

Měření optických spekter tenkých vrstev a vyhodnocení jejich tloušťky a indexu lomu – (RS)

(Přemysl Fitl, Eva Marešová, Šárka Havlová, Michal Novotný)

Pracovní úkol:

- Změřte optickou propustnost a odrazivost vzorku tenké vrstvy nanesené na transparentní podložce.
- Z interferenčních oscilací v transparentní oblasti vyhodnoťte index lomu a tloušťku vrstvy.
- Z útlumu v absorpční části spektra určete absorpční koeficient vrstvy.
- Výpočet proveďte dvěma způsoby: ručně obálkovou metodou, a pomocí vhodného simulačního software. Výsledky z obou metod porovnejte

Úvod do problematiky:

Představme si světelný paprsek o intenzitě I_0 , který dopadá pod určitým úhlem na rozhraní dvou materiálů. Úhel dopadu je zde definován jako úhel mezi paprskem a normálou roviny rozhraní. Tento paprsek se na rozhraní rozdělí. Část energie se o intenzitě I_R se odrazí a část energie o intenzitě I_T projde skrze rozhraní. Zde můžeme definovat optickou propustnost $T=I_T/I_0$ a optickou odrazivost jako $R=I_R/I_0$.

Poměry amplitud pro odražené a prošlé světlo jsou popsány pomocí Fresnelových rovnic. Fresnelovy amplitudy pro odraz jsou dány vztahem:

$$r_p = \frac{n_1 \cos \phi_0 - n_0 \cos \phi_1}{n_1 \cos \phi_0 + n_0 \cos \phi_1}, \quad r_s = \frac{n_0 \cos \phi_0 - n_1 \cos \phi_1}{n_0 \cos \phi_0 + n_1 \cos \phi_1}. \quad (1)$$

Fresnelovy amplitudy pro lom:

$$t_p = \frac{2n_0 \cos \phi_0}{n_1 \cos \phi_0 + n_0 \cos \phi_1}, \quad t_s = \frac{2n_0 \cos \phi_0}{n_0 \cos \phi_0 + n_1 \cos \phi_1}, \quad (2)$$

kde index p značí složku světla polarizovanou v rovině dopadu, a index s složku světla polarizovanou kolmo na rovinu dopadu; ϕ_0 je úhel dopadu a ϕ_1 úhel lomu; n_0 a n_1 jsou indexy

lomu prvního a druhého prostředí. Úhly jsou měřeny od kolmice roviny rozhraní. Rovina dopadu je rovina vymezená paprskem dopadajícího a odraženého, popřípadě lomeného světla.

V optice se však spíše pracuje s intenzitou světla. Lze odvodit vztah mezi intenzitou a amplitudami:

$$\frac{I_{Rp}}{I_{0p}} = r_p^2, \quad \frac{I_{Rs}}{I_{0s}} = r_s^2, \quad \frac{I_{Tp}}{I_{0p}} = t_p^2 \cdot \operatorname{tg} \phi_0 \cdot \cot g \phi_1, \quad \frac{I_{Ts}}{I_{0s}} = t_s^2 \cdot \operatorname{tg} \phi_0 \cdot \cot g \phi_1 \quad (3)$$

Většina spektrometrických měření se provádí ve vzduchu, při kolmém dopadu světla. Potom z předchozích rovnic plyne vztah pro optickou odrazivost na rozhraní:

$$R = \left(\frac{n_1 - 1}{n_1 + 1} \right)^2 \quad (4)$$

V případě opticky transparentních materiálů pro optickou propustnost platí:

$$T = 1 - R \quad (5)$$

Odraz a lom světla na optické vrstvě

Při návrhu matematického modelu hraje určitou roli tloušťka vrstev. Dle tloušťky se optické vrstvy dělí na 'opticky tlusté' a 'opticky tenké'. Z hlediska matematického modelu není mezi nimi žádný rozdíl. V praxi je však rozdíl velice patrný. Je to způsobeno především tím, že v reálném životě má spektrální čára určitou tloušťku (oproti matematickému modelu). Pro opticky tenké vrstvy to nehraje žádnou roli, kdežto u tlustých vrstev to způsobí zánik interferencí. Rozdíl ve výpočtech opticky tenkých a tlustých vrstev je v tom, že při odrazu na tlusté vrstvě se počítá pouze s amplitudami (nebo s intenzitami), kdežto u tenkých vrstev bereme v úvahu i dráhové, resp. fázové, rozdíly světelných vln ve vrstvě.

Prakticky, pro viditelné světlo lze 1 mm tlustou podložku uvažovat za opticky tlustou, naopak vrstvu do tloušťky řádově jednotek mikrometru za opticky tenkou.

Nechť rovnoběžné paprsky světla dopadají na planoparalelní, homogenní, a izotropní vrstvu tloušťky d . Světelná vlna odražená na prvním rozhraní interferuje s vlnami, které se vrací zpět do prvního prostředí po vícenásobných odrazech. Výsledek lze nalézt jako součet nekonečné řady. Výsledná odražená amplituda má pak tvar:

$$r_p e^{i\delta_p} = \frac{r'_p + r''_p e^{-ix}}{1 + r'_p r''_p e^{-ix}}, \quad r_s e^{i\delta_s} = \frac{r'_s + r''_s e^{-ix}}{1 + r'_s r''_s e^{-ix}}, \quad (6)$$

kde r_p a r_s jsou výsledné amplitudy a δ_p a δ_s jsou výsledné fázové posuny pro složky světla polarizované v rovině dopadu respektive kolmo na rovinu dopadu; r'_p , r'_s jsou Fresnelovy amplitudy na prvním rozhraní a r''_p , r''_s jsou Fresnelovy amplitudy na druhém rozhraní; x značí fázový rozdíl ve vrstvě a je dáno vztahem:

$$x = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot 2n_1 d \cdot \cos \phi_1, \quad (7)$$

kde λ je vlnová délka, n_1 je index lomu vrstvy, d je tloušťka vrstvy a ϕ_1 je úhel lomu.

Pro amplitudy světla prošlého vrstvou platí:

$$t_p e^{i\delta_p} = \frac{t'_p t''_p e^{-i\frac{x}{2}}}{1 + r'_p r''_p e^{-ix}} \quad , \quad t_s e^{i\delta_s} = \frac{t'_s t''_s e^{-i\frac{x}{2}}}{1 + r'_s r''_s e^{-ix}} \quad (8)$$

Intenzita obou složek světla odraženého vrstvou je rovna čtverci příslušné amplitudy. Dosazením a úpravou předchozích vztahů lze dostat vztah pro odraz na opticky tenké transparentní vrstvě:

$$\frac{I_{Rp}}{I_{0p}} = r_p^2 = \frac{r_p'^2 + r_p''^2 + 2r'_p r''_p \cos x}{1 + r_p'^2 r_p''^2 + 2r'_p r''_p \cos x} \quad ,$$

$$\frac{I_{Rs}}{I_{0s}} = r_s^2 = \frac{r_s'^2 + r_s''^2 + 2r'_s r''_s \cos x}{1 + r_s'^2 r_s''^2 + 2r'_s r''_s \cos x} \quad (9)$$

Podobně pro složky světla prošlého vrstvou platí:

$$\frac{I_{Tp}}{I_{0p}} = t_p^2 \cdot \operatorname{tg} \phi_0 \cdot \cot g \phi_2 = \frac{(1 - r_p'^2) \cdot (1 - r_p''^2)}{1 + r_p'^2 r_p''^2 + 2r'_p r''_p \cos x} \quad ,$$

$$\frac{I_{Ts}}{I_{0s}} = t_s^2 \cdot \operatorname{tg} \phi_0 \cdot \cot g \phi_2 = \frac{(1 - r_s'^2) \cdot (1 - r_s''^2)}{1 + r_s'^2 r_s''^2 + 2r'_s r''_s \cos x} \quad (10)$$

kde v případě, že před vrstvou je stejné prostředí jako za vrstvou $\phi_2 = \phi_0$.

V případě tlusté optické vrstvy se neuplatní fázové rozdíly při součtu vícenásobně odražených vln. Jednoduchým součtem nekonečné geometrické řady, která je dána jednotlivými příspěvky intenzit světla po vícenásobných odrazech, lze získat výslednou intenzitu světla odraženého na opticky tlusté transparentní vrstvě:

$$\frac{I_{Rp}}{I_{0p}} = \frac{r_p'^2 + r_p''^2 - 2r'_p r''_p}{1 - r_p'^2 r_p''^2} \quad , \quad \frac{I_{Rs}}{I_{0s}} = \frac{r_s'^2 + r_s''^2 - 2r'_s r''_s}{1 - r_s'^2 r_s''^2} \quad (11)$$

Pro intenzitu světla prošlého opticky tlustou transparentní vrstvou platí:

$$\frac{I_{Tp}}{I_{0p}} = \frac{(1 - r_p'^2) \cdot (1 - r_p''^2)}{1 - r_p'^2 r_p''^2} \quad , \quad \frac{I_{Ts}}{I_{0s}} = \frac{(1 - r_s'^2) \cdot (1 - r_s''^2)}{1 - r_s'^2 r_s''^2} \quad (12)$$

Až doposud se jednalo o popis opticky transparentních vrstev, to znamená vrstev bez útlumu intenzity podél dráhy šíření světelného paprsku. Reálné materiály v určitých rozsazích vlnové

délky vykazují takovýto útlum. Speciálně u kovů je tento útlum nejvyšší. K popisu tohoto jevu se zavádí absorpční konstanta α . Je definována mírou zeslabení intenzity světelného záření na jednotce dráhy. Intenzita světla zeslabená na dráze z je dána vztahem:

$$I = I_0 e^{-\alpha z} \quad (13)$$

Pro výpočty absorbujících vrstev je nutno zobecnit uvedené vztahy zavedením komplexního indexu lomu:

$$\tilde{n} = n - ik \quad , \quad (14)$$

kde imaginární složka k se nazývá index extinkce. Tento index určuje míru zeslabení amplitudy. Na dráze rovné vlnové délce světla je toto zeslabení v poměru $1 : e^{-2\pi k}$. Intenzita světla je úměrná čtverci amplitudy, proto lze nalézt vztah mezi indexem absorpce a absorpčním koeficientem:

$$\alpha = \frac{4\pi k}{\lambda} \quad (15)$$

Postup měření:

