

ORSZÁGOS TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI DOLGOZAT

**Spektroszkópiai ellipszometria - rácscsatolt interferometria:
kombinált optikai mérőberendezés nano- és bioszenzorikai vizsgálatokhoz**

Janosov Milán^{1,2}

Fizika BSc., biofizikus szakirány

III. évfolyam



Témavezetők:

Dr. Petrik Péter^{2,3}

tudományos főmunkatárs, laboratóriumvezető

Dr. Horváth Róbert²

tudományos főmunkatárs, laboratóriumvezető

¹ Eötvös Loránd Tudományegyetem

² Magyar Tudományos Akadémia Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Intézet

³ Fraunhofer Institut für Integrierte Systeme und Bauelementtetechnologie

Kivonat

Célom egy olyan kombinált optikai mérési módszer bemutatása, mely párhuzamos mérésekben egyesíti a spektroszkópiai ellipszometria (SE), illetve a rácszatolt interferometria (GCI - grating coupled interferometry) előnyeit biofizikai alkalmazásokban. A SE egy nagy érzékenyséű, roncsolásmentes optikai mérési eljárás, mely a mintáról (optikai minőségű vékonyréteg szerkezetről) visszaverődő fény polarizációs állapotának megváltozását mérve határozza meg annak opto-geometriai tulajdonságait. A GCI egy jelölésmentes, optikai hullámvezető alapú technika, melyben egy érzékelő felület előtt illetve mögött becsatolt, mérő és referencia módusok interferenciajelét detektáljuk. A mérő módus evaneszcens mezejének segítségével érzékeli a felületen végbemenő folyamatokat. Fázisa a rendszer effektív törésmutató változásával arányosan eltolódik, s így befolyásolja a hullámvezető rétegben találkozók nyalábok interferencia-jelét. Folyadékcella alkalmazásával mindkét módszer esetén lehetőség nyílik biológiai vékonyrétegek *in situ* tanulmányozása is. Míg a GCI akár $\sim 10^{-8}$ -as törésmutató és $\sim 0,01$ pg/mm²-es tömegsűrűség felbontással képes detektálni, az SE azonos jellemzői csak $\sim 10^{-4}$ és ~ 10 pg/mm². Azonban az SE spektroszkópiai módszer lévén lehetőséget teremt komplex optikai modellek felállítására, s így a rendszer behatóbb megismerésére. Következésképpen, a kombinált berendezésben a GCI nagy érzékenysége kiegészül az SE spektroszkópiai előnyeivel. Továbbá vastagabb rétegek esetén kihasználható, hogy a GCI csupán a felület közelében ($\sim 100 - 300$ nm) lezajló változásokra érzékeny, míg az SE a felvitt minta teljes vastagságából gyűjt információt.

Köszönetnyilvánítás

Ezen dolgozat és a benne bemutatott eredmények nem jöhettek volna létre munkatársaim és témavezetőim felbecsülhetetlen értékű segítőkézsége, türelmének és erőn felüli támogatása nélkül. Ezúton is szeretnék nekik köszönetet mondani:

- Témavezetőmnek, Dr. Petrik Péternek aki már középiskolás koromban megismertette velem az ellipszometria tudományát, és kutatótevékenységem mellett szakmai előrehaladásom minden részletét azóta is nagy gonddal követi; valamint témavezetőmnek Dr. Horváth Róbertnek, aki lehetőséget adott az optikai bioszenzorika megismerésére a rácscsatolt interferometrikus szenzor fejlesztésébe való bevezetéssel, további fejlesztési irányok perspektíváival az általa vezetett Lendület projekt keretein belül,
- Dr. Fried Miklósnak, az MTA TTK MFA fotonika osztálya vezetőjének a lehetőséget, hogy az osztályon dolgozhattam, továbbá a számos tanulságos esetet, melyekben segítséget nyújtott ellipszometriai problémák megoldásában,
- Dr. Hámosi Andrásnak a megszámlálhatatlan alkalommal nyújtott segítségért a rácscsatolt interferométer megépítése során, illetve bármely az optika tudományát érintő kérdésben,
- Dr. Kozma Péternek, munkatársamnak és barátomnak, akihez bármikor fordulhattam a tudományok bármely területén felmerülő kérdésemmel, minden esetben példaértékű alapossággal válaszolta meg kérdésemet,
- Dr. Kurunczi Sándornak az *in situ* ellipszometria biokémiai hátterének megismertetésért,
- Dr. Lohner Tivadarnak dolgozatom részletes bírálataért, építő kritikáiért,
- Plósz Bélának, aki a szükséges mechanikai alkatrészek kivitelezését végezte minden esetben kiemelkedő precizitással és alapossággal,
- *PhD* hallgató kollégáimnak: Fodor Bálintnak, Agócs Emilnek és Patkó Dánielnek munkám során nyújtott segítségükért.

