

УДК 535.5+535.36

Эллипсометрическое исследование закономерностей отражения на кристаллографических срезах кристаллов  $\text{LiNbO}_3$  / И.А.Водоватов, Е.К.Скалецкий, В.А.Марков, Ю.С.Музалевский // Научное приборостроение.- 1992.- Т.2.- N2.- С. 3-8.

Обнаружены новые закономерности отражения поляризованного света от некоторых кристаллографических срезов одноосных кристаллов методом двумерных угловых разверток эллипсометрических параметров  $\psi(\varphi, \omega)$  и  $\Delta(\varphi, \omega)$  в области квазибрюстеровских углов. Проведен метрологический анализ статистической надежности этих измерений. В качестве тест-объектов использовались изотропные кристаллы ниобата лития. Библ.- 4 назв. Ил.- 3.

---

# ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ И МЕТОДИЧЕСКИЕ ПРОБЛЕМЫ НАУЧНОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ

И. А. Водоватов, Е. К. Скалецкий, В. А. Марков, Ю. С. Музалевский  
(Институт аналитического приборостроения РАН, С.-Петербург)

## ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ОТРАЖЕНИЯ НА КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ СРЕЗАХ КРИСТАЛЛОВ $\text{LiNbO}_3$

Наиболее эффективным неразрушающим методом исследования оптических характеристик и контроля качества кристаллов, в том числе акустооптических, является метод лазерной эллипсометрии. В свою очередь, наиболее точными считаются неавтоматизированные нуль-эллипсометры.

Несмотря на известные достоинства эллипсометры как приборы, предназначенные для этих целей, до сих пор не могут быть отнесены к классу аналитических, поскольку не имеют достаточно надежного метрологического обеспечения [1]. Это связано, в основном, с такими проблемами, как сложность создания эталонов эллипсометрических углов; корректность и точность измерений эллипсометрических углов  $\Psi$  и  $\Delta$  нуль-методом; адекватность физических моделей реальным объектам при обращении основного уравнения эллипсометрии, т.е. при решении обратной задачи определения оптических параметров объекта по измеренным эллипсометрическим углам  $\Psi$  и  $\Delta$ .

Действительно, ни одна реальная поверхность не может точно соответствовать соотношению Друде—Эйри, т.е. демонстрировать свойства, характерные для идеальной отражающей поверхности. Кроме того, в нуль-эллипсометрах гашение отраженного светового пучка в скрещенных поляроидах контролируется на выходе измерителя интенсивности света с помощью нуль-индикатора по некоторому глобальному минимуму сигнала  $U(\varphi)$  среди всех возможных локальных минимумов ( $\varphi$  — угол падения). Уровень этого  $U_{\min}(\varphi)$  реально является сложной функцией различных инструментальных и методических факторов. Точность измерений полученных при этом эллипсометрических углов вблизи аномально высоких  $U_{\min}(\varphi)$ , существенно превышающих уровень фона, теряет свою метрологическую надежность и методологическую корректность. Особый вопрос составляет поведение разверток  $\Psi(\varphi)$  и  $\Delta(\varphi)$  вблизи брестеровских углов. Влияние же физических моделей отражающей поверхности на получаемые при решении обратных задач физические параметры кристаллов не требует дополнительной аргументации.

Предпринятые экспериментальные и теоретические попытки разобраться в этих проблемах привели к выводу, что последние в достаточной мере связаны между собой. Усилия, направленные на решение одной из проблем независимо от других, по-видимому, обречены на неудачу. Вместе с тем, полученные данные об особенностях поведения эллипсометрических углов  $\Psi$  и  $\Delta$  на

различных кристаллографических срезах могут представлять самостоятельный интерес. Ниже представлены результаты этих исследований для популярного в акустооптике одноосного кристалла ниобата лития.

Объектом исследования служил кубик из кристалла  $\text{LiNbO}_3$ , грани которого с точностью в несколько угловых минут ориентированы перпендикулярно кристаллографическим осям  $X$ ,  $Y$ ,  $Z$  и тщательно обработаны методом глубокой шлифовки — полировки. Перед началом каждой серии измерений эллипсометрических углов на любой грани кубика последняя протиралась чистой замшей.

В качестве метода исследования принят метод разверток эллипсометрических параметров по двум углам: традиционному в эллипсометрии углу падения  $\varphi$  и азимутальному углу  $\omega$ , характеризующему поворот образца вокруг нормали к исследуемой поверхности в точке падения [2]. Использовалась общепринятая методика определения эллипсометрических углов  $\Psi$  и  $\Delta$  на серийном неавтоматизированном лазерном эллипсометре ЛЭФ-3М [3].