Z principiálního hlediska není mezi měřením optické propustnosti a optické odrazivosti žádný rozdíl. Optická propustnost a odrazivost vzorku je dána poměrem světelné energie, která projde skrze vzorek (nebo se od vzorku odrazí) vzhledem k množství energie měřené na referenčním vzorku. Optická propustnost (transmise) pak může být vyjádřena vztahem:

$$T_{S\lambda} = \frac{I_{S\lambda} - I_{D\lambda}}{I_{R\lambda} - I_{D\lambda}} \cdot T_{R\lambda} \quad (16)$$

a optická odrazivost je daná vztahem

$$R_{S\lambda} = \frac{I_{S\lambda} - I_{D\lambda}}{I_{R\lambda} - I_{D\lambda}} \cdot R_{R\lambda} \quad (17)$$

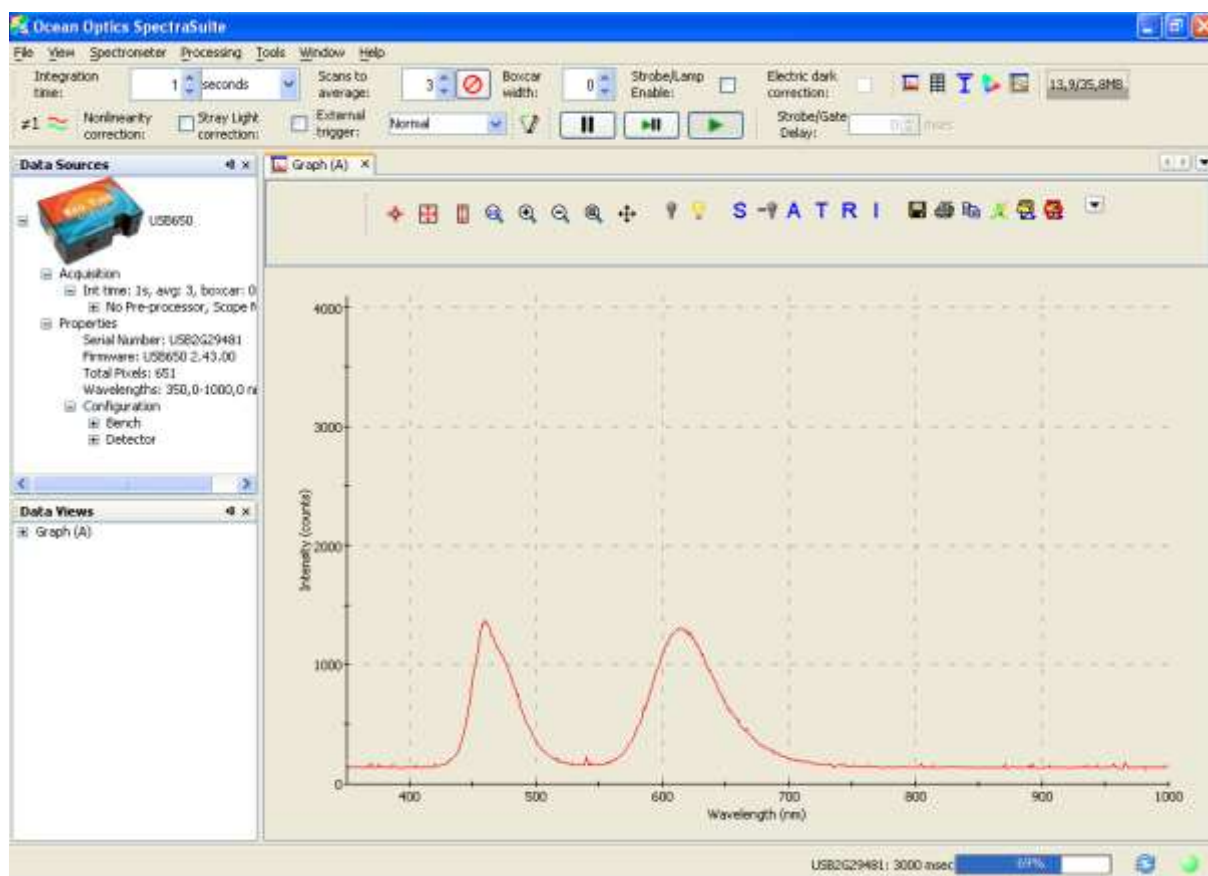
kde $I_{S\lambda}$ je změřená intenzita na vzorku, $I_{D\lambda}$ je změřené pozadí bez světla, $I_{R\lambda}$ je změřená intenzita referenčního vzorku, $T_{R\lambda}$ je známá optická propustnost referenčního vzorku, a $R_{R\lambda}$ je známá optická odrazivost referenčního vzorku. Je zřejmé, že v případě měření optické propustnosti bude referenčním vzorkem prázdný prostor a v tom případě $T_{R\lambda} = 1$. V případě měření odrazivosti lze použít jako referenční vzorek kalibrované hliníkové zrcadlo (se známou odrazivostí) nebo leštěný křemík.

Spektrometrická měření pomocí programu SpectraSuite

Program SpectraSuite umožňuje nastavit základní parametry spektrometru RED TIDE 650 (USB 2000) a provést základní optická měření absorbance, transmittance a reflektance. Před měřením absorbance-reflektance vrstvy proměřte dle pokynů asistenta emisní spektra

dostupných zdrojů záření (deuteriová výbojka, halogenová žárovka, sada LED), jejich spektrální rozsahy a jejich časovou stabilitu (měření emisního spektra zdroje opakujte 3 krát po 5ti minutách).

Následně proveďte měření absorbance-reflektance nedeponované vrstvy za pomoci zdroje DH-2000-BAL nebo DT-mini. Podle absorpčního spektra nedeponované látky zvolte pro další měření vhodný zdroj záření (halogenová žárovka, deuteriová výbojka). Na obrázku č. 1 je zobrazena obrazovka programu SpectraSuite.



Obr.1. Program SpectraSuite

V levém horním rohu je možné nastavit následující parametry měření:

Integration time - doba po kterou je v buňkách CCD detektoru akumulován náboj vzniklý dopadem fotonů (integrační čas volte tak aby signál z CCD detektoru dosahoval minimálně do 3-4 rozsahu)

Scans to average - počet měření ze spektrometru ze kterých je následně vypočítáno spektrum průměrováním

Boxcar width - parametr filtru, který potlačuje šum v naměřeném spektru (s vyšší hodnotou parametru lepší filtrace).

Ve střední části obrazovky se nachází ovládací prvky pro prohlížení spektra a také prvky pro přepínání režimů měření. Důležitými ovládacími prvky v této oblasti jsou:

Symbol zhasnuté (černé) žárovky -ukládá do paměti temné spektrum. Spektrum s parazitním světlem, které se může v systému při měření vyskytovat.

Symbol rozsvícené (žluté) žárovky -ukládá do paměti referenční spektrum. Spektrum zdroje + vliv optického systému + vliv substrátu.

Symbol s písmenem S -přepne zobrazení na režim kdy je na ose y spektra zobrazován signál z CCD detektoru.

Symbol s písmenem A -přepne zobrazení na režim kdy je na ose y spektra zobrazována absorbance. **Symbol s písmenem T** -přepne zobrazení na režim kdy je na ose y spektra zobrazována transmitance.

Symbol s písmenem R -přepne zobrazení na režim kdy je na ose y spektra zobrazována reflektance.

Symbol Diskety -slouží k uložení naměřeného spektra. Pro uložení spektra zvolte možnost „tab delimited text with header“. Tato volba umožní uložení spektra zpracovat v programu MS Excel.

Popis dalších ovládacích prvků software SpectraSuite je nad rámec tohoto návodu.

Postup měření vrstev:

Software SpectraSuite vypočítává měřenou propustnost a odrazivost automaticky dle předchozích vzorců. Nejprve je však nutné provést měření světelného pozadí $I_{D\lambda}$ a intenzity referenčního vzorku.

1. Nastavte software SpectraSuite do pozorovacího režimu (**Scope mode – tlačítko S**)
2. Ujistěte se, že je signál v měřítku. Intenzita referenčního signálu by neměla **překročit 3500 bodů** (osa y). V případě potřeby to lze upravit změnou integrační doby (integration time).
3. Umístěte referenční vzorek do měřícího držáku. Provedte měření a uložte měření jako referenční vzorek (**Store Reference – symbol žluté žárovky**). Trvale lze uložit na disk pomocí File/ Save/ Reference.
4. Zavřete přístup světla do spektrometru a změřte intenzitu pozadí bez světla. Uložte v programu (**Store Dark – symbol černé žárovky**). Trvale lze uložit na disk pomocí File/ Save/ Dark. Pokud možno pro toto měření nevypínejte světlo světelného zdroje. Po opětovném zapnutí by tento zdroj potřeboval určitý čas (30 min.) pro svou stabilizaci.
5. Vložte měřený vzorek do držáku. Měření zahájíte přepnutím do režimu měření transmise. (**Transmission - Mode tlačítko T**). Změřené spektrum uložte (symbol diskety).

Před zahájením měření je vhodné vlastní vzorek vizuálně vyhodnotit popřípadě získat co nejvíce informací o materiálu vzorku, podložky, o způsobu přípravy a podobně. V praxi se mohou projevit nejrůznější odchylky od modelově ideálního optického vzorku. Vzhledem k těmto odchylkám je často je nutné modifikovat i vlastní měření. Mezi nejčastější odchylky patří: tloušťková nestejnomyšlnost, vysoká drsnost, případná pórovitost struktury, zvýšená optická absorpce, anizotropnost podložky, nehomogenní příčný profil vrstvy. Při měření odrazivosti je nutno věnovat pozornost i tloušťce podložky (posunutí odrazu od zadní stěny podložky vlivem nenulového úhlu dopadu).