Köszönet illeti továbbá Dr. Petik Péter OTKA, valamint Dr. Horváth Róbert OTKA PD és Lendület projektjeit a munkámhoz szükséges anyagi háttér biztosításáért.

Budapest, 2012. november 7.

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés	1
2. Spektroszkópai ellipszometriai mérések optikai hullámvezető chip-en	3
2.1. Bevezetés az ellipszometriába	3
2.1.1. Elméleti alapok	3
2.1.2. Optikai modellek	9
2.1.3. Korszerű ellipszométer felépítése és működése	11
2.1.4. Ellipszometriai mérések (<i>ex situ</i> , <i>in situ</i> , térképező)	12
2.1.5. SE rövid összefoglalása	13
2.2. Ellipszometria átlátszó hordozón	14
2.2.1. Mérés üvegen	14
2.3. Hátoldali reflexió megszüntetése	17
2.3.1. Az átlátszó hordozó vastagságának növelése	17
2.3.2. A hátoldal kezelése	19
2.3.3. Nyalábfókuszálás mint referenciamódszer	21
2.3.4. Összegzés	22
2.4. Mérés optikai hullámvezető chip-en	23
2.4.1. A chip bemutatása	23
2.4.2. A chip <i>ex situ</i> vizsgálata	24
2.4.3. <i>In situ</i> kísérletek	25
2.5. A mérési paraméterek meghatározása	29
2.5.1. Mintavételezési idő	29
2.5.2. Hullámhossztartomány	30
2.5.3. Beesési szög	31
3. Rácscsatolt interferométer	33
3.1. A hullámvezetés elméleti alapjai	33
3.2. Cikk-cakk hullám elmélet [25] és módusegyenlet	34
3.2.1. Rácscsatolás	35
3.2.2. Rácscsatolt interferencia	36
3.3. Kísérleti összeállítás	38
3.3.1. Elvi felépítés	38
3.3.2. Gyakorlati megvalósítás - a mérési összeállítás	39
3.3.3. Gyakorlati megvalósítás - a kiértékelés hátttere	39
3.4. Az első saját mérési eredmények	40
3.4.1. Interferencia mérése	40
3.5. Összegzés	41
3.6. Jövőbeni tervek	41

4. Függelék	44
4.1. Ellipszometriai kiegészítések	44
4.1.1. Kiegészítő mérési eredmények a 2.3.2. alfejezethez	44
4.1.2. Ábrák 2.3.3. alfejezethez	45
4.1.3. Kiegészítés a 2.4.2. alfejezethez	46
4.2. Három réteges sík hullámvezető elméleti leírása (Maxwell egyenletek megoldása véges geometriában)	46
4.3. Rácscsatolt interferométer - további fényképek	49
4.4. Módusspektrum kimérése	50
4.5. A témához kapcsolódó konferencia részvételek	51
Hivatkozások	53

