



INSTITUTO
TECNOLÓGICO
DE AERONÁUTICA



www.lpp.ita.br

www.ita.br



Óptica de Filmes Finos

Análise Prática por Elipsometria Espectroscópica

Douglas M G Leite

leite@ita.br

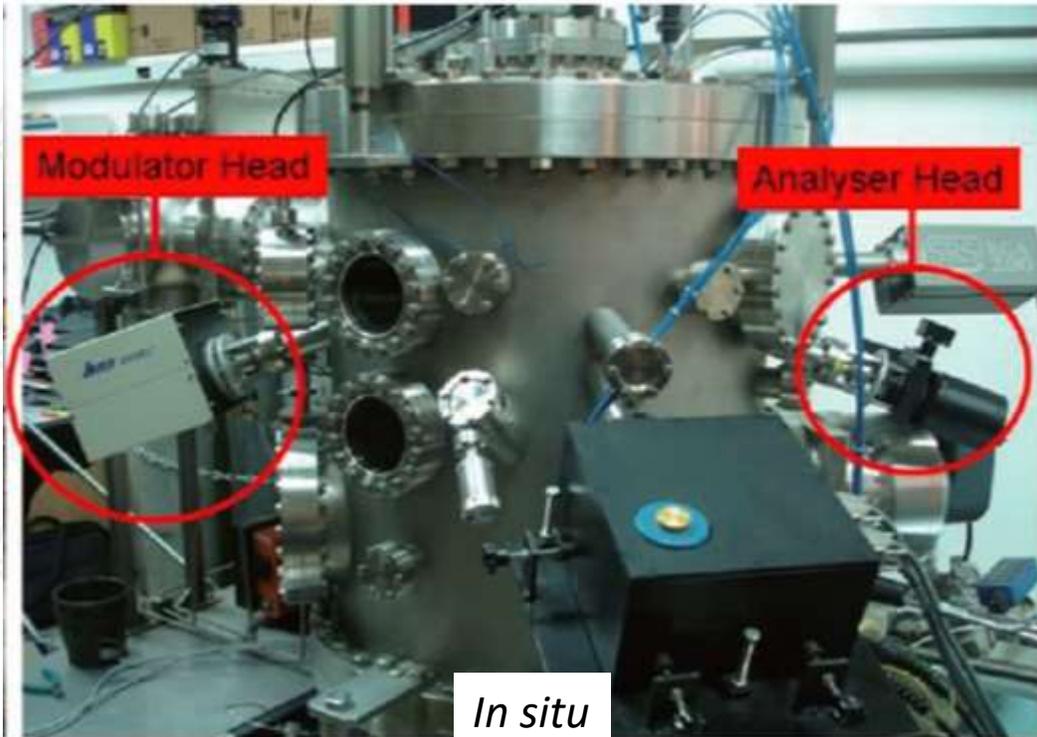
André L J Pereira

andreljp@ita.br

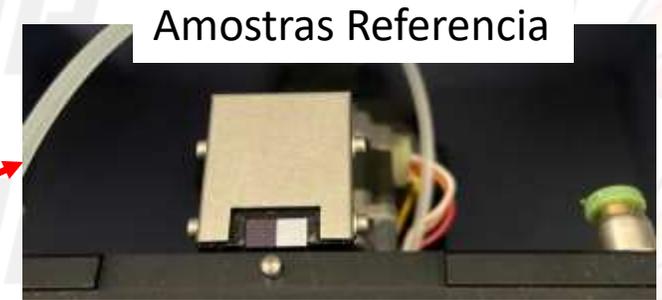
Sumário do Curso

- Realização das Medidas
- Construindo e Aplicando Modelos Matemáticos
- Obtenção das Grandezas Ópticas
- Casos e Exemplos

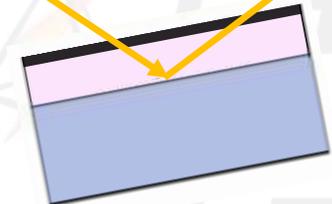
Realização das Medidas



Realização das Medidas



Alinhamento da Amostra



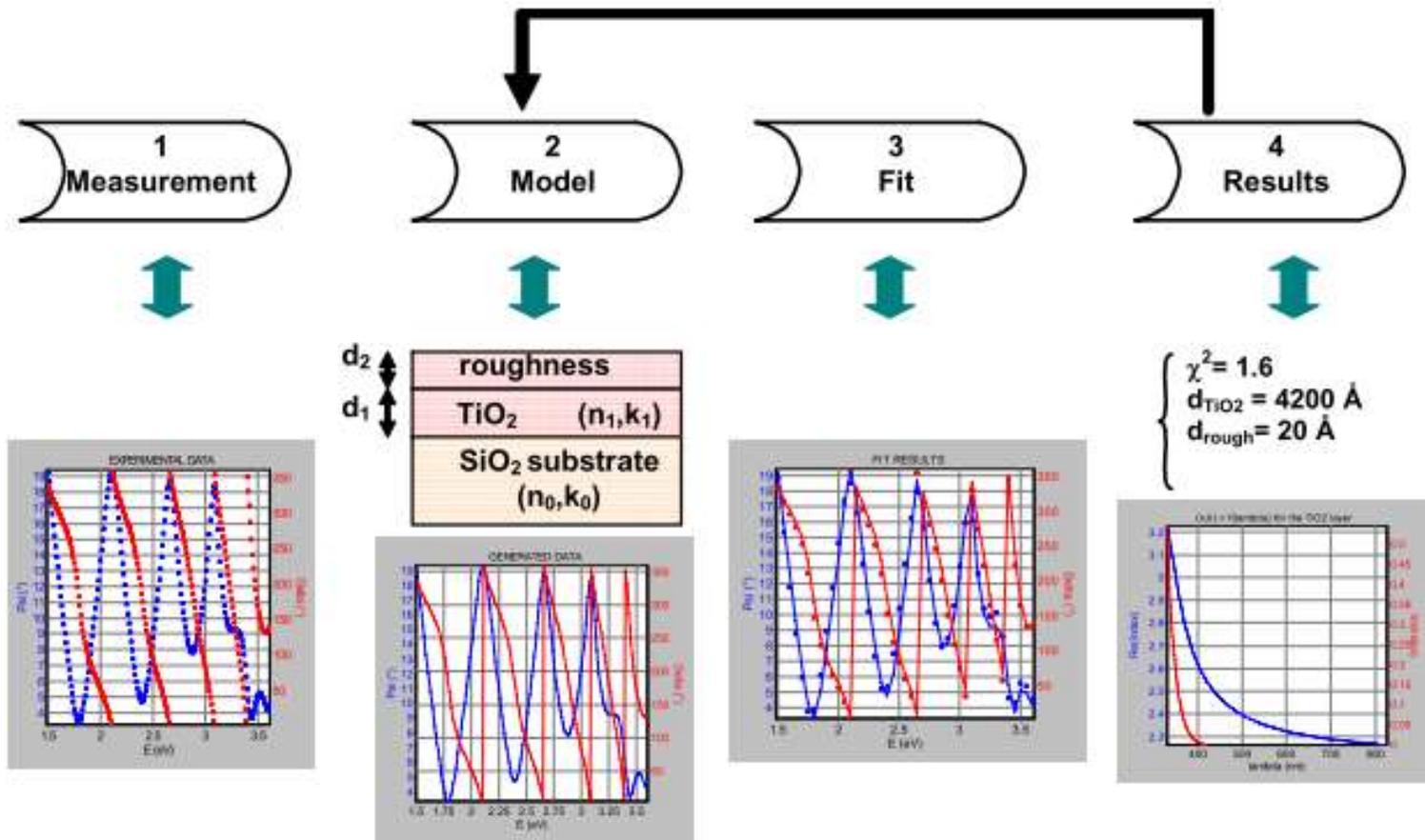
O Efeito do Ângulo de Incidência (AOI)

- Ângulo de Brewster
- Múltiplas curvas para um mesmo fit (isotrópico)
- Ângulos ótimos para cada sistema:

Samples	Combinations
Thin films on Si	65°, 70°, 75°
Thick films on Si	60°, 70°, 75° or 55°, 65°, 75°
Other films on glass	55°, 65°, 75°
Films on metals	70°, 80°
Anisotropic and graded films	55°, 65°, 75° or 45°, 60°, 75°

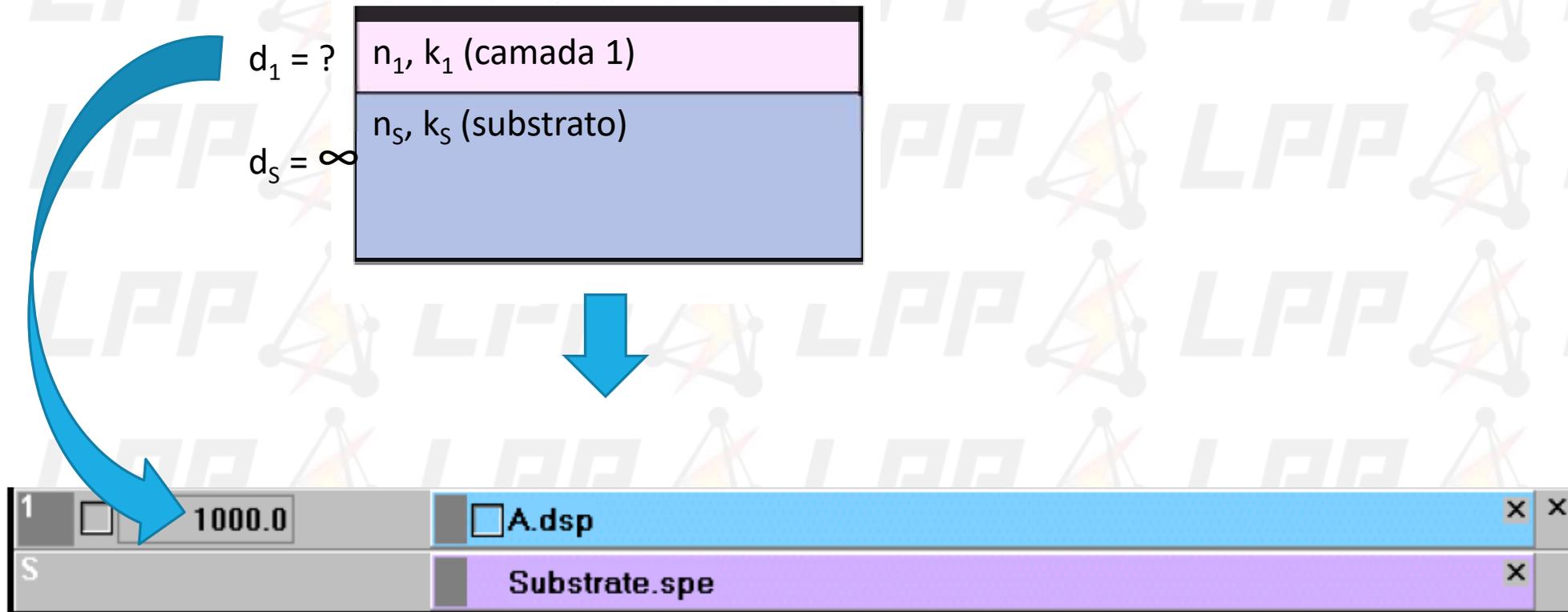
Metodologia

➤ Passo a passo



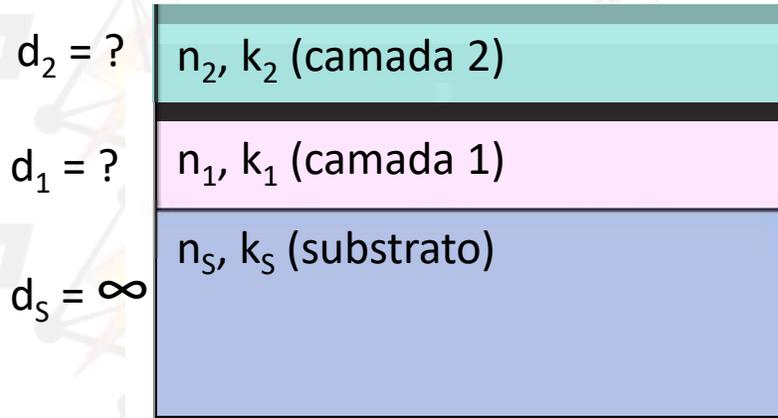
Construindo um modelo

- Representação Matemática de uma estrutura Filme/Substrato
 - Cada camada com informação de espessura, n e k



Construindo um modelo

- Representação Matemática de uma estrutura Filme/Substrato
 - Cada camada com informação de espessura, n e k



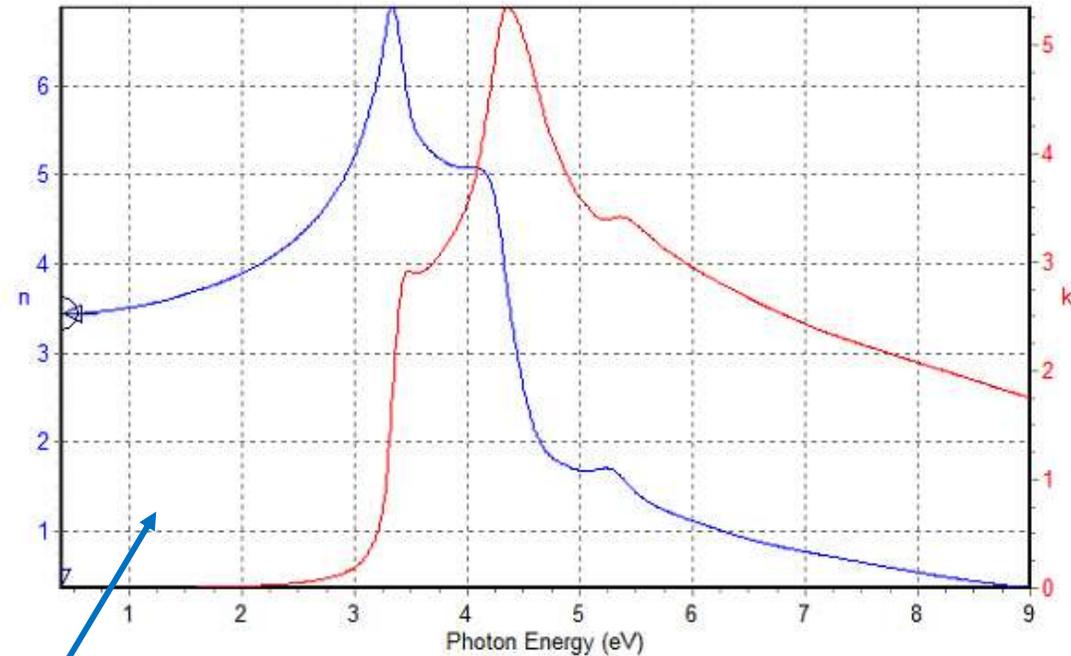
2	<input type="checkbox"/>	1000.0	<input type="checkbox"/> B.dsp	x	x
1	<input type="checkbox"/>	1000.0	<input type="checkbox"/> A.dsp	x	x
S			Substrate.spe	x	

Construindo um modelo

- Cada uma das camadas representam um material (ou meta-material) com:
 - Equações ou curvas experimentais específicas para as curvas de **n** e **k**

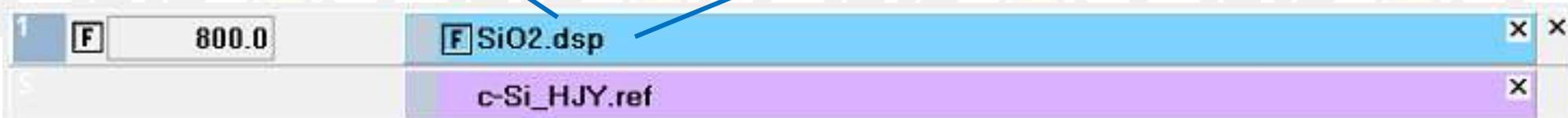
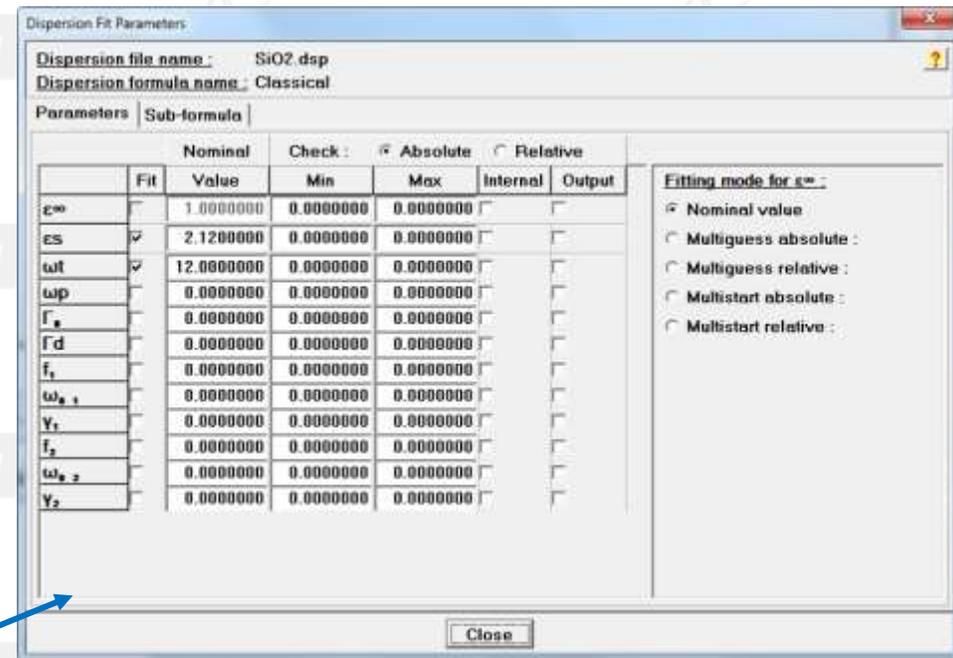
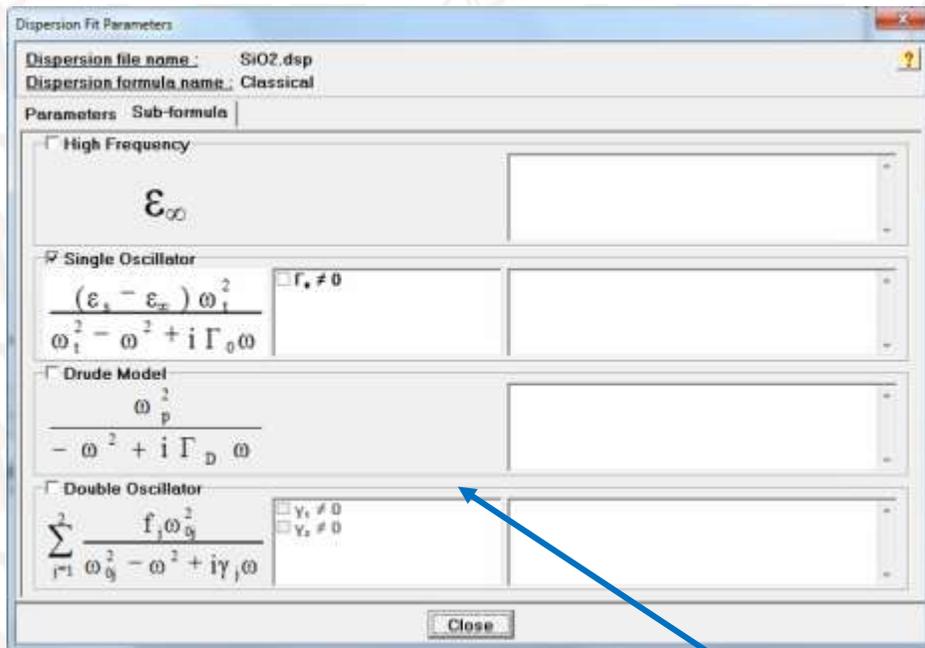
$$\rho = \tan \psi e^{i\Delta}$$

$$\varepsilon = n^2 = \sin^2 \theta_0 \left[1 + \tan^2 \theta_0 \frac{(1-\rho)^2}{(1+\rho)^2} \right]$$



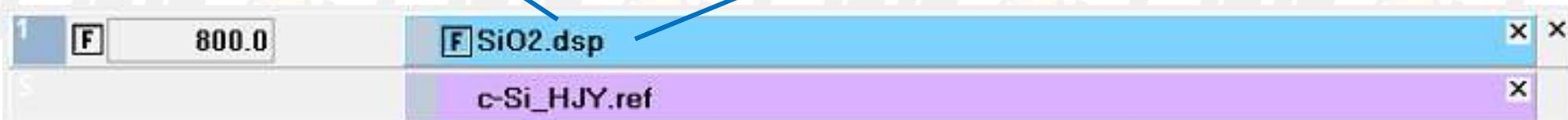
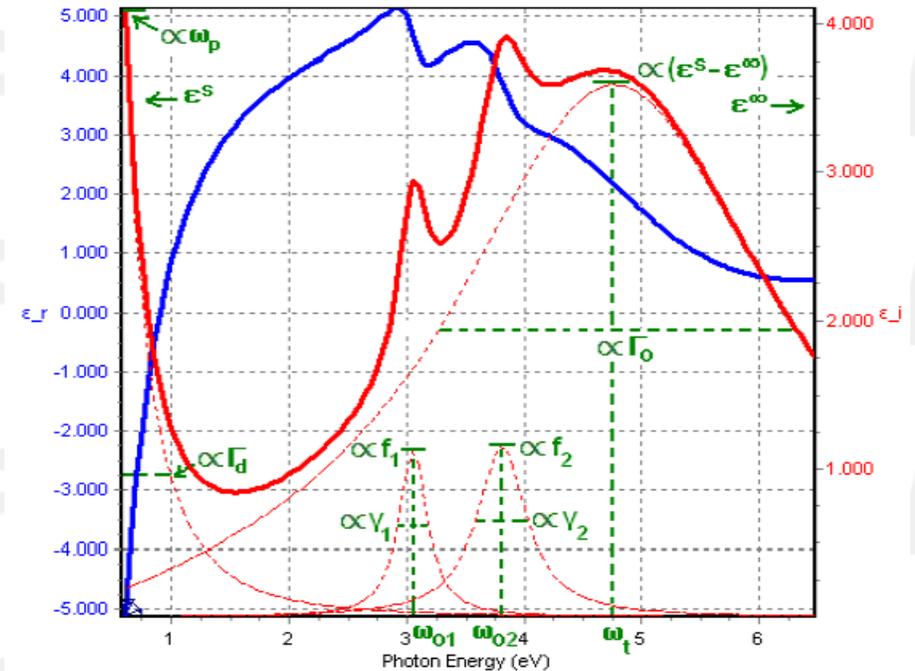
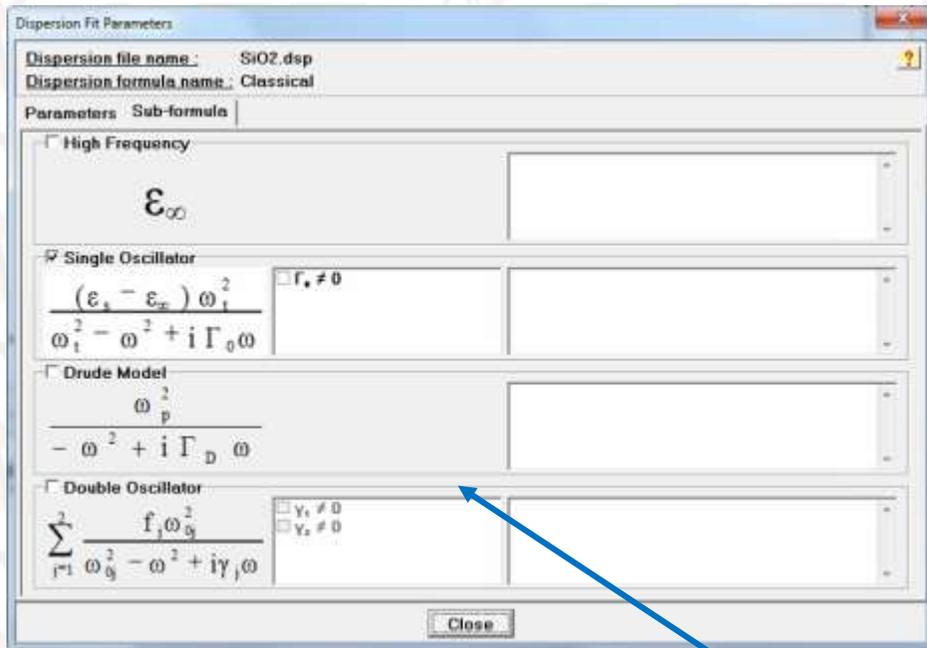
Construindo um modelo

- Cada uma das camadas/blocos representam um material com:
 - Equações ou curvas experimentais específicas para as curvas de **n** e **k**
 - Parâmetros ajustáveis (fit modelo → experimento)



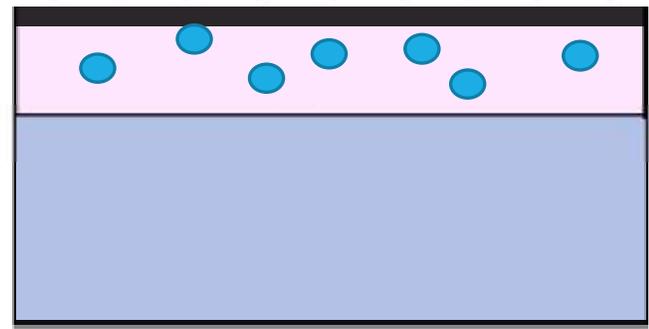
Construindo um modelo

- Cada uma das camadas/blocos representam um material com:
 - Equações ou curvas experimentais específicas para as curvas de **n** e **k**
 - Parâmetros ajustáveis (fit modelo → experimento)



Construindo um modelo

- Representando material Bifásico, Compósito, etc...
 - Dois materiais em uma única camada (aproximação por meio efetivo)



$n_A, k_A + n_B, k_B$ (camada 1)
 n_S, k_S (substrato)

1	<input type="checkbox"/>	1000.0	<input type="checkbox"/>	%	<input type="checkbox"/> A.dsp	50.00 %	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> B.dsp	50.00 %	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
S					Substrate.spe						<input type="checkbox"/>

Number of layer (points to '1')

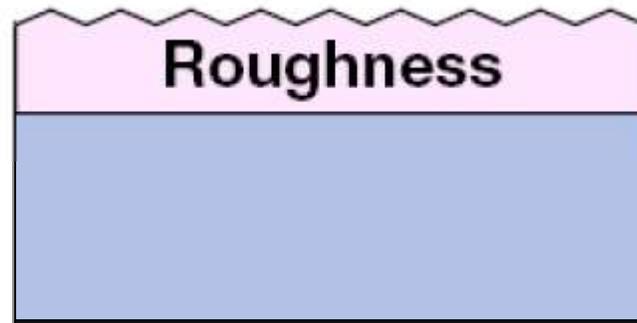
Thickness (points to '1000.0')

Proportion (points to '50.00 %')

Material (points to 'A.dsp')

Construindo um modelo

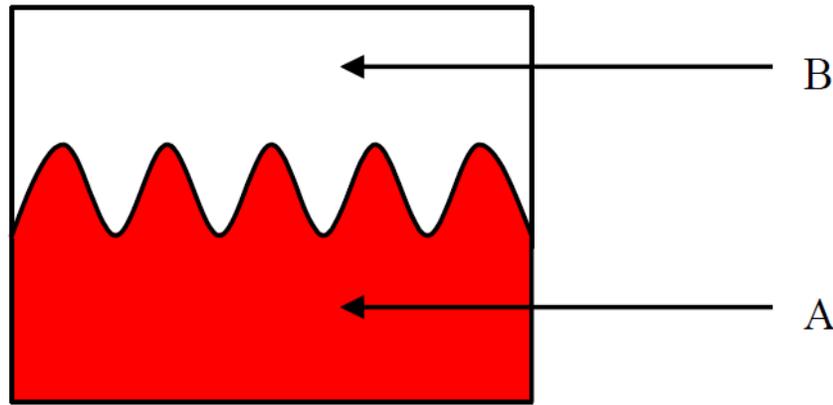
- Representando rugosidade superficial
 - Mistura de Material + Void (vazio)



2	F	50.0	<input type="checkbox"/>	%	F	SiNx.dsp	50.00 %	X	Void_asp.ref	50.00 %	X	X
1	F	1148.0			F	SiNx.dsp					X	X
S						Csi_wor.ref					X	

Construindo um modelo

- Representando rugosidade INTERFACIAL
 - Mistura dos Materiais



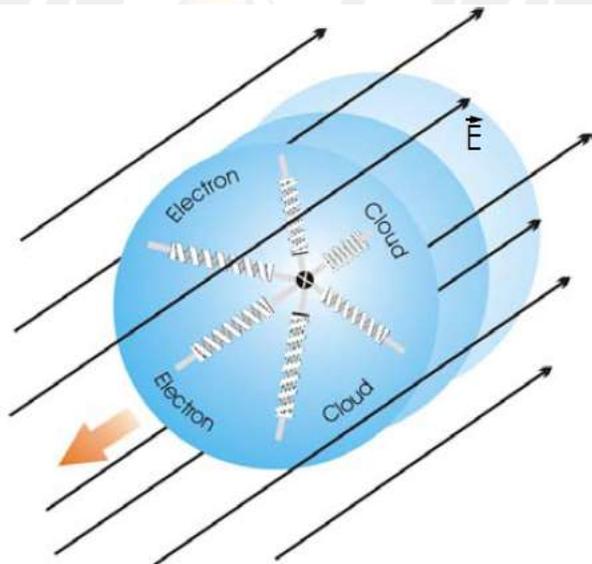
3	F	1000.0		F B.dsp				x	x	
2	F	30.0	<input type="checkbox"/> %	F A.dsp	50.00 %	x	F B.dsp	50.00 %	x	x
1	F	1000.0		F A.dsp					x	x

Alguns Modelos de Dispersão

- Oscilador de Lorentz (Materiais Dielétricos – SiO_2)
- Modelo de Drude (Materiais metálicos e semicondutores altamente dopados)
- Modelo de Dispersão Clássica (Isolantes e abaixo da energia do bandgap de semicondutores)
- Fórmula de Dispersão de Tauc-Lorentz (Materiais amorfos com absorção na faixa do visível ou UV)
- Fórmula de Dispersão New Amorphous (Materiais amorfos com absorção na faixa do visível ou UV)
- Modelo de Cauchy (Materiais transparentes)
- Fórmula de Dispersão de Briot (Materiais Transparentes de 300 nm a 1600 nm)

Alguns Modelos de Dispersão

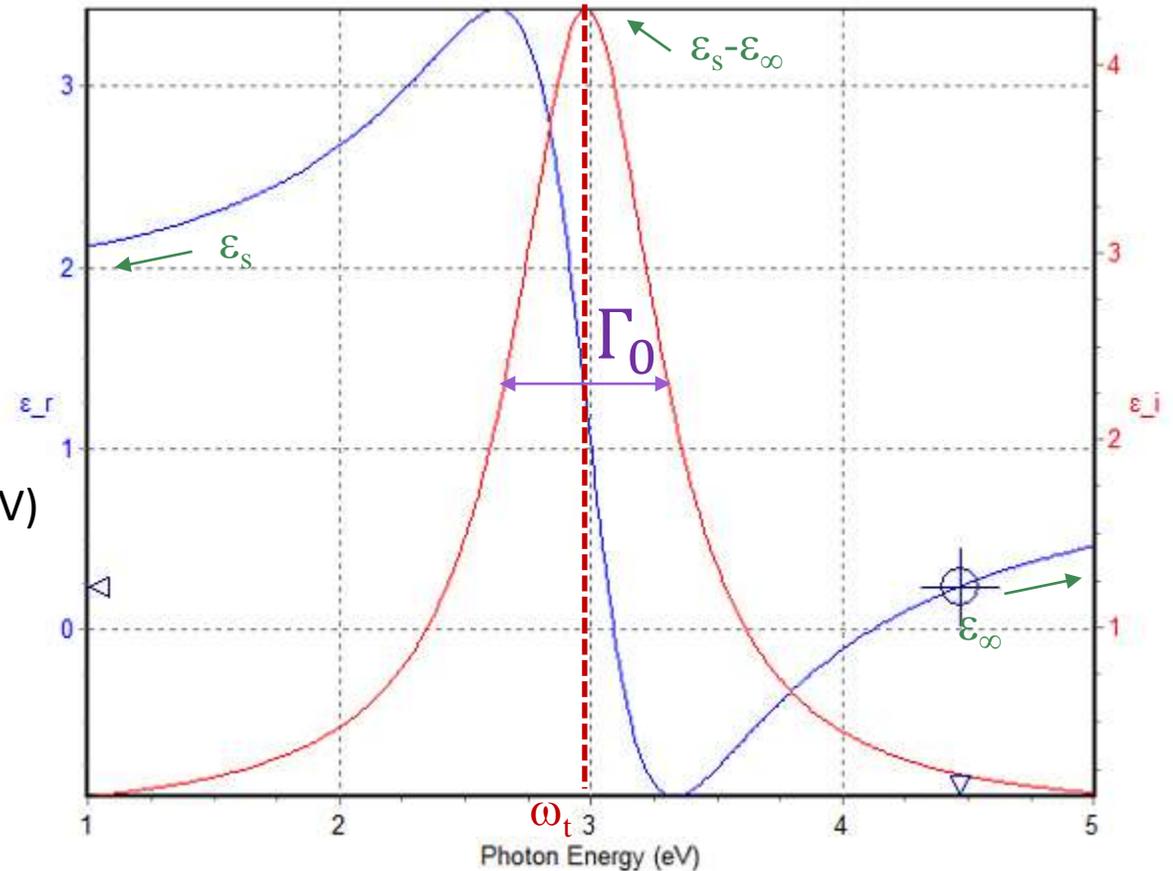
- Oscilador de Lorentz (Materiais Dielétricos – SiO₂)



Frequência de Ressonância da Oscilador (eV)

$$\tilde{\epsilon}_2 = \frac{(\epsilon_s - \epsilon_\infty) \omega_t^2}{\omega_t^2 - \omega^2 + i\Gamma_0 \omega}$$

Fator de amortecimento Energia do Fóton



Alguns Modelos de Dispersão

➤ Oscilador de Lorentz (Materiais Dielétricos – SiO₂)

$$\tilde{\epsilon} = \frac{(\epsilon_s - \epsilon_\infty)\omega_t^2}{\omega_t^2 - \omega^2 + i\Gamma_0\omega}$$

$$\epsilon_\infty = 1$$

$$1eV \leq \omega_t \leq 20eV$$

$$0 \leq \Gamma_0 \leq 10eV$$

Materials	ϵ_∞	ϵ_s	ω_t	Γ_0	S. R. (eV)
AlAs	1.0	8.27	4.519	0.378	0 - 3
AlGaN	1.0	4.6	7.22	0.127	0.6 - 4
AlN	1.0	4.306	8.916	0	0.75 - 4.75
Al ₂ O ₃	1.0	2.52	12.218	0	0.6 - 6
Al _x O _y	1.0	3.171	12.866	0.861	0.6 - 6
Aminoacid	1.0	1.486	14.822	0	1.5 - 5
Au disc	1.0	2.409	1.628	0.708	
Biofilm	1.0	2.12	12.0	0	1.5 - 5
CaF ₂	1.0	2.036	15.64	0	0.75 - 4.75
CrO	0.687	3.1	8.0	1.694	
Red Color Filter	1.0	2.497	5.278	0	0.65 - 2
GaAs Ox.	2.411	3.186	5.855	0.131	0.75 - 4.75
GeO _x	1.0	2.645	16.224	0.463	0.6 - 4
H ₂ O	1.0	1.687	11.38	0	1.5 - 6
HfN	1.0	3.633	8.452	0	
HfO ₂	1.0	2.9	9.4	3.00	1.5 - 6
HMDS	1.0	2.1	12.0	0.500	1.5 - 6.5
ITO	1.0	3.5	6.8	0.637	1.5 - 6
o - LaF ₃	1.0	2.546	14.098	0.177	0.75 - 4.75
e - LaF ₃	1.0	2.521	16.842	0.670	0.75 - 4.75
LiGdF ₄ :Eu ³⁺	1.0	2.256	16.594	8.416	1.0 - 6.5
LiNbO ₃	1.0	5.0	12.0	0	
LTO	1.0	2.204	13.784	0	
MgF ₂	1.0	1.899	16.691	0	0.8 - 3.8
MgO	11.232	2.599	1.0	0	1.5 - 5.5
NBF3	1.0	2.503	13.911	0	
NiO	1.0	121.480	3.470	0.360	

Limitações

O oscilador de Lorentz não é recomendado para descrever as propriedades (energia de bandgap e efeitos quânticos) de materiais absorventes (semicondutores ou amorfos)

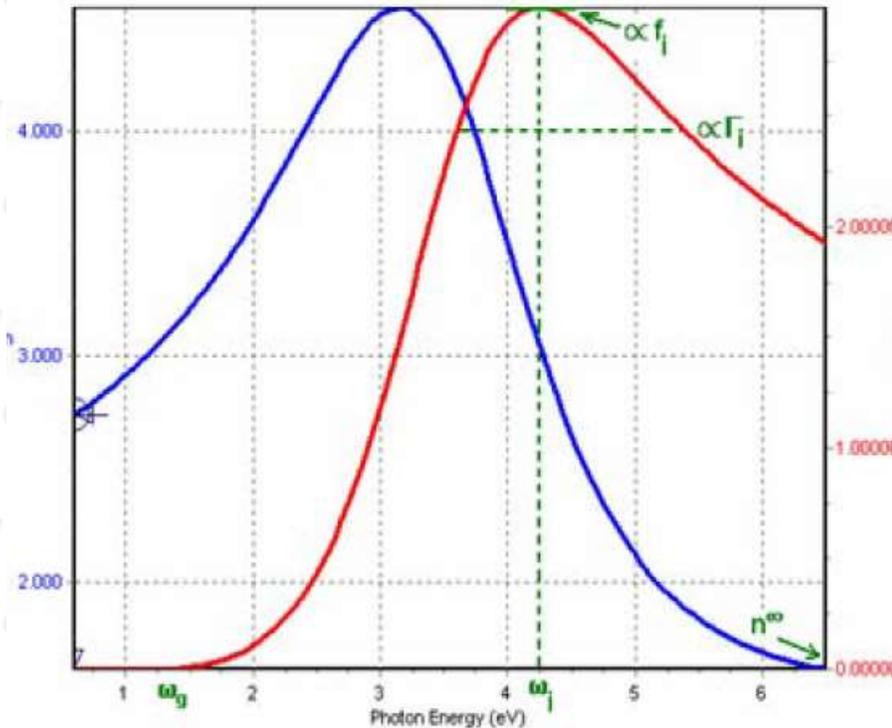
Alguns Modelos de Dispersão

- “New Amorphous” (Materiais Semicondutores baixa cristalinidade)

$$n(\omega) = n_{\infty} + \frac{B \cdot (\omega - \omega_j) + C}{(\omega - \omega_j)^2 + \Gamma_j^2}$$

$$k(\omega) = \begin{cases} \frac{f_j \cdot (\omega - \omega_g)^2}{(\omega - \omega_j)^2 + \Gamma_j^2} & ; \text{for } \omega > \omega_g \\ 0 & ; \text{for } \omega \leq \omega_g \end{cases}$$

$$\begin{cases} B_j = \frac{f_j}{\Gamma_j} \cdot (\Gamma_j^2 - (\omega_j - \omega_g)^2) \\ C_j = 2 \cdot f_j \cdot \Gamma_j \cdot (\omega_j - \omega_g) \end{cases}$$



Materials	n_{∞}	ω_g	f_j	ω_j	Γ_j	S. R. (eV)
a-C	1.564	0.542	0.123	3.620	2.645	1.5 - 3.5
AlGaAs	1.123	4.170	2.192	5.569	0.510	0.6 - 3
Al ₂ O ₃	1.56	9.85	2.46	10.4	0.44	0.73 - 4.73
AlN	1.574	0.490	0.558	5.604	7.897	1.5 - 5
Alq3	1.526	0.422	0.061	8.465	2.278	0.75 - 4
Amino-Silane	1.298	1.342	0.181	4.659	3.166	1.5 - 6
a-Si	1.750	1.250	0.750	3.5	1.3	1.5 - 5
p-Si	2.626	0.599	0.123	3.908	0.510	1.5 - 5
AsSe	2.499	1.686	0.242	2.471	0.562	0.75 - 4.5
AZO	1.923	2.828	0.134	3.575	0.516	0.6 - 2
Ba _{0.5} Sr _{0.5} TiO ₃	1.843	3.702	0.256	4.892	0.940	1.5 - 5.5
BaTiO ₃	1.500	3.000	0.100	5.000	0.500	1.5 - 5.5
BaFeO	2.538	0.936	0.022	2.374	0.213	0.75 - 4.7
BK7	1.456	5.500	0.073	8.127	1.347	1.5 - 5.5
Ge doped CH	3.270	-3.336*	0.010	2.550	0.245	1.5 - 6
CH	1.650	0.488	0.084	3.443	1.839	0.7 - 3
CFx	1.361	2.108	0.023	4.299	1.186	0.7 - 4.75
DLC	1.501	0.420	0.093	2.783	2.237	0.75 - 4.75

Alguns Modelos de Dispersão

➤ Tauc-Lorentz Imaginária

$$\varepsilon_{i,TL}(E) = \varepsilon_{i,LL} \times \varepsilon_{i,LT} = \begin{cases} \frac{1}{E} \frac{A E_0 C (E - E_g)^2}{(E^2 - E_0^2)^2 + C^2 E^2} & \text{for } E > E_g \\ 0 & \text{for } E \leq E_g \end{cases}$$

Real

$$\varepsilon_{r,TL}(E) = \varepsilon_\infty + \frac{A \cdot C \cdot a_{\ln}}{2 \cdot \pi \cdot \zeta^4 \cdot \alpha \cdot E_0} \cdot \ln \left[\frac{E_0^2 + E_g^2 + \alpha \cdot E_g}{E_0^2 + E_g^2 - \alpha \cdot E_g} \right]$$

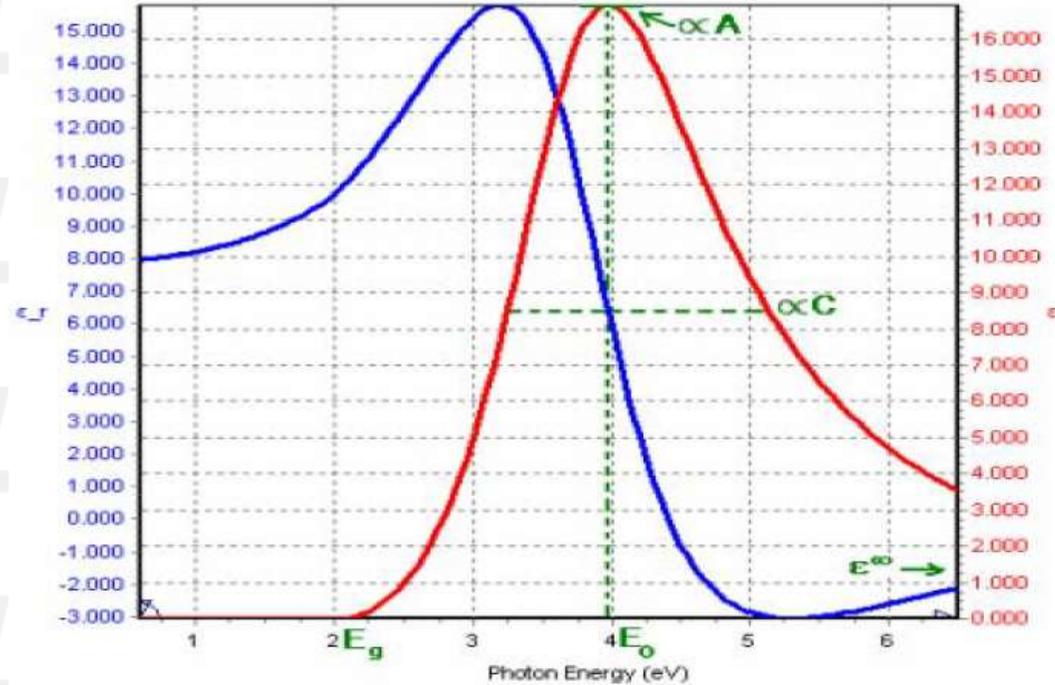
$$- \frac{A \cdot a_{\tan}}{\pi \cdot \zeta^4 \cdot E_0} \cdot \left[\pi - \arctan \left(\frac{2 \cdot E_g + \alpha}{C} \right) + \dots \right. \\ \left. + \arctan \left(\frac{\alpha - 2 \cdot E_g}{C} \right) \right]$$

$$+ \frac{4 \cdot A \cdot E_0 \cdot E_g \cdot (E^2 - \gamma^2)}{\pi \cdot \zeta^4 \cdot \alpha} \times \dots$$

$$\times \left[\arctan \left(\frac{\alpha + 2 \cdot E_g}{C} \right) + \arctan \left(\frac{\alpha - 2 \cdot E_g}{C} \right) \right]$$

$$- \frac{A \cdot E_0 \cdot C \cdot (E^2 + E_g^2)}{\pi \cdot \zeta^4 \cdot E} \cdot \ln \left(\frac{|E - E_g|}{E + E_g} \right) + \dots$$

$$+ \frac{2 \cdot A \cdot E_0 \cdot C}{\pi \cdot \zeta^4} \times E_g \cdot \ln \left[\frac{|E - E_g| \cdot (E + E_g)}{\sqrt{(E_0^2 - E_g^2)^2 + E_g^2 \cdot C^2}} \right] \quad (6)$$



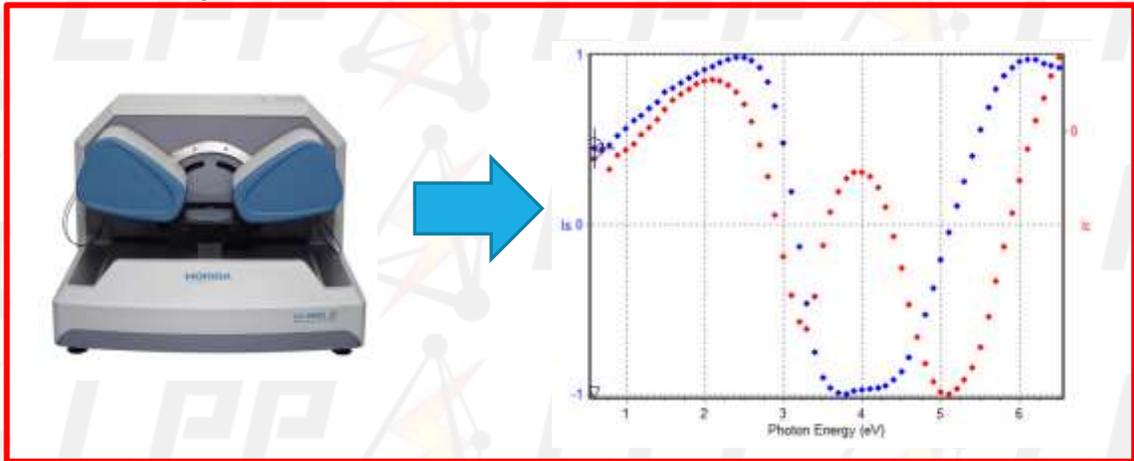
onde

$$\begin{cases} a_{\ln} = (E_g^2 - E_0^2) \cdot E^2 + E_g^2 \cdot C^2 - E_0^2 \cdot (E_0^2 + 3 \cdot E_g^2) \\ a_{\tan} = (E^2 - E_0^2) \cdot (E_0^2 + E_g^2) + E_g^2 \cdot C^2 \\ \alpha = \sqrt{4 \cdot E_0^2 - C^2} \\ \gamma = \sqrt{E_0^2 - C^2} / 2 \\ \zeta^4 = (E^2 - \gamma^2)^2 + \alpha^2 \cdot C^2 / 4 \end{cases}$$

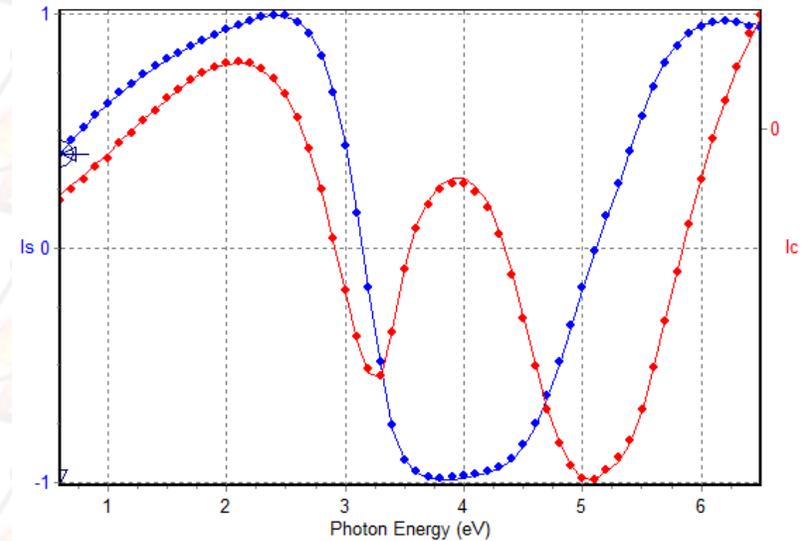
Materials	Eg	ε∞	A	E0	C	S. R. (eV)
a-C	1.305	3.774	38.835	6.335	6.227	1.5 - 5
AlGaIn	3.300	3.000	100.000	4.500	1.000	1.5 - 2.5
As2S3	2.349	1.240	133.819	4.574	5.935	0.75 - 4.75
AsSSe	1.000	1.600	50.000	3.500	2.000	0.75 - 4.5
DLC	0.374	2.960	11.558	3.533	3.346	0.7 - 2
GaN	3.200	3.500	100.000	4.500	1.000	1.5 - 3
GeSbSe	1.851	2.062	54.703	3.412	2.045	0.65 - 3
InGaIn	3.000	3.500	100.000	4.500	1.000	1.5 - 3
Polymer	3.027	1.701	32.921	5.759	2.416	0.7 - 4
poly-Si	0.882	3.937	49.597	3.711	0.321	1.5 - 3.25
a-Si	2.030	1.692	142.599	3.840	1.908	0.75 - 3.65
a-Si:B	1.267	2.148	143.380	3.617	1.994	0.75 - 4.75
a-Si:H	1.393	0.626	171.105	3.582	2.201	0.75 - 4.75
Si _x O _y N _z	3.864	1.760	77.340	8.363	3.550	1.5 - 6.5
Ta-C	1.395	2.558	67.312	8.713	9.760	1.5 - 5
ZnS	2.976	4.500	57.167	3.954	1.200	1.5 - 6.5
GeSbTe	0.450	2.024	158.795	1.688	2.397	0.65 - 3

Ajuste (Fit)

➤ Unir Experimento com Modelo Teórico – Mínimo Quadrados



$$\chi^2 = \min \sum_{i=1}^n \left[\frac{(\Psi_{th} - \Psi_{exp})_i^2}{\Gamma_{\Psi,i}} + \frac{(\Delta_{th} - \Delta_{exp})_i^2}{\Gamma_{\Delta,i}} \right]$$

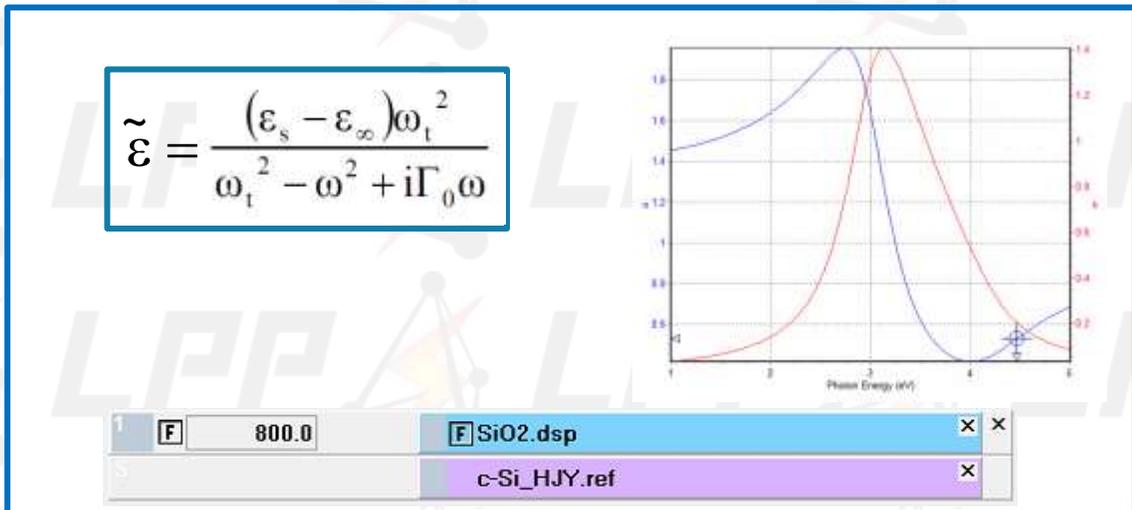
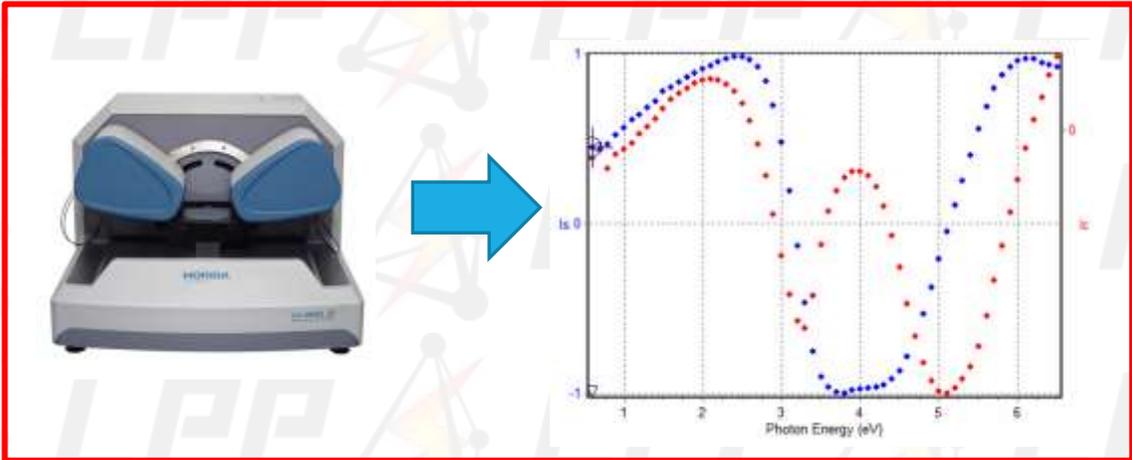


$$\tilde{\epsilon} = \frac{(\epsilon_s - \epsilon_\infty)\omega_t^2}{\omega_t^2 - \omega^2 + i\Gamma_0\omega}$$

1	F	800.0	F SiO2.dsp	x	x
5			c-Si_HJY.ref	x	

Ajuste (Fit)

Unir Experimento com Modelo Teórico



```

χ² minimization on Is,Ic
Is = Sin(2Ψ)*Sin(Δ), Ic = Sin(2Ψ)*Cos(Δ)
χ² = 0.571407
Iterations Number = 10
    
```

```

Parameters
1) L1 Thickness [Å] = 859.076 ± 1.478
2) SiO2 es = 2.1054740 ± 0.0039955
3) SiO2 wt = 14.5464000 ± 0.0875363
    
```

```

Correlation matrix
=1=    =2=    =3=
1.000  -0.857  0.288
        1.000  0.183
                1.000
    
```

```

Initial data for fit
Model File      : Thermox.mdl
Fitting Choice  : Default
Fitting Routine : Simple Fit
Experimental file: Reference Sample 31082016-clean.spe
    
```

```

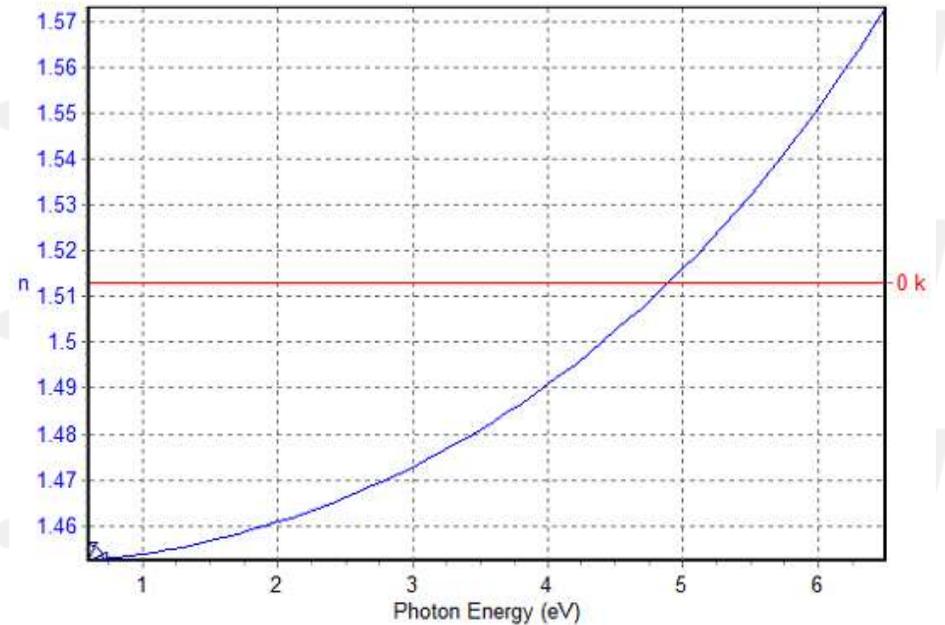
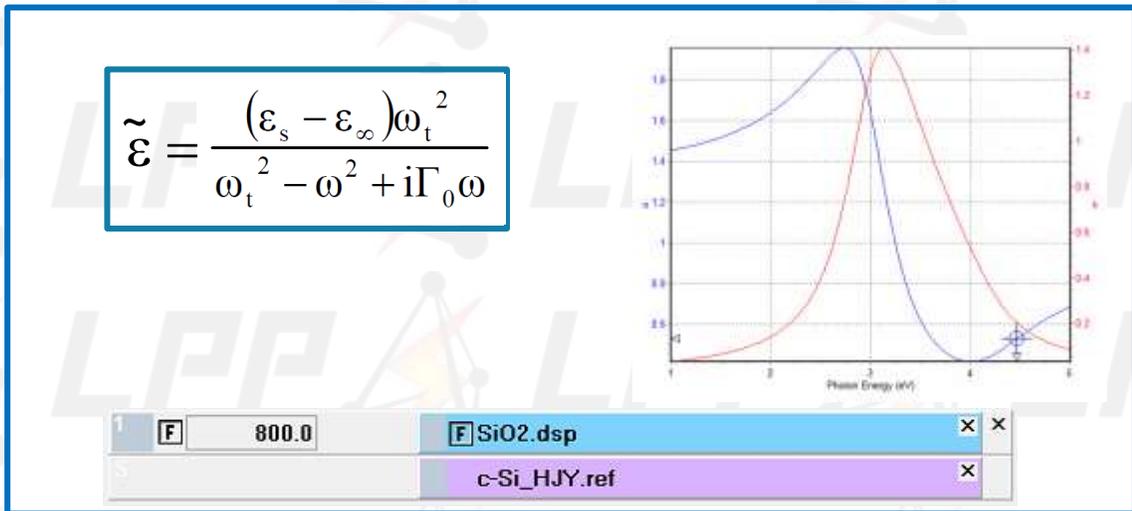
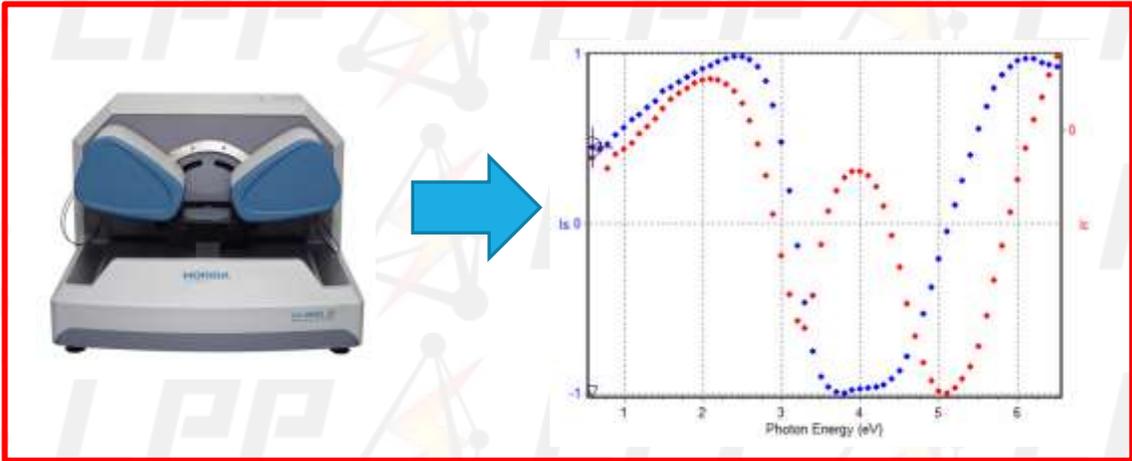
Spectrum
Range      : 0.6000 - 6.5000 eV
Increment  : 0.1000 eV
Points Number: 60
    
```

```

Post Calculated Values
n1[632.8nm] = 1.460
    
```

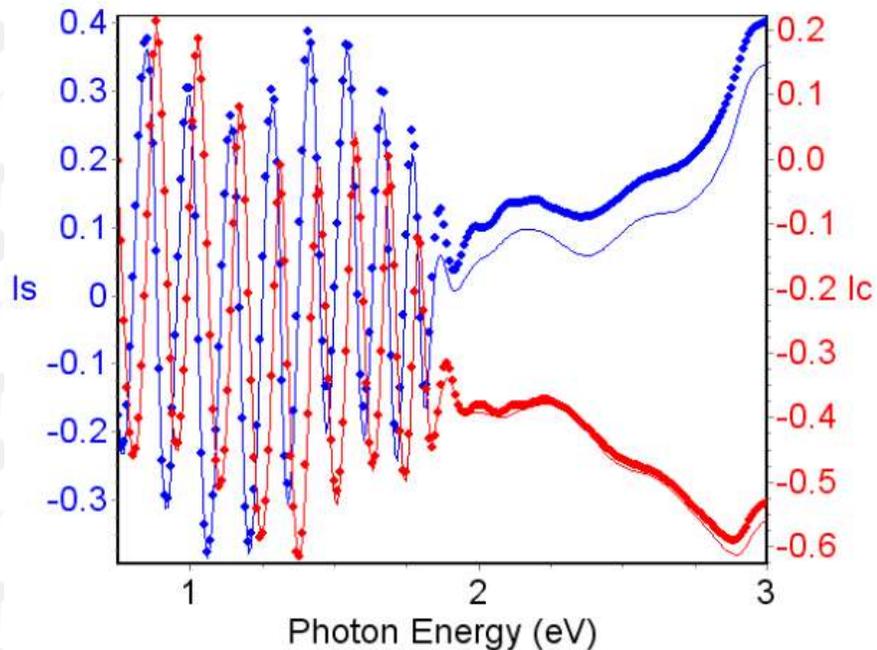
Ajuste (Fit)

- Unir Experimento com Modelo Teórico



Casos

➤ GaAs/InGaP/Ge



χ^2 minimization on I_s, I_c

$$I_s = \text{Sin}(2\Psi) \times \text{Sin}(\Delta), \quad I_c = \text{Sin}(2\Psi) \times \text{Cos}(\Delta)$$

$$\chi^2 = 11.270630$$

Iterations Number = 5

Parameters

1)	L2 Thickness	[Å]	=	10618.560	±	61.004
2)	L3 Thickness	[Å]	=	2032.940	±	13.744
3)	InGaP	E_0	=	1.8333	±	0.0130
4)	InGaP	Δ_0	=	0.0729	±	0.0842
5)	InGaP	Γ	=	0.0141	±	0.0098
6)	InGaP	A_0	=	9.0449	±	1.5105
7)	InGaP	ϵ^∞	=	6.3897	±	0.1356
8)	InGaP	A_1	=	0.0758	±	0.1220
9)	InGaP	B_1	=	7.5256	±	0.0195
10)	InGaP	C_1	=	14.2195	±	0.1302

3	<input checked="" type="checkbox"/>	2032.9	Gaas_iso.ref	x	x
2	<input checked="" type="checkbox"/>	10618.6	InGaP.dsp	x	x
1	<input type="checkbox"/>	1500000.0	Ge_palik 1102.ref	x	x
5			Void.ref	x	

Casos

➤ GaAs/InGaP/Ge

χ^2 minimization on I_s, I_c

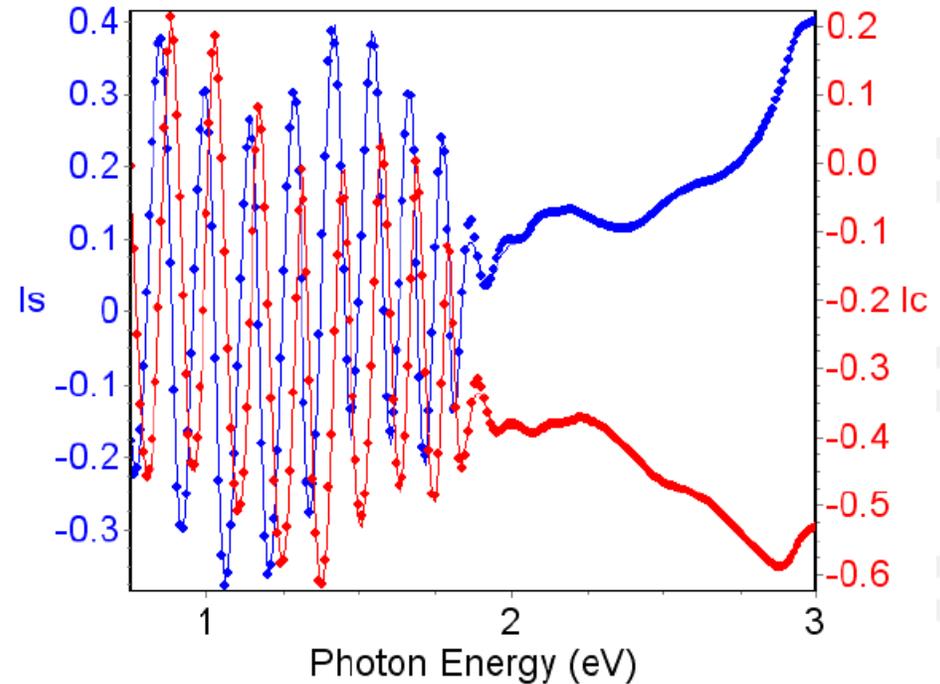
$$I_s = \sin(2\Psi) * \sin(\Delta), \quad I_c = \sin(2\Psi) * \cos(\Delta)$$

$$\chi^2 = 1.118942$$

Iterations Number = 10

Parameters

1)	L2 Thickness [Å]	=	10619.650	±	19.257
2)	L3 Thickness [Å]	=	2025.360	±	4.375
3)	L4 Thickness [Å]	=	19.434	±	0.519
4)	InGaP E_0	=	1.8344	±	0.0039
5)	InGaP Δ_0	=	0.0759	±	0.0270
6)	InGaP Γ	=	0.0126	±	0.0029
7)	InGaP A_0	=	9.1150	±	0.4935
8)	InGaP ϵ_∞	=	6.3786	±	0.0439
9)	InGaP A_1	=	0.0764	±	0.0357
10)	InGaP B_1	=	7.5243	±	0.0058
11)	InGaP C_1	=	14.2154	±	0.0381

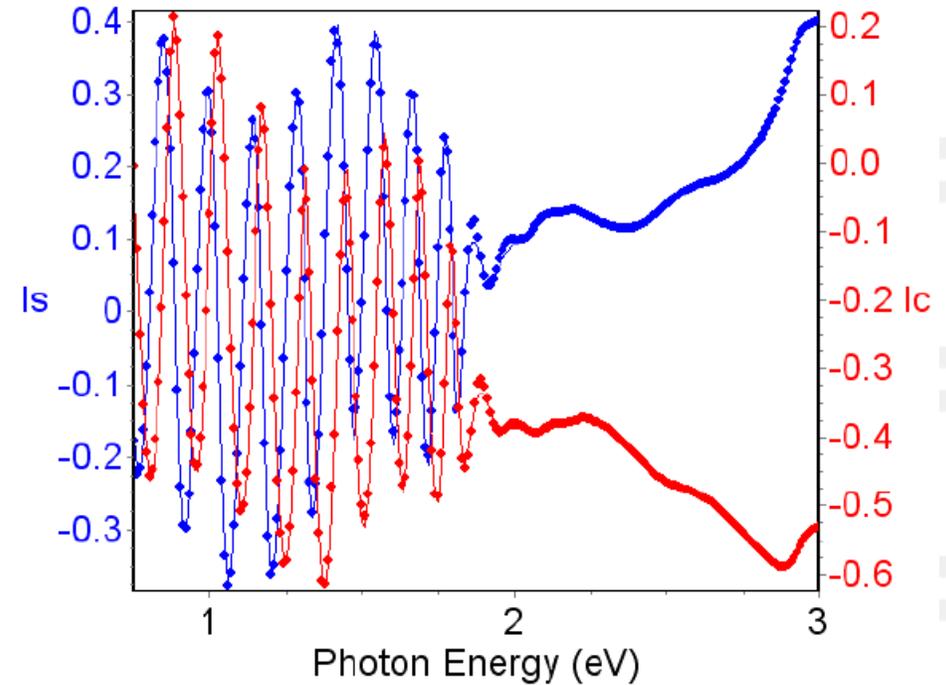
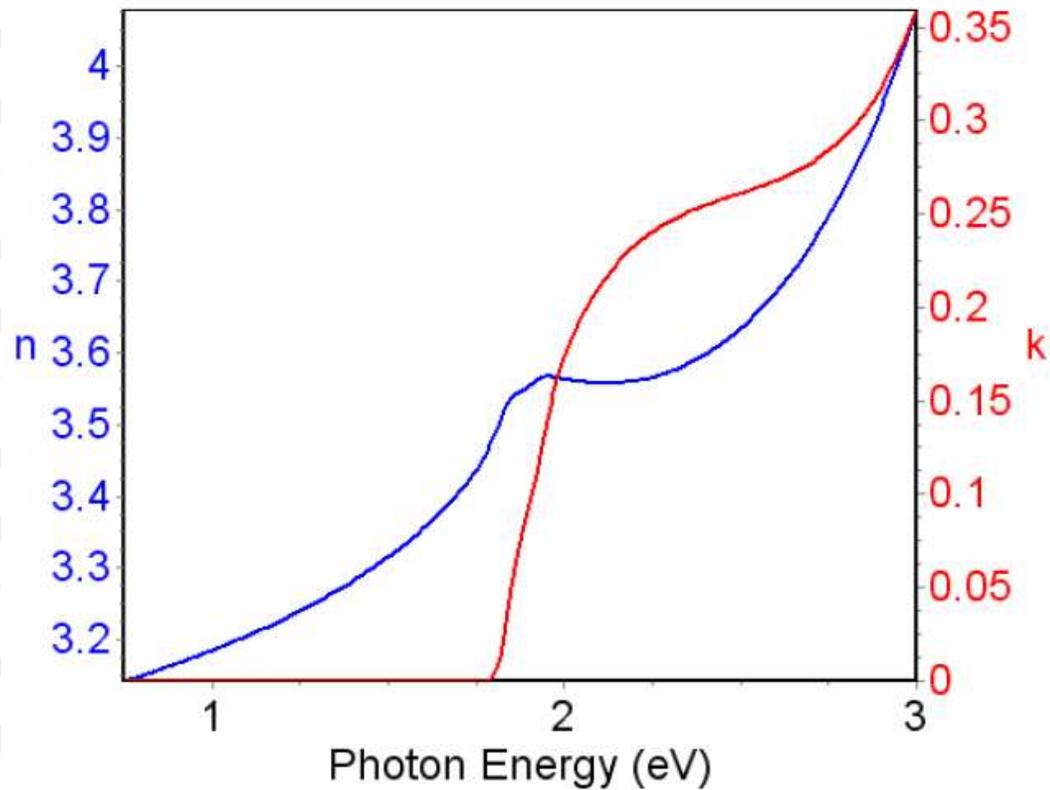


4	[F]	19.4	<input type="checkbox"/> %	Geas_isa.re 50.00 %	Void.ref 50.00 %	x x
3	[F]	2025.4		Geas_isa.ref		x x
2	[F]	10619.7		[F]InGaP.dsp		x x
1	<input type="checkbox"/>	1500000.0		Ge_palik 1102.ref	Backside reflection	x x
1				Void.ref	model	x

Casos

- GaAs/InGaP/Ge
- Modelo Adachi - Forouhi

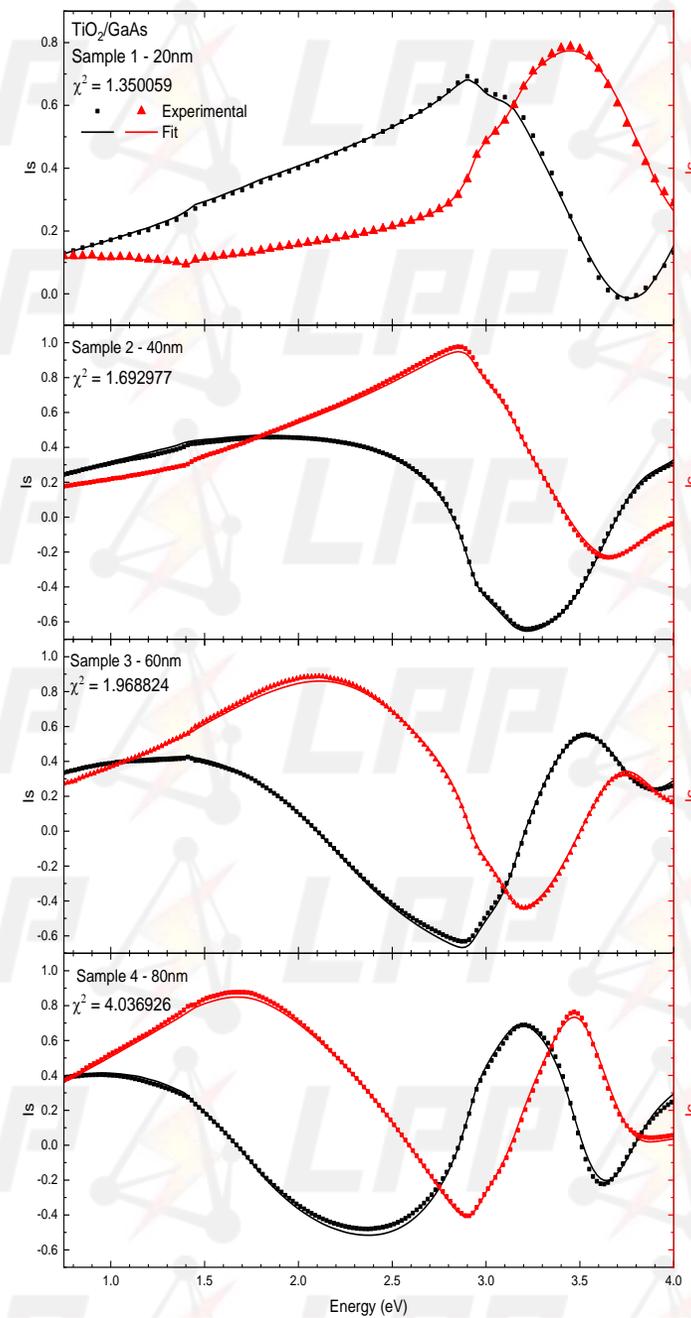
Optical Constants of InGaP



4	[F]	19.4	<input type="checkbox"/> %	Geas_isa.re 50.00 %	Void.ref 50.00 %	x x
3	[F]	2025.4		Geas_isa.ref		x x
2	[F]	10619.7		InGaP.dsp		x x
1	<input type="checkbox"/>	1500000.0		Ge_palik 1102.ref	Backside reflection model	x x
1				Void.ref		x

Casos

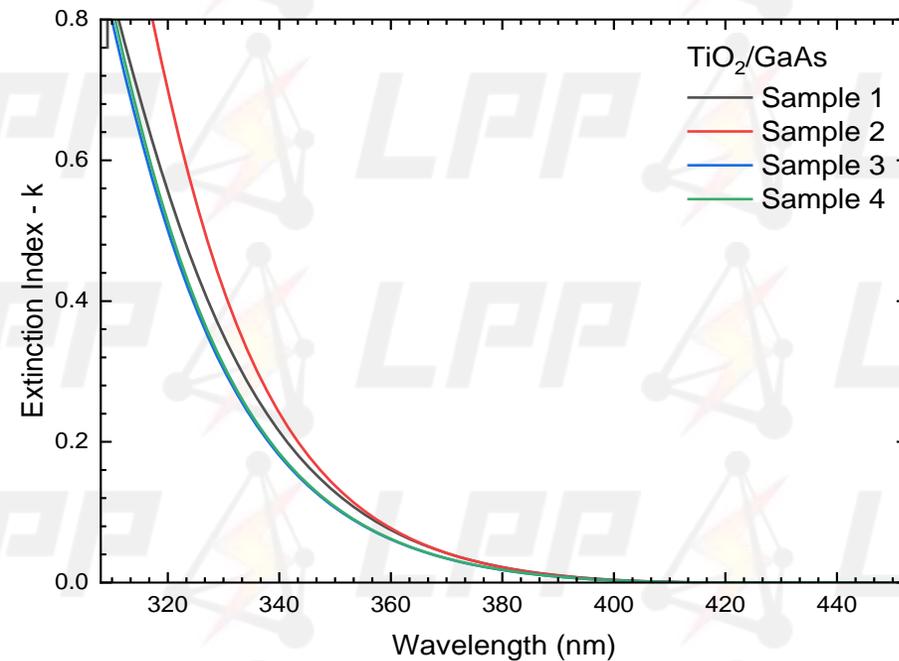
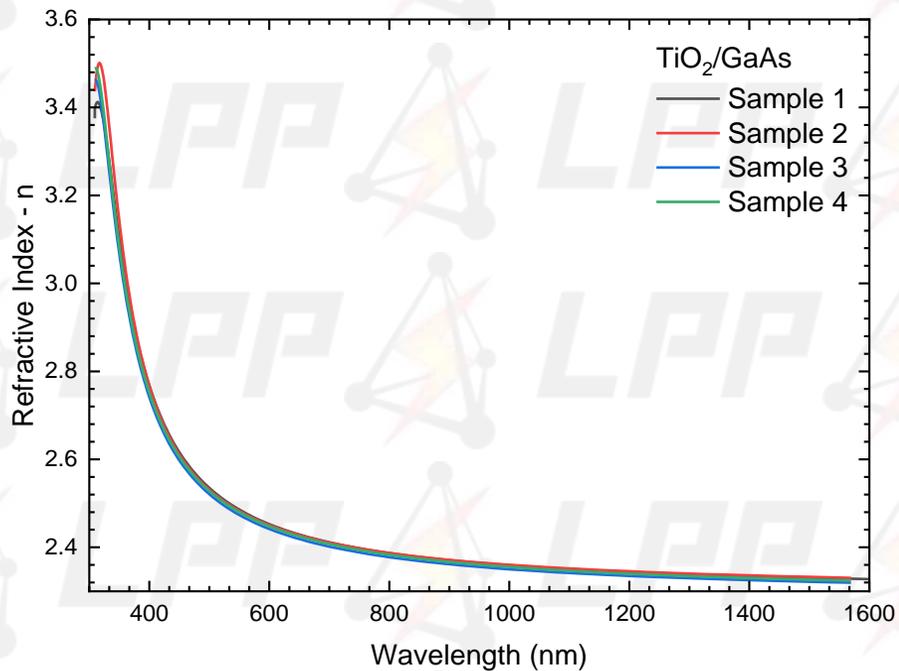
- TiO₂/GaAs
- Modelo New Amorphous



Casos

- TiO₂/GaAs
- Modelo New Amorphous

Sample	Expected Thickness (nm)	Measure thickness (nm)	Roughness (nm)	Total Thickness (nm)	TiO ₂ Bandgap - E ₀₄ (eV)
1	20	19.1(1)	Not detected	19.1(1)	3.3
2	40	37.8(1)	Not detected	37.8(1)	3.3
3	60	59.7(2)	1.8(2)	61.4(2)	3.3
4	80	79.2(3)	1.4(1)	80.7(2)	3.3



Elipsometria Espectroscópica - Conclusões

➤ Vantagens:

- Não destrutiva
- Rápida, Precisa, Reprodutível
- Amostras não precisam de preparação especial
- Pode ser utilizada para medidas *in-situ*
- Capacidade de estudar estruturas complexas (superredes, multicamadas, etc...)

➤ Desvantagens:

- Necessidade de reflexão especular
- Camadas necessita alguma transparência na região espectral medida
- Necessita sistema computacional para aplicação de modelo matemático

Elipsometria Espectroscópica - Conclusões

“Elipsometria é talvez a técnica de superfície mais sensível disponível no universo. Porém, você geralmente não sabe o que está medindo com tanta sensibilidade” - E. A. Irene

Revisão

Quim. Nova, Vol. 25, No. 5, 794-800, 2002

FUNDAMENTALS AND APPLICATIONS OF SPECTROSCOPIC ELLIPSOMETRY

Débora Gonçalves* and Eugene A. Irene

University of North Carolina at Chapel Hill, Department of Chemistry, CB#3290, 27599-3290 Chapel Hill - NC - USA

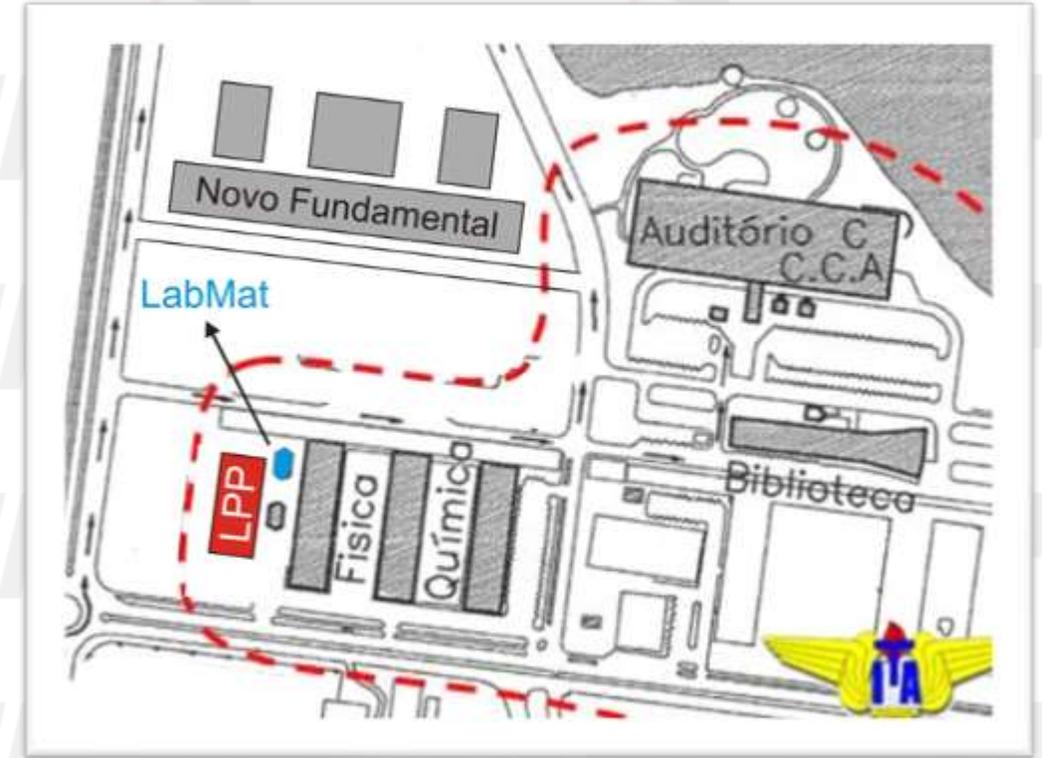
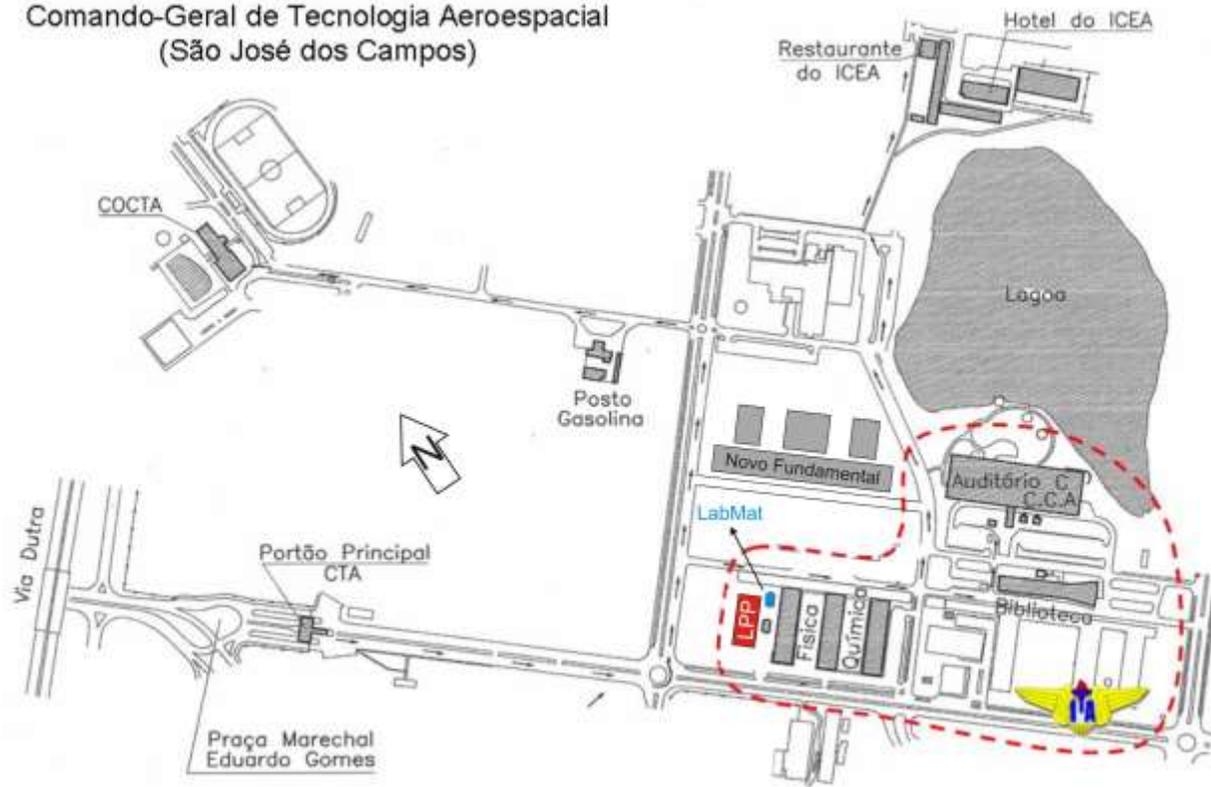
Recebido em 1/8/01; aceito em 8/11/01

This paper describes the use of ellipsometry as a precise and accurate technique for characterizing substrates and overlayers. A brief historical development of ellipsometry and the basic principles necessary to understand how an ellipsometer works are presented. There are many examples of studies performed in addressing materials science issues, and several are presented here: measurements of thickness, optical properties, and modeling of surface roughness. These selected results obtained in our laboratory for substrates, Si/SiO₂ interfaces, and polymers provide evidence that ellipsometry can play a critical role in characterizing different types of materials.

Elipsometria Espectroscópica - Conclusões

- Laboratório de Caracterização de Materiais (LabMat) do LPP

Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial
(São José dos Campos)



Elipsometria Espectroscópica - Conclusões

➤ Grupo LPP

