

Государственный первичный эталон единиц эллипсометрических углов ГЭТ 186-2017

Г. Н. Вишняков, Г. Г. Левин, В. Л. Минаев

Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений,
Москва, Российская Федерация, e-mail: vish@vniiofi.ru,
levin@vniiofi.ru, minaev@vniiofi.ru

Описаны состав, принцип работы и основные метрологические характеристики Государственного первичного эталона единиц эллипсометрических углов ГЭТ 186-2017, обеспечивающего измерение двумерного пространственного распределения эллипсометрических углов. В состав ГЭТ 186-2017 включены спектральный эллипсометр, оснащённый двухкоординатным столом для измерений на сетке 10×10 точек, и интерференционный профилометр, с помощью которого измеряется двумерная карта отклонений от 90° нормалей к поверхности объекта. В точках сканирования, где отклонение нормали превышает $0,01^\circ$, измерения не производятся. Измерение двумерного пространственного распределения эллипсометрических углов позволяет восстанавливать пространственные распределения толщины и комплексного показателя преломления покрытий по площади исследуемого изделия. ГЭТ 186-2017 обеспечивает единство измерений в приоритетных направлениях науки и техники, таких как микроэлектроника, оптика, приборостроение.

Основными потребителями ГЭТ 186-2017 являются организации, занимающиеся разработкой новых изделий микроэлектроники, солнечных батарей, оптики, в частности лазерных гироскопов. В состав таких изделий входят нанесённые на подложки упорядоченные многослойные структуры, толщину которых контролируют с помощью различных типов эллипсометров, в том числе эллипсометров изображений.

Ключевые слова: талон, поверочная схема, эллипсометрия, эллипсометрические углы дельта Δ и пси ψ , эллипсометр изображений.

Введение. История возникновения метода оптической эллипсометрии восходит к работам Друде, Малюса, Брюстера, Релея и других основоположников физической оптики XIX в. В их работах описано применение отражения поляризованного света в основном для измерения оптических констант металлов. Вплоть до середины прошлого столетия метод оставался мало востребованным. Толчок в развитии эллипсометрии был связан с потребностями развивающейся полупроводниковой микроэлектроники: необходимо было разработать простой, доступный и надёжный метод прецизионного контроля толщины диэлектрических слоев полупроводниковых структур. Эллипсометрия удовлетворяла этому требованию. Оказалось, что возможности, заложенные в физических принципах метода, гораздо шире и позволяют не только измерять толщины слоёв, но и характеризовать их физико-химические свойства, а также исследовать достаточно тонкие процессы на поверхности. Метод развивался в нескольких взаимосвязанных направлениях. Прежде всего, это разработка аппаратного обеспечения метода: создание эллипсометров широкого спектрального диапазона, быстродействующих эллипсометров пространственно-временного разрешения, а также приборов с узкофункциональными возможностями. Параллельно развивались методические основы, велась разработка моделей

для интерпретации эллипсометрических измерений, создавались алгоритмы и методы численного решения эллипсометрических задач. Это, в свою очередь, привело к распространению метода эллипсометрии из микроэлектроники в другие области знаний: физику твёрдого тела, физику поверхности, материаловедение, технологию оптических покрытий, химию полимеров и электрохимию, биологию, медицину и др. Существующие на сегодняшний день модели эллипсометрической аппаратуры (эллипсометры) позволяют рассчитать коэффициенты отражения многослойных и неоднородных по толщине структур, гетерогенных слоёв, состоящих из смеси нескольких компонентов, описать отражение от шероховатых поверхностей и островковых плёнок. В результате такого комплексного подхода удаётся проводить неразрушающий оперативный контроль достаточно сложных микро- и наноструктур [1–5].

В эллипсометрии измеряемыми параметрами являются эллипсометрические углы (ЭУ) дельта Δ и пси ψ . Из основного уравнения эллипсометрии [6, 7] следует, что угол дельта Δ – разность фаз между двумя ортогональными составляющими вектора напряжённости электрического поля световой волны (p - и s -компонентами), отражённой или прошедшей через исследуемый объект. Отношение амплитуд p - и s -компонент вектора напряжённости электрического поля световой волны

даёт информацию о втором ЭУ ψ . Зная ЭУ, по специальным моделям и программам можно вычислить толщину и комплексный показатель преломления плёнок.