Vyhodnocení spekter:

Obálková metoda

Vzorce (6) pro amplitudu odrazu na tenké vrstvě dávají obecně komplexní číslo. Ve zvláštních případech však může být tato amplituda reálná. Tento případ nastává, když je fázový rozdíl x roven násobku čísla π . V případě sudého násobku přechází vzorec (9) na tvar:

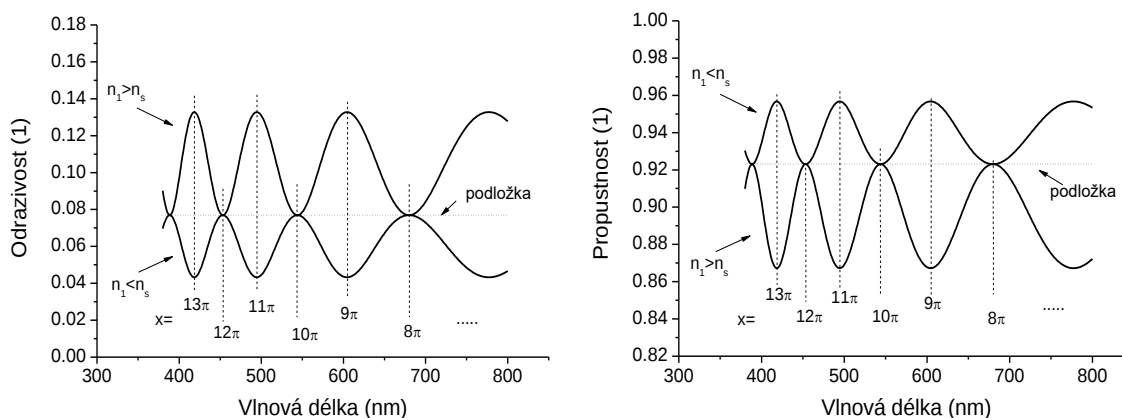
$$r_s^2 = \left(\frac{r'_s + r''_s}{1 + r'_s r''_s} \right)^2, \quad r_p^2 = \left(\frac{r'_p + r''_p}{1 + r'_p r''_p} \right)^2. \quad (18)$$

V případě, že je index lomu vrstvy menší než index lomu podložky nastává v tomto bodě maximum odrazivosti. V případě, že je index lomu vrstvy větší než index lomu podložky, nastává v tomto bodě minimum odrazivosti (viz obr.2a). Dosazením Fresnelových amplitud lze snadno dokázat, že v tomto případě ze vzorce zcela vypadnou veličiny, které souvisí s optickými vlastnostmi vrstvy. Výsledná odrazivost je rovna odrazivosti podložky.

V případě, kdy je fázový rozdíl roven lichému násobku čísla π , přechází vzorec (9) na tvar:

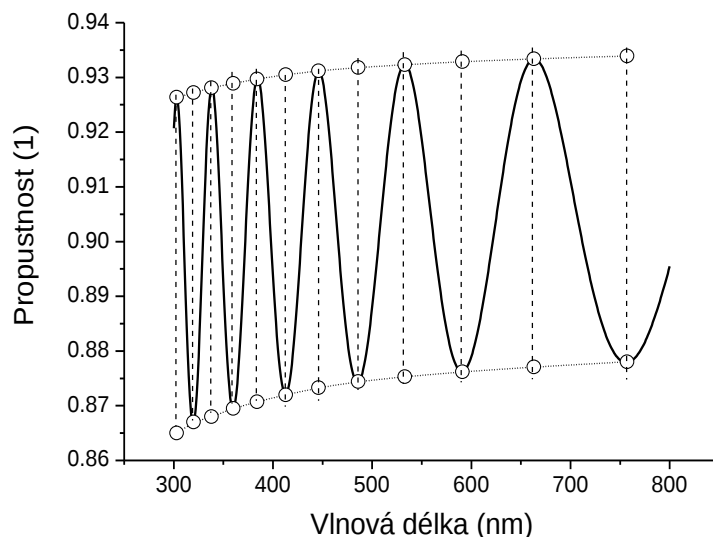
$$r_s^2 = \left(\frac{r'_s - r''_s}{1 - r'_s r''_s} \right)^2, \quad r_p^2 = \left(\frac{r'_p - r''_p}{1 - r'_p r''_p} \right)^2. \quad (19)$$

V případě indexu lomu vrstvy menšího než index lomu podložky nastává v tomto bodě minimum, a naopak, v případě indexu lomu vrstvy větší než index lomu podložky, nastává v tomto bodě maximum (viz obr.2a). Obdobně se zjednoduší vzorec pro optickou propustnost (10). Přiřazení interferenčních maxim a minim dle velikosti indexu lomu je znázorněno na obr.2b.



Obr.2. Odrazivost (a) a propustnost (b) tenké vrstvy na opticky tlusté podložce

Těchto charakteristických bodů lze využít k jednoduchému určení indexu lomu transparentní vrstvy a její tloušťky. Předpokládáme, že máme transparentní vrstvu dostatečně tlustou tak, aby ve změřeném oboru vlnových délek vykazovala několik interferenčních oscilací. Její transparentnost zkontrolujeme jednoduše dle vztahu $T+R=1$ (nebo alespoň velice blízko jedné). Ze změřené křivky optické propustnosti odečteme souřadnice charakteristických bodů, tj. souřadnice maxim a minim. Zkontrolujeme, zda body maxim (pro $n_1 > n_s$) popřípadě minim (pro $n_1 < n_s$) leží na křivce propustnosti čisté podložky. Maxima i minima proložíme obálkovou křivkou a do ní extrapolujeme body ležící na stejných vlnových délkách jako protilehlé extrémy jako je znázorněno na obr 3.



Obr.3. Křivka optické propustnosti se zakreslenou obálkou interferenčních oscilací a s extrapolovanými charakteristickými body.

Charakteristické body označme T_{min} v případě minim a T_{max} v případě maxim. Je zřejmé, že amplituda rozkmitu je závislá na indexu lomu vrstvy. Analytické vyjádření odvodil Manifacier [2]

$$n_1 = \sqrt{N + \sqrt{N^2 - n_s^2}}, \quad (20)$$

$$\text{kde} \quad N = 2n_s \frac{T_{max} - T_{min}}{T_{max} T_{min}} + \frac{n_s^2 + 1}{2}. \quad (21)$$

n_s zde značí index lomu podložky a lze ho získat z rovnic propustnosti na tlusté transparentní vrstvě (12).

$$n_s = \frac{1}{T_s} + \sqrt{\frac{1}{T_s^2} - 1}, \quad (22)$$

kde T_s značí naměřenou optickou propustnost podložky.

V bodě extrému platí, že fázový rozdíl je roven násobku čísla π . Označme tento násobek m . Necht' m udává řád interferenčního extrému (maxima nebo minima). Vyvozeno ze vztahu (7) bude pro daný extrém platit:

$$m \frac{\lambda(m)}{4} = n_1(m) \cdot d. \quad (23)$$

Pro sousední extrém platí

$$(m+1) \frac{\lambda(m+1)}{4} = n_1(m+1) \cdot d. \quad (24)$$

Při zanedbání disperze indexu lomu vrstvy, dostaneme z předchozích dvou rovnic vztah pro určení řádu daného extrému:

$$m = \frac{\lambda(m+1)}{\lambda(m) - \lambda(m+1)}. \quad (25)$$

zaokrouhlením výsledku na nejbližší nižší celé číslo dostaneme řád daného extrému. Nyní si můžeme jednotlivé maxima a minima očíslovat obdobně jako na obr. 3. Zároveň zkontrolujeme, že sudé extrémy leží na křivce holé podložky.

Vzorec (23) použijeme nyní pro určení tloušťky vrstvy. Tuto tloušťku určíme ve všech extrémech. Pravděpodobně pro každý bod vyjde trochu odlišná tloušťka. Za hodnověrnou tloušťku vezmeme průměr získaných hodnot. Doporučuji dát větší váhu hodnotám z viditelné a blízké infračervené oblasti. V krátkovlnné oblasti se více uplatňují jevy jako absorpce a rozptyl světla na drsnosti povrchů, které mohou značně ovlivnit interferenční oscilace a zvláště amplitudu oscilací. V posledním kroku se provede oprava získaných indexů lomu užitím zprůměrované tloušťky dosazením do vzorce (23).

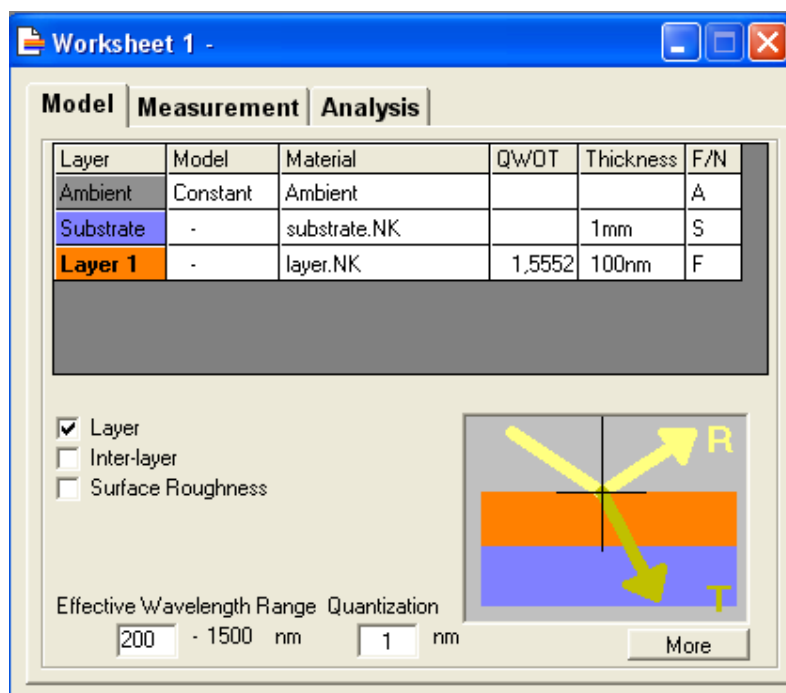
Vyhodnocení spekter pomocí počítačového softwaru

Je vidět, že popsaná metoda není příliš komplikovaná, ale má své omezené možnosti. Jednou z nevýhod je, že se z celého spektra pro výpočet použijí pouze některé body a větší část naměřené informace se nepoužije vůbec. To může způsobit problémy zejména u tenkých vrstev, kde je k dispozici pouze několik málo oscilací ve změřeném rozsahu. Další problémy mohou nastat v případě, kdy je vrstva (nebo podložka) absorbuje i když metoda i pro absorbuje vrstvy byla vypracována. Pro precizní analýzu naměřených spekter je lépe použít vhodný simulační software.

