



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۹۵۸

چاپ اول

۱۳۹۷

INSO

19958

1st Edition

2019

فناوری نانو- تعیین ضخامت، ضریب شکست
و ضریب جذب نانولایه‌ها و نانوپوشش‌ها با
استفاده از روش بیضی‌سنجی طیفی- روش
آزمون



دارای محتوای رنگی

**Nanotechnologies- Determination of
thickness, refractive index and absorption
coefficient of the nanolayers and
nanocoatings by spectroscopic ellipsometry-
Test method**

ICS: 07.030

استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۹۵۸ (چاپ اول): سال ۱۳۹۷

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج - شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را براساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهی‌نامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو- تعیین ضخامت، ضریب شکست و ضریب جذب نانولایه‌ها و نانوپوشش‌ها با استفاده

از روش بیضی‌سنجی طیفی- روش آزمون»

سمت و/یا محل اشتغال:

رئیس:

مدیر عامل- شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته

سهرابی جهرمی، ابوذر

(دکتری نانومواد)

دبیر:

کارشناس استاندارد- شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته

یگانه، محمد

(دکتری فیزیک- اپتیک)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

هیئت علمی- پژوهشگاه دانش‌های بنیادی (IPM)

ابوطالبی، سیدحامد

(دکتری نانومواد)

کارشناس الیپسومتری- پژوهشگاه مواد و انرژی

جعفری، نوشین

(کارشناسی ارشد فیزیک حالت جامد)

مسئول واحد ارزیابی محصولات- ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

خورشیدی، ریحانه

(دکتری مهندسی مواد)

کارشناس- کمیته استانداردسازی ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

گل زردی، سمیرا

(کارشناسی ارشد مهندسی مواد)

مدیرعامل- شرکت مهارفن ابزار

مرعشی، محمد

(کارشناسی مکانیک)

کارشناس- سازمان ملی استاندارد ایران

شاکری، روشنگر

(کارشناسی ارشد فیزیک اتمی- مولکولی)

ویراستار:

سیفی، مهوش

(کارشناسی ارشد، مدیریت دولتی)

کارشناس استاندارد- بازنشسته سازمان ملی استاندارد ایران

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
ط	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ مبانی کلی و اجزای دستگاهی
۳	۱-۴ مبانی کلی
۷	۲-۴ معرفی دستگاه بیضی‌سنج
۷	۱-۲-۴ انواع دستگاه بیضی‌سنج
۸	۲-۲-۴ اصول کلی بیضی‌سنجی به‌روش شدت صفر
۹	۳-۲-۴ اصول کلی بیضی‌سنجی به‌روش شدت غیرصفر
۱۰	۳-۴ اجزای دستگاهی
۱۰	۱-۳-۴ منبع نور
۱۰	۲-۳-۴ واحد قطبش‌گر
۱۱	۳-۳-۴ واحد تحلیل
۱۱	۴-۳-۴ پایه و میز آزمون
۱۲	۵-۳-۴ مجموعه پایش آزمون
۱۲	۵ آماده‌سازی نمونه
۱۲	۱-۵ مراحل آماده‌سازی نمونه
۱۲	۲-۵ خلوص مواد شیمیایی
۱۳	۶ اعتبارسنجی
۱۳	۷ روش انجام آزمون
۱۳	۱-۷ فرایند آزمون
۱۴	۲-۷ محاسبات
۱۴	۱-۲-۷ محاسبه Ψ و Δ

صفحه	عنوان
۱۳	۲-۲-۷ محاسبه ضریب شکست با استفاده از مقادیر بیضی‌سنجی
۱۴	۳-۲-۷ محاسبه ضخامت
۱۶	۸ دقت و خطای اندازه‌گیری نتایج آزمون
۱۶	۹ گزارش آزمون
۱۸	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) - جداول لازم برای کالیبراسیون بیضی‌سنج با SRM 2530
۱۹	پیوست ب (آگاهی‌دهنده) - فرم گزارش نتایج آزمون بیضی‌سنجی

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- تعیین ضخامت، ضریب شکست و ضریب جذب نانولایه‌ها و نانوپوشش‌ها با استفاده از روش بیضی‌سنجی طیفی- روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، در هفتاد و نهمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۳۹۷/۱۲/۱۴ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران براساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ هم‌گامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم، تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

منابع و مآخذی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

- 1- Tompkins, H. and Irene, E.A., *Handbook of Ellipsometry*, USA: William Andrew, Inc., 2005.
- 2- Uh-Myong, Ha, *Practical training ellipsometry*, University of Kassel, 2014.

مقدمه

بیضی‌سنجی یک روش اندازه‌گیری نوری غیرمخرب برای به‌دست آوردن ضریب شکست، ضخامت لایه و ضریب جذب مواد لایه‌های نازک است. در این روش، تغییر نسبی قطبش نور پس از برخورد با سطح نمونه اندازه‌گیری شده و اطلاعات حاصل از آن با روابطی به خواص نوری و ضخامت نمونه تبدیل می‌شود.

تفکیک‌پذیری حاصل از بیضی‌سنجی ضخامت، بسیار مناسب و نتایج حاصل از آن به‌گونه‌ای دقیق است که اندازه‌گیری ضخامت کمتر از ۱ نانومتر و همچنین محاسبه ضریب شکست با عدم قطعیتی بین ۰/۰۱ تا ۰/۰۰۱ را میسر می‌سازد.

در این استاندارد، روش آزمون بیضی‌سنجی جهت محاسبه ضخامت و همچنین خواص نوری لایه‌های نازک مانند نانوذرات ارائه می‌شود.

برای اندازه‌گیری ضخامت‌های لایه‌های مختلف روی ویفرهای سیلیکونی، پیشنهاد می‌شود از روش بیضی‌سنجی طیفی به‌جای روش تداخل‌سنجی لیزری استفاده شود.

