

**České vysoké učení technické v Praze
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská**

**Czech Technical University in Prague
Faculty of Nuclear Sciences and Physical Engineering**

doc. RNDr. Petr Hlubina, CSc.

**Optické metody charakterizace tenkých a plazmonických vrstev
Optical Methods of Characterization of Thin and Plasmonic Films**

SUMMARY

The paper presents the original results achieved at the Laboratory of Interferometry and the Laboratory of Plasmonics and Fibre Optics at the Department of Physics, VŠB – Technical University Ostrava during six years when spectral methods were employed. It concentrates on description and usage of new approaches and experimental methods for characterization of optical structures, including thin films, plasmonic layers and dielectric multilayers. The thin films are represented by SiO_2 layers on a silicon substrate. The basic parameter evaluated is the thickness of the SiO_2 layer. The plasmonic layers are represented by thin gold layers on an SF10 glass substrate. Measured characteristic is a dielectric function of gold. The dielectric multilayers are represented by a system of four bilayers of SiO_2 and TiO_2 , and the multilayer is tested for the sensor response with respect to a change in relative humidity of air.

The great advantage of new approaches is the use of experimental set-ups whose rearrangement, when compared with commercially available instrumentation, is simple and fast. In the paper, new spectral experimental methods are presented that serve to thin film thickness determination, next to measurement of the dielectric function of gold layer, and finally to ascertain the response of the dielectric multilayers to a change in relative humidity of air. First, a new method of measurement of ellipsometric parameters in the polarimetric configuration, supplemented by a birefringent crystal is presented, which is based on the reconstruction of a spectral signal interferometric phase. Next, a method is presented for measurement of the spectral phase and reflectance in a Michelson interferometer, i. e., at normal incidence. The polarimetric configuration is also applied for determination of both the dielectric function of a gold layer and the response of the dielectric multilayers to a change in relative humidity of air. The practical usefulness of all these techniques is in their relative simplicity and quick response.

All the new approaches and experimental techniques were already included in the framework of the field of study, guaranteed by the Department of Physics, VŠB – Technical University Ostrava. They are in harmony with scientific and research aims of Optical Diagnostics team, i. e., elaborating a measurement methodology for characterization of complex systems. These are topics of bachelor and diploma theses, and dissertations, and as well as research projects, including international cooperation.

SOUHRN

Tato přednáška prezentuje původní výsledky výzkumu pracovníků Laboratoře interferometrie a Laboratoře plazmoniky a vláknové optiky Katedry fyziky VŠB-TU Ostrava, kterých bylo dosaženo během šesti let s použitím spektrálních metod. Zaměřuje se na popis a použití nových přístupů a experimentálních metod při charakterizaci optických struktur, zahrnujících tenké vrstvy, plazmonické vrstvy a dielektrické multivrstvy. Tenké vrstvy reprezentují vrstvy SiO_2 na křemíkovém substrátu. Základním parametrem, který se vyhodnocuje, je tloušťka vrstvy SiO_2 . Plazmonické vrstvy reprezentují tenké vrstvy zlata na substrátu ze skla SF10. Měřenou charakteristikou je dielektrická funkce zlata. Dielektrické multivrstvy reprezentuje systém čtyř dvojvrstev SiO_2 a TiO_2 , a multivrstva se testuje s ohledem na odezvu senzoru na změnu relativní vlhkosti vzduchu.

Velkou výhodou nových přístupů je využití experimentálních set-
stav, které jsou v porovnání s komerčními přístroji snadno a rychle
přestavitelné. V přednášce jsou představeny nové spektrální experi-
mentální metody, které slouží jednak k určování tloušťky tenké vrstvy,
dále k měření dielektrické funkce vrstvy zlata a konečně ke zjišťování
odezvy dielektrické multivrstvy na změnu relativní vlhkosti vzduchu.
Nejprve je představena nová metoda měření elipsometrických para-
metrů v polarimetrické konfiguraci, doplněné dvojlomným krystalem,
která je založena na rekonstrukci interferometrické fáze spektrálního
signálu. Dále je prezentována metoda měření spektrální fáze a odra-
zivosti v Michelsonově interferometru, tj. při kolmém dopadu. Polari-
metrická konfigurace je aplikována také při určování jak dielektrické
funkce vrstvy zlata, tak odezvy dielektrické multivrstvy na změnu
relativní vlhkosti vzduchu. Praktickou výhodou všech používaných
technik je jejich relativní jednoduchost a rychlá odezva.

Tyto nové přístupy a experimentální techniky byly již zahrnuty
do studijních plánů studijních oborů, garantovaných Katedrou fyziky
VŠB – TU Ostrava. Jsou v souladu s vědecko-výzkumnými cíli sku-
piny Optická diagnostika, tj. propracováním metodiky měření pro cha-
rakterizaci komplexních systémů. Ty jsou tématy jak bakalářských,
diplomových a doktorských prací, tak výzkumných projektů, včetně
mezinárodní spolupráce.

Klíčová slova: Tenká vrstva, plazmonická vrstva, dielektrická multivrstva, spektrální polarimetrie, spektrální interferometrie, spektrální reflektometrie, poměr odrazivosti, elipsometrická fáze, tloušťka, dielektrická funkce, senzor

Keywords: Thin film, Plasmonic layer, Dielectric multilayer, Spectral polarimetry, Spectral interferometry, Spectral reflectometry, Reflectance ratio, Ellipsometric phase, Thickness, Dielectric function, sensor

České vysoké učení technické v Praze

Název: Optické metody charakterizace tenkých a plazmonických vrstev

Autor: doc. RNDr. Petr Hlubina, CSc.

Počet stran: 31

Náklad: online

© Petr Hlubina, 2021

ISBN 978-80-01-06832-8

Obsah

ÚVOD	6
1 MĚŘENÍ TLOUŠŤKY TENKÉ VRSTVY - 1. METODA	8
1.1 Teoretická část	8
1.1.1 Komplexní koeficient odrazivosti	8
1.1.2 Disperzní relace	9
1.1.3 Měření elipsometrické fáze	9
1.1.4 Měření elipsometrického úhlu	10
1.2 Experimentální sestava	11
1.3 Experimentální vzorky	11
1.4 Experimentální výsledky	11
2 MĚŘENÍ TLOUŠŤKY TENKÉ VRSTVY - 2. METODA	13
2.1 Teoretická část	14
2.2 Experimentální výsledky	15
3 CHARAKTERIZACE PLAZMONICKÉ VRSTVY	17
3.1 Metoda AFM	17
3.2 Metoda spektrální elipsometrie	17
4 MĚŘENÍ DIELEKTRICKÉ FUNKCE VRSTVY ZLATA	19
4.1 Metoda spektrální polarimetrie	20
4.2 Metoda spektrální interferometrie	22
5 CHARAKTERIZACE DIELEKTRICKÉ MULTIVRSTVY	24
5.1 Metoda elektronové mikroskopie	25
5.2 Odezva na změnu vlhkosti	26
ZÁVĚR	28
Literatura	29

ÚVOD

Tenké a plazmonické vrstvy, které lze připravit rozličnými technologiemi, jsou součástí celé řady optických struktur, které nacházejí široké uplatnění v nejrůznějších oblastech fyziky a techniky. Tenké vrstvy mají zásadní význam např. v mikroelektronice, optoelektronice a v nanotechnologii, která patří k nejprogresivnějším technologiím současnosti. Tato skutečnost je navíc podpořena všestranným použitím plazmonických struktur a dielektrických multivrstev v senzorce, zvláště pak ve velice aktuální oblasti biosenzorů.

Základními optickými parametry tenkých a plazmonických vrstev jsou geometrická tloušťka vrstvy a komplexní index lomu, zahrnující reálnou část a extinkční koeficient. Plazmonické vrstvy je často výhodnější charakterizovat komplexní permitivitou. Další důležitou charakteristikou je topografie povrchu. Znalost optických parametrů a topografie povrchu je důležitá v mnoha případech nejen v základním a aplikovaném výzkumu, ale i v průmyslu. Příkladem může sloužit návrh optického senzoru indexu lomu s plazmonickou vrstvou, vlastní realizace tohoto senzoru a jeho nasazení v průmyslové praxi.

Geometrickou tloušťku tenké vrstvy lze určovat přímými či nepřímými metodami a optické parametry, popř. charakteristiky pouze nepřímými metodami. Měřicí techniky, pomocí kterých můžeme optické a plazmonické struktury (systémy tenkých vrstev) charakterizovat, se neustále vylepšují, přičemž se vychází z vhodného teoretického modelu. V odborné literatuře lze nalézt celou řadu různých modelů a aproximací, které charakterizují tenké vrstvy, ať se jedná o disperzi materiálu vrstev či model efektivního prostředí. Zvolený model zkoumaného systému tenkých vrstev je určující pro vyhodnocení experimentálních dat a proto jsou neustále prezentovány nové studie, které mají za cíl nalézt lepší, přesnější nebo jednodušší relace mezi navrhovanými modely a experimentálními výsledky.

Mezi nejpoužívanější experimentální metody charakterizace tenkých a plazmonických vrstev patří v současnosti metody spektrální, tj. spektrální elipsometrie [1], spektrální polarimetrie [2], spektrální reflektometrie [3] a spektrální interferometrie [2, 4, 5, 6, 7]. Tyto metody pracují v širokém oboru vlnových délek, kdy se používá zdroj bílého světla. Moderní komerční přístroje jako spektrální elipsometry, u nichž je měření zcela automatizováno a naměřená data jsou ihned softwarově vyhodnocena, pracují v širším spektrálním oboru, včetně části UV a IR spektra.