Таким образом, основные задачи эллипсометрического метода заключаются в высокоточном измерении эллипсометрических углов, а также в создании правильной модели исследуемой структуры с целью определения толщины слоёв, из которых состоит исследуемый объект, и их комплексного показателя преломления.

В Российской Федерации основным разработчиком эллипсометров является лаборатория эллипсометрии полупроводниковых материалов и структур Института физики полупроводников СО РАН (г. Новосибирск), которая выпустила широко известные в стране лазерные эллипсометры ЛЭФ-2 и ЛЭФ-3. Разработанный этим же институтом спектральный эллипсометр «Эллипс-1991» входит в состав Государственного первичного эталона единиц эллипсометрических углов ГЭТ 186-2017.

За рубежом производством эллипсометров занимаются несколько крупных компаний, таких как SENTECH Instruments, Nanofilm, Gaertner, J.A.Woollam Co., Jobin Yvon и др. Они производят эллипсометрическую аппаратуру для научных исследований и специализированные эллипсометры для контроля производственных циклов. Многие из этих фирм поставляют в Российскую Федерацию эллипсометрическую аппаратуру, однако не все приборы проходят государственные испытания с целью утверждения типа средства измерений. В настоящее время в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений внесено 11 типов эллипсометрических приборов.

Для обеспечения единства измерений в области эллипсометрии в 2010 г. во ВНИИОФИ введён в действие Государственный первичный эталон единиц эллипсометрических углов ГЭТ 186-2010, а затем разработан ГОСТ 8.605-2011 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений

эллипсометрических углов». С помощью ГЭТ 186-2010 можно было обеспечить единство измерений ЭУ лишь в одной точке.

Необходимость модернизации ГЭТ 186-2010 возникла в связи с возрастающей потребностью в измерениях не просто ЭУ, а их пространственного распределения $\Delta(x, y)$, $\psi(x, y)$, что является актуальной задачей. По пространственному распределению $\Delta(x, y)$, $\psi(x, y)$ и модели исследуемого изделия можно восстановить пространственные распределения толщины и комплексного показателя преломления покрытий. Пространственное распределение ЭУ, отображённое в виде двумерной карты полутонов или цветов, можно рассматривать как изображение. Поэтому новый класс эллипсометров, специально предназначенных для измерения пространственного распределения ЭУ, получил название эллипсометров изображений. К ним относится, например, эллипсометр Imaging Ellipsometer nanofilm_er4 фирмы Accurion GmbH (Германия).

Области применения эллипсометров изображений приведены в обзорной статье [8]. Отдельно надо отметить работу [9], в которой описано применение эллипсометра изображений для изучения популярного в настоящее время графена на металлической подложке. В [10] приведена методика калибровки эллипсометра изображений, а в [11] предложено совместить эллипсометр изображений с микроскопом на эффекте плазмонного резонанса.

В настоящее время классические эллипсометры также оснащаются двухкоординатными предметными столами и микронасадками для обеспечения возможности сканирования изделия относительно падающего луча и измерения пространственного распределения ЭУ. К ним относится, например, эллипсометр RC2 фирмы J.A.Woollam Co., Inc. (США).

В результате проведённых работ по совершенствованию ГЭТ 186-2010 утверждён Государственный первичный эталон единиц эллипсометрических углов ГЭТ 186-2017, предназначенный для воспроизведения, хранения и передачи единиц