«فناوری نانو- تعیین ضخامت، ضریب شکست و ضریب جذب نانولایه‌ها و نانوپوشش‌ها با استفاده از روش بیضی‌سنجی طیفی- روش آزمون»

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش آزمونی برای تعیین ضخامت و مشخصات نوری، مانند ضریب شکست و ضریب جذب سطحی نانولایه‌ها و نانوپوشش‌ها، با استفاده از روش بیضی‌سنجی طیفی^۱ است. این روش آزمون شامل واژه‌های مرتبط با آزمون، مبانی کلی، روش آماده‌سازی نمونه، کالیبراسیون، روش اندازه‌گیری و گزارش‌دهی نتایج آزمون بیضی‌سنجی است.

دستگاه‌های بیضی‌سنجی که در این استاندارد مدنظر است، شامل دستگاه‌هایی از نوع طیف سنجی با منبع نور گسترده می‌شود.

برای تعیین ضریب شکست درست، نانولایه‌ها و نانوپوشش‌ها باید لایه ضخامتی بیش از ۵ نانومتر داشته باشد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به‌صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 NIST SRM-2530: 1988, *Preparation and certification of SRM-2530, ellipsometric parameters Δ and ψ and derived thickness and refractive index of a silicon dioxide layer on silicon.*

2-2 Sentech Instruments, Short Manual GmbH SE-800: 2003.

2-3 Garcia-Caurel, E., et al. *Application of spectroscopic ellipsometry and Mueller ellipsometry to optical characterization*, Applied Spectroscopy, 2013, Vol. 67, no. 1, pp. 1-21.

1- Spectroscopic ellipsometry

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات با تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

نور قطبیده

polarized light

نوری که راستای میدان الکتریکی آن در یک نقطه از فضا، در هر لحظه در یک راستای مشخص قرار گیرد.

۲-۳

قطبش

polarization

برای بیان جهت‌گیری بردار میدان الکتریکی متغیر با زمان، در موج‌های الکترومغناطیس استفاده می‌شود.

یادآوری - اگر بردار میدان الکتریکی موج الکترومغناطیس در صفحه انتشار موج قرار گیرد و راستای ارتعاش آن با انتشار ثابت بماند، در اصطلاح به موج، قطبیده خطی گفته می‌شود. اگر بردار میدان الکتریکی حول محور انتشار موج دوران کند و دامنه آن تغییر نکند، به موج، قطبیده دایره‌ای می‌گویند. اگر دامنه موج به نحوی تغییر کند که انتهای بردار آن ایجاد یک بیضی نماید، به آن قطبیده بیضی گفته می‌شود.

[منبع: برگرفته از زیربند ۳-۱-۴ استاندارد ASTM F576-01، تغییرات: تعریف «قطبش خطی» جایگزین تعریف «قطبش صفحه‌ای» شده است.]

۳-۳

بیضی‌گونی

ellipticity

در نورشناسی، میزان بیضی‌گونی نور قطبیده بیضی با زاویه χ نمایش داده می‌شود که برابر با عکس تانژانت زاویه‌ای است که از نسبت قطر کوچک به قطر بزرگ بیضی مرتبط به قطبش میدان الکتریکی به دست می‌آید.

[منبع: برگرفته از زیربند ۳-۱-۱ استاندارد ASTM F576-01]

۴-۳

کمینه نسبی

relative minimum

حالت کمینه در میزان نور عبوری از ترکیب یک قطبش گر^۱ نوری و یک تحلیل گر^۲ نوری که ناشی از تغییر در زاویه قطبش گر یا تحلیل گر (با ثابت ماندن زاویه دیگری) باشد.

[منبع: برگرفته از زیربند ۳-۱-۶ استاندارد ASTM F576-01]

۵-۳

محور نوری - برای ساختارهای دارای خاصیت دوشکستی^۳

optic axis

راستایی از محور ساختارهای دارای خاصیت دوشکستی است که برای نور انتشاری از آن در آن راستا هیچ گونه دوشکستی رخ ندهد.

[منبع: برگرفته از زیربند ۳-۱-۳ استاندارد ASTM F576-01، تغییرات: عبارت «ساختارهای دارای خاصیت دوشکستی» جایگزین عبارت «بلور دوشکستی»^۴ شده است]

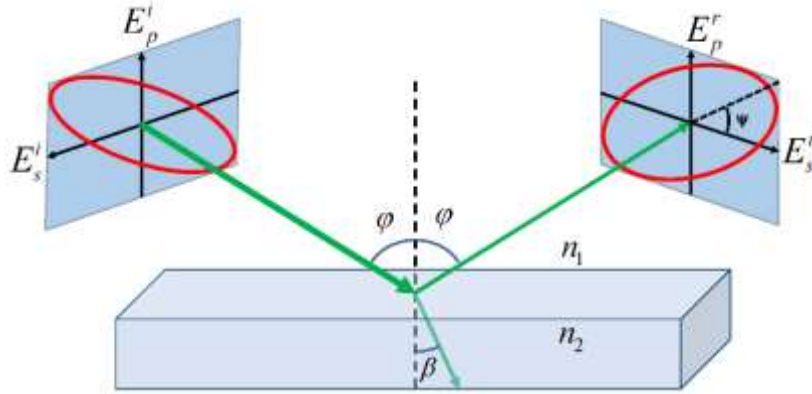
۴ مبانی کلی و اجزای دستگاهی

۱-۴ مبانی کلی

بیضی سنجی بر اساس پدیده برخورد نور قطبیده^۵ با سطح نمونه و تغییر وضعیت قطبش^۶ آن پس از این برخورد استوار شده است. این تغییر قطبش معمولاً منجر به ایجاد نور قطبیده بیضوی می شود. شکل ۱ طرحواره تغییر قطبش نور تابشی به سطح نمونه را نشان می دهد.