Většina analyzačních programů pracuje s následující strategií:

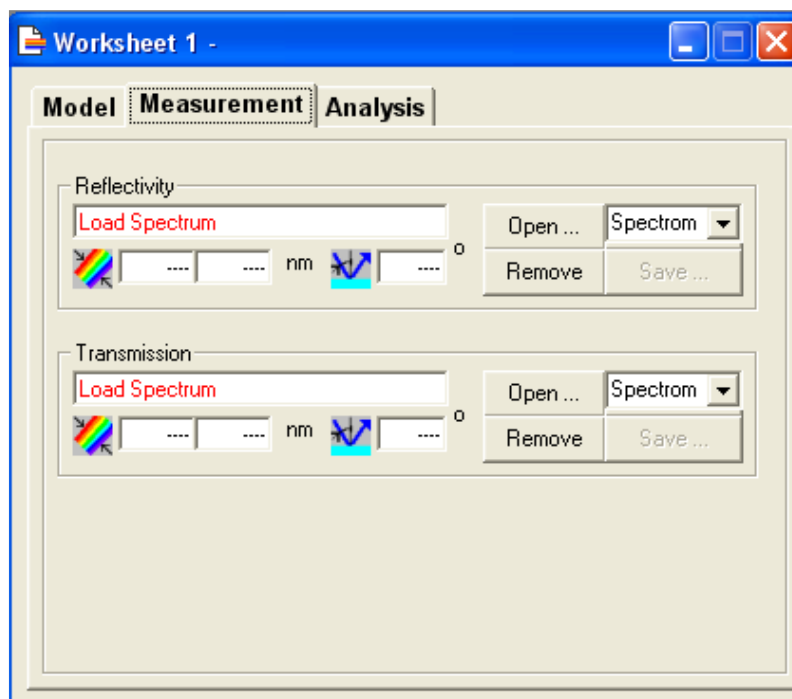
- 1) nadefinuje se optická struktura s odhadnutými hodnotami tloušťek a indexů lomu vrstev a podložky.
- 2) Vybere se vhodný model popisující disperzi indexu lomu.
- 3) Změnou parametrů modelu se najde výsledek, který nejlépe sedí na naměřených spektrech. Tento proces může být ruční nebo automatický.

Pro analýzu naměřených spekter lze použít program OptoFilm (Autor Dr. Ing. Jiří Bulíř – FZU AVČR, v.v.i). Po spuštění programu, je nejprve nutno definovat optickou strukturu zahrnující indexy lomu prostředí, podložky a vrstvy (viz obr.4). Lze použít buď tabelovaných hodnot (program umí načítat materiálové soubory, které jsou volně k dispozici na www.soprasa.com), nebo zadat odhad ve formě konstanty nebo disperzního modelu. Zadáme též odhad fyzické tloušťky a rozsah vlnových délek, ve kterém má být provedena simulace. Políčko 'step' značí krok, se kterým bude daný rozsah interpolován. V posledním sloupci strukturní tabulky se zadává typ media. **A** značí prostředí, **S** značí podložku a bude s ním nakládáno jako s tlustou vrstvou. **F** značí tenké vrstvy. Definovanou strukturu je třeba potvrdit tlačítkem „Build Structure“, které zajistí interpolace zadaných hodnot a vytvoření strukturní matice.



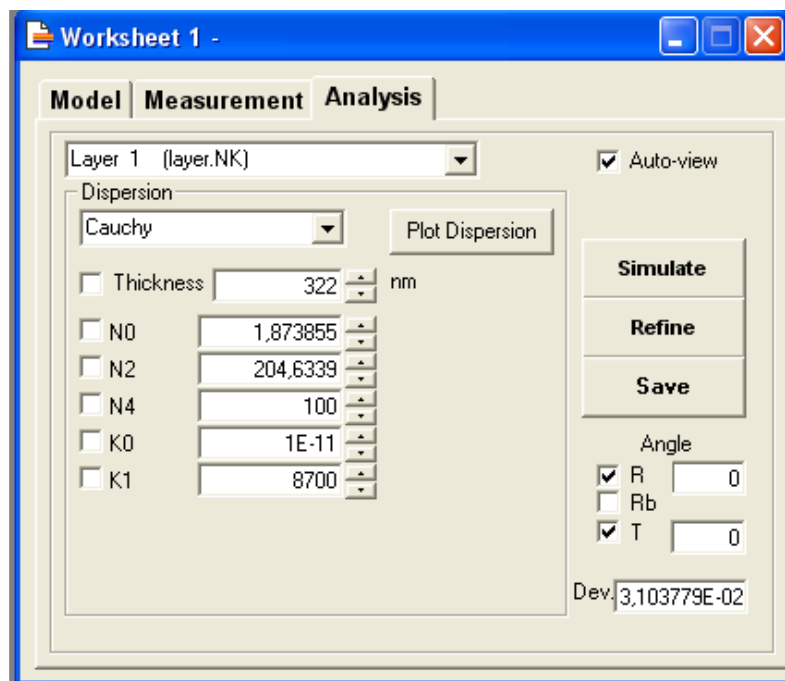
Obr. 4. Definice optické struktury v programu Optofilm.

V dalším kroku je nutno natáhnout naměřená data. Otevřeme položku 'Measurement' (viz obr. 5.). Spektrometrická data lze načíst buď v originálním formátu přístroje Perkin Elmer, nebo jako ascii data (textový formát s oddělenými číselnými sloupci). V případě textového formátu je nutno definovat čísla sloupců odpovídající vlnové délce a měřenému signálu, jednotku, použitý oddělovač, případně počet vynechaných řádků (hlavička souboru a popisky sloupců).



Obr.5. Okno pro načtení naměřených dat.

Nyní lze přistoupit k analýze naměřených dat otevřením položky 'Simulate' (viz obr.6). V horním výběru si ze seznamu dostupných vrstev vybereme vrstvu, se kterou chceme zahájit práci (Layer 1). V dolním výběru si nastavíme vhodný disperzní model. Pro většinu optických materiálů postačí jednoduchý Cauchyho model. Změnou parametrů modelu, nebo stisknutím tlačítka 'Simulate' se zobrazí a zaktualizuje graf simulované odrazivosti nebo propustnosti (červená křivka) společně s naměřenými hodnotami (modrá křivka) stejně jako je znázorněno na obr.7. Požadovaný graf je však nutno zatrhnout v okénku pod tlačítky.



Obr.6. Okno pro simulaci definované optické struktury.



Obr.7. Naměřené a simulované křivky optické odrazivosti a propustnosti tenké vrstvy na podložce

Simulované křivky se budou pravděpodobně v prvním kroku velice lišit od změřených. Proto je nutno přistoupit k úpravě parametrů modelu tak, aby se obě jmenované křivky vzájemně co nejvíce přiblížily. Měřtkem toho bude v prvních krocích vizuální kontrola a pak pro jemnější doladění lze použít hodnoty střední kvadratické chyby, která se zobrazuje v pravé dolní části okna. Při ruční fitaci lze postupovat dle následujících kroků:

- 1) Úprava základní amplitudy interferenčních oscilací pomocí parametru N_0 .
- 2) Hrubé přizpůsobení hustoty oscilací pomocí úpravy tloušťky vrstvy. Čím tlustší vrstva tím hustější jsou oscilace.

- 3) Úprava disperze indexu lomu pomocí parametru N_2 a N_4 . (parametr N_4 má oproti N_2 poněkud příkřejší nárůst v krátkovlnné oblasti). Disperze se projevuje obvykle nárůstem amplitudy směrem ke kratším vlnovým délkám. Druhým projevem je zhoustnutí oscilací v dané oblasti.
- 4) Kontrola zvoleného indexu lomu podložky. Chybně nastavený index lomu podložky se projeví určitým vertikálním posunem té části obálky interferenční křivky, která by měla být shodná s křivkou podložky (viz obr. 1). Pokud se takový posun objeví, je vhodné upravit index lomu podložky.
- 5) Případnou absorpční hranu simulovat použitím koeficientů K_0 a K_1 . Koeficient K_0 se nastavuje dostatečně malý (např. $1e-8$) a koeficient K_1 přiměřeně velký (např. 4000). Nejlépe je postupovat tak, že se zvolí hodnota K_0 a pak se postupně zvyšuje K_1 za současného sledování změn na simulované křivce. (Zde je nutno upozornit, že Cauchyho model platí pouze pro oblast dostatečně vzdálenou od absorpční hrany, tzn. pouze pro malé hodnoty k . Pro oblast absorpční hrany je nutno zvolit jiný model, jako např. Tauc-Lorenzův parametrický model)
- 6) Opakovat body 1 až 5 a zjemňovat rozdíly mezi simulací a měřenými daty

Posun obálky křivky přilehlé na křivce podložky se může projevit také vlivem odklonu od ideálnosti vrstvy. Typickým příkladem je v tomto případě nehomogenní profil indexu lomu, nebo přítomnost zvýšené drsnosti povrchu. V neposlední řadě takovýto odklon může být způsoben absorpcí ve vrstvě. Pro odlišení těchto efektů, je vhodné mít k dispozici měření holé podložky. V tomto případě se postupuje tak, že se nejprve vyhodnotí index lomu podložky (včetně disperze a absorpce) obdobným způsobem jak bylo popsáno pro vrstvu. Po té se přidá do definice struktury vrstva, načte se měření vrstvy, a provede se simulace vrstvy bez úprav již získaných parametrů podložky. Výsledné hodnoty indexu lomu si lze prohlédnout a popřípadě exportovat použitím tlačítka 'Plot nk' v záložce 'Struktura'.

Předložená a popsaná metoda je 'pouhým' ručním přizpůsobováním parametrů modelu měřeným veličinám, přesto však má tato interaktivnost s programem základní výhody. Hlavní výhodou je, že uživatel ví, co může od daného vzorku očekávat (protože zná charakteristické vlastnosti daného materiálu) a tím může interaktivně analyzační proces směřovat k danému cíli. Na základě podobnosti simulované s naměřenou křivkou může ohodnotit jaké je věrohodnost dané analýzy. Na druhou stranu automatizovaná fitace může najít velice rychle nějaké řešení, ale takový výsledek nemusí být nutně hledaným řešením, nýbrž pouze jedním z lokálních minim meritní funkce.