Эллипсометр снабжен поворотным столиком для исследуемого образца, обеспечивающим азимутальное вращение кристалла и юстировку перпендикулярности исследуемой грани образца оси азимутального вращения в точке падения. Цена деления нониуса установки столика по азимуту  $2'$ . Цена деления лимбов Свиташова, установленных для измерения углов поворота поляризатора и анализатора, а также угла падения, составляет  $1'$ . В эллипсометре в качестве источника света применен гелиево-неоновый лазер ЛГ-78. Диаметр рабочего светового пучка  $0.5$  мм.

Детальный анализ возможных источников ошибок эллипсометров изложен в работе [4], однако во время настоящих исследований проведена специальная проверка точности измерений углов  $\Psi$  и  $\Delta$  на всех гранях рабочего кубика с целью исследования сходимости этих измерений как в разных точках граней, так и на протяжении всей работы с кубиком в течение пяти месяцев. Результаты этой проверки показали следующее.

Вариации более 10 измерений угла  $\Psi$  в одной точке на любой грани кубика вдали от брестеровских углов падения при доверительной вероятности  $p = 0.99$  дают  $\text{СКО} = 30''$ . Устойчивость этой оценки нарушается при измерениях в разных точках граней (при нелокальных измерениях), поскольку добавляется неустранимая систематическая погрешность локальных измерений.

Величина этой суммарной нелокальной погрешности одного измерения оценена по вариациям величины угла  $\Psi$  при сканировании по  $Z$ -грани, поскольку а priori при идеальной юстировке прибора и образца этих вариаций быть не должно. Экспериментально установлено, что средняя амплитуда этих вариаций не менее  $2'30''$ .

Специальная серия экспериментов посвящена анализу влияния на точность измерения угла  $\Psi$  неточности юстировки светового пучка в приемной ветви эллипсометра относительно полевой диафрагмы перед ФЭУ, определяемой несовпадением азимутальной оси вращения столика с нормалью к исследуемой грани. Оказалось, что эта разъюстировка в пределах смещения луча на 30 % его диаметра относительно центра диафрагмы приводит к изменению величины угла  $\Psi$  также на величину  $2'30''$ . Практически ошибки юстировки столика приводят к меньшим смещениям луча относительно диафрагмы.

Анализ погрешностей измерений угла  $\Psi$  показывает, что суммарная величина абсолютной погрешности одного измерения этого угла на любой грани при надлежащей юстировке прибора составляет не более  $3'$ . Эту оценку подтверждает также сходимость в пределах этой величины выборочных повторных измерений угла  $\Psi$  на любой грани кубика при установке разных углов

падения и азимутальных углов. Оценки погрешности измерения угла  $\Psi$  позволяют считать объективными и достоверными любые однократно измеренные в любой точке любой грани кубика вариации этого угла, превышающие  $10'$  и возникающие при изменениях угла падения или азимутального угла.

На рис. 1. приведены зависимости угла  $\Psi(\omega)$  для кристаллографических срезов X, Y, Z образца  $\text{LiNbO}_3$  от изменения азимутального угла в пределах одного оборота, измеренные для двух углов падения, больших и меньших брьюстеровских. Направления нулевых азимутов для каждого среза выбирались независимо, причем для X- и Y-среза они определялись экстремумами вариаций.

Нетрудно видеть, что характеры этих вариаций у X- и Y-среза подобны, в то время, как у Z-среза вариации практически не видны, как этого и следовало ожидать. Кроме того, вариации у X- и Y-срезов для до- и послебрюстеровских углов противофазны.