Ábrák jegyzéke

2.1	Térerősség polarizált síkhullámban	5
2.2	Polarizációs ellipszis	6
2.3	Reflexió eltérő törésmutatójú közegek határán	7
2.4	Optikai vékonyréteg-rendszerek	8
2.5	PCSA Ellipszométer konfiguráció	12
2.6	Woollam M-2000DI	12
2.7	Folyadékcella	13
2.8	Hátoldali reflexió	15
2.9	Átlátszó hordozó $\Psi - \Delta$ spektruma	16
2.10	Átlátszó hordozó optikai modellje	16
2.11	Intenzitás - üvegvastagság kapcsolat	19
2.12	Törésmutató - üvegvastagság kapcsolat	20
2.13	Hátoldal kezelése	20
2.14	Az 1. minta $\Psi - \Delta$ spektruma a teljes mért hullámhossztartományon (192-1690 nm), kezeletlenül	22
2.15	Az 1. minta $\Psi - \Delta$ spektruma 560-1350 nm-n, kezeletlenül	22
2.16	Az 1. minta $\Psi - \Delta$ spektruma 192-1690 nm-n, durvítós módszerrel	23
2.17	Az 1. minta $\Psi - \Delta$ spektruma 560-1350 nm-n, durvítós módszerrel	23
2.18	Az 1. minta $\Psi - \Delta$ spektruma 192-1690 nm-n, polimeres módszerrel	24
2.19	Az 1. minta $\Psi - \Delta$ spektruma 560-1350 nm-n, polimeres módszerrel	24
2.20	Intenzitáseloszlás	25
2.21	<i>MSE</i> eloszlás	25
2.22	Hullámvezető chip	26
2.23	Hullámvezető chip: üveg + Ta_2O_5 optikai modellje	26
2.24	Küvetta tervei	27
2.25	Az elkészült küvetta fotói	27
2.26	Hullámvezető chip vizes közegben - optikai modell	28
2.27	Fehérjeréteg modellje	28
2.28	<i>In situ</i> fibrinogén adszorpció hullámvezető chipen - rétegvastagság	29
2.29	<i>In situ</i> fibrinogén adszorpció hullámvezető chipen - <i>MSE</i>	29
2.30	<i>In situ</i> fibrinogén adszorpció hullámvezető chipen - intenzitás	30
2.31	<i>In situ</i> fibrinogén adszorpció hullámvezető chipen - tömegsűrűség	30
2.32	Mintavételezési idő hatása az <i>MSE</i> -re	31
2.33	Kiértékelt hullámhossztartomány határainak hatása az <i>MSE</i> -re	31
2.34	Ψ és Δ megváltozása chip-en lévő fehérjeréteg hatására.	32
3.1	Három réteges hullámvezető	33
3.2	Cikk-cakk hullám	34
3.3	Rácscsatolás	36
3.4	Rácscsatolt interferencia	37

3.5	Rácscsatolt interferométer - vázlat	39
3.6	Rácscsatolt interferométer - 1. fénykép	40
3.7	Oscilloszkópon megjelenő interferencia jel	41
3.8	A számítógéppel felvett vezérlő- és interferencia jel	42
3.9	Mért interferenciajel és a rá illesztett függvény	42
3.10	Interferenciajel időben	43
3.11	GCI folyadékccellával	43
3.12	GCI-SE küvetta és mintatartó	43
4.1	Intenzitástérkép (1. minta)	45
4.2	Intenzitástérkép - fókuszált nyalábbal (1. minta)	45
4.3	Amorf SiO ₂ védőréteg modellezése - Sellmeier	46
4.4	Rácscsatolt interferométer - 2. fénykép	49
4.5	Mintatartó	50
4.6	Módusspektrum mérő	50

Táblázatok jegyzéke

2.1	Hátoldali reflexió kezelése - 1. minta	21
2.2	Hátoldali reflexió kezelése - 1. minta	21
4.1	Hátoldali reflexió kezelése - 3. minta	44
4.2	Hátoldali reflexió kezelése - 4. minta	44