Tato přednáška je stručným přehledem výsledků, kterých bylo do-

saženo ve dvou laboratořích katedry fyziky VŠB-TU Ostrava, a sice v Laboratoři interferometrie a v Laboratoři plazmoniky a vláknové optiky, během šesti let s použitím spektrálních metod. Je zaměřena jednak na nové metody určování tloušťky tenkých vrstev s využitím spektrální polarimetrie a interferometrie. Dále na charakterizaci plazmonické vrstvy pomocí spektrální reflektometrie a interferometrie, kdy při znalosti geometrických parametrů vrstev je určena dielektrická funkce zlata. V neposlední řadě se týká prezentace výsledků senzorické odezvy dielektrické multivrstvy na změnu relativní vlhkosti vzduchu, kdy charakterizace multivrstvy proběhla pomocí spektrální elipsometrie.

Vychází se z článků, které byly publikovány ve význačných odborných časopisech a které demonstrují použité měřicí techniky, teoretické výpočty a přístupy při vyhodnocení a interpretaci experimentálních dat. V prvním případě se jedná o data získaná ze spektrálních měření struktury, zahrnující tenkou vrstvu SiO_2 na křemíkovém substrátu. Dále jsou představeny nové přístupy využívající technik spektrální polarimetrie a interferometrie při určování dielektrické funkce zlaté vrstvy jako součásti plazmonické struktury. V neposlední řadě je pro případ dielektrické multivrstvy prezentován původní přístup založený na spektrální interferenci, který umožňuje za podmínek vybuzení Blochovy povrchové vlny rozlišení rezonančního stavu, resp. jeho senzorické využití, tj. změření odezvy senzoru na změnu relativní vlhkosti vzduchu.

1 MĚŘENÍ TLOUŠŤKY TENKÉ VRSTVY - 1. METODA

Nová metoda určování elipsometrických parametrů s využitím spektrální interferometrie [8] jako alternativa k zavedené metodě spektrální elipsometrie [1] je použita pro měření tloušťky studované tenké vrstvy. Tato technika pracuje s polarimetrickou konfigurací a dvojlomným krystalem, a k získání elipsometrické fáze tenké vrstvy využívá dvojici spektrálních signálů, jednoho referenčního a druhého s odezvou studované tenké vrstvy.

1.1 Teoretická část

Základem spektrální elipsometrie je měření elipsometrických úhlů $\Psi(\lambda)$ a $\Delta(\lambda)$, které vystupují v poměru $\rho(\lambda)$ spektrálních reflexních koeficientů p - a s -polarizované vlny

$$\rho(\lambda) = \frac{r_p(\lambda)}{r_s(\lambda)} = \text{tg}[\Psi(\lambda)]e^{i\Delta(\lambda)}, \quad (1.1)$$

kde $\text{tg}[\Psi(\lambda)] = |r_p(\lambda)| / |r_s(\lambda)|$ představuje poměr amplitud a $\Delta(\lambda) = \delta_p(\lambda) - \delta_s(\lambda)$ je rozdíl fází p - a s -polarizované odražené vlny.

1.1.1 Komplexní koeficient odrazivosti

Předpokládáme-li dopad světla ze vzduchu na povrch tenké neabsorbující vrstvy, která se nachází na absorbujícím substrátu, můžeme pro úhel dopadu α (viz experimentální sestava podle obrázku 1.1) vyjádřit komplexní koeficient odrazivosti p - a s -polarizované vlny jako

$$r_{p,s}(\alpha; \lambda) = \frac{r_{p,s}^{(0,1)}(\alpha; \lambda) + r_{p,s}^{(1,2)}(\alpha; \lambda) \exp[i2k_{z1}(\alpha; \lambda)d]}{1 + r_{p,s}^{(0,1)}(\alpha; \lambda)r_{p,s}^{(1,2)}(\alpha; \lambda) \exp[i2k_{z1}(\alpha; \lambda)d]}, \quad (1.2)$$

kde $r_{p,s}^{(j,k)}(\alpha; \lambda)$ jsou komplexní koeficienty odrazivosti na rozhraní mezi j -tou a k -tou vrstvou, pro které platí Fresnelovy vztahy ve tvaru [9]

$$r_p^{(j,k)}(\alpha; \lambda) = \frac{n_k^2(\lambda)k_{zj}(\alpha; \lambda) - n_j^2(\lambda)k_{zk}(\alpha; \lambda)}{n_k^2(\lambda)k_{zj}(\alpha; \lambda) + n_j^2(\lambda)k_{zk}(\alpha; \lambda)}, \quad (1.3)$$

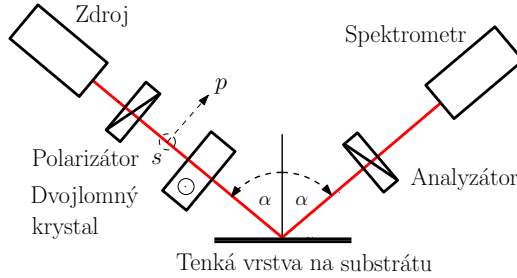
resp.

$$r_s^{(j,k)}(\alpha; \lambda) = \frac{k_{zj}(\alpha; \lambda) - k_{zk}(\alpha; \lambda)}{k_{zj}(\alpha; \lambda) + k_{zk}(\alpha; \lambda)}, \quad (1.4)$$

kde $n_i(\lambda)$ je index lomu i -té vrstvy a $k_{zi}(\alpha; \lambda)$ reprezentuje normálovou složku (z složku) vlnového vektoru ve vrstvě, pro kterou platí

$$k_{zi}(\alpha; \lambda) = (2\pi/\lambda) [n_i^2(\lambda) - n_0^2(\lambda) \sin^2 \alpha]^{1/2}. \quad (1.5)$$

Alternativně můžeme použít maticového počtu [1].



Obrázek 1.1: Experimentální sestava s polarizátorem, analyzátozem a dvojločným krystalem pro měření elipsometrických parametrů tenké vrstvy na substrátu.

1.1.2 Disperzní relace

Index lomu $n_1(\lambda)$ tenké vrstvy SiO_2 je možno aproximovat semiempirickou Sellmeierovou rovnicí

$$n^2(\lambda) = 1 + \sum_{i=1}^3 \frac{A_i \lambda^2}{(\lambda^2 - B_i)}, \quad (1.6)$$

kde A_i a B_i jsou materiálové parametry, resp. je možno použít jednodušší variantu rovnice

$$n_1^2(\lambda) = 1 + \frac{A\lambda^2}{\lambda^2 - B^2}, \quad (1.7)$$

kde parametry A a B mají hodnoty: $A = 1,1336$ a $B = 9,261 \times 10^{-3}$ pro vlnovou délku v mikrometrech.

1.1.3 Měření elipsometrické fáze

Měření elipsometrické fáze $\Delta(\lambda)$ probíhá v experimentální sestavě podle obrázku 1.1 ve dvou krocích. V prvním kroku se při úhlu dopadu $\alpha = 90^\circ$ zaznamená spektrální intenzita bez vlivu analyzované tenké vrstvy, kdy platí

$$I(\lambda) = I_0(\lambda) \{1 + V_{BC}(\lambda) \cos[\phi_{BC}(\lambda)]\}, \quad (1.8)$$

kde $I_0(\lambda)$ je spektrální intenzita zdroje, $\phi_{BC}(\lambda) = \phi_p(\lambda) - \phi_s(\lambda)$ je spektrální fázový rozdíl mezi p - and s -polarizovanými složkami vlivem dvojlomného krystalu vhodné tloušťky t , a $V_{BC}(\lambda)$ je člen viditelnosti, pro který platí

$$V_{BC}(\lambda) = \exp\{-(\pi^2/2)[G_f(\lambda)t\Delta\lambda_R/\lambda^2]^2\}, \quad (1.9)$$

kde $G_f(\lambda)$ je skupinový dvojlom krystalu a $\Delta\lambda_R$ je šířka odezvové funkce spektrometru. Ze zaznamenaného spektrálního interferogramu se vhodnou metodou rekonstruuje spektrální fáze $\phi_{BC}(\lambda)$.

Ve druhém kroku je při pevném úhlu dopadu α zaznamenána spektrální intenzita pro analyzovanou tenkou vrstvu

$$I'(\lambda) = I'_0(\lambda)\{1 + V'(\lambda) \cos[\phi_{BC}(\lambda) + \Delta(\lambda)]\}, \quad (1.10)$$

kde $I'_0(\lambda)$ je referenční spektrální intenzita a $V'(\lambda)$ je člen viditelnosti závislý na analyzované tenké vrstvě prostřednictvím reflexních koeficientů $R_p(\lambda)$ a $R_s(\lambda)$

$$V'(\lambda) = \frac{2\sqrt{R_p(\lambda)R_s(\lambda)}}{R_p(\lambda) + R_s(\lambda)} V_{BC}(\lambda). \quad (1.11)$$

Ze zaznamenaného spektrálního interferogramu se poté rekonstruuje spektrální fáze $\Phi(\lambda)$ a z ní pak elipsometrická fáze $\Delta(\lambda)$ jako

$$\Delta(\lambda) = \Phi(\lambda) - \phi_{BC}(\lambda). \quad (1.12)$$

1.1.4 Měření elipsometrického úhlu

Postup při měření poměru odrazivostí $R_p(\lambda)/R_s(\lambda)$ neboli $\text{tg}^2[\Psi(\lambda)]$ zahrnuje tři kroky: první, kdy při zakrytém zdroji se měří intenzita pozadí $I_z(\lambda)$; druhý, kdy s analyzátozem orientovaným rovnoběžně s rovinou dopadu se měří reflexní spektrum $I_p(\lambda)$ pro p polarizaci; a třetí, kdy s analyzátozem orientovaným kolmo k rovině dopadu se měří reflexní spektrum $I_s(\lambda)$ pro s polarizaci. Pro poměr odrazivostí potom platí

$$\frac{R_p(\lambda)}{R_s(\lambda)} = \frac{I_p(\lambda) - I_z(\lambda)}{I_s(\lambda) - I_z(\lambda)}, \quad (1.13)$$

a elipsometrický úhel je dán jako $\Psi(\lambda) = \arctg[\sqrt{R_p(\lambda)/R_s(\lambda)}]$.