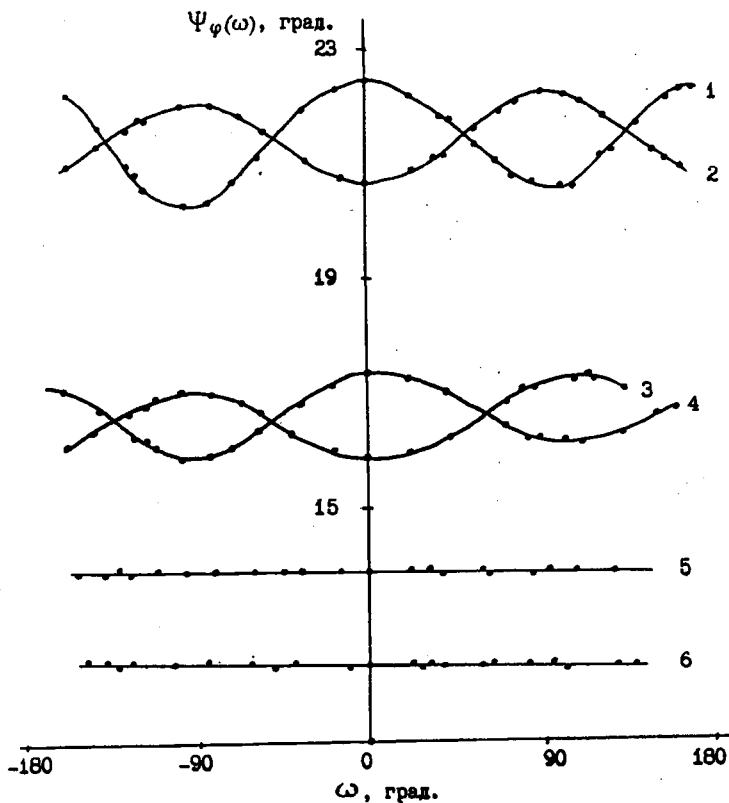


Рис. 1. Азимутальные вариации эллипсометрического угла для X-, Y- и Z-срезов кристалла  $\text{LiNbO}_3$  и разных углов падения: 1— $\varphi = 50^\circ$ ; 2— $\varphi = 80^\circ$ ; 3— $\varphi = 75^\circ$ ; 4— $\varphi = 55^\circ$ ; 5— $\varphi = 57^\circ$ ; 6— $\varphi = 73^\circ$ . Кривые 1, 2 получены для X-среза; 3, 4— для Y-среза; 5, 6— для Z-среза

Вблизи углов Брюстера характер этих вариаций, как видно из рис. 2, существенно изменяется. Размах их уменьшается, и их вид становится менее регулярным. Кроме того, обращает на себя внимание появление почти периодических компонент с периодом порядка  $60^\circ$  у  $Y$ -среза и с периодом порядка  $15^\circ$  у обоих срезов.

Наличие существенных вариаций угла  $\Psi(\omega)$  при азимутальной развертке у  $X$ - и  $Y$ -срезов ассоциируется с наличием анизотропии их оптических свойств. Если попытаться простым способом количественно оценить степень этой анизотропии, то можно ввести величину "размаха" измеренных вариаций угла  $\Psi$  при разных  $\omega$ :

$$\Phi(\varphi) = \Psi_{\max}(\omega) - \Psi_{\min}(\omega)$$

при фиксированном угле падения  $\varphi$ .

Поскольку, как это было показано ранее, фаза вариаций угла  $\Psi(\omega)$  меняется на  $\pi$  при переходе угла падения через угол Брюстера, целесообразно функции  $\Phi(\varphi)$  представить как знакопеременные. При этом положим, что  $\Phi(\varphi)$  больше нуля в области малых углов падения и меньше нуля в области больших углов падения, больших брюстеровского. Общий вид этой функции

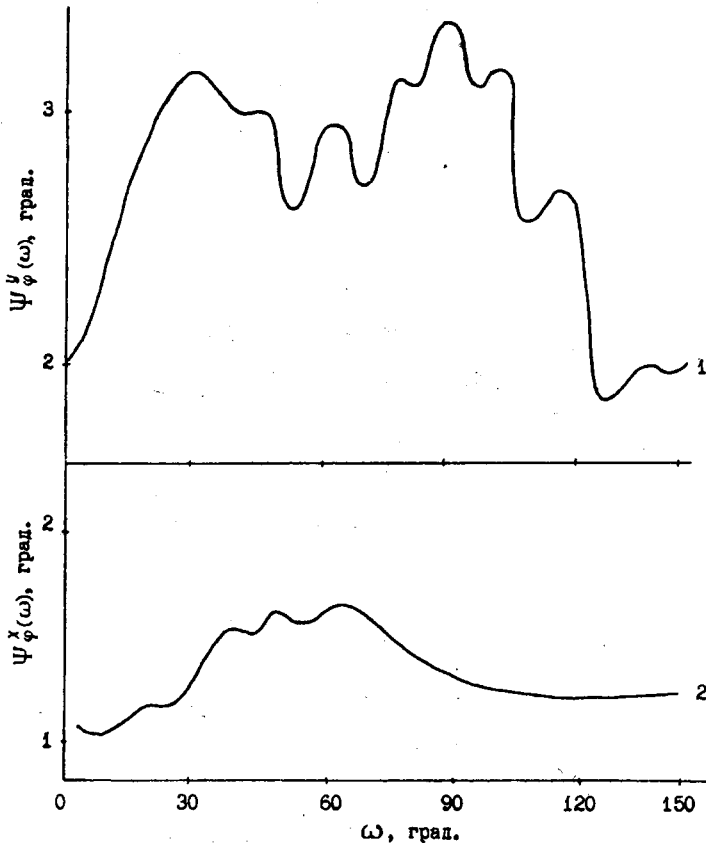


Рис. 2. Азимутальные вариации эллипсометрического угла для  $X$ - и  $Y$ -срезов кристалла  $\text{LiNbO}_3$  и околобрюстеровских углов падения: 1— $\varphi = 66^\circ 55'$ ; 2— $\varphi = 66^\circ 12'$

для нормальной зависимости угла  $\Psi$  от  $\varphi$  должен быть следующим:  $\Phi(\varphi)$  равна нулю при  $\varphi$ , равном 0 и  $90^\circ$ , а также в области брюстеровского угла при смене знака  $\Phi$ ; в добрюстеровской зоне наблюдается подъем величины  $\Phi$ , а в постбрюстеровской — отрицательный спад.