برای ایجاد نور قطبیده خطی، چند امکان وجود دارد؛ در بیضی سنجی معمولاً از یک قطبش گر برای تبدیل نور غیرقطبی به نور قطبیده خطی استفاده می شود.

-
- 1- Polarizer
 - 2- Analyser
 - 3- Birefringence
 - 4- Doubly refracting crystal
 - 5- Polarized light
 - 6- Polarization state



راهنما:

φ زوایای تابش و بازتاب

β زاویه شکست

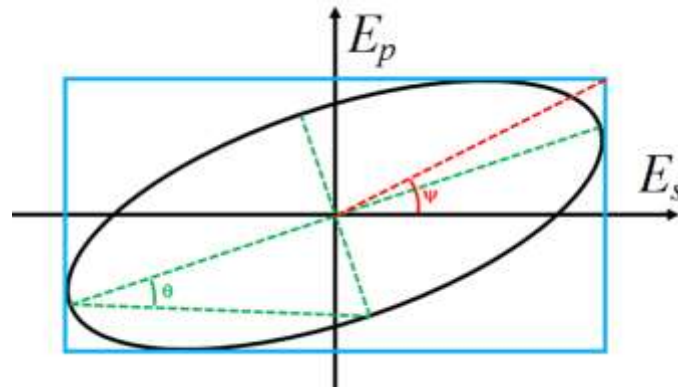
E_s^i دامنه میدان الکتریکی پرتو S در تابش

E_s^r دامنه میدان الکتریکی پرتو S در بازتاب

E_p^i دامنه میدان الکتریکی پرتو P در تابش

E_p^r دامنه میدان الکتریکی پرتو P در بازتاب

شکل ۱- طرحواره تغییر قطبش نور برخوردی به سطح نمونه



شکل ۲- طرحواره بیضی ایجاد شده پس از برخورد نور به سطح نمونه

بردار میدان الکتریکی نور قطبیده با \vec{E} نشان داده می‌شود و به شکل جمع مؤلفه‌های میدان روی محورهای عرضی نسبت به راستای انتشار موج در رابطه زیرقابل توصیف است:

(۱)

$$\vec{E} = E_x \exp[i(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r})] \hat{x} + E_y \exp[i(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r} + \varphi_{xy})] \hat{y}$$

که در آن:

E_x و E_y به ترتیب مؤلفه‌های دامنه میدان الکتریکی روی محورهای x و y است؛

φ_{xy} اختلاف فاز بین دو مؤلفه میدان الکتریکی؛

\vec{r} بردار مکان؛

\vec{k} بردار موج؛

t زمان؛

ω فرکانس زاویه‌ای موج است.

\hat{x} و \hat{y} نیز به ترتیب بردارهای یکه روی محورهای x و y هستند. $i = \sqrt{-1}$ هستند.

اگر انتهای بردار میدان الکتریکی نور قطبیده بیضوی را در زمان‌های مختلف بر صفحه عمود بر راستای انتشارش تصویر کنیم، یک بیضی ایجاد می‌شود. شکل ۲ یک بیضی نوعی را نشان می‌دهد. در این شکل، محورهای افقی و عمودی مختصات به ترتیب در راستای عمود (مؤلفه E_s میدان) و موازی (مؤلفه E_p میدان) صفحه تابش قرار گرفته‌اند. صفحه تابش صفحه‌ای است که شامل پرتو ورودی، پرتو خروجی و خط عمود بر سطح بازتابنده است.

پارامترهای بیضی‌سنجی شامل دو کمیت Ψ و Δ است. کمیت Ψ زاویه‌ای است که تانژانت آن، نسبت دامنه‌های میدان‌های نوسانی در دو راستای s و p ، یعنی E_p / E_s را مشخص می‌کند و Δ معیاری از اختلاف فاز میدان‌های نوسانی در این دو راستاست.

برای نور بازتابی از سطح مشترک دو محیط که ضرایب شکست مختلط محیط‌های اول و دوم به ترتیب $\vec{N}_0 = n_0 + ik_0$ و $\vec{N}_1 = n_1 + ik_1$ است، ضرایب فرنل برای موج‌های s و p در بازتاب برابر است با:

(۲)

$$r_p = \frac{E_p^r}{E_p^i} = \frac{\tilde{N}_1 \cos \phi_0 - \tilde{N}_0 \cos \phi_1}{\tilde{N}_1 \cos \phi_0 + \tilde{N}_0 \cos \phi_1} = |r_p| e^{i\delta_p} \quad (۳)$$

$$r_s = \frac{E_s^r}{E_s^i} = \frac{\tilde{N}_0 \cos \phi_0 - \tilde{N}_1 \cos \phi_1}{\tilde{N}_0 \cos \phi_0 + \tilde{N}_1 \cos \phi_1} = |r_s| e^{i\delta_s}$$

که در آن‌ها:

n ضریب شکست حقیقی؛

و k ضریب جذب محیط است.

بالانویس‌های i و r به ترتیب دلالت بر پرتوهای ورودی و بازتابی دارند. پارامترهای بیضی‌سنجی از روی ضرایب فرنل مختلط به شکل زیر به دست می‌آیند:

(۴)

$$\tilde{\rho} = \frac{r_p}{r_s} = \tan \Psi e^{i\Delta}$$

که در آن:

(۵)

$$\Psi = \tan^{-1} \left(\frac{|r_p|}{|r_s|} \right)$$

(۶)

$$\Delta = \delta_p - \delta_s$$

پارامترهای δ_p و δ_s به ترتیب در روابط ۲ و ۳ تعریف شده‌اند. $\tan \Psi$ به نسبت دامنه ضرایب بازتاب بستگی دارد، در حالی که Δ به اختلاف جابه‌جایی فاز دو مؤلفه بستگی دارد.