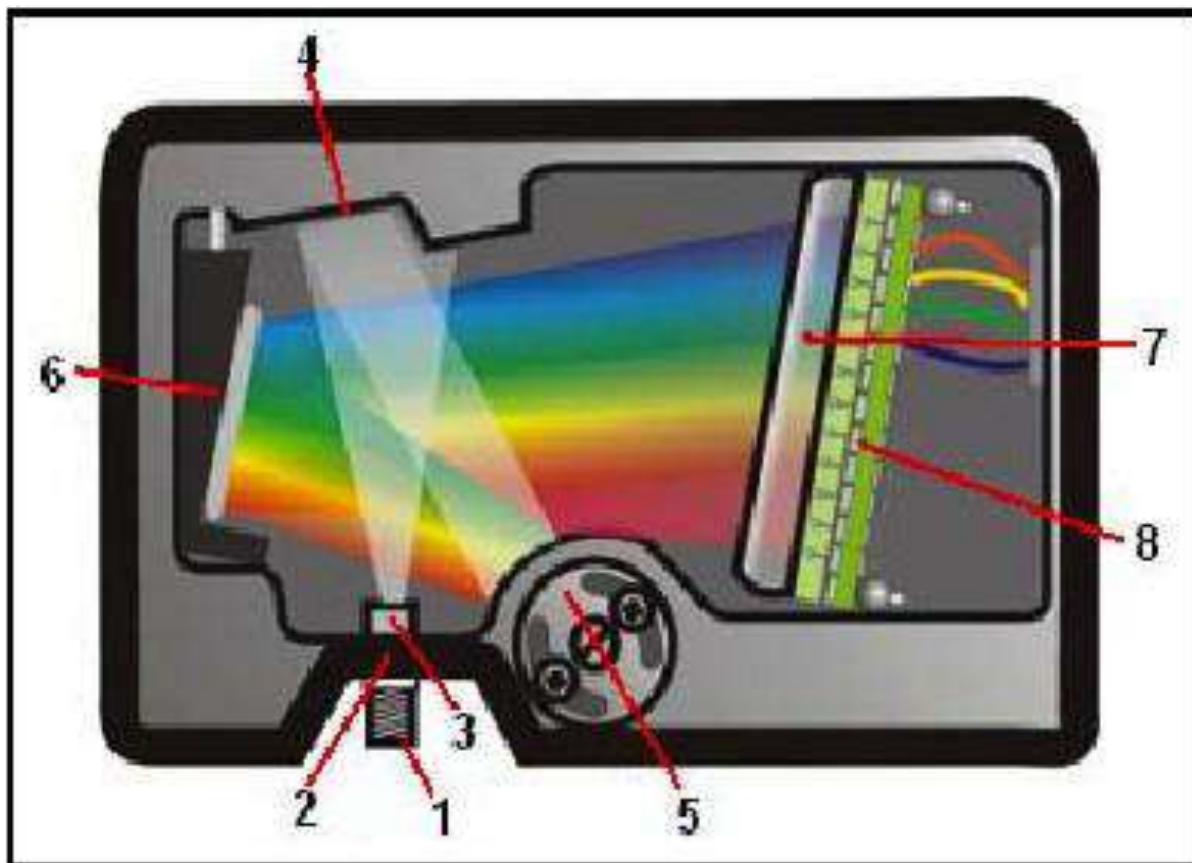
Software Optofilm nabízí také automatizovanou fitační funkci. Ta je realizována užitím gradientní metody. To předpokládá, že před zahájením automatizované fitace se musí parametry modelu nacházet někde blízko hledaného řešení.

Doporučená literatura

1. Antonín Vašíček, Optika tenkých vrstev, Nakladatelství ČS Akademie Věd 1956
2. J. C. Manifacier, J. Gasiot, and J. P. Fillard, "A Simple Method for the Determination of the Optical Constants n , k and the Thickness of a Weakly Absorbing Thin Film," J. Phys. 9, 1002 (1976).

Příloha 1 - Spektrometr Ocean Optics

Pro měření je používán spektrometr RED TIDE 650 od firmy Ocean Optics. Na následujícím obrázku jsou stručně popsány jeho části a naznačen princip funkce.



1.) **SMA konektor**

Slouží k připevnění optického vlákna ke spektrometru. Světlo, které projde měřeným roztokem, je tudíž přiváděno do spektrometru.

2.) **Clona**

Clona vyrobená z černého materiálu, která je umístěna za SMA konektorem. Její velikost určuje kolik světla projde do spektrometru.

3.) **Filtr**

Vymezuje rozsah vlnových délek, které procházejí do spektrometru.

4.) **Kolimační zrcátko**

Zaostřuje vstupující světlo na difrakční mřížku.

5.) **Difrakční mřížka**

Rozkládá světlo na jednotlivé vlnové délky a odráží ho na zaostřovací zrcátko.

6.) **Zaostřovací zrcátko**

Odráží světlo přicházející z difrakční mřížky na L2 detekční sběrnou čočku.

7.) **L2 detekční sběrná čočka**

Může být použita, pokud používáme clonu o velkém rozměru nebo je-li hladina světla příliš nízká. Těsně přiléhá k CCD snímači.

8.) **CCD snímač**

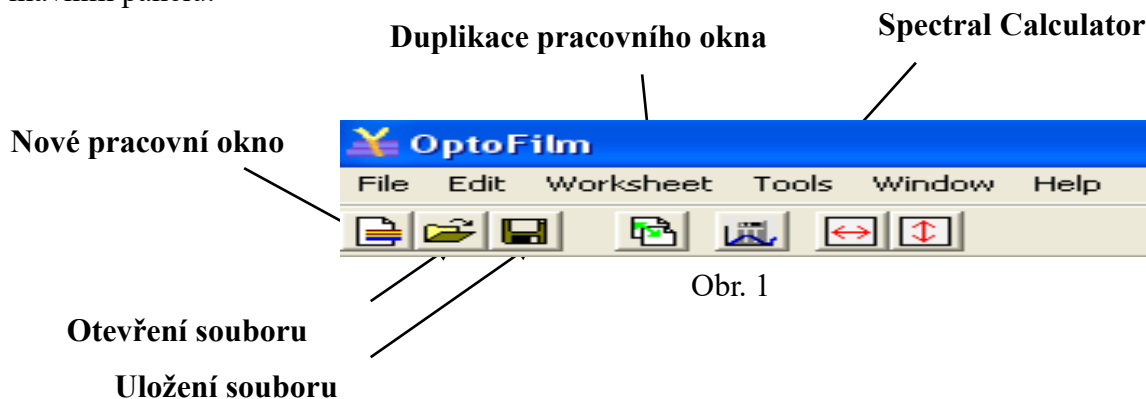
Snímá dopadající světlo a mění ho na elektrický signál.

Příloha 2 - Vyhodnocení spekter dle programu Optofilm (podrobný popis ovládání programu)

1. Spuštění ovládacího softwaru

Program se spouští kliknutím na zástupce programu na hlavní ploše přes ikonu Optofilm.
Po spuštění programu se otevře základní ovládací okno programu.

Základní operace jsou jednoduše spustitelné pomocí hlavní nabídky panelu nástrojů nebo ikon na hlavním panelu.



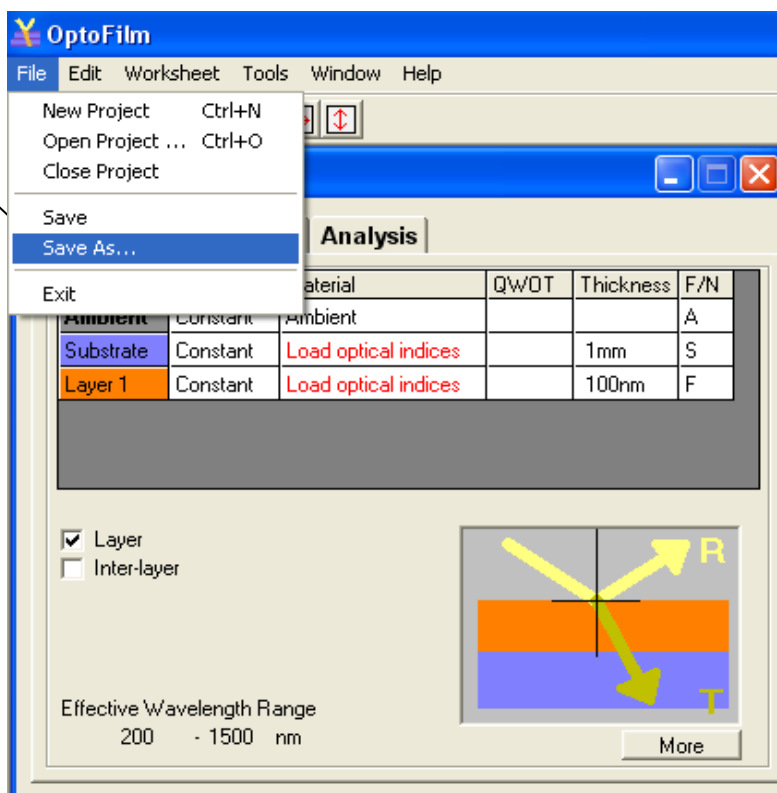
2. Uložení souboru

Pomocí hlavní nabídky panelu nástrojů přes **File - Save As...**

Dále zvolíme název souboru (**File name**), místo uložení na disku (**Save in**) a uložíme (**Save**).

Uložení souboru ve formátu -.ofp.