1.2 Experimentální sestava

Experimentální sestava reprezentovaná polarimetrickou konfigurací podle obrázku 1.1 zahrnuje zdroj bílého světla s halogenovou lampou HL-2000, optické vlákno s kolimační čočkou, polarizátor, dvojlomný krystal, měřený vzorek (tenká vrstva na substrátu), analyzátor, mikroskopový objektiv, detekční optické vlákno, vláknově-optický spektrometr S2000, A/D převodník a osobní počítač. Spektrometr S2000, jehož měřicí obor je od 350 do 1000 nm, obsahuje difrakční mřížku s 600 vrypy/mm a CCD detektor. Vzdálenost sousedních pixelů je 0,32 nm, což znamená, že naměřené spektrum je reprezentováno ve výše uvedeném intervalu vlnových délek 2048 hodnotami. Detekční optické vlákno je charakterizováno Gaussovou odezovou funkcí šířky $\Delta\lambda_R = 3$ nm a průměrem jádra $50 \mu\text{m}$. Pro přesné nastavení úhlu dopadu α lze využít goniometr.

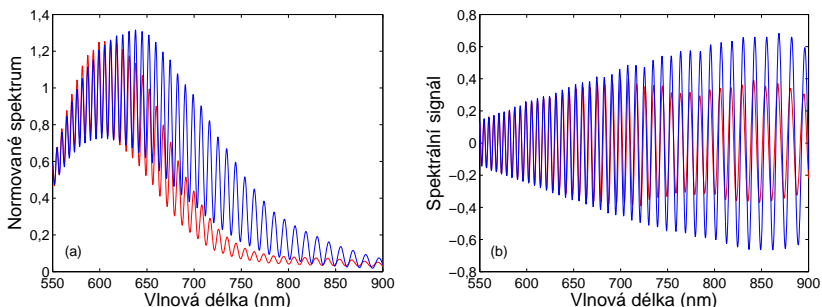
1.3 Experimentální vzorky

Měřený vzorek je reprezentován SiO_2 tenkou vrstvou na Si substrátu. Monokrystalické křemíkové podložky byly připraveny ve firmě ON Semiconductor v Rožnově pod Radhoštěm a měly následující parametry: průměr $(100,0 \pm 0,5)$ mm, tloušťka $(381 \pm 25) \mu\text{m}$. Tenké vrstvy SiO_2 byly připraveny metodou suché oxidace podle tzv. Dealova-Groveova modelu [10]. Před oxidací byly desky nařezány na čtverce o velikosti přibližně 30 mm \times 30 mm, očištěny standardními metodami a pak žíhány v peci při teplotě 1200°C. Žíhací čas byl stanoven podle zaměřeného experimentu tak, aby tloušťky vrstev byly v rozsahu od 280 nm do 450 nm. Homogenita připravených vrstev byla ověřena pomocí rentgenové analýzy na Katedře inženýrství pevných látek FJFI.

1.4 Experimentální výsledky

Nová metoda určování elipsometrických parametrů s využitím spektrální interferometrie byla testována na třech vzorcích tenké vrstvy SiO_2 na Si substrátu za předpokladu, že jsou známy optické parametry struktury a měření probíhalo pro pevně nastavený úhel dopadu $\alpha = 45^\circ$. Příklad zaznamenaného interferenčního spektra bez vlivu, resp. s vlivem analyzované tenké vrstvy je na obrázku 1.2(a) a demonstruje snížení viditelnosti pro případ tenké vrstvy. Zaznamenaná interferenční spektra jsou dále zpracována tak, že se určovala spektrální intenzita zdroje $I_0(\lambda)$ a referenční spektrální intenzita $I'_0(\lambda)$, které byly

získány Fourierovou transformací (FT): naměřené interferenční spektrum bylo zpracováno FT a následně byla vybrána komponenta Fourierova spektra nultého řádu a na ni byla aplikována inverzní FT. Výsledky byly použity pro vyjádření spektrálních signálů, definovaných jako $S(\lambda) = I(\lambda)/I_0(\lambda) - 1$, jak pro referenční měření, tak pro měření s analyzovanou tenkou vrstvou na substrátu.



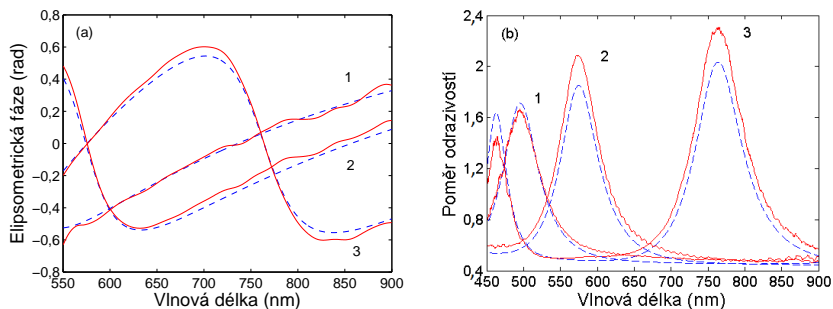
Obrázek 1.2: Zaznamenaná interferenční spektra (a) a odpovídající spektrální signály (b).

Příklad spektrálních signálů $S(\lambda)$ a $S'(\lambda)$ získaných pro třetí vzorek je na obr. 1.2(b) a demonstruje vliv tenké vrstvy na výsledný interferogram s ohledem jak na fázi, tak na kontrast (viditelnost) spektrálních proužků. Rekonstrukce fáze z naměřených interferenčních signálů se prováděla původní metodou okenní Fourierovy transformace (WFT) [11] a na obr. 1.3(a) jsou znázorněny elipsometrické fáze $\Delta_e(\lambda)$ naměřené pro všechny tři vzorky. Naměřená elipsometrické fáze $\Delta_e(\lambda)$ je porovnána s teoretickou $\Delta(\lambda)$, která se získá z rovnic (1.2) až (1.5), kdy index lomu tenké vrstvy $n(\lambda)$ je vypočten z rovnice (1.7). Fitování se provádí pomocí Levenbergovy-Marquardtovy metody nejmenších čtverců v programovém prostředí Matlab [12]. Tento algoritmus hledá hodnotu fitovaných parametrů, v tomto případě tloušťky d tenké vrstvy SiO_2 , minimalizací funkce χ^2 , která je definována vztahem

$$\chi^2(d) = \sum_{i=1}^N [\Delta_e(\lambda_i) - \Delta(\lambda_i; d)]^2. \quad (1.14)$$

kde λ_i jsou vlnové délky, na nichž bylo porovnání provedeno (550 to 900 nm). Výsledky takto určených tloušťek shrnuje Tabulka 1, kde jsou uvedeny naměřené tloušťky d spolu s korelačními koeficienty R . Velmi dobrá shoda experimentu s teorií je navíc ilustrována na

obrázku 1.3(a), který znázorňuje elipsometrické fáze $\Delta(\lambda)$ pro všechny vzorky.



Obrázek 1.3: Naměřené (plné čáry) a teoretické (čárkované čáry) elipsometrické fáze $\Delta_e(\lambda)$ (a) a poměry odrazivosti $R_p(\lambda)/R_s(\lambda)$ pro $\alpha = 45^\circ$ a tři vzorky s tenkou vrstvou SiO_2 na Si substrátu.

Tabulka 1: Čas žhání T , tloušťky d a d_R tenké vrstvy SiO_2 (R je korelační koeficient)

Vzorek	T (min)	d (nm)	R	d_R (nm)
1	122	286,5	0,99962	286,1
2	212	333,9	0,99951	333,6
3	392	445,7	0,99943	445,7

Ve stejné experimentální sestavě byl změřen poměr odrazivosti $R_p(\lambda)/R_s(\lambda)$, který je pro všechny vzorky znázorněn na obrázku 1.3(b), ve kterém jsou rovněž teoretické závislosti a v Tabulce 1 odpovídající tloušťky d_R tenké vrstvy SiO_2 , které jsou ve velmi dobré shodě s hodnotami zjištěnými z měření elipsometrické fáze.

2 MĚŘENÍ TLOUŠŤKY TENKÉ VRSTVY - 2. METODA

Na rozdíl od elipsometrické metody lze metodu spektrální interferometrie využít i pro kolmý dopad světla na analyzovaný vzorek, např. v Michelsonově interferometru [13], a ve stejné konfiguraci lze rovněž použít metodu spektrální reflektometrie [14].

2.1 Teoretická část

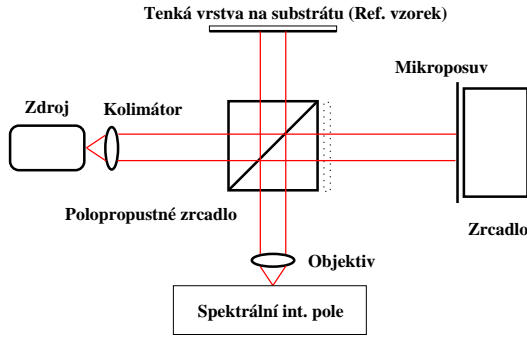
Komplexní koeficient odrazivosti studovaného vzorku lze vyjádřit jako

$$r(\lambda) = \sqrt{R(\lambda)} \exp[i\delta_r(\lambda)], \quad (2.1)$$

kde $R(\lambda)$ je odrazivost vzorku a $\delta_r(\lambda)$ je spektrálně závislá fáze komplexního koeficientu odrazivosti, která může být vyjádřena součtem dvou příspěvků

$$\delta_r(\lambda) = k(\lambda)2n_1(\lambda)d + \phi_{nl}(\lambda), \quad (2.2)$$

kde první člen s $k(\lambda) = 2\pi/\lambda$ reprezentuje fázovou změnu, kterou prodělá vlna uvnitř tenké vrstvy při nejkratším šíření od jednoho rozhraní k druhému a zpět, a $\phi_{nl}(\lambda)$ je fázová funkce díky mnohonásobným odrazům uvnitř tenké vrstvy struktury [13, 14].



