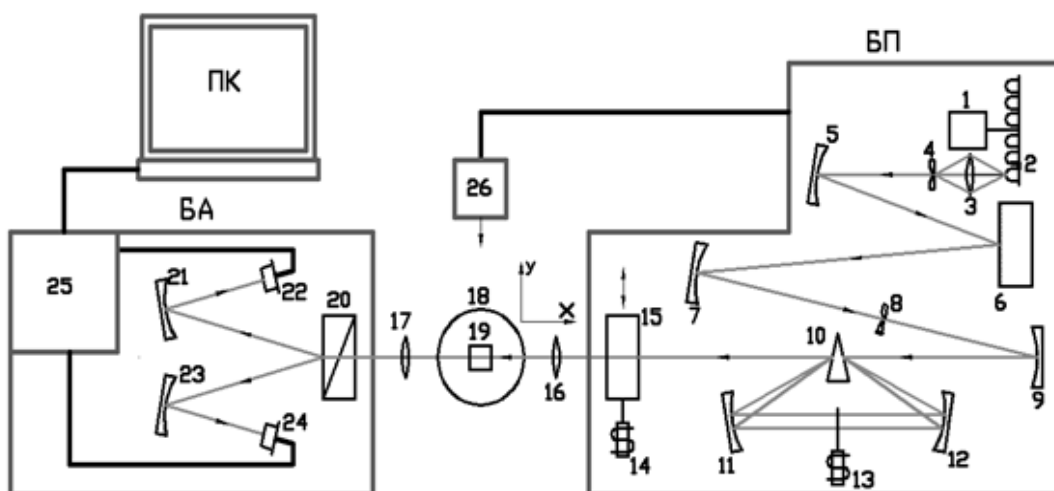


Рисунок 12 – Оптическая схема измерительного устройства: 1-шаговый двигатель, 2-набор светодиодов, 4 и 8 - входная и выходная щели встроенного монохроматора, включающего сферические зеркала 5 и 7 и дифракционную решетку 6, 10- призма из кальцита, 11, 12- сферические зеркала, 13- э/м переключатель, 15- компенсатор, 20- призма Волластона из а-ВВО, 22, 24- кремниевые фотодиоды, 25-устройство управления, регистрации и сопряжения, 26- автоколлиматор

Электронная схема измерительной системы разделена на две функциональные части: блок сопряжения и блок питания. Их печатные платы были спроектированы в пакете компьютерных программ OrCAD.

Прикладное программное обеспечение (ПО) представляет из себя комплекс программных модулей, изображенных на рисунке 13, реализованных в выбранной IDE и объединенных в единой программе управления ИИС определения параметров тонких пленок.

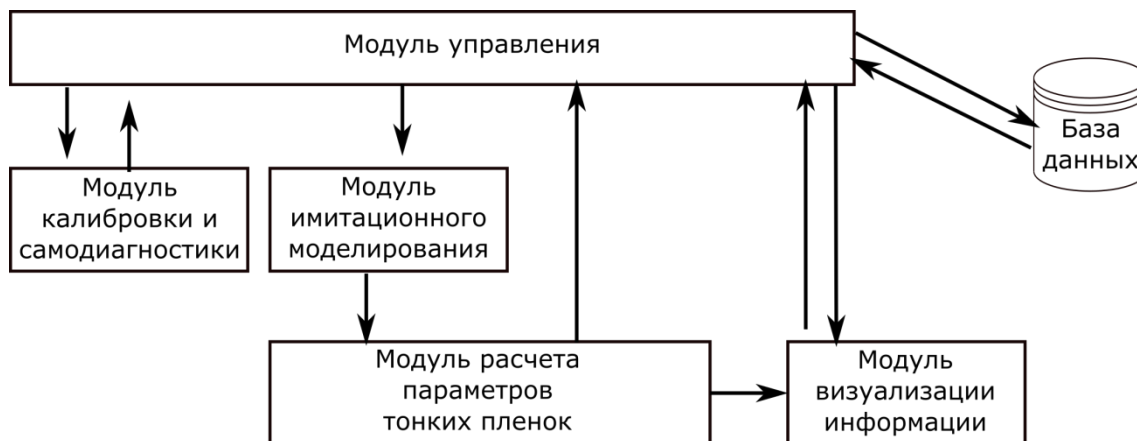


Рисунок 13 – Структура прикладного программного обеспечения ИИС определения параметров тонких пленок

В четвертой главе приведена методика экспериментальных исследований, метрологическая оценка характеристик ИИС, а также результаты экспериментов, подтверждающих полученные теоретические характеристики.

Проведены калибровочные измерения на эталонной кремниевой пластине Ocean Optics StepWafer Si-SiO<sub>2</sub>. На рисунке 14 представлены зависимости  $\Psi$  и  $\Delta$  от времени (шумы) для образца Si/SiO<sub>2</sub> с различной толщиной окисла на длинах волн 285 нм, 600 нм и 1000 нм.

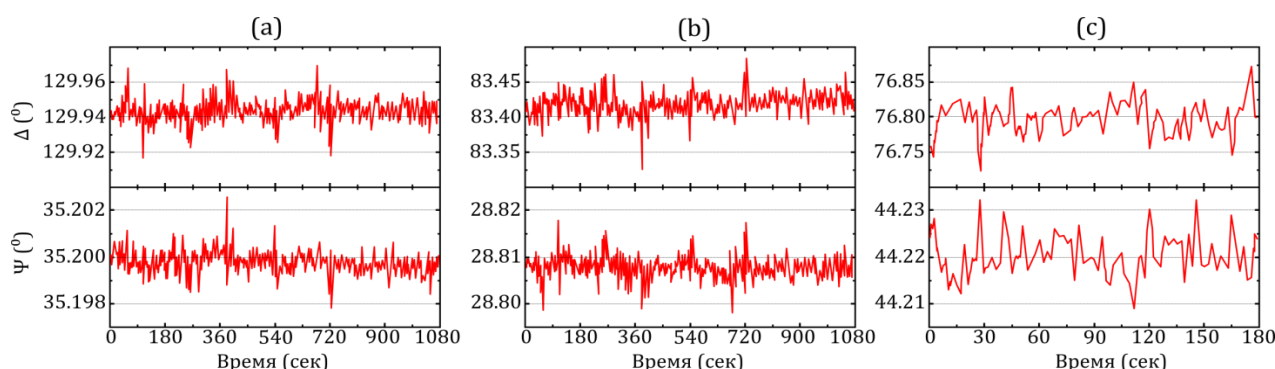


Рисунок 14 – Временные зависимости  $\Psi$  и  $\Delta$  эталонного образца Si/SiO<sub>2</sub> с окислом: (а) - толщиной 2.5 нм, измеренные на длине волны 285 нм; (б) - толщиной 501 нм, измеренные на длине волны 1000 нм; (с) - толщиной 450 нм, измеренные на длине волны 600 нм. Угол падения излучения на образец 70°. Время интегрирования 2 с

Отклонение измеренных толщин от паспортной величины не превышает 0.1 нм, что позволяет судить о суб-нанометровом разрешении измерений толщин тонких пленок.

Среднеквадратичный шум на длине волны 600 нм и толщине окисла 404 нм составил  $0.003^\circ(\Psi)$  и  $0.02^\circ(\Delta)$ ; на длине волны 1000 нм и толщине окисла 513 нм –  $0.005^\circ(\Psi)$  и  $0.03^\circ(\Delta)$ .

Для осуществления магнитооптических измерений, измерительная установка ИИС в районе предметного столика была оборудована активным электромагнитом с 10 мм зазором для образца. Выполнены измерения эллипсометрических и м.о. параметров наноструктур типа Si/SiO<sub>2</sub>/Ti/FeNiCo/Ti с толщинами слоя FeNiCo 10, 30 и 50 нм, обладающих анизотропным магниторезистивным эффектом.

Графики спектров  $\psi(\lambda)$  и  $\Delta(\lambda)$  измеренных и рассчитанных в процессе определения толщин двух многослойных образцов представлены на рисунке 15.

С помощью разработанной ИИС исследованы оптические свойства тонких пленок Bi<sub>2</sub>Te<sub>3-x</sub>Se<sub>x</sub>, выращенных методом химического газофазного осаждения из металлоорганических соединений (MOVPE) на подложках (0001) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Для постановки задачи исследования были полностью описаны измеряемые образцы и их производственный процесс. При этом образцы исследованы альтернативными методами для подтверждения физических характеристик.

Данные СЭ сопоставлены с результатами электронно-зондовых исследований, получена калибровочная кривая для экспресс-определения методом СЭ состава тонких пленок Bi<sub>2</sub>Te<sub>3-x</sub>Se<sub>x</sub> в диапазоне концентраций ( $0 \leq x \leq 3$ ).