۲-۴ معرفی دستگاه بیضی‌سنج

۴-۲-۱ انواع دستگاه بیضی‌سنج

دستگاه‌های بیضی‌سنج، عموماً با دو رویکرد کلی ساخته شده‌اند: بیضی‌سنج‌های شدت صفر^۱ و بیضی‌سنج‌های با شدت غیرصفر^۲. استاندارد حاضر برای استفاده در هر دو نوع دستگاه معتبر است که نور پس از گسیل از منبع، وارد محیط هوا شده و به نمونه می‌تابد و پس از بازتاب از نمونه، مجدداً وارد محیط هوا می‌شود. قطعات نوری دوار شامل قطبش‌گر، تحلیل‌گر و جبران‌ساز^۳ یا تأخیرانداز^۴ در این دو مسیر قرار می‌گیرند. دو نمونه دستگاه بیضی‌سنج در شکل ۳ دیده می‌شود. در شکل ۴ نیز نمای کلی از اجزای دو دسته عمده از دستگاه‌های بیضی‌سنج نشان داده شده است.

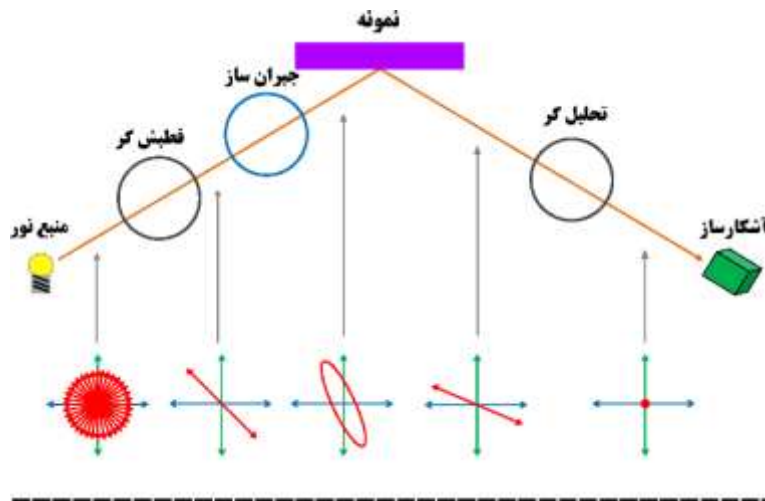


شکل ۳- نمایش دو نمونه دستگاه بیضی‌سنج

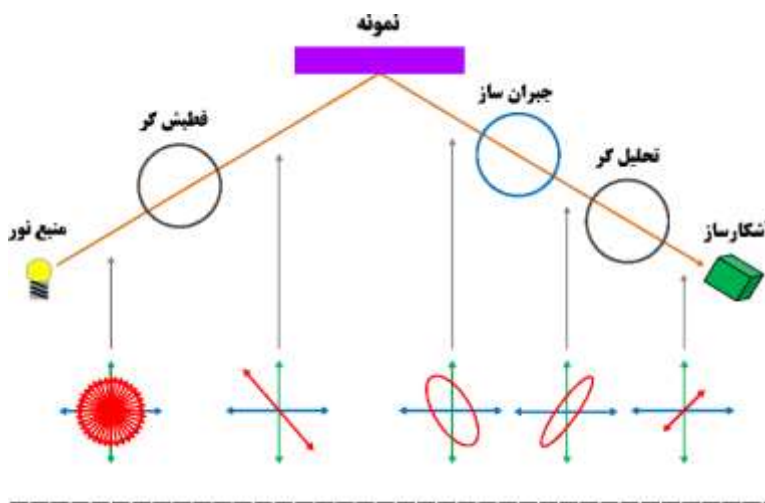
-
- 1- Null ellipsometers
 - 2- Off-null ellipsometers
 - 3- Compensator
 - 4- Retarder

۴-۲-۲ اصول کلی بیضی‌سنجی به‌روش شدت صفر

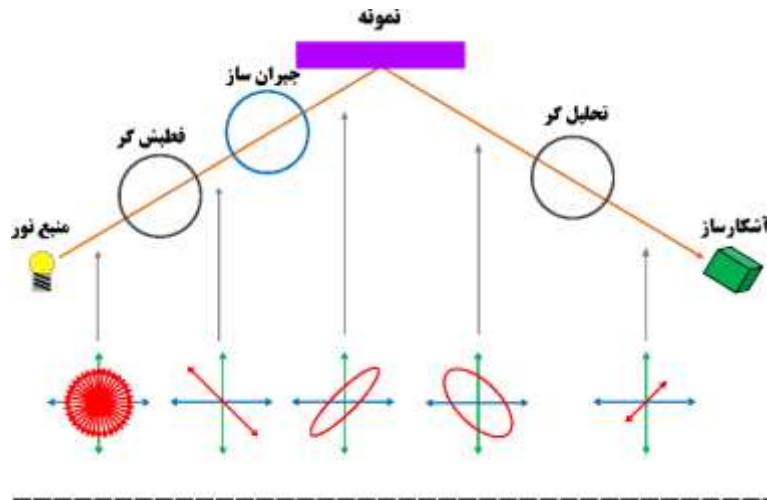
اساس این روش بر مبنای کمینه کردن نور رسیده به آشکارساز با تغییر زاویه چرخش قطبش‌گر، جبران‌ساز و تحلیل‌گر است. همانطور که در شکل ۴-الف مشاهده می‌شود، در ابتدا نور گسیلی از منبع نور غیرقطبیده به‌وسیله یک قطبش‌گر خطی قطبیده شده و سپس از یک جبران‌ساز برای تبدیل قطبش به حالت بیضوی استفاده می‌شود. سپس نور به نمونه می‌تابد. قطبش این نور در بازتاب از سطح نمونه در اثر تغییرات فاز و دامنه دچار تغییر می‌شود. با تنظیم مناسب زوایای قطبش‌گر و جبران‌ساز سعی می‌شود تا نور بازتابی، قطبش خطی داشته باشد. این نور سرانجام به واحد تحلیل و آشکارساز می‌رسد. با تغییر زاویه چرخش تحلیل‌گر سعی می‌شود تا شدت نور رسیده به آشکارساز کمینه یا صفر شود.