Obrázek 2.1: Michelsonův interferometr s měřenou tenkou vrstvou na substrátu.

Spektrálně závislá fáze $\delta_r(\lambda)$ je obsažena ve fázové funkci $\varphi(\lambda)$ spektrálního interferogramu, který lze registrovat na výstupu Michelsonova interferometru podle obr. 2.1, přičemž pro spektrální intenzitu $I(\lambda)$ platí

$$I(\lambda) = I_0(\lambda)\{1 + V(\lambda) \cos[\varphi(\lambda)]\}, \quad (2.3)$$

kde $I_0(\lambda)$ je referenční spektrum a $V(\lambda)$ je člen viditelnosti, který závisí na odrazivosti $R(\lambda)$ analyzované struktury [14]. Fázovou funkci $\varphi(\lambda)$ lze vyjádřit jako

$$\varphi(\lambda) = \delta_M(\lambda) - \delta_r(\lambda) - \delta_{BS}(\lambda) + k(\lambda)[2L_1 + 2n(\lambda)t_{ef}], \quad (2.4)$$

kde $\delta_M(\lambda)$ a $\delta_{BS}(\lambda)$ jsou fázové funkce zrcadla Michelsonova interferometru a děliče svazků (polopropustné zrcadlo), $n(\lambda)$ a t_{ef} jsou jeho

index lomu a efektivní tloušťka, resp. $2L_1$ je dráhový rozdíl interferujících svazků ve vzduchu.

Zavedeme-li nelineární fázovou funkci $\delta(\lambda)$ vztahem

$$\delta(\lambda) = \delta_r(\lambda) - k(\lambda)2L_0, \quad (2.5)$$

kde L_0 je vhodně zvolený dráhový rozdíl, dostáváme vyjádření

$$\delta(\lambda) = \delta_M(\lambda) - \varphi(\lambda) - \delta_{BS}(\lambda) + k(\lambda)[2(L_1 - L_0) + 2n(\lambda)t_{\text{ef}}]. \quad (2.6)$$

Protože rovnice (2.6) obsahuje fázové příspěvky zrcadla Michelsonova interferometru a děliče svazků, použijeme referenčního měření, abychom tyto neznámé fázové příspěvky eliminovali. Při referenčním měření je analyzovaná struktura nahrazena substrátem vzorku (zrcadlem), takže platí

$$I_{ref}(\lambda) = I_{0ref}(\lambda)\{1 + V_{ref}(\lambda) \cos[\varphi_{ref}(\lambda)]\}, \quad (2.7)$$

kde

$$\varphi_{ref}(\lambda) = \delta_M(\lambda) - \delta_{ref}(\lambda) - \delta_{BS}(\lambda) + k(\lambda)[2L_2 + 2n(\lambda)t_{\text{ef}}], \quad (2.8)$$

a kde $2L_2$ je dráhový rozdíl interferujících svazků, který je nastaven co nejbliž k $2L_1$.

S použitím rovnic (2.6) and (2.8) potom platí

$$\delta(\lambda) = \delta(\lambda; \Delta L) - k(\lambda)2L_0, \quad (2.9)$$

kde

$$\delta(\lambda; \Delta L) = \varphi_{ref}(\lambda) - \varphi(\lambda) + \delta_{ref}(\lambda) - k(\lambda)2\Delta L \quad (2.10)$$

a $\Delta L = L_2 - L_1$. Je-li $\Delta L = 0$, nelineární fázová funkce $\delta(\lambda; \Delta L)$ je identická s $\delta(\lambda)$.

Spektrální interferogramy (2.3) a (2.7) lze zpracovat pomocí okenní FT [14], a lze tak získat fázové funkce $\Phi(\lambda)$ a $\Phi_{ref}(\lambda)$ s neurčitostí $m2\pi$, kde m je celé číslo. Rekonstruovaná (změřená) nelineární fázová funkce $\delta^r(\lambda; \Delta L)$ je potom dána vztahem

$$\delta^r(\lambda; \Delta L) = \Phi_{ref}(\lambda) - \Phi(\lambda) + m2\pi + \delta_{ref}(\lambda) - k(\lambda)2\Delta L. \quad (2.11)$$

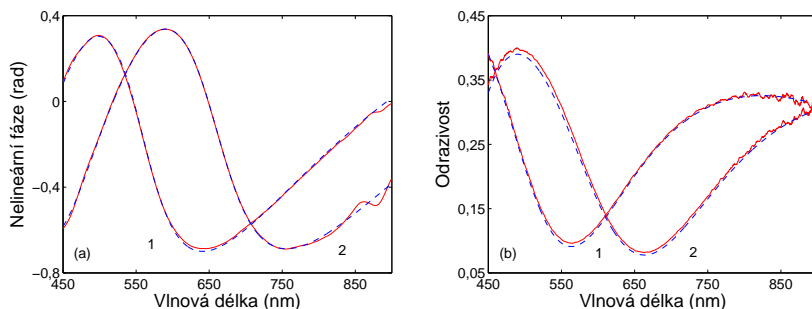
2.2 Experimentální výsledky

Metoda byla testována na stejných čtyřech vzorcích tenké vrstvy SiO_2 na Si substrátu jako v předchozí práci [14]. V rámci referenčního měření

bylo jedno zrcadlo Michelsonova reprezentováno křemíkovým substrátem. Nejdříve byla určena fázová funkce $\Phi_{ref}(\lambda)$ zpracováním příslušného spektrálního interferogramu s použitím okenní FT. Následně bylo provedeno měření na vzorku s vrstvou a byla určena fázová funkce $\Phi(\lambda)$. Naměřená funkce $\delta^r(\lambda; \Delta L)$ byla porovnána s teoretickou $\delta(\lambda; \Delta L, d)$ a s pomocí Levenbergova-Marquardtova algoritmu nejmenších čtverců byly zjištěny parametry ΔL and d za podmínky minima funkce χ^2 definované jako

$$\chi^2(\Delta L, d) = \sum_{i=1}^N [\delta^r(\lambda_i; \Delta L) - \delta(\lambda_i; \Delta L, d)]^2, \quad (2.12)$$

kde λ_i jsou vlnové délky, na nichž bylo porovnání provedeno (450 to 900 nm). Velmi dobrá shoda experimentu s teorií je ilustrována na obrázku 2.2(a), který znázorňuje nelineární fázové funkce $\delta^r(\lambda)$ pro dvojici vzorků 1 a 2. Výsledky měření shrnuje Tabulka 2, kde jsou uvedeny naměřené tloušťky d spolu s korelačními koeficienty R.



Obrázek 2.2: Naměřené (plné čáry) a teoretické (čárkované čáry) nelineární fáze $\delta(\lambda; \Delta L)$ (a) a odrazivosti $R(\lambda)$ pro dva vzorky s tenkou vrstvou SiO₂ na Si substrátu (b).

Ve stejné experimentální sestavě byly měřeny odrazivosti $R(\lambda)$ vzorků ve třech výše uvedených krocích, kdy jeden svazek interferometru byl přerušeno. Referenční měření pracovalo s křemíkovým substrátem. Výsledky byly zpracovány pomocí Levenbergova-Marquardtova algoritmu a byly určeny tloušťky d_R , které jsou rovněž uvedeny v Tabulce 2. Velmi dobrá shoda experimentu s teorií je ilustrována na obrázku 2.2(b), který znázorňuje spektrální odrazivosti $R(\lambda)$ pro stejnou dvojici vzorků.

Tabulka 2: Čas žihání T , tloušťky d a d_R tenké vrstvy SiO_2 (R je korelační koeficient)

Sample	T (min)	d (nm)	R	d_R (nm)
1	122	285,6	0,99962	285,3
2	212	338,6	0,99951	338,0
3	326	393,2	0,99482	390,2
4	392	449,4	0,99943	450,1

3 CHARAKTERIZACE PLAZMONICKÉ VRSTVY

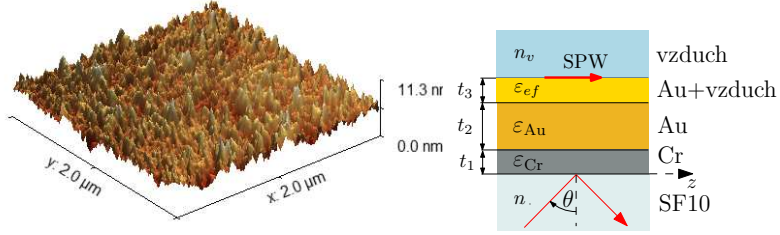
Metoda spektrální elipsometrie je zvláště výhodná pro struktury více vrstev, včetně plazmonických struktur. Příkladem je analyzovaná plazmonická struktura: substrát, tenká adhezní vrstva chrómu a plazmonická vrstva zlata, charakterizovaná také metodou AFM.