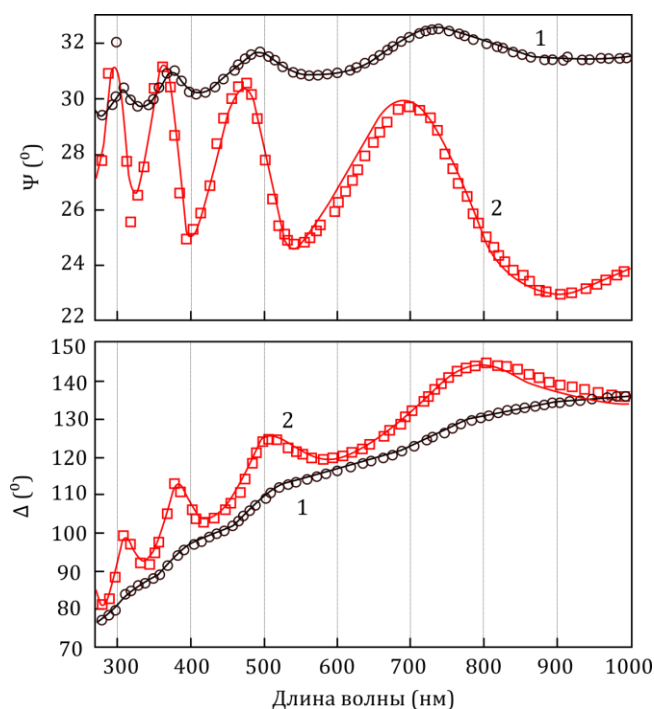


Рисунок 15 – Спектры образцов Si/SiO<sub>2</sub>/Ti/FeNiCo/Ti:

1 – SiO<sub>2</sub> 638nm, Ti 12nm, FeNiCo 30 nm, Ti 5nm; 2 – SiO<sub>2</sub> 632nm, Ti 9nm, FeNiCo 10.5 nm, Ti 5.5nm. Точки – измеренные данные, линия – расчет по модели

Проведено моделирование с помощью регрессионного анализа и получены спектры действительной и мнимой частей диэлектрической проницаемости для всего множества исследуемых пленок Bi<sub>2</sub>Te<sub>3-x</sub>Se<sub>x</sub> (16 образцов).

Показана возможность совместного использования предлагаемой ИИС в системе с другими аналитическими методами и средствами для контроля оптических и физических свойств при получении структур на основе Bi<sub>2</sub>Te<sub>3-x</sub>Se<sub>x</sub>.

**В заключении** сформулированы основные результаты диссертационной работы.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

В процессе решения задач, поставленных в диссертационной работе, получены следующие основные результаты:

1. Проведен анализ информационно-измерительных систем и методов исследования тонкопленочных структур, в ходе которого доказана необходимость и достаточность применения неразрушающего оптического метода спектральной эллипсометрии для контроля толщин и оптических постоянных тонких пленок, обеспечивающего суб-нанометровую погрешность измерения и наибольший объем аналитической информации. Выявлены фундаментальные ограничения, присущие фотометрическим спектральным эллипсометрам и широко используемым в диапазоне UV-VIS-NIR традиционным источникам излучения.
2. Разработана математическая модель процесса четырехзонных статических эллипсометрических измерений, учитывающая влияния неустранимых шумов на погрешности оценки эллипсометрических параметров, которая представляет фундаментальный верхний предел производительности, достигаемый статическим эллипсометром.
3. Предложен модифицированный метод статических эллипсометрических измерений с переключением ортогональных состояний поляризации, отличающийся стабильностью измерения эллипсометрических параметров в оптимальных положениях поляризационных устройств и простотой калибровки.
4. Разработана математическая модель и алгоритм расчета светодиодного источника излучения с целевым спектральным распределением, отличающийся от других методов формирования выходного спектрального профиля перестраиваемых светодиодных источников излучения учетом индивидуальной интенсивности каждого отдельного светодиода, что открывает возможности проектирования высокоэффективных и малошумящих широкодиапазонных источников излучения для широкого круга измерительных задач.
5. Разработаны оригинальные поляризационные устройства, реализующие переключение ортогональных состояний поляризации и вносящие заданный сдвиг фаз, которые позволяют повысить устойчивость эллипсометрических измерений к внешним воздействиям, таким как вибрация и колебания температуры (воспроизводимость фазового сдвига  $\Delta$  до  $0.001^\circ$ ).
6. Разработана ИИС определения оптических констант и толщин тонких пленок, реализующая метод статических эллипсометрических измерений с переключением

ортогональных состояний поляризации, отличающаяся высоким отношением сигнал/шум при измерениях эллипсометрических углов и устойчивостью к внешним воздействиям, что позволяет повысить на порядок воспроизводимость и стабильность измерений (СКО не более  $0.005^\circ$  для  $\Psi$  и  $0.03^\circ$  для  $\Delta$ ), а также повысить надежность и экономичность измерительной системы.