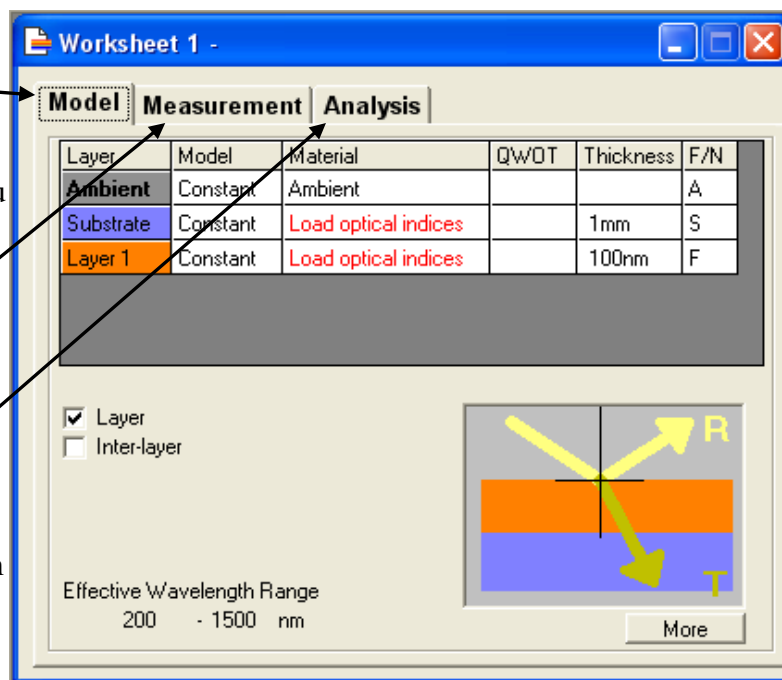
Pozor soubor průběžně ukládat!!!



3. Postup analýzy naměřených spekter

Program analyzuje naměřená spektra dle následujících kroků:

- **Definování optické struktury modelu (Model)**
Zde se nadefinuje optická struktura modelu s odhadnutými hodnotami tloušťek a indexů lomu prostředí, podložky a vrstvy.
- **Měření (Measurement)**
Pomocí záložky Measurement importujeme naměřená data.
- **Analýza (Analysis)**
Zde pomocí úpravy parametrů modelu minimalizujeme odchylku modelu od naměřených dat.



Obr. 3

3.1. Definice optické struktury modelu

Zde je nutné nadefinovat optické konstanty prostředí, podložky a vrstvy.

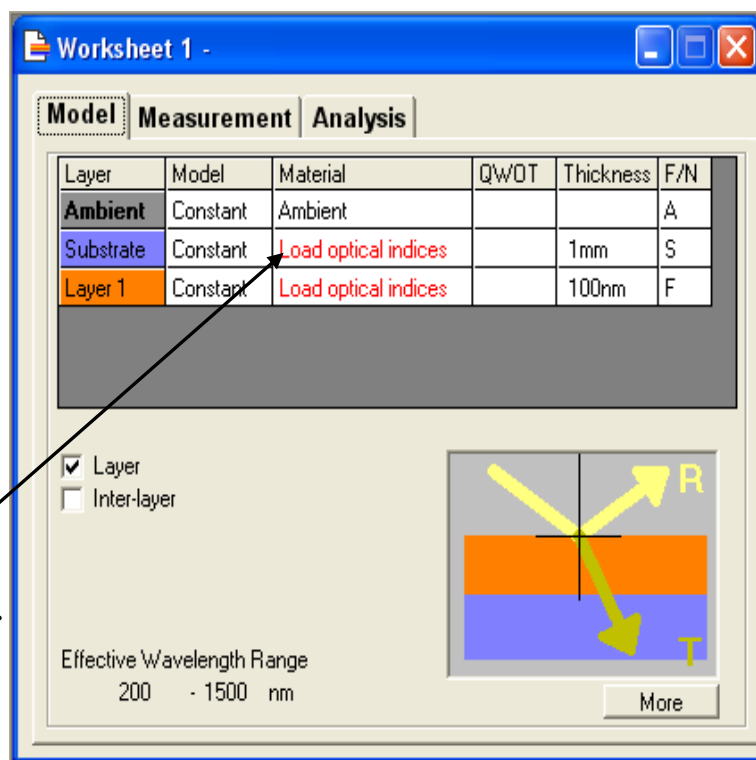
- **Okolní prostředí (vzduch)**

Parametry prostředí jsou již předdefinovány.

- **Podložka**

Pro nahrání optických konstant podložky v řádku **Substrate** klikneme na **Load Optical indices**.

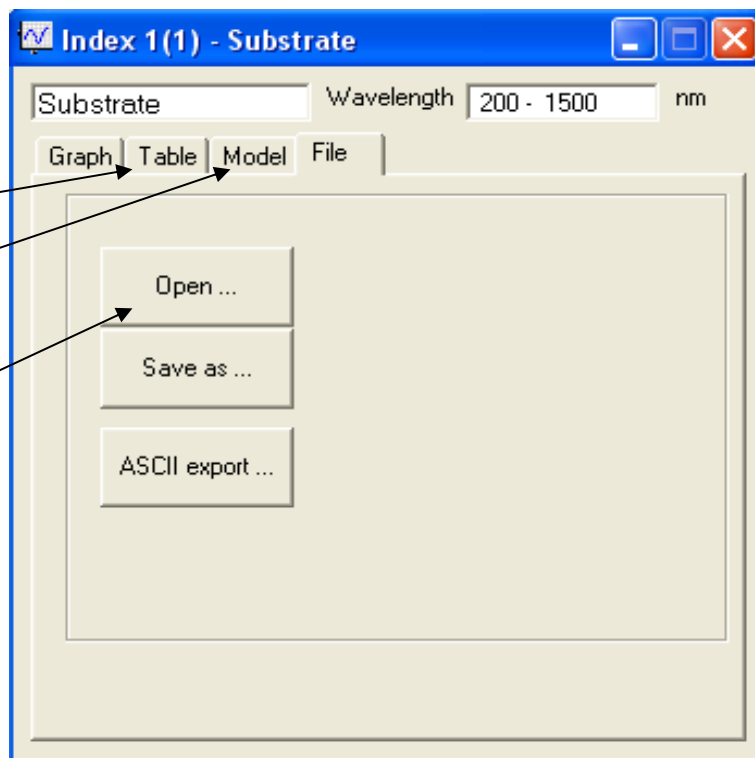
Otevře se záložka **Index 1 – Substrate**.



Obr. 4

Pro volbu optických konstant podložky je tedy možné v záložce **Index 1 – Substrate** použít:

- tabelovaná data (záložka **Table**)
- disperzní model (záložka **Model**)
- databázový soubor (tlačítko **Open**)



Obr. 5

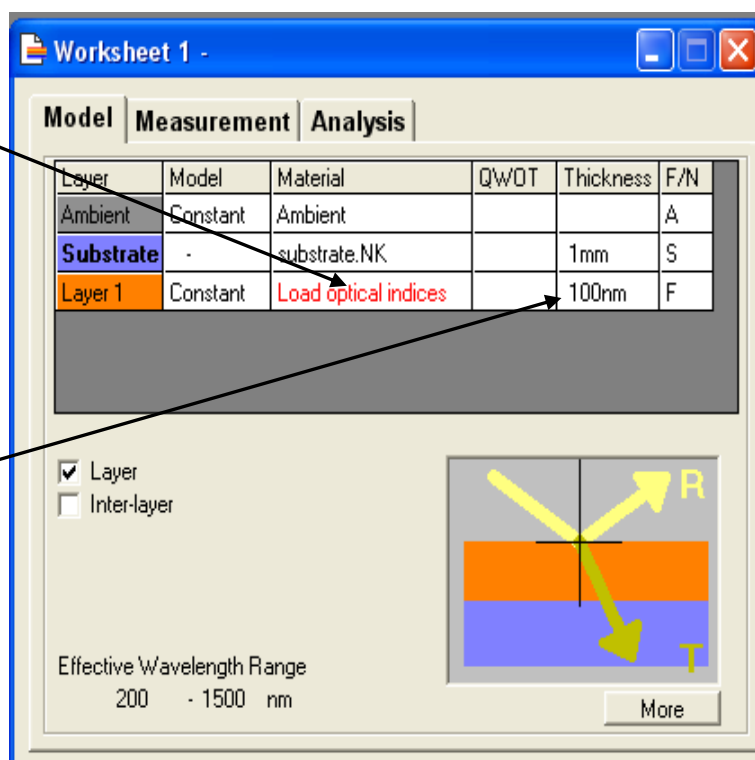
• Vrstva

Pro nahrání optických konstant vrstvy v řádku **Layer1** klikneme na **Load Optical indices**.

Otevře se okno **Index1- Layer**.

Dále postupujeme jako při volbě optických konstant podložky.

Zde zadáme počáteční odhad tloušťky vrstvy, učiníme tak v sloupci **Thickness**.

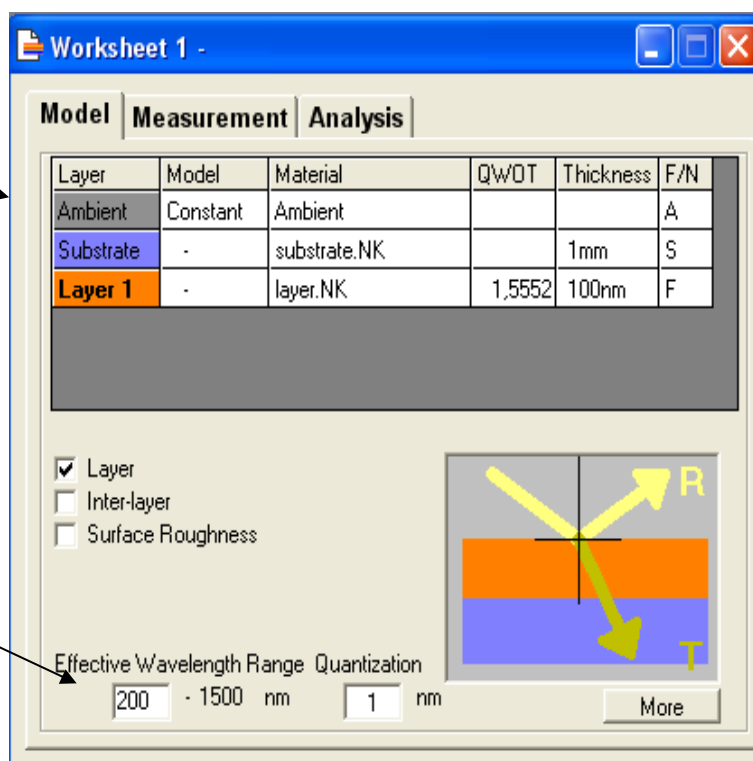


Obr. 6

Výsledná struktura optického modelu.

Pro změnu rozsahu vlnových délek dvojklikem poklepeme na číselné hodnoty původního rozsahu.

Zadáme spektrální rozsah 350 - 850 nm.