3.1 Metoda AFM

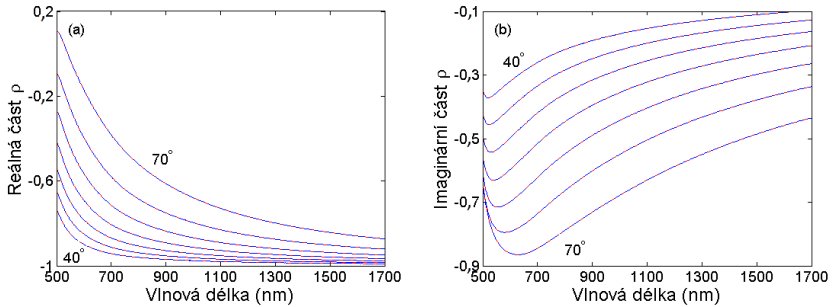
Morfologie povrchu plazmonické vrstvy zlata na substrátu ze skla SF10, která byla vyrobena firmou Accurion (SRN), byla zjišťována metodou mikroskopie atomárních sil (atomic force microscopy, AFM) s použitím mikroskopu NTEGRA Prima (NT-MDT, Co.) v semikontaktním režimu, kdy měřená plocha byla $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$. Příklad výsledků je na obrázku 3.1(a) a je patrné, že povrchová drsnost je takřka rovnoměrná na celé ploše. Zpracováním profilu povrchu byla získána rozdělovací funkce podle výšky a z ní byla určena jednak tloušťka pseudovrstvy $t_3=2,2$ nm, resp. objemové zastoupení zlata v efektivní vrstvě $q=0,5$.

3.2 Metoda spektrální elipsometrie

Pro charakterizaci plazmonické struktury byl dále využit spektrální elipsometr RC2 firmy Woollam z USA a měření s proměnným úhlem dopadu (variable angle spectroscopic ellipsometry, VASE) v rozsahu od 40° do 70° , kdy reálná a imaginární část komplexní elipsometrické veličiny ρ podle vztahu (1.1), které jsou na obrázku 3.2, byly fitovány v programovém prostředí Matlab. Pro adhezní vrstvu chromu tloušťky t_1 byl zvolen model [15], pomocí kterého lze komplexní dielektrickou



Obrázek 3.1: AFM obraz tenké vrstvy zlata na substrátu ze skla SF10 (a), systém vrstev ve studované plazmonické struktuře (b).



Obrázek 3.2: Změřená reálná (a) a imaginární část (b) komplexní elipsometrické veličiny ρ spolu s fitem (čárkovaně).

funkci vyjádřit vztahem

$$\epsilon_{Cr}(\lambda) = \epsilon_{\infty} - \frac{1}{\lambda_p^2(1/\lambda^2 + i/\gamma_p\lambda)} + \sum_{j=1}^2 \frac{A_j}{\lambda_j} \left[\frac{e^{i\phi_j}}{(1/\lambda_j - 1/\lambda - i/\gamma_j)} + \frac{e^{-i\phi_j}}{(1/\lambda_j + 1/\lambda + i/\gamma_j)} \right]. \quad (3.1)$$

Disperze dielektrické funkce chromu podle rovnice (3.1) s parametry specifikovanými v Tabulce 3 je vhodná pro modelování odezvy ve spektrálním rozsahu od 400 to 1000 nm.

Pro plazmonickou vrstvu zlata tloušťky t_2 byl zvolen Drudeho-Lorentzův model, pomocí kterého lze komplexní dielektrickou funkci

Tabulka 3: Parametry dielektrické funkce chromu [15].

Drudeho člen		Oscilátor 1		Oscilátor 2	
Parametr	hodnota	Parametr	hodnota	Parametr	hodnota
ε_∞	1,1297	A_1	33,086	A_2	1,659
$\lambda_p(\text{nm})$	213,67	$\lambda_1(\text{nm})$	1082,3	$\lambda_2(\text{nm})$	496,5
$\gamma_p(\text{nm})$	4849,8	$\gamma_1(\text{nm})$	1153,2	$\gamma_2(\text{nm})$	2559,7
—	—	$\phi_1(\text{rad})$	-0,25722	$\phi_2(\text{rad})$	0,83533

vyjádřit Drudeho vztahem se dvěma dodatečnými členy

$$\varepsilon_{\text{Au}}(\lambda) = 1 - \frac{1}{\lambda_p^2(1/\lambda^2 + i/\gamma_p\lambda)} - \sum_{j=1}^2 \frac{A_j}{\lambda_j^2(1/\lambda^2 - 1/\lambda_j^2) + i\lambda_j^2/\gamma_j\lambda}. \quad (3.2)$$

V modelu plazmonické struktury je třeba zahrnout i efektivní prostředí, protože AFM analýza (viz obrázek 3.1) odhalila povrchovou drsnost vrstvy zlata. Výsledky elipsometrické VASE analýzy vedly k tloušťkám, které byly ve velmi dobré shodě s hodnotami od výrobce, resp. k parametrům Drudeho-Lorentzova modelu, které jsou specifikovány v Tabulce 4.

Tabulka 4: Elipsometricky změřené parametry dielektrické funkce zlata [16].

Drudeho člen		Oscilátor 1		Oscilátor 2	
Parametr	hodnota	Parametr	hodnota	Parametr	hodnota
ε_∞	1	A_1	7,11	A_2	0,06
$\lambda_p(\text{nm})$	135,71	$\lambda_1(\text{nm})$	294,24	$\lambda_2(\text{nm})$	487,20
$\gamma_p(\text{nm})$	13819,63	$\gamma_1(\text{nm})$	1134,20	$\gamma_2(\text{nm})$	7856,94

4 MĚŘENÍ DIELEKTRICKÉ FUNKCE VRSTVY ZLATA

Znalost tlouštěk jednotlivých vrstev plazmonické struktury umožňuje jednoduché měření dielektrické funkce tenké vrstvy kovu (zlata) buď metodou spektrální polarimetrie [17], nebo metodou spektrální interferometrie [18]. Obě metody využívají plazmonickou strukturu v Kre-

schmannově uspořádání, kdy se měří buď poměr odrazivostí, nebo fázový rozdíl jako funkce úhlu dopadu za podmínek povrchové plazmonové rezonance (surface plasmon resonance - SPR).

4.1 Metoda spektrální polarimetrie

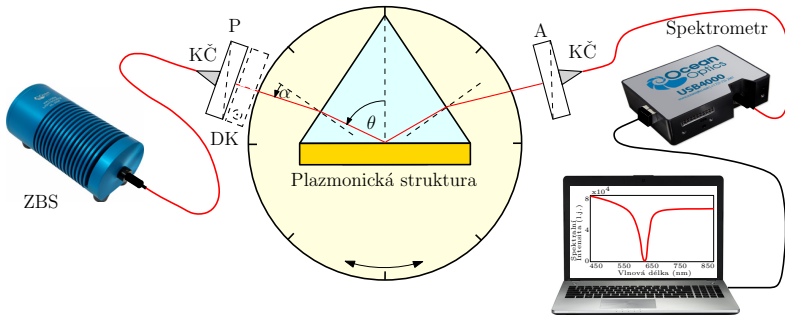
V experimentální sestavě podle obrázku 4.1, kdy materiál vazebního hranolu je stejný jako materiál substrátu (sklo SF 10), se mění úhel dopadu θ_{SPR} , pro který SPR nastává, s tím jak se mění goniometrické nastavení úhlu dopadu α na stěnu vazebního hranolu, přičemž platí

$$\theta = 60^\circ + \arcsin[n_v(\lambda_r) \sin \alpha / n(\lambda_r)], \quad (4.1)$$

kde $n(\lambda_r)$ a $n_v(\lambda_r)$ jsou indexy lomu materiálu hranolu a vzduchu na rezonanční vlnové délce λ_r , resp. disperzní vlastnosti skla SF10 jsou popsány Sellmeierovou rovnicí

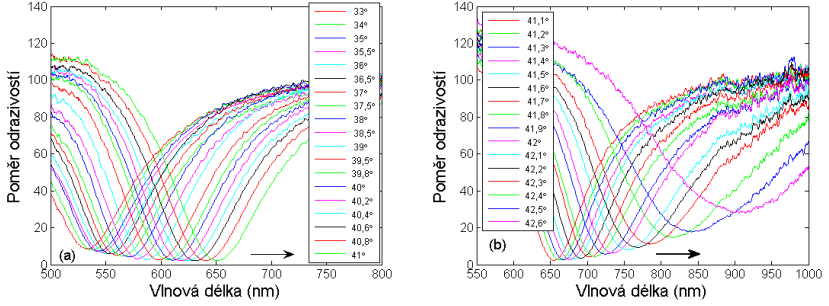
$$n^2(\lambda) = 1 + \sum_{i=1}^3 \frac{A_i \lambda^2}{\lambda^2 - B_i}, \quad (4.2)$$

kde λ je vlnová délka, resp. A_i a B_i jsou Sellmeierovy koeficienty, jejichž hodnoty pro teplotu 20°C jsou v práci [19].



Obrázek 4.1: Experimentální sestava: plazmonická struktura v Kretschmannově uspořádání; zdroj bílého světla (ZBS), kolimační čočka (KČ), polarizátor (P), dvojlomný krystal (DK), analyzátor (A).

Obrázky 4.2(a) a 4.2(b) ukazují změřený poměr odrazivostí v závislosti na vlnové délce pro úhel dopadu α v rozsahu od 33° do 42,6° nastavený s různým krokem. Poměry odrazivostí mají dostatečně výrazná minima a šířku, která roste s rostoucím úhlem dopadu. Vlnová délka minima, tzv. rezonanční vlnová délka, roste s tím jak se zvětšuje úhel dopadu.



Obrázek 4.2: Změřený poměr odrazivosti v závislosti na vlnové délce pro úhel dopadu α v rozsahu od 33° do 41° (a), od $41,1^\circ$ do $42,6^\circ$ (b).