7. С применением ИИС определения толщин и оптических констант тонких пленок проведены калибровочные измерения на эталонной кремниевой пластине Ocean Optics StepWafer Si-SiO<sub>2</sub>, а также практически значимые исследования магнитооптических свойств наноструктур типа Si/SiO<sub>2</sub>/Ti/FeNiCo/Ti и оптических свойств тонкопленочных структур Bi<sub>2</sub>Te<sub>3-x</sub>Se<sub>x</sub>, подтверждающие достоверность и эффективность предложенных методов и аппаратно-программных средств.

Таким образом, в диссертации, как научно-квалификационной работе, содержится решение научной задачи по разработке и исследованию нового метода и средств светодиодной спектральной эллипсометрии, имеющей важное значение для теории и практики создания информационно-измерительных систем и изложено новое научно обоснованное техническое решение, имеющее существенное значение для развития оптических методов неразрушающего контроля материалов и сред.

## СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

### Публикации в журналах из перечня изданий, рекомендованных ВАК:

1. Ковалев В.И., Ковалев В.В., Руковишников А.И., Ковалев С.В., Увайсов С.У. Широкодиапазонный спектральный эллипсометр с переключением ортогональных состояний поляризации на базе монохроматора МДР-41 // Приборы и техника эксперимента. - 2019. - № 6. - С. 71-75.
2. Ковалёв В.И., Руковишников А.И., Ковалёв С.В., Ковалёв В.В., Россуканый Н.М. Ахроматический четырехзеркальный компенсатор для спектральных эллипсометров // Оптика и спектроскопия. - 2017. - Т. 123. - № 1. - С. 156-159.
3. Ковалёв В.И., Руковишников А.И., Ковалёв С.В., Ковалёв В.В. Светодиодный широкодиапазонный спектральный эллипсометр с переключением ортогональных состояний поляризации // Оптический журнал. - 2016. - Т. 83. - № 3. - С. 55-59.

### Публикации в изданиях, индексируемых МБД Scopus и Web of Science:

4. Kovalev V.V., Kuznetsov P.I., Yakushcheva G.G., Yapaskurt O.V., Kovalev V.I., Rukovishnikov A.I. and Kovalev S.V. MOVPE deposition and optical properties of thin films of

- a Bi<sub>2</sub>Te<sub>3-x</sub> Se<sub>x</sub> topological insulator // Journal of Physics: Conference Series. - 2019. - С. 012038. - DOI: 10.1088/1742-6596/1199/1/012038
5. Ковалев В.И., Руковишников А.И., Россуканый Н.М., Ковалев С.В., **Ковалев В.В.**, Амеличев В.В., Костюк Д.В., Васильев Д.В., Орлов Е.П. Светодиодный магнитооптический эллипсометр с переключением ортогональных состояний поляризации // Приборы и техника эксперимента. - 2016. - № 5. - С. 87-91.
  6. Ковалев В.И., Али М., Ковалев С.В., **Ковалев В.В.** Возможности ахроматизации соосных несимметричных фазосдвигающих устройств с четным числом отражений // Оптика и спектроскопия. - 2014. - Т. 117. - № 1. - С. 122.
  7. Ковалев В.И., Руковишников А.И., Ковалев С.В., **Ковалев В.В.** Светодиодный многоканальный спектральный эллипсометр с бинарной модуляцией состояния поляризации // Приборы и техника эксперимента. - 2014. - № 5. - С. 99.

**Публикации в других изданиях:**

8. Мкртчян Ф.А., **Ковалев В.В.**, Климов В.В., Руковишников А.И., Ковалев В.И., Красножен Л.А., Алешина О.В. Применение спектрофотометрии и спектроэллипсометрии при диагностике качества жидких растворов // Проблемы окружающей среды и природных ресурсов. - 2019. - № 3. - С. 15-25.
9. Крапивин В.Ф., Мкртчян Ф.А., **Ковалев В.В.**, Руковишников А.И., Климов В.В., Ковалев В.И., Красножен Л.А., Алешина О.В. Возможности спектрофотометрии и спектроэллипсометрии для диагностики качества жидких растворов // Проблемы окружающей среды и природных ресурсов. - 2018. № 9. С. 3-14.
10. Красножен Л.А., Алешина О.В., **Ковалев В.В.** Оптические методы при исследовании загрязнения водных сред // Экологическая экспертиза. 2018. № 1. С. 102-110.
11. **Ковалев В.В.**, Увайсова С.С., Увайсов С.У. Применение LED спектроэллипсометрии в мониторинге состояния водных сред // Конференция «Инновационные, информационные и коммуникационные технологии». Сочи, 2018. № 1. С. 424-427.
12. **Ковалев В.В.** Высокоапертурные ахроматические фазовые устройства на основе структур: подложка/ AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/AL/ AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> // В сборнике: Физико-химия и технология неорганических материалов. Сборник материалов XIII Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов. 2016. С. 106-108.