شکل الف- مسیر عبور نور در بیضی‌سنجی به‌روش شدت صفر



شکل ب- مسیر عبور نور در بیضی‌سنجی به‌روش شدت غیر صفر از نوع RP-RCFA



شکل ج - مسیر عبور نور در بیضی سنج به روش شدت غیر صفر از نوع FPRC-RA

راهنما:

- FP قطبش گر ثابت
- RP قطبش گر چرخان
- FA تحلیل گر ثابت
- RA تحلیل گر چرخان
- RC جبران ساز چرخان

نماد نقطه قبل از آشکارساز در شکل الف به معنی شدت صفر نور است.

شکل ۴ - نمایش مسیر عبور نور در بیضی سنج های مختلف؛ نمودارها، وضعیت نوعی قطبش نور را در هر ناحیه مشخص می کنند.

۴-۲-۳ اصول کلی بیضی سنجی به روش شدت غیر صفر

در این دسته از بیضی سنج ها نیز قطبش گر و تحلیل گر قبل و بعد از نمونه قرار می گیرند و تیغه جبران ساز نیز می تواند به کار رود. اگر تیغه جبران ساز به کار نرود، بیضی سنجی به روش فوتومتری^۱ گفته می شود. با این حال، شدت نور در آشکارساز با زمان، به وسیله چرخش حداقل یکی از اجزای نوری نام برده شده مدوله می شود. در نهایت با تحلیل تغییرات زمانی شدت اندازه گیری شده در آشکارساز، پارامترهای بیضی سنجی استخراج می شود.

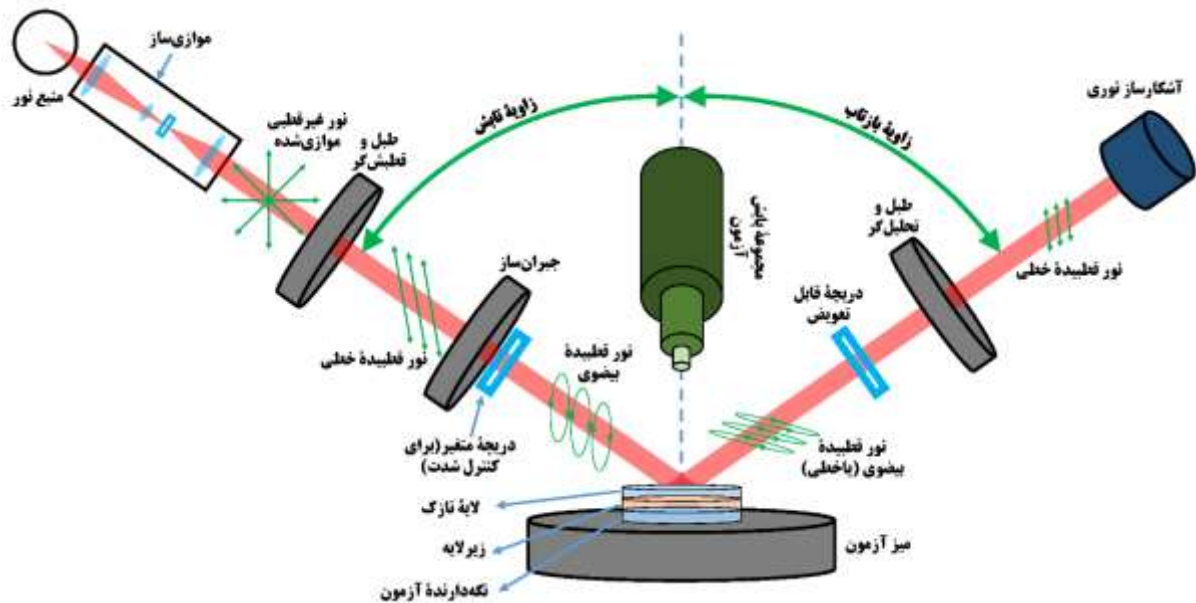
1- Photometric ellipsometry

۳-۴ اجزای دستگاهی

اجزای اصلی تشکیل دهنده بیضی سنج در شکل ۵ نشان داده شده‌اند. در ادامه مهم‌ترین اجزای بیضی سنج به اختصار مورد بحث قرار خواهند گرفت.

۱-۳-۴ منبع نور

منبع نور مورد استفاده در آزمون، شامل انواع لامپ‌های هالوژن، زنون، دوتریم، تنگستن و یا سایر منابع حرارتی می‌تواند باشد.



شکل ۵- اجزای اصلی تشکیل دهنده بیضی سنج‌ها

۲-۳-۴ واحد قطبش‌گر

شامل سه بخش کلی است:

الف- طبل^۱ و منشور قطبش‌گر

قطبش‌گر از جنس بلور دوشکستی است که وظیفه تبدیل نور ورودی به نوری با قطبش خطی را بر عهده دارد. راستای قطبش نور خروجی از قطبش‌گر به وسیله طبل قطبش‌گر از صفر تا 360° با دقت $\pm 0.1^\circ$ قابل تنظیم است.