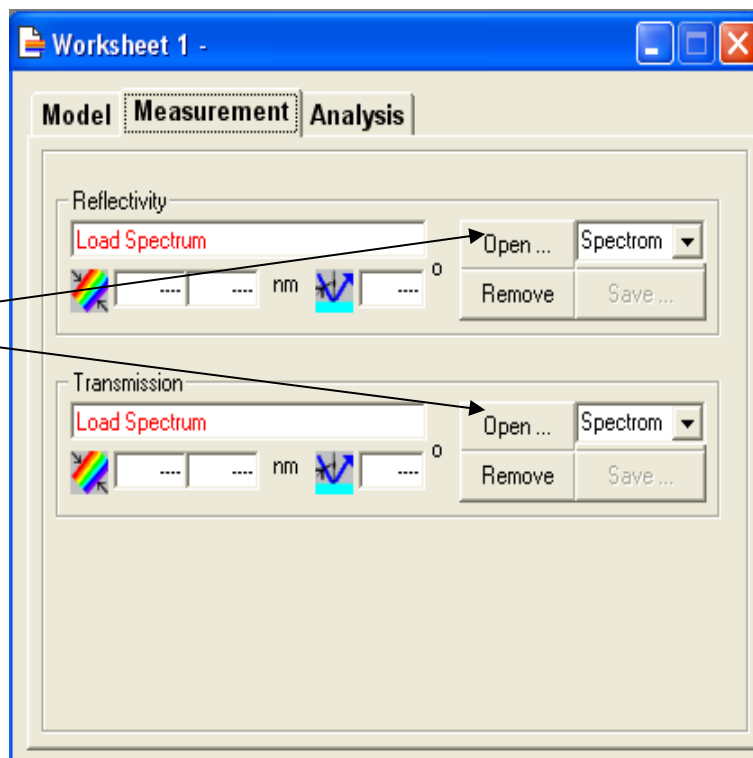
Obr. 7

3.2. Měření (Measurement)

Otevřeme záložku **Measurement**. Zde se otevře okno pro import naměřených spekter odrazivosti a propustnosti.

Pro nahrání naměřených spekter použijeme tlačítko **Open**. Otevře se nám adresář, kde naměřená spektra nalezneme a výběr potvrdíme.

Dále se otevře okno **Import data**, kde importovaná data upravíme.



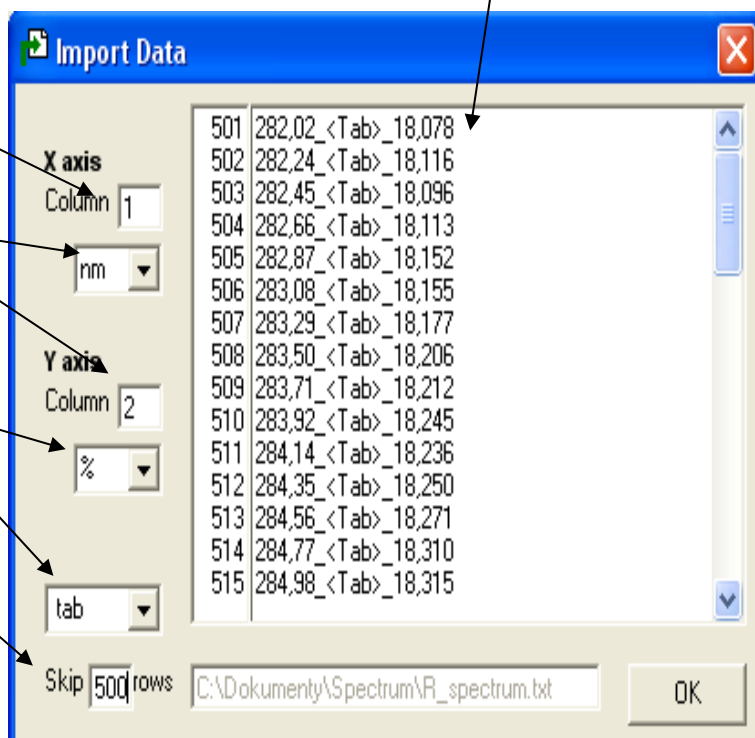
Obr. 8

Import Data

Zde je nutné zadat:

- číslo sloupce vlnové délky (1) a odpovídající jednotky (nm)
- číslo sloupce s odrazivostí (2) a odpovídající jednotky (%)
- použitý oddělovač: tab
- vynechat hlavičku souboru a případně nepoužitelná data (cca 500 řádků)

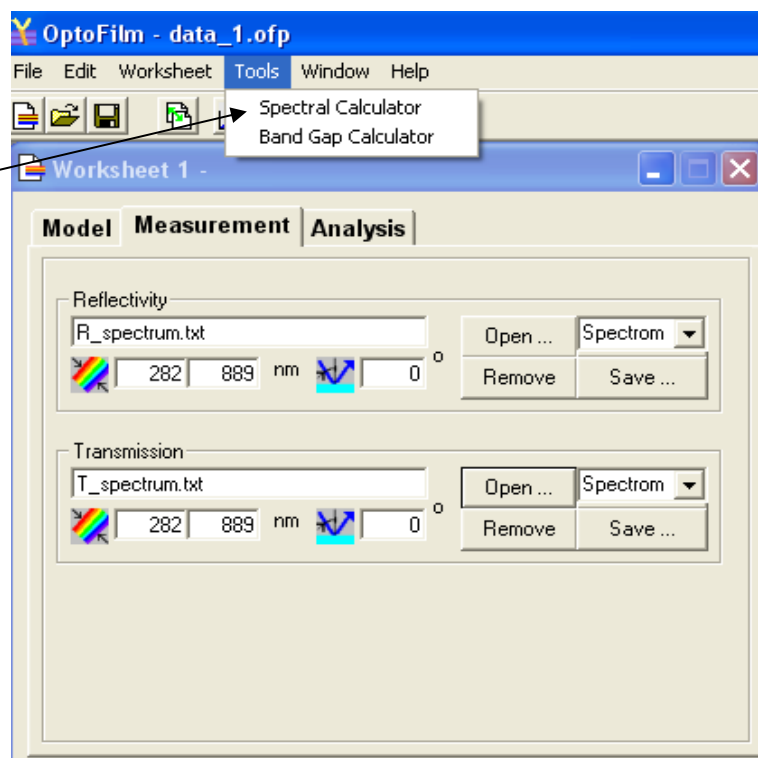
Potvrdit OK, zobrazí se graf.



Obr. 9

Korekce spektra odrazivosti

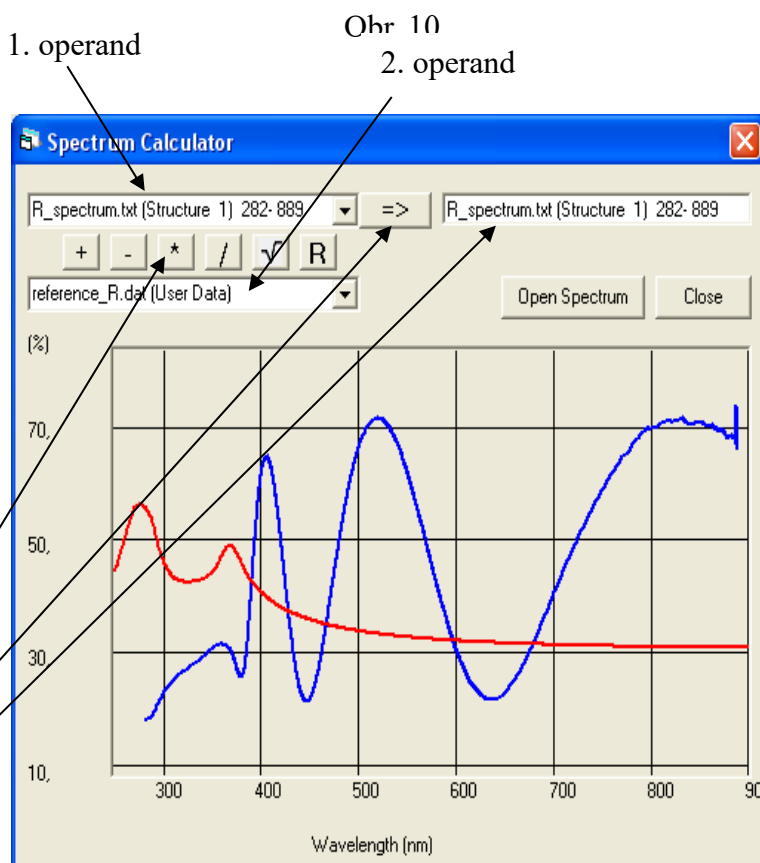
Na hlavním panelu nástrojů přes **Tools** otevřeme Spectral Calculator.



Zde naměřené spektrum odrazivosti
pronásobíme referenčním spektrem.

Postupujeme dle:

- načteme referenční spektrum přes tlačítko **Open Spectrum**. (importovaná data upravíme viz. Obr. 12)
- zvolíme naměřené spektrum odrazivosti jako 1. operand
- zvolíme referenční spektrum jako 2. operand
- vybereme vhodný operátor (*)
- provedeme zvolenou operaci
- výsledek operace přepíše spektrum zvolené jako 1. operand
- zavřeme



Obr. 11

Načtení referenčního spektra
Otevře se okno **Import Data**.

Zde upravíme importovaná data.

Sloupec 1: nm

Sloupec 2: 1

Použitý oddělovač: space

Počet vynechaných řádků: 0

Potvrdit OK.