Abychom určili dielektrickou funkci tenké vrstvy zlata, vyhodnocení změřeného poměru $R_p(\lambda)/R_s(\lambda)$ pro různé úhly dopadu probíhá ve dvou krocích. V prvním kroku jsou fitovány jednotlivé poměry $R_p(\lambda)/R_s(\lambda)$ v rozsahu 100 nm kolem rezonanční vlnové délky, přičemž komplexní koeficient odrazivosti plazmonické struktury, která čítá 5 prostředí (viz obrázek 3.1) je dán vyjádřením [9]

$$r_{p,s}^{(12345)}(\lambda) = \frac{r_{p,s}^{(1,2)}(\lambda) + r_{p,s}^{(2345)}(\lambda) \exp[i2k_{z1}(\lambda)t_1]}{1 + r_{p,s}^{(1,2)}(\lambda)r_{p,s}^{(2345)}(\lambda) \exp[i2k_{z1}(\lambda)t_1]}, \quad (4.3)$$

kde

$$r_{p,s}^{(2345)}(\lambda) = \frac{r_{p,s}^{(2,3)}(\lambda) + r_{p,s}^{(345)}(\lambda) \exp[i2k_{z2}(\lambda)t_2]}{1 + r_{p,s}^{(2,3)}(\lambda)r_{p,s}^{(345)}(\lambda) \exp[i2k_{z2}(\lambda)t_2]}, \quad (4.4)$$

resp.

$$r_{p,s}^{(345)}(\lambda) = \frac{r_{p,s}^{(3,4)}(\lambda) + r_{p,s}^{(4,5)}(\lambda) \exp[i2k_{z3}(\lambda)t_3]}{1 + r_{p,s}^{(3,4)}(\lambda)r_{p,s}^{(4,5)}(\lambda) \exp[i2k_{z3}(\lambda)t_3]}, \quad (4.5)$$

a kde $r_{p,s}^{(j,k)}(\alpha; \lambda)$ jsou komplexní koeficienty odrazivosti na rozhraní mezi j -tou a k -tou vrstvou, které jsou dány rovnicemi (1.3) a (1.4). Dielektrická funkce (relativní permitivita) $\varepsilon_{ef}(\lambda)$ pseudovrstvy tloušťky t_3 (viz obrázek 3.1), zahrnující zlato a vzduch, je určena podle Maxwellovy-Garnettovy teorie jako [20]

$$\varepsilon_{ef}(\lambda) = \varepsilon_{Au}(\lambda) \frac{[(3 - 2q)\varepsilon_v(\lambda) + 2q\varepsilon_{Au}(\lambda)]}{[q\varepsilon_v + (3 - q)\varepsilon_{Au}(\lambda)]}, \quad (4.6)$$

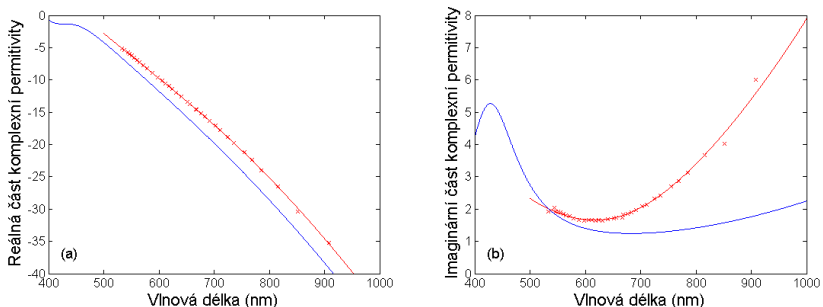
kde q reprezentuje objemové zastoupení kovu v pseudovrstvě. Fitováním, které probíhá pro parametry určené z elipsometrických měření,

tj. pro tloušťky jednotlivých vrstev $t_1=2$ nm, $t_2=42,8$ nm a $t_3=2,0$ nm, a známé objemové zastoupení zlata v pseudovrstvě $q=0,5$, jsou odhadnuty hodnoty parametrů λ_p , γ_p , A_j , λ_j , γ_j Drudeho-Lorentzova modelu zlata (3.2), resp. reálná a imaginární část dielektrické funkce zlata. Použitím těchto jednotlivých hodnot dielektrické konstanty je získána závislost na vlnové délce a tato je fitována modelovou funkcí, přičemž nejlepšího fitu je dosaženo minimalizací funkce

$$F(x) = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N [\lambda_{ri}^T(x) - \lambda_{ri}^E]^2}, \quad (4.7)$$

kde λ_{ri}^E a $\lambda_{ri}^T(x)$ jsou naměřené a teoretické rezonanční vlnové délky vypočtené podle daného modelu, x je sada parametrů modelu (t_2 , t_3 , q , λ_p , γ_p , A_j , λ_j , γ_j) a N je počet měření.

Výsledek tohoto přístupu ukazuje obrázek 4.3(a), kde je vynesena reálná část dielektrické funkce a fit podle modelové funkce (3.2). Ve stejném obrázku je vynesena reálná část dielektrické funkce odpovídající modelu referenčního zlata [17]. Podobně je v obrázku 4.3(b) vynesena imaginární část dielektrické funkce spolu s fitem, resp. referenční funkcí. Obě části dielektrické funkce, jejíž parametry jsou specifikovány v Tabulce 5 se liší od standardního Drudeho-Lorentzova modelu zlata, ale ukazují na velice dobrou shodu mezi naměřenou a teoretickou odezvou SPR struktury.



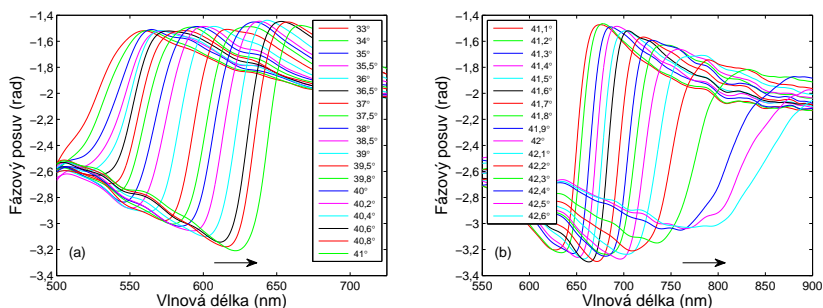
Obrázek 4.3: Naměřená reálná (a) a imaginární část (b) dielektrické funkce zlata spolu s fitem, resp. s průběhem podle standardního modelu.

4.2 Metoda spektrální interferometrie

Rozšířením experimentální sestavy podle obrázku 4.1 o dvojlomný krystal a orientací jak polarizátoru, tak analyzátoru na 45° můžeme

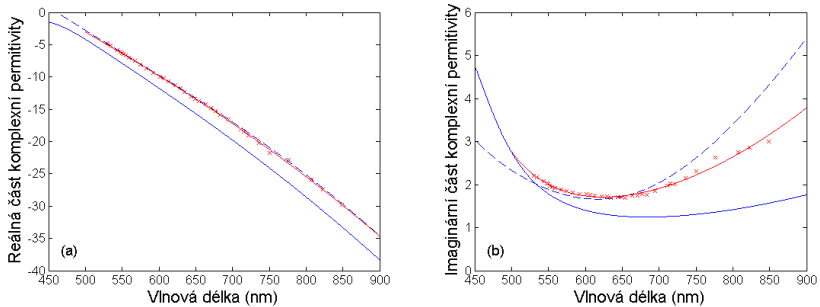
Tabulka 5: Experimentálně získané parametry dielektrické funkce zlata [17].

Drudeho člen		Oscilátor 1		Oscilátor 2	
Parametr	hodnota	Parametr	hodnota	Parametr	hodnota
ε_∞	1	A_1	8,88	A_2	1,70
$\lambda_p(\text{nm})$	130,77	$\lambda_1(\text{nm})$	255,5	$\lambda_2(\text{nm})$	660,67
$\gamma_p(\text{nm})$	6608,3	$\gamma_1(\text{nm})$	-29,73	$\gamma_2(\text{nm})$	-819,68



Obrázek 4.4: Změřená elipsometrická fáze v závislosti na vlnové délce pro úhel dopadu α v rozsahu od 33° do 41° (a), od $41,1^\circ$ do $42,6^\circ$ (b).

zahrnout i interferometrické měření, kdy referenční interferogram je získán pro případ hranolu bez plazmonické struktury. Obrázky 4.4(a) a 4.4(b) ukazují změřenou elipsometrickou fázi (fázový posuv) $\delta(\lambda) = \Delta(\lambda) - \Delta_{\text{ref}}(\lambda)$ v závislosti na vlnové délce pro úhel dopadu α v rozsahu od 33° do $42,6^\circ$ nastavený s různým krokem. Změřené elipsometrické fáze mají dostatečně výrazné skoky, jejichž derivace vede k rezonančním maximům [18]. Vlnová délka maxima, tj. rezonanční vlnová délka, opět roste se zvětšujícím se úhlem dopadu. Postupem analogickým k tomu, který byl využit při vyhodnocení naměřených poměrů odrazivosti v závislosti na úhlu dopadu α , byla určena dielektrické funkce zlata, která je představena na obrázku 4.5. Obě části dielektrické funkce, jejíž parametry jsou specifikovány v Tabulce 6, se opět liší od standardního Drudeho-Lorentzova modelu zlata, ale mírně od dielektrické funkce získané z měření poměru odrazivosti.



Obrázek 4.5: Naměřená reálná (a) a imaginární část (b) dielektrické funkce zlata spolu s fitem, resp. s průběhem podle standardního modelu a z měření poměru odrazivosti (čárkovaně).

Tabulka 6: Experimentálně získané parametry dielektrické funkce zlata [18].