1- Drum

ب- جبران‌ساز

یک تیغه ربع موج است که از جنس میکا یا از جنس بلور دوشکستی دیگری است و بعد از قطبش‌گر واقع شده است. تیغه جبران‌ساز می‌تواند در برخی انواع بیضی‌سنج بعد از نمونه قرار گیرد و در برخی انواع ساده‌تر آن وجود نداشته باشد. در برخی انواع بیضی‌سنج نیز تیغه جبران‌ساز ربع موج نیست و قابلیت تنظیم تأخیر فاز بین مؤلفه‌های قطبش را دارد. در بیشتر دستگاه‌ها، جبران‌ساز قابلیت دوران صفر تا 360° با دقت $\pm 0.1^\circ$ را دارد.

پ- میراکننده باریکه^۱

میراکننده یا مسدودکننده باریکه، ابزاری است که امکان حذف باریکه در خروجی قطبش‌گر را مهیا می‌کند.

۴-۳-۳ واحد تحلیل

شامل سه بخش کلی است:

الف- طبل و منشور تحلیل‌گر

تحلیل‌گر از یک بلور دوشکستی، مشابه منشور قطبش‌گر تشکیل شده است که قابلیت چرخش از صفر تا 360° با دقت $\pm 0.1^\circ$ را دارد. طبل اجازه ورود نور به تحلیل‌گر در ثوابت زمانی گسسته و مشخصی را می‌دهد.

ب- پالایه^۲

پالایه تداخلی نوارگذر باریک^۳ می‌تواند به منظور حذف تمام طول‌موج‌های دریافتی، غیر از طول‌موج مورد استفاده در آزمون، بعد از منشور تحلیل‌گر به کار رود.

پ- آشکارساز

از نوع فوتوالکترونیک در نوع بیضی‌سنج شدت غیرصفر و یا تکثیرگر فوتونی^۴ در نوع شدت صفر است که متناسب با شدت نور دریافتی، پاسخ الکتریکی ایجاد می‌کند و به منظور اندازه‌گیری میزان نور خروجی به کار می‌رود.

1- Beam attenuator

2- Filter

3- Narrow bandpass optical interference filter

4- Photomultiplier

۴-۳-۴ پایه و میز آزمون

پایه و میز آزمون باید به گونه‌ای باشد که قابلیت اندازه‌گیری زوایای برخورد و بازتاب نور تابشی در محدوده خطای $\pm 0,1^\circ$ را داشته باشد. در مرکز میز آزمون، نمونه بر روی پایه مناسبی برای اندازه‌گیری قرار داده می‌شود. پایه حداقل باید قابلیت حرکت عمودی برای تنظیم دقیق تابش نور به سطح نمونه را برای حصول بیشترین انطباق محوری داشته باشد.

۴-۳-۵ مجموعه پایش آزمون

متشکل از یک نمایشگر و یک میکروسکوپ برای پایش آزمون است.

۵ آماده‌سازی نمونه

۵-۱ مراحل آماده‌سازی نمونه

چون روش بیضی‌سنجی، آزمونی غیرمخرب محسوب می‌شود، تمام سطح نمونه می‌تواند مورد آزمون قرار گیرد. به دلیل اینکه ضخامت یا ضریب شکست و یا هردوی آنها می‌تواند در تمامی نقاط سطح یک لایه یکسان نباشد، باید روش نمونه‌برداری طوری باشد که چنین تغییراتی را نشان دهد. مراحل آماده‌سازی بسته به شرایط نمونه عبارتند از:

- شستشو با آب گرم؛
 - قرار دادن در حمام فراصوت^۱ با آب؛
 - خشک کردن نمونه؛
 - قرار دادن در حمام فراصوت با استون؛
 - دمش سطحی نمونه با هوای خشک، گاز آرگون یا نیتروژن؛
 - شستشوی نمونه در ایزوپروپیل الکل (IPA)^۲ (و یا محلول مناسب دیگر با توجه به نمونه).
- یادآوری - بسته به شرایط نمونه، در برخی از نمونه‌ها باید بلافاصله بعد از آماده‌سازی، اندازه‌گیری انجام شود.

۵-۲ خلوص مواد شیمیایی

خلوص مواد شیمیایی و گاز خنثای به کار رفته باید در رده آزمایشگاهی باشد.

1- Ultrasonic
2- Isopropyl alcohol

۶ اعتبارسنجی^۱

برای تصحیح عملکرد دستگاه بیضی‌سنج در اندازه‌گیری ضخامت و ضریب شکست مواد، بهتر است قبل از انجام هر آزمون و یا دست کم در فواصل زمانی مشخصی اعتبارسنجی انجام شود. اعتبارسنجی دستگاه بیضی‌سنج با اندازه‌گیری یک یا چند نمونه مرجع با مشخصات معلوم و تطبیق مقادیر نشان داده شده در دستگاه با مقدار استاندارد گزارش شده در گواهینامه ماده مرجع انجام می‌شود.

یکی از مواد مرجع استاندارد برای کالیبراسیون مقادیر Ψ و Δ بیضی‌سنج، SRM-2530 است. مشخصات این ماده مرجع در پیوست الف ذکر شده است.

به‌منظور تصحیح عملکرد دستگاه بیضی‌سنج در فرایند اعتبارسنجی به‌روش ارزیابی انطباق^۲، دستگاه باید قابلیت خودکالیبراسیون^۳ داشته باشد.

۷ روش انجام آزمون

۷-۱ فرایند آزمون

انجام فرایند آزمون شامل مراحل زیر می‌شود:

الف- لامپ دستگاه را روشن کنید. تا رسیدن به پایداری مناسب نور لامپ، صبر کنید.