На рис. 3 приведена кривая  $\Phi(\varphi)$  для X-среза в окрестностях брюстеровского угла, форма которой типична для большинства материалов. Аналогичная зависимость для Y-среза имеет принципиально иной вид. Достоверность наличия множественных локальных максимумов и минимумов, как и отсутствие более высокочастотных компонент, тщательно проверена многократными измерениями в критических точках полученной кривой для разных зон всей поверхности Y-среза. В зонах, далеких от брюстеровской, кривая  $\Phi(\varphi)$  имеет типичный вид.

Результаты экспериментальных исследований позволяют сформулировать следующие выводы:

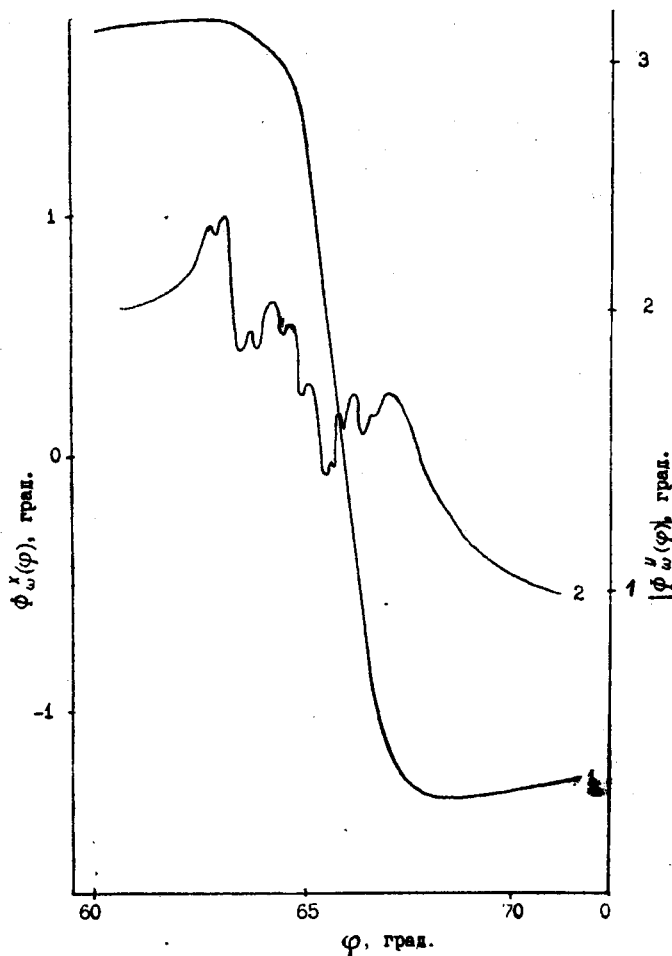


Рис. 3. Зависимость величины функции  $\Phi(\varphi)$  от угла падения для X- (1) и Y- (2) срезов кристалла  $\text{LiNbO}_3$

для кристалла ниобата лития найдены оптические характеристики, измеряемые с помощью эллипсометра, принципиально различающиеся для X-, Y-, Z-срезов и позволяющие идентифицировать эти грани;

наблюдаемая тонкая структура кривых  $\Psi(\omega)$  и  $\Phi(\varphi)$  для Y-среза может дать новую информацию о физических свойствах этой поверхности и структуре самого кристалла ниобата лития;

приведенная методика анализа погрешностей эллипсометра позволяет по-новому планировать исследование кристаллов на приборе типа эллипсометра ЛЭФ-3М.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Пилипенко Д. Д. Метрологическая аттестация нуль-эллипсометров. В сб.: Эллипсометрия: теория, методы, приложения. - Новосибирск: Наука, СО., 1987.- С. 76-79.
2. Tronin A.V., Konstantinova A. F. Ellipsometric study of the optical anisotropy of lead arachidate Langmuir films. "Thin Solid Films".- 1989.- V. 177.- P. 305-314.
3. Основы эллипсометрии. Ред. Ржанов А.В. - Новосибирск: Наука, СО., 1979. - 470 с.
4. Аззам Р., Башара Н. Эллипсометрия и поляризованный свет. - М.: Мир.- 1981.- 583 с.

Рукопись поступила 13.07.92