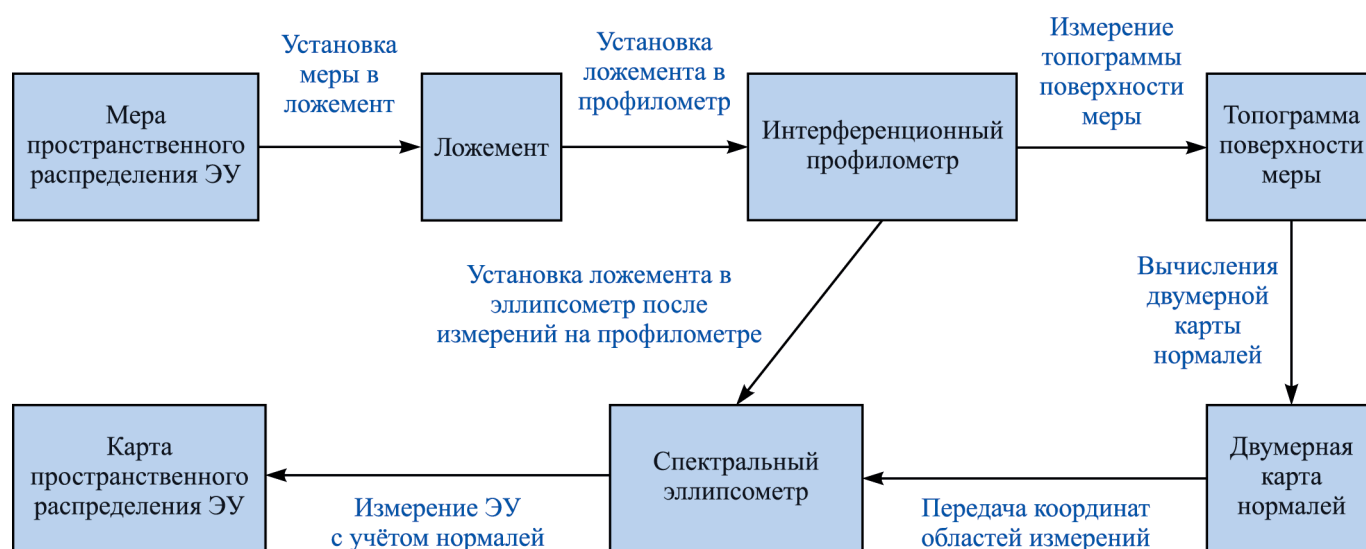


Рис. 1. Последовательность операций при создании карты пространственного распределения эллипсометрических углов (ЭУ)

Fig. 1. Sequence of operations for creating a map of spatial distribution of ellipsometric angles (EA)

пространственного распределения ЭУ дельта $\Delta(x, y)$ и пси $\psi(x, y)$ в декартовой системе координат (x, y) .

Состав ГЭТ 186-2017. Для измерения пространственного распределения ЭУ в состав ГЭТ 186-2017 введена эталонная установка на базе отечественного «Спектрального эллипсометрического комплекса «Эллипс-1991» с двухкоординатной системой позиционирования меры. Материальными носителями пространственного распределения единиц ЭУ дельта $\Delta(x, y)$ и пси $\psi(x, y)$ служат меры в виде кремниевых пластинок с прозрачной плёнкой из двуокиси кремния различной толщины.

Двухкоординатная система позиционирования эталонной меры состоит из двух соединённых под углом 90° моторизованных линейных трансляторов модели 8MT30–50–ME1 фирмы Standa. Область сканирования (размер поля зрения) составляет 30×30 мм². Так как размер светового пятна на объекте в эллипсометре достаточно большой (около 3 мм вдоль большей оси), то шаг сканирования выбран 3 мм, а сетка сканирования составлена из 10×10 точек.

Систему позиционирования калибровали с помощью лазерной измерительной системы XL–80 фирмы Renishaw plc (Госреестр СИ № 35362-13). Предел допускаемой абсолютной погрешности измерений координат (x, y) при воспроизведении единиц пространственного распределения ЭУ дельта $\Delta(x, y)$ и пси $\psi(x, y)$ составил 100 мкм.

Для высокоточного воспроизведения ЭУ по пространству необходимо учитывать угловое положение нормали к поверхности меры ЭУ. Это связано с тем, что для расчёта ЭУ необходимо знать угол падения излучения на измеряемый объект. Обычно этот угол выбирают близким по значению к углу Брюстера для двуокиси кремния. Для большинства эллипсометров угол падения равен 70° , погрешность установки которого не должна превышать $0,01^\circ$. Поэтому если отклонение нормали к объекту в точке сканирования превышает это значение, то увеличивается погрешность измерений ЭУ. Следовательно, в таких точках или нельзя проводить измерения, или надо юстировать рабочий стол эллипсометра по углу до тех пор, пока отклонение вектора нормали от вертикального положения в данной точке сканирования станет меньше $0,01^\circ$.

Угловое положение нормали определяется градиентом профиля поверхности (топограммы) меры в измеряемой точке. Для измерения топограммы поверхности и дальнейшего определения угла отклонения нормали от вертикального положения в состав ГЭТ 186-2017 введён автоматизированный интерференционный профилометр ПИК-30, разработанный во ВНИИОФИ [12].

Меры ЭУ закрепляют в специальном ложементе с координатной привязкой, в нижнюю поверхность которого вмонтированы три закалённых стальных шарика. Этот ложемент устанавливается в три паза предметного столика профилометра. Аналогичные пазы сделаны также в столике двухкоординатной системы позиционирования меры эллипсометра.

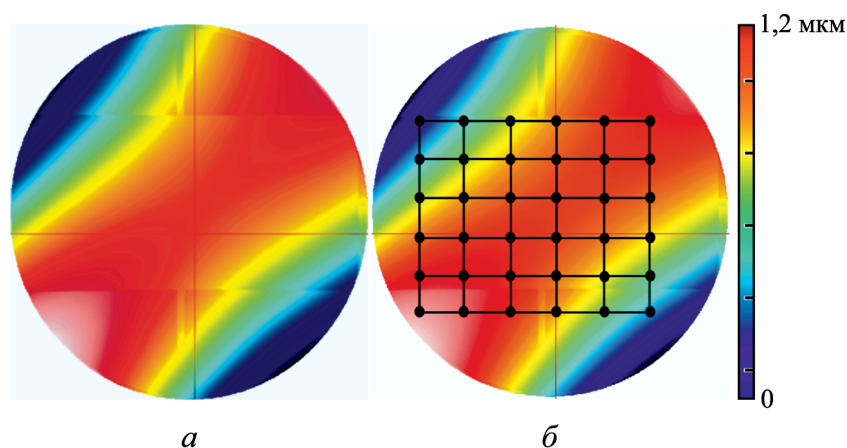


Рис. 2. Топограмма поверхности меры пространственного распределения эллипсометрических углов $\Delta(x, y)$ и $\psi(x, y)$ (а) и расположение на ней точек определения углов нормалей (б). Цветом обозначена различная высота в диапазоне 0–1,2 мкм. Поле зрения 25×25 мм

Fig. 2. The surface of the standard of the spatial distribution of ellipsometric angles $\Delta(x, y)$ and $\psi(x, y)$ (a) and the points for determining the angles of the surface normals (b). The color indicates different heights in the range of 0–1.2 μm . Field of view 25×25 mm

Таблица 1

Значение отклонений, $^\circ$, углов нормалей от 90°

y, мм	x, мм					
	–7,5	–4,5	–1,5	1,5	4,5	7,5
–7,5	0,0308	0,0173	0,0144	0,0111	0,0084	0,0230
–4,5	0,0158	0,0127	0,0100	0,0067	0,0052	0,0045
–1,5	0,0126	0,0092	0,0063	0,0032	0,0052	0,0071
1,5	0,0120	0,0058	0,0028	0,0021	0,0073	0,0138
4,5	0,0076	0,0029	0,0013	0,0046	0,0100	0,0128
7,5	0,0058	0,0017	0,0039	0,0077	0,0120	0,0152

Таблица 2

Пространственное распределение ЭУ пси $\psi(x, y)$, $^\circ$

y, мм	x, мм					
	–7,5	–4,5	–1,5	1,5	4,5	7,5
–7,5	x	x	x	x	7,963 0,001	x
–4,5	x	x	x	29,075 0,001	29,031 0,001	27,166 0,001
–1,5	x	29,249 0,001	29,274 0,001	29,284 0,001	29,278 0,001	27,395 0,001
1,5	x	29,125 0,001	29,149 0,001	29,178; 0,002	29,188 0,001	x
4,5	27,746 0,001	28,038 0,001	28,286 0,002	28,365 0,002	28,433 0,001	x
7,5	10,216 0,001	10,002 0,001	9,911 0,001	10,173 0,001	x	x

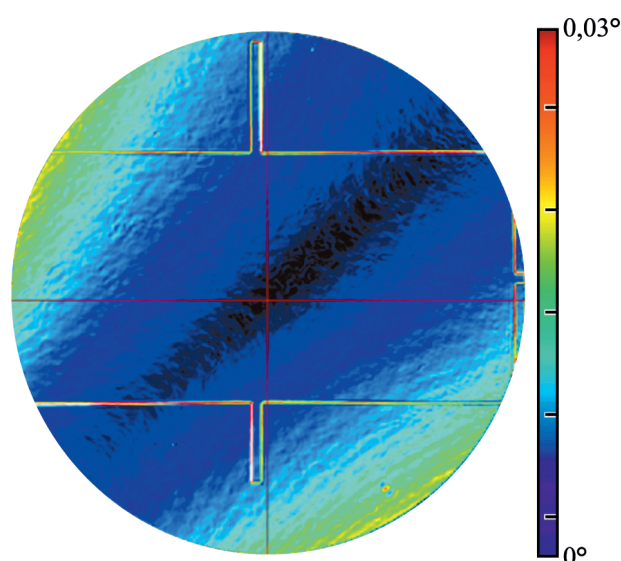


Рис. 3. Двумерная карта отклонений нормалей к поверхности меры от 90°. Цветом обозначены углы отклонения в диапазоне 0–0,03°. Поле зрения 25×25 мм

Fig. 3. 2D-map of deviations of surface normals from 90°. The color indicates the angles of deviation in the range of 0–0.03°. Field of view 25×25 mm

Таблица 3

Пространственное распределение ЭУ дельта $\Delta(x, y)$, °

y, мм	x, мм					
	–7,5	–4,5	–1,5	1,5	4,5	7,5
–7,5	x	x	x	x	172,109 0,007	x
–4,5	x	x	x	275,625 0,002	275,662 0,002	274,240 0,002
–1,5	x	275,621 0,003	275,659 0,003	275,672 0,002	275,677 0,003	274,273 0,003
1,5	x	275,491 0,002	275,514 0,002	275,547 0,002	275,569 0,003	x
4,5	272,169 0,003	272,746 0,002	273,386 0,010	273,576 0,002	273,794 0,002	x
7,5	178,531 0,005	186,586 0,006	192,881 0,009	190,582 0,004	x	x

Такая конструкция ложемента и столиков позволяет осуществлять точную координатную привязку при переносе меры с профилометра на эллипсометр.

Результаты экспериментальных исследований. Последовательность операций для получения карты пространственного распределения ЭУ изображена на рис. 1.

После установки меры в специальный ложемент с помощью интерференционного профилометра измеряется топограмма её поверхности, которая приведена на рис. 2, а. Эта программа реализует метод фазовых шагов для расшифровки интерферограмм [13].

Рабочая зона меры представляет собой прямоугольник, который виден на топограмме и профиле её поверхности вдоль вертикальной прямой (см. рис. 2, а). По измеренным данным о геометрии поверхности расчётным способом формируется карта отклонений нормалей от 90°, приведённая на рис. 3 в виде псевдоцветного изображения. Чёрным цветом показаны области, в которых отклонение близко к нулю. Также видны края рабочей зоны меры.

При визуализации количество точек было сокращено до 36 (см. рис. 2, б) и табл. 1, где голубым цветом показаны точки, в которых отклонение нормалей превышало 0,01°. В этих точках ЭУ не измеряли. В остальных точках были измерены ЭУ пси и дельта, результаты измерения приведены в табл. 2, 3. В точках вне рабочей зоны меры значения сильно отличаются от номинальных.

В ходе исследований подтверждены технические и метрологические характеристики ГЭТ 186-2017.

Метрологические характеристики ГЭТ 186-2017

Пространственный диапазон измерения эллипсометрических параметров (диаметр поля зрения).....	30 мм
Диапазон измерений топограммы	
высот профиля поверхности.....	0,006–20,000 мкм
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения топограммы высот профиля поверхности.....	0,006 мкм
Погрешность задания координаты.....	100 мкм
Диапазон значений ЭУ:	
дельта Δ	0–360°
пси ψ	0–90°
Расширенная неопределённость воспроизведения единиц ЭУ ($k=2$, $P=0,95$):	
дельта $\Delta U_p(\Delta)$	0,08°
пси $U_p(\psi)$	0,06°

Заключение. Введение в действие ГЭТ 186-2017 позволило на более высоком метрологическом уровне обеспечить решение задач тонкоплёночных технологий. Так, в частности, контроль толщины покрытий кремниевых пластин при создании изделий микроэлектроники позволил уменьшить процент брака микросхем и микропроцессоров. Измерение параметров многослойных покрытий зеркал для лазерных гироскопов с высоким коэффициентом отражения ведёт к повышению точности навигационных измерений летательных аппаратов.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП высокоточных измерительных технологий в области фотоники (skr.vniiofi.ru), созданного на базе ФГУП «ВНИИОФИ» и поддержанного Минобрнауки России в рамках выполнения соглашения № 05.595.21.0005 (уникальный идентификатор RFMEFI59519X0005).

Список литературы

1. Ohlídal I., Vohánka J., Buršíková V., Franta D., and Čermák M., *Opt. Express*, 2020, vol. 28, no. 1, pp. 160–174. <https://doi.org/10.1364/OE.28.000160>
2. Nazarov A., Ney M., and Abdulhalim I., *Opt. Express*, 2020, vol. 28, no. 7, pp. 9288–9309. <https://doi.org/10.1364/OE.28.009288>

3. Dembele V., Jin M., Choi I., Chegal W., and Kim D., *Opt. Express*, 2018, vol. 26, no 2, pp. 1333–1341. <https://doi.org/10.1364/OE.26.001333>
4. Азам Р., Башара Н. Эллипсометрия и поляризованный свет. Пер. с англ. М.: Мир, 1981. 584 с.
5. Ржанов А. В., Свиташев К. К., Семенов А. И., Семенов Л. В., Соколов В. К. Основы эллипсометрии. Н.: Наука, 1978. 424 с.
6. Nestler P., Helm C. A., *Opt. Express*, 2017, vol. 25, no. 22, pp. 27077–27085. <https://doi.org/10.1364/OE.25.027077>
7. Yun Y. H., Joo K.-N., *Opt. Express*, 2018, vol. 26, no. 26, pp. 34396–34411. <https://doi.org/10.1364/OE.26.034396>
8. Asinowski L., Beaglehole D., Clarkson M. T., *Physica status solidi (a)*, 2008, vol. 205, no. 4, pp. 764–771. <https://doi.org/10.1002/pssa.200777855>
9. Li G., Gu L., Hu J., Zhu L., Zeng A., and Huang H., *Chin. Opt. Lett.*, 2019, vol. 17, no. 1, pp. 011201.
10. Jin L., Iizuka Y., Iwao T., Kondoh E., Uehara M., and Geloz B., *Appl. Opt.*, 2019, vol. 58, no. 33, pp. 9224–9229. <https://doi.org/10.1364/AO.58.009224>
11. Shan Y., Hu G., Gu L., He H., Zeng A., Zhao Y., and Sytchkova A., *Appl. Opt.*, 2017, vol. 56, no. 28, pp. 7898–7904. <https://doi.org/10.1364/AO.56.007898>
12. Вишняков Г. Н., Левин Г. Г., Минаев В. Л., Целмина И. Ю. Интерферометр фазового сдвига для контроля плоских и сферических оптических деталей // Оптический журнал. 2013. Т. 80. № 5. С. 76–82.
13. Vishnyakov G., Levin G., Minaev V., Nekrasov N., *Appl. Opt.*, 2015, vol. 54, no 15, pp. 4797–4804. <https://doi.org/10.1364/AO.54.004797>

References

1. Ohlídal I., Vohánka J., Buršíková V., Franta D., and Čermák M., *Opt. Express*, 2020, vol. 28, no. 1, pp. 160–174. <https://doi.org/10.1364/OE.28.000160>

2. Nazarov A., Ney M, and Abdulhalim I., *Opt. Express*, 2020, vol. 28, no. 7, pp. 9288–9309. <https://doi.org/10.1364/OE.28.009288>
3. Dembele V., Jin M., Choi I., Chegal W., and Kim D., *Opt. Express*, 2018, vol. 26, no 2, pp. 1333–1341. <https://doi.org/10.1364/OE.26.001333>
4. R. M. A. Azzam and N. M. Bashara, *Ellipsometry and Polarized Light*, North-Holland, New York, 1979.
5. Rjanov A.V., Svitashov K. K., Semenenko A. I., Semenenko L. V., Sokolov V. K., *Osnovy ellipsometrii*, Novosibirsk, Nauka Publ., 1978. 424 p. (in Russian).
6. Nestler P., Helm C. A., *Opt. Express*, 2017, vol. 25, no. 22, pp. 27077–27085. <https://doi.org/10.1364/OE.25.027077>
7. Yun Y. H., Joo K.-N., *Opt. Express*, 2018, vol. 26, no. 26, pp. 34396–34411. <https://doi.org/10.1364/OE.26.034396>
8. Asinowski L., Beaglehole D., Clarkson M. T., *Physica status solidi (a)*, 2008, vol. 205, no. 4, pp. 764–771. <https://doi.org/10.1002/pssa.200777855>
9. Li G., Gu L., Hu J., Zhu L., Zeng A., and Huang H., *Chin. Opt. Lett.*, 2019, vol. 17, no. 1, pp. 011201.
10. Jin L., Iizuka Y., Iwao T., Kondoh E., Uehara M., and Geloz B., *Appl. Opt.*, 2019, vol. 58, no. 33, pp. 9224–9229. <https://doi.org/10.1364/AO.58.009224>
11. Shan Y., Hu G., Gu L., He H., Zeng A., Zhao Y., and Sytchkova A., *Appl. Opt.*, 2017, vol. 56, no. 28, pp. 7898–7904. <https://doi.org/10.1364/AO.56.007898>
12. Vishnyakov G. N., Levin G. G., Minaev V. L., and Tselmina I. Y., *J. Opt. Technol.*, 2013, vol. 80, no 5, pp. 316–320. <https://doi.org/10.1364/JOT.80.000316>
13. Vishnyakov G., Levin G., Minaev V., Nekrasov N., *Appl. Opt.*, 2015, vol. 54, no 15, pp. 4797–4804. <https://doi.org/10.1364/AO.54.004797>

Дата поступления: 24.04.2020.

Дата принятия: 07.05.2020.

State primary standard of ellipsometric angles GET 186-2017

Gennady N. Vishnyakov, Gennady G. Levin, Vladimir L. Minaev

All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements, Moscow, Russia,
e-mail: vish@vniiofi.ru, levin@vniiofi.ru, minaev@vniiofi.ru

Paper describes the structure, principle of work and metrological characteristics of the State primary standard of ellipsometric angles units GET 186-2017, which provides measurement of the two-dimensional spatial distribution of ellipsometric angles. The GET 186-2017 includes a spectral ellipsometer equipped with a two-coordinate table for measurements on a grid of 10×10 points, and an interference profilometer which measures a two-dimensional map of deviations from 90° normal to the surface of the object. At scan points where the normal deviation exceeds 0.01° there are no measurements. Measurement of the two-dimensional spatial distribution of ellipsometric angles allows restoring the spatial distribution of the thickness and complex refractive index of coatings over the area. GET 186-2017 ensures the uniformity of measurements in priority areas of science and technology, such as microelectronics, optics, instrument making.

The main consumers of GET 186-2017 are organizations involved in the development of new products of microelectronics, solar cells, optics, in particular laser gyroscopes. Such products includes ordered multilayer structures deposited on substrates, which are controlled using various types of ellipsometers, including image ellipsometers.

Key words: the standard, the verification schedule, ellipsometry, ellipsometric angles ψ and Δ , imaging ellipsometer.