ب- نرم‌افزار دستگاهی را روشن کنید.

پ- آزمون را در مرکز میز آزمون قرار دهید.

ت- انطباق محوری را اعمال کنید.

ث- آزمون را مطابق با دستورالعمل دستگاه انجام دهید.

ج- در زوایای گوناگون، اندازه‌گیری را انجام دهید.

چ- زمان کافی دهید تا منحنی‌های مقادیر Ψ و Δ تهیه شود.

یادآوری ۱- زمان کافی، دقت مناسب و بیشینه، محدوده روبش، زاویه مشخص و انطباق محوری باید لحاظ شود.

یادآوری ۲- بسته به نوع دستگاه، ممکن است ردیف‌های الف و ب جابه‌جا شوند.

ح- نتایج را با درنظر گرفتن موارد زیر تحلیل کنید:

- اعمال مدل مناسب؛

1- Validation

2- Conformity assessment validation

3- Self calibration

- برآزش^۱ داده‌ها روی منحنی به‌دست آمده از مدل انتخابی؛
- نیکویی برآزش^۲ (این کمیت، معیاری از برآزش مناسب داده‌های اندازه‌گیری شده روی منحنی حاصل از پیش‌بینی مدل ارائه شده است و می‌تواند به‌شکل‌های مختلفی تعریف شود. واریانس^۳ داده‌ها از مقدار پیش‌بینی منحنی، می‌تواند یکی از این معیارها باشد).

یادآوری- زاویه تابش، 70° پیشنهاد می‌شود. در برخی موارد، اندازه‌گیری در زوایای دیگر نیز امکان‌پذیر است.

۲-۷ محاسبات

۱-۲-۷ محاسبه Δ و Ψ

در بیضی‌سنج‌های مختلف شدت صفر و غیرصفر، شامل بیضی‌سنج‌های فوتومتریک، بیضی‌سنج‌های دارای تأخیرانداز ثابت و چرخان و نیز بیضی‌سنج‌هایی که میزان تأخیر فاز نسبی تأخیرانداز آن‌ها متغیر است، روش‌های مختلفی برای محاسبه مقادیر بیضی‌سنجی وجود دارد. مقادیر و میزان عدم قطعیت نتایج به‌دست آمده بسته به نوع دستگاه تعیین می‌شود.

۲-۲-۷ محاسبه ضریب شکست با استفاده از مقادیر بیضی‌سنجی

برای محاسبه ضریب شکست مختلط نمونه، ضریب شکست محیط، n_1 در نظر گرفته می‌شود (برای هوا $n_1 = 1$ است). برای زاویه تابش φ به سطح نمونه، مطابق شکل ۱ و با معلوم بودن مقادیر Ψ و Δ ، از رابطه زیر به‌دست می‌آید:

(۸)

$$n_2 = \frac{\sqrt{1 - 4 \sin^2 \varphi \tan \Psi e^{i\Delta} + 2 \tan \Psi e^{i\Delta} + \tan^2 \Psi e^{i\Delta}}}{\cos \varphi (1 + \tan \Psi e^{i\Delta})} n_1 \sin \varphi$$

۳-۲-۷ محاسبه ضخامت

با فرض شفاف بودن لایه نازک (با ضریب شکست حقیقی) ضریب بازتاب از لایه نازک به‌صورت تناوبی از تغییر فاز تغییر می‌کند و به‌دنبال آن پارامتر Δ نیز به‌صورت تناوبی تغییر می‌کند.

1- Fitting
2- Goodness of fit
3- Variance

ابتدا مقدار d_0 را از رابطه زیر به دست می آوریم:

(۹)

$$d_0 = \frac{i\lambda \ln X}{4\pi\sqrt{n_2^2 - (n_1 \sin \varphi)^2}}$$

که کمیت X به ضرایب فرنل در روابط ۲ و ۳ به صورت زیر ارتباط دارد:

(۱۰)

$$X = \frac{-(\tilde{\rho}E - B) \pm \sqrt{(\tilde{\rho}E - B)^2 - 4(\tilde{\rho}D - A)(\tilde{\rho}F - C)}}{2(\tilde{\rho}D - A)}$$

که در آن:

$\tilde{\rho}$ از رابطه ۴ به دست می آید. همچنین:

$$A = r_{12,p}r_{01,s}r_{12,s},$$

$$B = r_{01,p}r_{01,s}r_{12,s} + r_{12,p},$$

$$C = r_{01,p},$$

$$D = r_{01,p}r_{12,p}r_{12,s},$$

$$E = r_{01,p}r_{12,p}r_{01,s} + r_{12,s},$$

$$F = r_{01,s},$$

و در این روابط، $r_{vw,p}$ و $r_{vw,s}$ به ترتیب به ضرایب بازتاب برای موجهای s و p از محیط v به w دلالت دارد. رابطه اخیر دو جواب برای X می دهد که جوابی که مقدار مطلق آن یک باشد ($|X|=1$) جواب قابل قبول است. پس از محاسبه X ، ضخامت از رابطه زیر به دست می آید:

(۱۱)

$$d = d_0 + mD, \quad m = 0, 1, 2, \dots$$

که در این رابطه d_0 در رابطه ۹ تعریف شده است. همچنین کمیت D از رابطه زیر به دست می آید:

(۱۲)

$$D = \frac{\lambda}{2\sqrt{n_2^2 - (n_1 \sin \varphi)^2}}$$

که در آن:

λ طول موج نور؛

φ زاویه تابش؛

n_2 ضریب شکست لایه؛

n_1 ضریب شکست محیط (یا هوا) است.