Import Data

X axis
Column 1
nm

Y axis
Column 2
1

space

Skip 0 rows

C:\Dokumenty\reference\reference_R.dat

OK

1	250.	0.44409
2	251.	0.44911
3	252.	0.45423
4	253.	0.45912
5	254.	0.46472
6	255.	0.47176
7	256.	0.47832
8	257.	0.48374
9	258.	0.48951
10	259.	0.49601
11	260.	0.50236
12	261.	0.50853
13	262.	0.51437
14	263.	0.51965
15	264.	0.52504

Obr. 12

3.3. Analýza (Analysis)

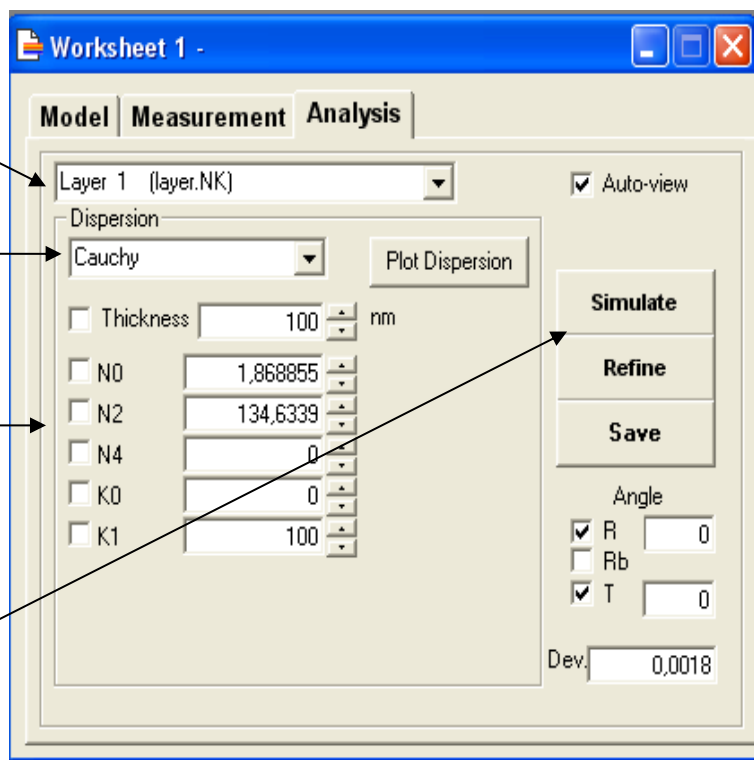
Zde úpravou parametrů modelu minimalizujeme odchylku modelu od naměřených dat.

Vybereme vrstvu, se kterou budeme pracovat.

Zvolíme vhodný disperzní model (Cauchyho model).

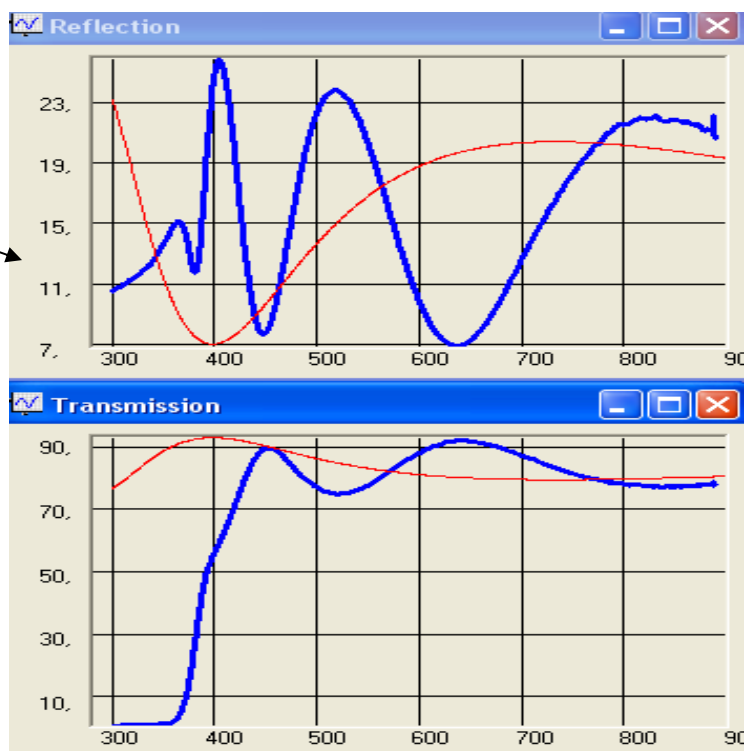
Pro přiblížení parametrů modelu k naměřeným hodnotám budeme pracovat s parametry N_0, N_2, N_4, K_0, K_1 a tloušťkou vrstvy (str. 8).

Přes tlačítko **Simulate** se zobrazí graf simulované odrazivosti a propustnosti společně s naměřenými hodnotami (Obr. 14).



Obr. 13

Graf simulované odrazivosti a propustnosti (červená křivka) společně s naměřenými hodnotami (modrá křivka).

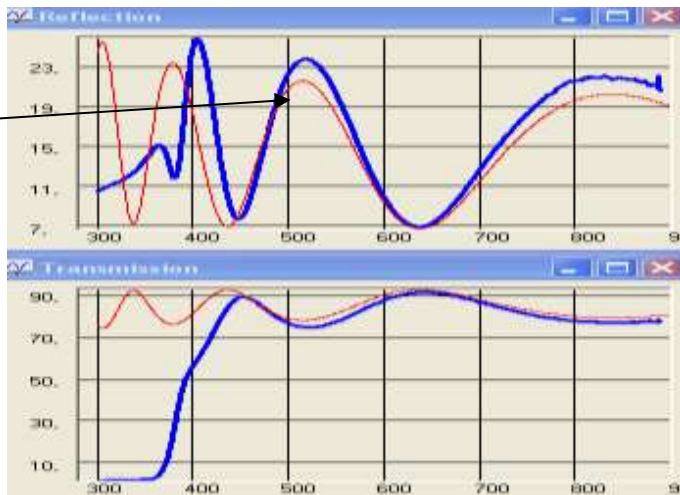


Obr. 14

Parametry modelu upravíme tak, aby se křivka simulované odrazivosti (propustnosti) co nejvíce přiblížila křivce naměřených hodnot.

Postup:

1) Úprava amplitudy interferenčních oscilací pomocí parametru N0.

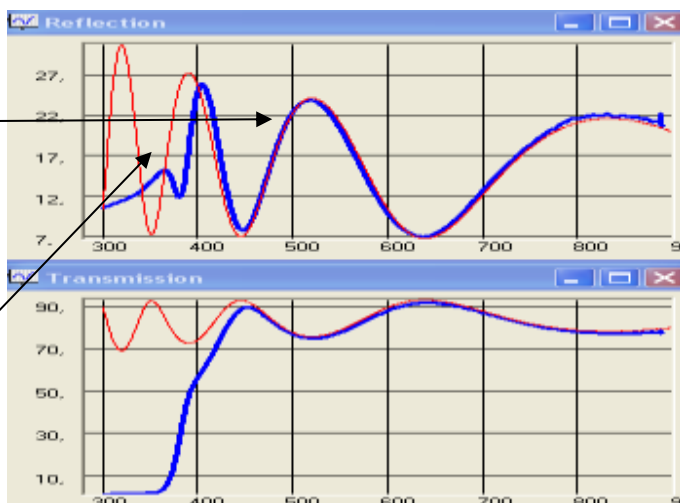


Obr. 15

2) Přizpůsobení hustoty oscilací úpravou tloušťky vrstvy.

Čím tlustší vrstva tím hustější oscilace a naopak.

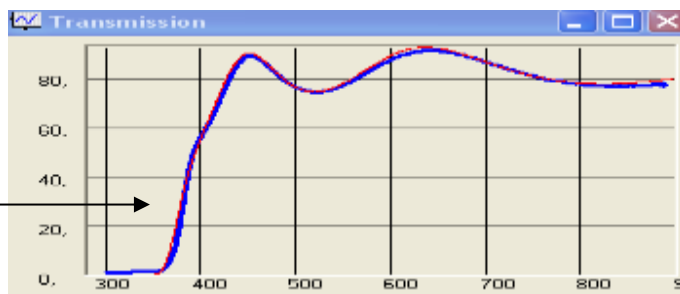
3) Úprava disperze indexu lomu pomocí parametru N2 a N4.



Obr. 16

4) Pomocí koeficientů K0 a K1 lze simulovat absorpční hranu.

Koeficient K0 nastavit dostatečně malý (např. $1E-10$) a K1 přiměřeně velký (např. 7500)



Obr. 17

5) Opakovat body 1) až 4) a zjemňovat rozdíly mezi simulací a měřenými daty.

Pokud se parametry modelu nacházejí někde blízko hledaného řešení, můžeme použít

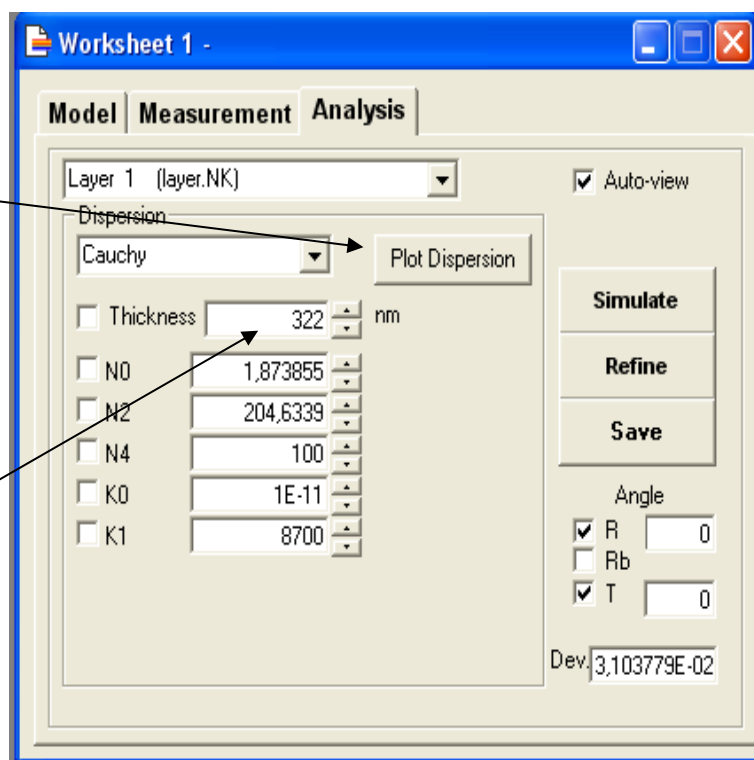
automatizovanou fitaci použitím tlačítka **Refine** v záložce **Analysis**.

3.4. Vyhodnocení

Výsledné hodnoty optických konstant si lze prohlédnout v **Plot Dispersion** v záložce **Analysis**.

Index lomu lze popsat pomocí parametrů N_0 , N_2 a N_4 , nebo v záložce **Table** odečíst pro určitou vlnovou délku příslušný index lomu.

Zde výsledná hodnota tloušťky vrstvy.



Obr. 18