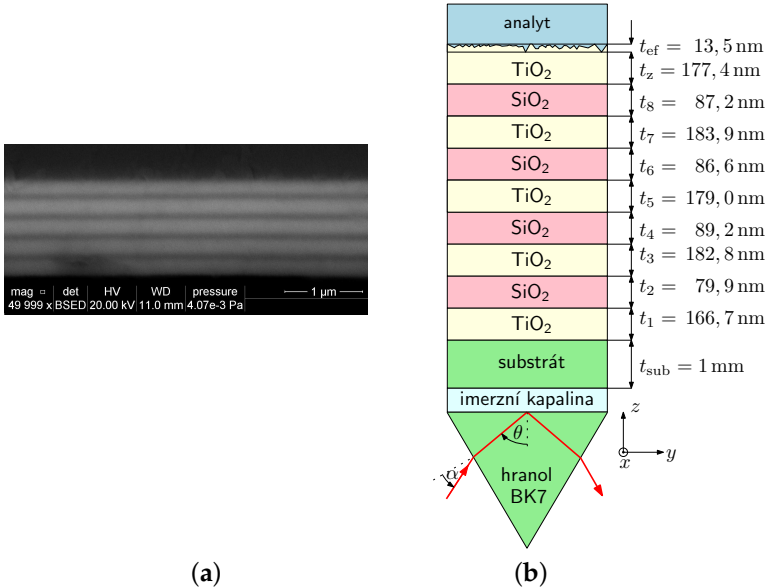
Drudeho člen		Oscilátor 1		Oscilátor 2	
Parametr	hodnota	Parametr	hodnota	Parametr	hodnota
ϵ_∞	1	A_1	5,15	A_2	2,96
λ_p (nm)	135,55	λ_1 (nm)	344,8	λ_2 (nm)	137,91
γ_p (nm)	9235,1	γ_1 (nm)	-32,19	γ_2 (nm)	-34,61

5 CHARAKTERIZACE DIELEKTRICKÉ MULTIVRSTVY

Alternativou k plazmonické struktuře, která vykazuje v Kretschmannově uspořádání jev SPR, je dielektrická multivrstva, u které je možno vybudit Blochovu povrchovou vlnu a zajistit s tím spojenou rezonanci (Bloch surface wave resonance, BSWR). Ke korektnímu modelování odezvy struktury, která vykazuje jev BSWR, je potřebná znalost nejenom tloušťek jednotlivých dielektrických vrstev struktury, ale i disperze materiálů vrstev. Zde nastupují techniky elektronové mikroskopie a spektrální elipsometrie, jak je ilustrováno na příkladu charakterizace neznámé dielektrické multivrstvy.

5.1 Metoda elektronové mikroskopie

Elektronová mikroskopie je destruktivní metodou [21], která umožňuje zjištění počtu dielektrických vrstev a odhad jejich tlouštěk. Pro určení složení je kombinována s prvkovou analýzou. Příkladem může sloužit obrázek 5.1(a), který byl získán pomocí elektronového mikroskopu FEI Quanta 650 FEG (FEI, USA). Z obrázku je zřejmé, že neznámá dielektrická multivrstva zahrnuje 4 dvojevrstvy TiO_2 a SiO_2 a drsnou vrstvu TiO_2 .



Obrázek 5.1: Obrázek z elektronového mikroskopu pro případ neznámé dielektrické multivrstvy (a) a její geometrická charakterizace (b).

Rozšířením analýzy o spektrální elipsometrii bylo možné disperzně charakterizovat jak dielektrické vrstvy, tak substrát. Disperze substrátu je popsána Cauchyho rovnicí [22]

$$n(\lambda) = a + b\lambda^{-2} + c\lambda^{-4}, \quad (5.1)$$

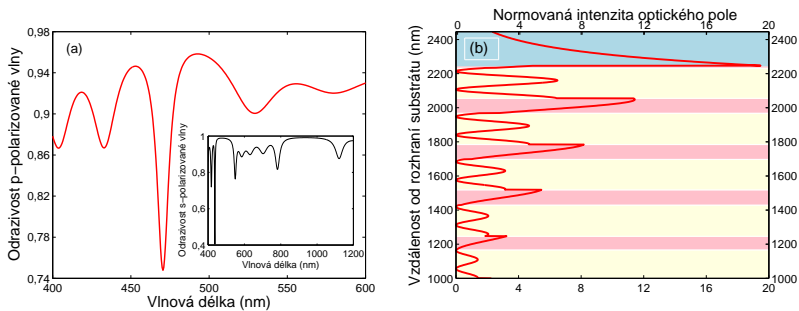
kde λ je vlnová délka a a , b , resp. c jsou koeficienty, které jsou specifikovány v práci [22]. Disperze jak TiO_2 , tak SiO_2 je popsána Sellmeierovou rovnicí s jedním oscilátorem

$$n^2(\lambda) = a + \frac{b\lambda^2}{\lambda^2 - c^2}, \quad (5.2)$$

kde a , b , resp. c jsou Sellmeierovy koeficienty.

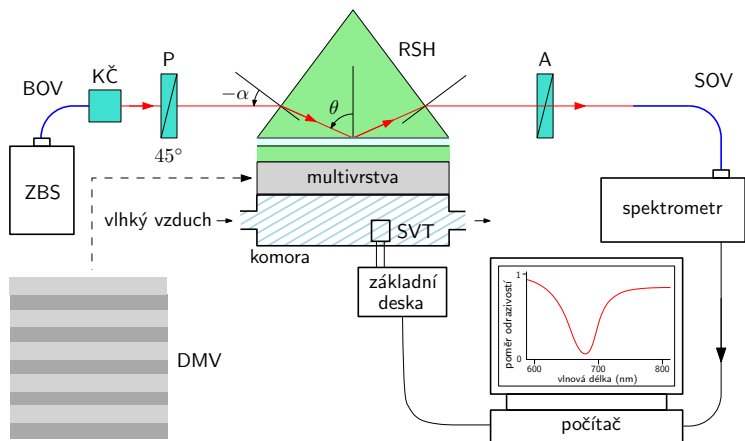
5.2 Odezva na změnu vlhkosti

Znalost tloušťek vrstev dielektrické multivrstvy a jejich disperze může sloužit k modelování odezvy, např. na změnu indexu lomu analytu, tj. prostředí, které strukturu obklopuje. Příkladem je odrazivost p -polarizované (transverzálně magnetické, TM) vlny v Kretschmannově uspořádání s hranolem ze skla BK7, kterou lze získat s použitím metody přenosové matice (transfer matrix method, TMM) [23]. Na obrázku 5.2(a) je tato odrazivost znázorněna pro úhel dopadu 45° a index lomu analytu 1 (vzduch), kdy závislost na vlnové délce jasně odhaluje existenci minima, tj. rezonance na určité vlnové délce. Tato rezonance je spojena s vybuzením BSW, která je vázána na zakázaný pás, což dokládá odrazivost s -polarizované (transverzálně magnetické, TE) vlny, znázorněná taktéž na obrázku 5.2(a). Navíc je vybuzení BSW ilustrováno na obrázku 5.2(b), který znázorňuje průběh normované intenzity optického pole na vlnové délce 470,5 nm a výrazné zesilování pole v dielektrické multivrstvě a vybuzení BSW.

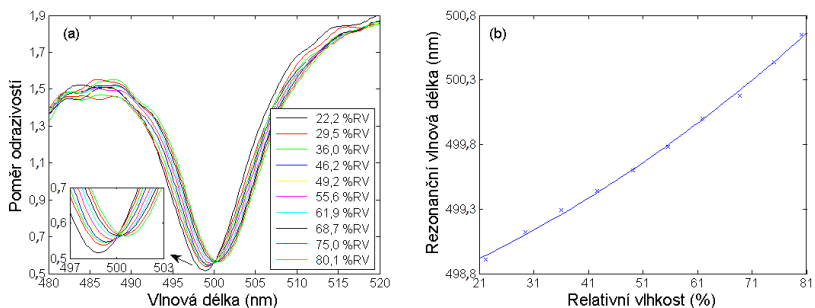


Obrázek 5.2: Závislost spektrální odrazivosti p -polarizované vlny (a), průběh normované intenzity optického pole na vlnové délce 470,5 nm (b). Analytem je vzduch.

Teoretické závěry TMM je možno ověřit v experimentální sestavě podle obrázku 5.3, kdy se v Kretschmannově uspořádání s analyzovanou dielektrickou multivrstvou měří odezva na změnu relativní vlhkosti vzduchu. Ukazuje se však, že standardní přístup s měřením odezvy pro p - nebo s -polarizovanou vlnu zpravidla nefunguje, z důvodu nevýrazného minima. Proto byl navržen nový přístup [24], který využívá spektrální interference polarizovaných vln odražených od dielektrické multivrstvy, což vede k minimu s maximální hloubkou.



Obrázek 5.3: Experimentální sestava: dielektrická multivrstva (DMV) v Kretschmannově uspořádání; zdroj bílého světla (ZBS), budící optické vlákno (BOV), kolimační čočka (KČ), polarizátor (P), rovnostranný hranol (RSH), analyzátor (A), snímací optické vlákno (SOV), senzor vlhkosti a teploty (SVT).



Obrázek 5.4: Poměr spektrálních odrazivostí $R_{PA45}(\lambda)/R_s(\lambda)$ pro různé hodnoty RV vzduchu (a). Závislost rezonanční vlnové délky na RV vzduchu spolu s polynomiálním fitem (b).

Interference je dosaženo když jak polarizátor, tak analyzátor jsou orientovány 45° vzhledem k rovině dopadu, a pro odrazivost platí

$$R_{PA45}(\lambda) = \frac{1}{4} \{ R_s(\lambda) + R_p(\lambda) + 2\sqrt{R_s(\lambda)R_p(\lambda)} \cos[\delta_{sp}(\lambda)] \}, \quad (5.3)$$

kde $R_s(\lambda)$, resp. $R_p(\lambda)$ je odrazivost s -polarizované, resp. p -polarizované vlny a $\delta_{sp}(\lambda)$ je jejich fázový rozdíl.