اگر حدود ضخامت معلوم باشد، با انتخاب m مناسب ضخامت به دست می‌آید. اگر حدود مقدار ضخامت معلوم نباشد، تعیین مقدار ضخامت به روش زیر انجام می‌شود:

در این حالت بیضی‌سنجی باید به صورت طیفی با تفکیک‌پذیری قابل قبول که بتواند پیک‌های متوالی را در منحنی تغییرات Δ بر حسب طول موج از هم تفکیک کند انجام شود. برای این منظور برای دو طول موج λ_1 و λ_2 مربوط به دو پیک متوالی در این منحنی، مقادیر d_{01} و d_{02} و نیز D_1 و D_2 را به ترتیب از روابط ۹ و ۱۲ محاسبه کرده و در نهایت مقدار ضخامت را از رابطه زیر به دست می‌آوریم:

(۱۳)

$$d = d_{01} + \frac{D_1 + d_{01} - d_{02}}{D_2 - D_1} D_2$$

۸ دقت و خطای اندازه‌گیری نتایج آزمون

دقت اندازه‌گیری (درون آزمایشگاهی) ضخامت با آزمون بیضی‌سنجی (بر اساس روش استاندارد تعیین صحت و دقت مندرج در استاندارد ASTM E177 و با دقت زاویه برخورد 0.1°) در حدود 0.1 نانومتر تا 0.5 نانومتر تخمین زده شده است.

همچنین دقت اندازه‌گیری (درون آزمایشگاهی) ضریب شکست با بیضی‌سنجی نیز از 0.004 تا 0.001 برآورد شده است.

۹ گزارش آزمون

برای گزارش نتایج آزمون بیضی‌سنجی باید موارد زیر را لحاظ نمود؛ بر همین اساس روش استاندارد گزارش آزمون بیضی‌سنجی در پیوست ب ذکر شده است:

- نام و آدرس آزمایشگاه؛
- مدل و مشخصات دستگاه بیضی‌سنج؛
- تاریخ آخرین اعتبارسنجی به‌روش ارزیابی انطباق؛
- تاریخ اندازه‌گیری؛
- مشخصات نمونه؛
- مدل برازش؛
- ضخامت لایه نازک سطحی (t)؛
- ضریب شکست لایه نازک سطحی (n)؛
- ضریب جذب لایه نازک سطحی (k)؛
- گزارش خطای میانگین مربعات (MSE) ^۱ آزمون؛
- بازه طول موجی نور؛
- فاصله دو طول موج متوالی اندازه‌گیری شده؛
- زاویه برخورد؛
- نمودارهای ثابت‌های بیضی‌سنجی (Δ و Ψ)؛
- روش آماده‌سازی نمونه؛
- مشخصات نرم‌افزار مورد استفاده؛

پیوست الف
(آگاهی دهنده)

جداول لازم برای اعتبارسنجی به روش ارزیابی انطباق بیضی سنج با SRM 2530

جدول الف-۱- عوامل ایجاد خطا در اعتبارسنجی بیضی سنج

خطای تصادفی	خطای سیستمی	عامل ایجاد خطا	
-	۰/۰۱ نانومتر	عدم قطعیت طول موج	
-	۰/۰۰۱°	کالیبراسیون گونیومتر	عدم قطعیت در زاویه تابش
۰/۰۰۲°		انطباق محوری نمونه	
	۰/۰۰۲°	انطباق محوری جهت قطبش گر	
۰/۰۰۲°		انطباق محوری نمونه	عدم قطعیت در تحلیل گر
	۰/۰۰۱°	عدم قطعیت زاویه چرخش تحلیل گر	
	۰/۰۰۲°	انطباق محوری جهت تحلیل گر	
قابل اغماض		بیضی گونی قطبش گر	
قابل اغماض		غیرخطی بودن آشکارساز	

جدول الف-۲- عوامل ایجاد عدم قطعیت در اعتبارسنجی مقادیر Δ و Ψ

$\delta\Psi$	$\delta\Delta$	خطای تصادفی	خطای سیستمی	عامل ایجاد خطا
۰/۰۰۰	۰/۰۰۰	-	۰/۰۱°	عدم قطعیت طول موج
۰/۰۰۱°	۰/۰۰۸°	-	۰/۰۰۲°	عدم قطعیت زاویه برخورد
۰/۰۰۳°	-	-	۰/۰۰۳°	عدم قطعیت زاویه چرخش قطبش گر
۰/۰۳۵°	-	۰/۰۶۹°	-	عدم قطعیت در زاویه بازتاب
-	۰/۰۳۴°	۰/۰۳۴°	-	عدم قطعیت در زاویه شکست
۰/۰۳۹°	۰/۰۴۲°			مجموع

پیوست ب

(آگاهی دهنده)

فرم گزارش نتایج آزمون بیضی سنجی

به نام خدا

فرم گزارش نتایج آزمون بیضی سنجی

تاریخ دریافت نمونه: (/ /) تاریخ آزمون: (/ /)

مشخصات نمونه:

توضیحات	نیاز به آماده سازی		وضعیت			جنس	کد
	ندارد	دارد	توده	فیلم مستقل	پوشش		

اطلاعات اعتبارسنجی به روش ارزیابی انطباق (در صورت نیاز):

توضیحات	تاریخ آخرین اعتبارسنجی	نمونه مرجع مورد استفاده

شرایط دستگاه و آزمون:

توضیحات	روش برازش	نرم افزار مورد استفاده	بازه طول موجی نور دستگاه	مدل دستگاه

نتایج و عدم قطعیت آن‌ها:

MSE آزمون	زاویه تابش	فاصله دو طول موج اندازه گیری شده	ψ	Δ	ضخامت/عدم قطعیت (نانومتر)	ضریب جذب / عدم قطعیت	ضریب شکست/عدم قطعیت	کد

نام و آدرس آزمایشگاه:

نام و آدرس مشتری:

امضای مسئول انجام آزمون: