

погрешность подготовки инкремента и пробы,  $SWE$  – погрешность присвоения веса.

$IDE$ ,  $IXE$ ,  $IPE$  и  $SWE$  – это погрешности некорректного отбора пробы, некоторые из них можно отнести к грубым промахам по GUM [4], поэтому их не следует включать в оценку неопределенности. Для их исключения следует помнить, что эти погрешности создают смещение отбора пробы, которое ведет к увеличению дисперсии непредсказуемым способом. Лучший способ их исключить – это поддерживать измерительное оборудование, методики отбора проб и анализа, а также персонал на должном уровне.

Если погрешности от некорректного отбора пробы устранены, то оставшиеся погрешности можно смоделировать для дальнейшего оценивания неопределенности.

$FSE$  – зависит от числа критических частиц в пробах. Для однородных газов и жидкостей эта погрешность крайне мала, однако для твердых веществ, порошков и дисперсных материалов она может быть очень большой. Если физическая подготовка пробы проведена корректно, то  $FSE$  можно использовать для оценивания составляющих дисперсии, возникающих на этапах подготовки. Если предполагаем число критических частиц в пробе можно оценить функцией размера пробы, то можно использовать

биномиальное распределение или распределение Пуассона как модели отбора пробы. В случае отсутствия такой информации требуется предварительное детальное исследование минерального состава, размера зерен и формы существования аналита в материале. Это относится к недостатку модельного подхода, так как он требует оценок или идеализированных допущений относительно восьми типов погрешности отбора проб.

Вывод: эмпирические методы являются применимыми для разных материалов, их реализация требует меньше затрат. Модельные подходы дают более детальную оценку известных источников неопределенности и подходят для применения в течение длительного времени в рутинной деятельности лаборатории.

1. Report of the 4<sup>th</sup> Asian Mathematical Conference (AMC 2005)/ Mathematical Medley. Volume 32, №2 December 2005, pp. 25-26.
2. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. 2nd edition. EURACHEM. LGC, 2000. – 120 p.
3. Pitard F F (1993) Pierre Gy's Sampling Theory and Sampling Practice. CRC Press, Boca Raton, 2nd edition.
4. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. Geneva (2nd printing, 1995).

УДК 535.5

## МЕТОДОЛОГИЧЕСКИЕ НАПРАВЛЕНИЯ НЕТРАДИЦИОННОЙ ЭЛЛИПСОМЕТРИИ

Скалецкая И.Е.

Санкт-Петербургский горный университет  
Санкт-Петербург, Российская Федерация

Эллипсометрия – высокочувствительный прецизионный поляризационно-оптический метод исследования поверхностей и границ раздела различных сред (твердых, жидких, газообразных), основанный на изучении изменения состояния поляризации света после взаимодействия его с поверхностью границ раздела этих сред.

Хотя указанные изменения можно наблюдать как в отраженном, так и в проходящем свете, в большинстве случаев изучается поляризация отраженного света. Поэтому обычно в эллипсометрии подразумевают изучение изменений поляризации света при отражении.

Основное уравнение эллипсометрии связывает все компоненты поля:

$$(E_{отр}^{(p)}/E_{пад}^{(p)})/(E_{отр}^{(s)}/E_{пад}^{(s)}) = R^p/R^s = F(\lambda, \varphi; d, n, k). \quad (1)$$

В зависимости от математической модели исследуемой оптической системы, с которой поляризованный свет испытывает взаимодействие, функция  $F(\lambda, \varphi; d, n, k)$  в (1) может быть выражена не только через классические коэффициенты Френеля для идеальных границ, но и

через их более сложную комбинацию так называемых обобщенных комплексных коэффициентов  $R^p, R^s$  Френеля, которая сводится в комплексных переменных к стандартному виду модуля  $|F|$  и аргумента  $(\Delta)$ , и на опыте непосредственно определяется с помощью эллипсометрических приборов в угловых поляризационно-оптических параметрах  $\Psi(\lambda, \varphi)$  и  $\Delta(\lambda, \varphi)$ :

$$F = |F| \exp\{i \arg(F)\} = \text{tg}(\Psi) \exp\{i\Delta\}. \quad (2)$$

Функции  $\Psi$ - $\Delta$  (2) это амплитудно-фазовые параметры светового поля [1].

В методе эллипсометрических 0-измерений используется классическая схема скрещенных поляризаторов при косом падении коллимированного пучка света ( $\lambda=632.8$  нм) на объект исследования (ОИ).

Эллипсометрия обладает существенными преимуществами перед другими методами, поскольку для исследования свойств тонких пленок и граничных слоев этот поляризационно – оптический метод не требует специальной подготовки поверхности, позволяет вести наблюдения за поверхностями при различных

физических условиях (любых давлениях, широких интервалах температур). Также по сравнению с энергетической ноль-диагностикой с большими погрешностями (в нуле), эллипсометрические методы обладают очень высокой чувствительностью измерений амплитудно-фазовых параметров светового поля, испытавшего взаимодействие со средами веществ и изменившимися состоянием своей поляризации в областях вариаций фаз  $\Delta$  до  $360^\circ$ , а амплитуд в угловых параметрах  $\Psi$  – до  $90^\circ$ .

Объектом исследования в эллипсометрии являются оптические параметры всевозможных материалов – показатели преломления ( $m$ ) в комплексном виде  $m = n - ik$  ( $i^2 = -1$ ), состоящие из показателей рефракции ( $n$ ) и поглощения ( $k$  – светоослабления или экстинкции).

Таким образом, востребованность прецизионных эллипсометрических приборов для современных нанотехнологий высока и актуальность их метрологического обеспечения столь же важна и значима.

Системный анализ аналитических свойств решений основного уравнения эллипсометрии позволил предложить целый ряд методологических рекомендаций по интерпретации результатов эллипсометрических измерений в поляризационно-оптическом материаловедении [2].

Рассмотрены аналитические предпосылки существования и сформулированы новые инварианты Френеля – Брюстера: постоянство величины отношения  $\Psi_{\min} / k$  при фиксированном значении вещественного показателя преломления:

$$\frac{\Psi_{\min}}{k} = \frac{(1+\vartheta)(n^2+1)}{4n^3\delta} \xrightarrow{\text{псевдо Брюстер}} \frac{n^2+1}{4n^3} = \text{const}(n)$$

Практическая ценность новых инвариантов состоит в новой методике определения величины  $k$  (светоослабления) при заданном вещественном показателе преломления  $n$  и определённом значении минимума амплитудной функции  $\Psi$  (в угле Брюстера или псевдо Брюстера для поглощающих сред). Принято считать, что понятие экстинкции (дословно – ослабление света) шире понятия простого поглощения света веществом. Она может включать в себя и дополнительные механизмы потери света в заданном направлении за счёт реального рассеяния на точечных (молекулярных) или структурных (энтропийных) дефектах вещества. Ещё одно новое из методических направлений в эллипсометрии связано с в оптическом диапазоне длин волн (АО) [3]. Это явление обнаруживается в зависимости сигнала гашения ФЭУ при скрещенных поляризаторах от углов падения излучения (рис. 1), когда на скользящих углах проявляется его завывшение над общим фоном, подобное регистрации лучей аномального отражения в рентгенооптике (эффект Ионеды) [4]. Следует ожидать, что АО в поляризационно-оптическом методе, способно

регистрировать запредельно низкие уровни шероховатости зеркал.

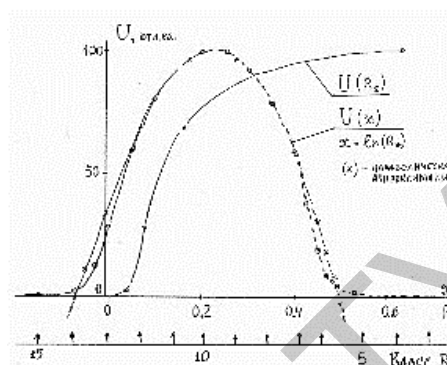


Рисунок 1 – Обобщённый анализ оптической шероховатости материалов

$$U(x) = -14,057x^2 - 7,785x + 104,393 \quad (3)$$

Результатом системного анализа многочисленных экспериментальных данных является аппроксимационная зависимость сигнала ФЭУ от степени (класса) шероховатости образцов. Выявленная зависимость (3) является статистическим законом оценки уровня шероховатости в параболической аппроксимации для сигналов аномального отражения поляризованного света, не погашаемого в простой схеме скрещенных поляризаторов. Она позволяет экстраполировать данные не только для средних значений  $R_z$ , но и оценить шероховатости диффузно рассеивающих образцов.

В качестве новой рассмотрена методика постановки задачи для исследований кинетических методов эллипсометрии для медико-биологических и динамически необратимых процессов.

В частности, рассмотрена постановка задач для исследования биоматериалов методом релаксационной  $U_{\text{ФЭУ}}$ -эллипсометрии [3]. Диагностика физико-химических и медико-биологических свойств био-материалов в нано-масштабе их линейных размеров порядка сотен нанометров в отличие от масштаба макроскопических длин в биосредах или их физиологических растворах может привести к открытию принципиально новых явлений и свойств исследуемых материалов. По данным эксперимента и их анализу предлагается обоснование эффекта Белоусова-Жеботинского, являющегося, по-видимому, основным механизмом сложной клеточной релаксационной динамики вирусного обнаруженным явлением аномального отражения транспорта в реакциях образования комплекса антиген-антитело во времени с собственной биоритмикой иммуноферментных взаимодействий. Эллипсометрический контроль ВИЧ-кинетики рассматривался на примере тест-систем на СПИД: регистрировалась кинетика процессов, происходящих во всей системе и её частях.

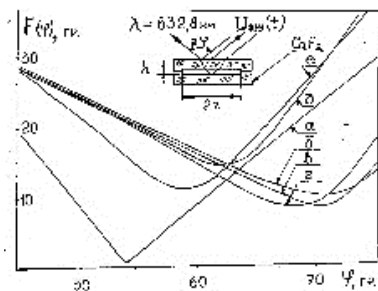


Рисунок 2 – Амплитудная функция  $\Psi$  при отражении от слабых растворов: на диэлектрике (кривая «а» – от верхней части оптической ячейки из  $\text{CaF}_2$ ); на физрастворе (кривая «е» - от верхней части кюветы и «д» - нижней); на растворах аВ и аГ сверху («г» ~ аВ, «в» ~ от аГ и «б» ~ смеси аВ+аГ)

Контрольная проверка характеристик  $\Psi$ - $\Delta$ , представленная на рис. 2, показала их типовой характер для кюветы из кубического кристалла  $\text{CaF}_2$  и испытуемых жидкостей на основе физиологических растворов поваренной соли. Видно, что амплитудные функции имеют характерный минимум при углах псевдо Брюстера, наиболее глубокий для чистого диэлектрика – кристалла  $\text{CaF}_2$  (в идеале равный 0) и характерными сдвигами в область больших углов для веществ с большим показателем рефракции ( $n = \text{tg } \varphi_{\text{min}}$ ).

УДК 621.382

### СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ ТЗСТЕР И ТЕПЛОВОЙ РЕЛАКСАЦИОННОЙ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ВНУТРЕННЕГО ТЕПЛОВОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ ПРИБОРОВ

Бумай Ю.А.<sup>1</sup>, Васьков О.С.<sup>1</sup>, Нисс В.С.<sup>1</sup>, Солодуха В.А.<sup>2</sup>, Петлицкий А.Н.<sup>2</sup>, Соловьев Я.А.<sup>2</sup>, Керенцев А.Ф.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Белорусский национальный технический университет, Минск, Республика Беларусь

<sup>2</sup>ОАО Интеграл, Минск, Республика Беларусь

В настоящее время анализ тепловых параметров полупроводниковых приборов производится с помощью теплового тестера ТЗSter (Thermal transient tester) компании MicRed (US) [1] и его аналогами в рамках стандарта JESD51-14 [2]. В основе метода, разработанного MicReD, лежит измерение временной зависимости теплового импеданса прибора (рассчитанного из изменения его прямого смещения) и построение кумулятивной и дифференциальной структурных функций (зависимостей теплоемкости и производной от нее от теплового сопротивления по структуре, соответственно). График релаксации динамического теплового импеданса представляет спектр постоянных времени, соответствующих элементам структуры приборов, по которым распространяется тепловой поток. Структурные функции зависимости рассчитываются посредством алгоритма деконволюции спектра постоянной времени в частотную область с фильтрацией на основе алгоритма Ферми–Дирака

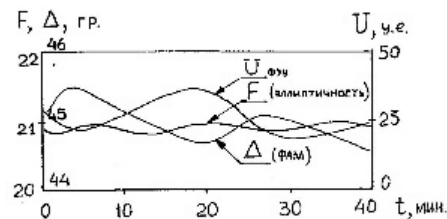


Рисунок 3 – Наблюдение во времени  $U_{\text{физ}}(t)$  и  $\Psi$ - $\Delta$  параметров при  $\varphi=45^\circ$

Вариации во времени размахов измеряемых величин на рис. 3, оказались не ошибками измерений, а кинетической развёрткой процессов комплексообразования в тест-системе  $aG + aB = GB\text{-complex}(t)$ . Детальный анализ за длительный период (суточные измерения) поведения раствора ( $aG + aB$ ) позволили установить автоволновые режимы в этой системе.

1. Горшков, М.М. Эллипсометрия. – М.: Радио, 2004. – 200 с.
2. Поляризационно-оптические методы исследования: учеб. пособие / Е.К.Скалецкий [и др.] – СПб.: Университета ИТМО, 2015. – 137 с.
3. Скалецкая, И.Е. Методы и средства поляризационно-оптической диагностики в наноматериаловедении: автореф. дис... канд. техн. наук / И.Е.Скалецкая. – СПб.: СПбГУИТМО, 2008. – 27 с.

(стандарт JESD51-14 [2]). Затем из их анализа определяется эквивалентная электротепловая модель прибора в рамках схемы Кауера, которая наиболее соответствуют реальной физической структуре теплового сопротивления измеряемого объекта. Данный метод основан на сложных многоступенчатых преобразованиях, что приводит к накоплению систематических ошибок и, как следствие, потере точности [3].

Альтернативный подход заключается в использовании для анализа временной зависимости теплового импеданса метода тепловой релаксационной дифференциальной спектроскопии (ТРДС), разработанного в БНТУ [4,5]. В методе ТРДС, в отличие от ТЗSter, вывод результатов измерений тепловых параметров, полупроводниковых приборов осуществляется в виде временного спектра тепловых параметров, подобному обычным видам спектра, например, оптическому. В отличие от ТЗSter в методе ТРДС используется ори-