Funkčnost nového přístupu dokládá obrázek 5.4(a), ve kterém je znázorněn poměr spektrálních odrazivostí $R_{\text{PA45}}(\lambda)/R_s(\lambda)$ pro různé hodnoty relativní vlhkosti (RV) vzduchu. Obrázek ilustruje rozlišení dostatečně hlubokých minim a odpovídajících vlnových délek, tj. rezonančních vlnových délek. Jejich závislost na RV vzduchu spolu s polynomiálním fitem je na obrázku 5.4(b).

ZÁVĚR

Předložená práce vychází z původních výsledků, kterých bylo dosaženo pracovníky Laboratoře interferometrie, resp. Laboratoře plazmoniky a vláknové optiky Katedry fyziky VŠB-TU Ostrava. Výsledky, které se týkají charakterizace tenkých a plazmonických vrstev a které byly publikovány v významných impaktovaných odborných časopisech, dokumentují využití různých metod. Jednak metody spektrální polarimetrie při určování tloušťky tenkých vrstev, kdy je ukázáno, že relativně jednoduchá a levná sestava, doplněná o dvojlomný krystal, umožňuje měření s výsledky, které jsou ekvivalentní výsledkům měření pomocí spektrální elipsometrie.

Práce dále dokumentuje určování jak tloušťky tenkých vrstev při kolmém dopadu s využitím metod spektrální reflektometrie a interferometrie, tak charakterizaci vrstvy zlata, tj. určení dielektrické funkce při znalosti geometrických parametrů vrstev. V neposlední řadě práce prezentuje charakterizaci dielektrické multivrstvy pomocí spektrální elipsometrie, jejíž výsledky se promítají do velice aktuální problematiky vybuzení Blochovy povrchové vlny, která ovlivňuje senzorickou odezvu multivrstvy, např. na změnu relativní vlhkosti vzduchu.

Velkou předností všech uvedených laboratorních experimentálních sestav v porovnání s komerčními přístroji je, bez ohledu na relativně nízkou cenu a jednoduchost, jejich snadná a rychlá přestavitelnost. Sestavy se vejdou na jeden laboratorní stůl, mohou pracovat v různých spektrálních oborech, včetně NIR oboru, a jsou vhodnou experimentální platformou pro laboratorní měření studentů. Sestavy se staly standardní součástí laboratorních měření studentů v rámci studijních oborů, garantovaných Katedrou fyziky: bakalářského, magisterského a doktorského oboru Aplikovaná fyzika. Navíc jsou sestavy využívány při řešení jak tuzemských výzkumných projektů, tak v rámci mezinárodní spolupráce.

Literatura

- [1] Azzam, R. M. A., Bashara, N. M.: *Ellipsometry and Polarized Light*, North-Holland, 1987.
- [2] Yun, Y. H., Joo, K.-N.: Novel combined measurement system to characterize film structures by spectral interferometry and ellipsometry, *Opt. Express*, **26**, 2020, 34396.
- [3] Ghim, Y.-S., Rhee, H.-G., Davies, A.: Simultaneous measurements of top surface and its underlying film surfaces in multilayer film structure, *Sci. Rep.*, **7**, 2017, 11843.
- [4] Guo, T., Chen, Z., Li, M., Wu, J., Fu, X., Hu, X.: Film thickness measurement based on nonlinear phase analysis using a Linnik microscopic white-light spectral interferometer, *Appl. Opt.*, **57**, 2018, 2955.
- [5] Kim, D., Dembele, V.: One-piece polarizing interferometer for ultrafast spectroscopic polarimetry, *Sci. Rep.*, **9**, 2019, 5978.
- [6] Hao, R., Zhu, L., Li, Z., Fang, F., Zhang, X.: A Miniaturized and Fast System for Thin Film Thickness Measurement, *Appl. Sci.*, **10**, 2020, 7284.
- [7] Razzaghi, A., Amjad, A., M., Malek, M.: Thickness measurement of transparent liquid films with Paraxial Self-Reference Interferometry, *Sci. Rep.*, **10**, 2020, 9240.
- [8] Hlubina, P., Ciprian, D., Luňáček, J.: Spectral interferometric technique to measure ellipsometric phase of a thin-film structure. *Opt. Lett.*, **34**, 2009, 2661.
- [9] Born, M., Wolf, E.: *Principles of Optics: Electromagnetic Theory of Propagation, Interference and Diffraction of Light (7th ed.)*, Cambridge University Press, 1999.
- [10] Plummer, J. D., Deal, M. D., Griffin, P. B.: *Silicon VLSI Technology Fundamentals, Practice and Modeling*, Prentice Hall, 2000.
- [11] Hlubina, P., Luňáček, J., Ciprian, D., Chlebus, R.: Windowed Fourier transform applied in the wavelength domain to process the spectral interference signals. *Opt. Commun.*, **281**, 2008, 2349.
- [12] *Optimization Toolbox for Use with MATLAB*, MathWorks, 2000.
- [13] Hlubina, P., Luňáček, J., Ciprian, D.: White-light spectral interferometric technique to measure a nonlinear phase function of a thin-film structure. *Opt. Commun.*, **283**, 2010, 2877.
- [14] Hlubina, P., Ciprian, D., Luňáček, J., Chlebus, R.: Spectral interferometry and reflectometry used to measure thin films. *Appl. Phys. B*, **92**, 2008, 203.

- [15] Vial, A., Laroche, T.: Description of dispersion properties of metals by means of the critical points model and application to the study of resonant structures using the FDTD method, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **40**, 2007, 7152.
- [16] Chylek, J.: Povrchová plazmonová rezonance a disperzní charakterizace vrstev a analytů. Diplomová práce, FEI, VŠB-TU Ostrava, 2020.
- [17] Chlebus R., Chylek, J., Ciprian, D., Hlubina, P.: Surface plasmon resonance based measurement of the dielectric function of a thin metal film, *Sensors*, **18**, 2018, 3693.
- [18] Hlubina, P., Lunackova, M., Ciprian, D.: Phase sensitive measurement of the wavelength dependence of the complex permittivity of a thin gold film using surface plasmon resonance, *Opt. Mater. Express*, **9**, 2019, 992.
- [19] TIE-29: *Refractive index and dispersion*, SCHOTT Technical Information, <https://www.us.schott.com>
- [20] Kanso, M., Cuenot, S., Louarn, G.: Roughness effect on the SPR measurements for an optical fiber configuration: experimental and numerical approaches, *J. Opt. A: Pure Appl. Opt.*, **9**, 2007, 586.
- [21] Giurlani, W., Berretti, E., Innocenti, M., Lavacchi, A.: Measuring the Thickness of Metal Coatings: A Review of the Methods, *Coatings*, **10**, 2020, 1211.
- [22] Gryga, M., Vala, D., Kolejak, P., Gembalova, L., Ciprian, D., Hlubina, P.: One-dimensional photonic crystal for Bloch surface waves and radiation modes based sensing, *Opt. Mater. Express*, **9**, 2019, 4009.
- [23] Gryga, M., Ciprian D., Hlubina, P.: Bloch surface wave resonance based sensors as an alternative to surface plasmon resonance sensors, *Sensors*, **20**, 2020, 5119.
- [24] Gryga, M., Ciprian D., Hlubina, P.: Sensing concept based on Bloch surface waves and wavelength interrogation, *Opt. Lett.*, **45**, 2020, 1096.

ODBORNÝ ŽIVOTOPIS

doc. RNDr. Petr Hlubina, CSc.

narozen: 13.6.1959

Akademická a vědecká kvalifikace

1983 PŘF UJEP (nyní MU) v Brně, obor: fyzikální elektronika

1983 RNDr., PŘF UJEP v Brně, obor: fyzikální elektronika a optika

1993 CSc., PŘF UP v Olomouci, obor: kvantová elektronika a optika

1998 doc., PŘF UP v Olomouci, obor: kvantová elektronika a optika

Pedagogická kvalifikace

1991 PGS VŠ pedagogiky, PŘF UP v Olomouci

Zaměstnání

1983 – 1993 odborný asistent, Katedra fyziky, HGF, VŠB-TU Ostrava

1993 - 2004 docent, Ústav fyziky, FPF SU v Opavě

2004 - dosud docent, Katedra fyziky, FEI, VŠB-TU Ostrava

Odborné zaměření

Fyzika, optika a optoelektronika se zaměřením na koherenční optiku, optickou diagnostiku, interferometrii, reflektometrii, optické vláknové senzory, plazmoniku a optiku Blochových povrchových vln.

Práce na projektech za posledních 5 let

Člen řešitelského kolektivu projektu RMTVC (LO1203, 2014-2018). Spoluřešitel projektu Nové kompozitní materiály pro environmentální aplikace (CZ.02.1.01/0.0/0.0/17_048/0007399, 2018-2021). Člen řešitelských kolektivů v dalších projektech (FRVŠ, MŠMT).

Publikační činnost

Autor nebo spoluautor více než 200 publikovaných prací, z nichž je 90 publikací v impaktovaných časopisech. V databázi ISI Web of Science 770 citací (bez autocitací) a v databázi Scopus 874 a h-index 16.

Pedagogická činnost

Člen oborové rady DS Aplikovaná fyzika, Komunikační technologie, FEI, VŠB-TU Ostrava, resp. Optika a optoelektronika, PŘF UP v Olomouci. Přednášky a cvičení ve standardních kurzech fyziky a jiných; vedení předmětů DS: Vlnová optika, Optické diagnostické metody, Koherenční a statistická optika, Vláknová optika a interferometrie.