1. Bevezetés

A vizsgálati, méréstechnikai módszerek az anyagtudomány és biofizika számos területén elérték arra a szintre, amelyen már a „nano”¹ előtaggal jellemezhető skálákon zajló folyamatok is feltáruhnak, legyen szó néhány atomsornyi vékonyréteg kialakításáról és minősítéséről, baktériumok bioszenzorikai alkalmazásairól vagy épp grafén alapú nanostruktúrák lehetséges felhasználási területeiről. Napjaink egy fontos kutatási iránya a mind nagyobb érzékenységű, változatosabb feladatokat ellátni képes érzékelő egységek (szenzorok) kifejlesztése. Egyesek szerint a biológia évszázadát éljük, mely jelző a szenzorikai kutatások területétől sem idegen. Ugyanis minden élő organizmus valahogy kölcsön hat a környezetével, érzékeli annak változásait és megfelelően válaszol is rájuk. Ehhez pedig szüksége van arra, hogy bizonyos, életfeltételeit befolyásoló fizikai illetve kémiai megváltozásokat detektálni tudjon, mely nyilvánvaló kíváncsi, hogy ennek elérésére célirányos érzékelő rendszerek sokaságával rendelkezik. Mikrobiológiai szinten ez jelenthet például hőérzékeny idegsejteket, vagy éppen molekula specifikusan kötő receptorokat, melyek akár önálló, egyedi atomok/biomolekulák megkötésére is képesek. Ha meg tudjuk ismerni, majd hasznunkra fordítani a természet ezen „fejlesztéseit”, a legfontosabb lépést megtettük a 21. század nagy érzékenységű bioszenzorainak kifejlesztéséhez. Korábban a legelterjedtebb módszerek egyedi biomolekulák vizsgálatára a különféle jelölési eljárásokon alapuló technikák (pl. fluoreszcencia) voltak. Ezek nyilvánvaló hátránya a költséges mintapreparáláson, munka- és időigényen túl, hogy a felhasznált jelölőanyagok módosíthatják, de akár meg is hamisíthatják a mérési eredményeket. Ennek következménye, hogy az utóbbi évtizedben a kutatók érdeklődése a jelölés- (és roncsolás-) mentes eljárások felé fordult. Ilyen eljárások az optikai tulajdonságok megváltozásának kimutatását célzó mérési módszerek. A legperspektivikusabb jelölésmentes eljárások közé tartoznak az optikai hullámvezető alapú érzékelők. A sík hullámvezető vékonyrétegben terjedő elektromágneses hullám evanescens mezeje képes behatolni a réteg határain lévő eltérő optikai tulajdonságú közegekbe. Ez a kölcsönhatás a határoló közegtől függően, a közeg fizikailag jellemző módon befolyásolja a terjedő fényt. Így ha a hullámvezető film adott közeggel érintkező részén optikai tulajdonságokban (pl. effektív törésmutató) változás történik, az detektálható effektust okoz. Ilyen jelenséget pedig előidézhetünk például úgy, ha biológiai receptorokat (pl. fehérjeréteg) helyezünk a hullámvezető réteg felszínére, melyek optikai tulajdonságai (és így a vezetett fény tulajdonságai) a célmolekulák megkötése során azok mennyiségének és minőségének függvényében megváltoznak. Az érzékelési módszer kidolgozása mellett fontos, hogy az érzékelő réteg tulajdonságait a lehető legalaposabban megismerjük, legtöbbet megtudjunk róla, optimalizálni tudjuk a készítési eljárását, ezért nagyon fontos a megfelelő érzékenységű minősítési eljárások kidolgozása. Munkám során erre a feladatra a hullámvezető szenzorok érzékenységétől alig elmaradó spektroszkópiai ellipszometriát használtam. Mint spektroszkópiai módszer alkalmas nagy mennyiségű mérési adat felvételére, melyek segítségével komplex, a valós fizikai folyamatokat jól leíró modelleket tudunk felállítani. Megfelelően korszerű mérőműszerek képesek arra, hogy különböző biomolekulákból kialakuló optikai vékonyrétegeket *in situ* is tanulmányozzanak. Ez információkat nyújthat pl. fehérje adszorpció időbeni változásáról (kinetikai tulajdonságairól), de lehetőséget teremt különféle szenzor-

¹Az Európai bizottság nemrég megjelent definíciója arra vonatkozóan, hogy mit tekintünk nanoanyagnak (<http://ec.europa.eu/environment/chemicals/nanotech/index.htm>): „A natural, incidental or manufactured material containing particles, in an unbound state or as an aggregate or as an agglomerate and where, for 50% or more of the particles in the number size distribution, one or more external dimensions is in the size range 1-100 nm.”

rétegek reprodukálhatóságának, stabilitásának vizsgálatára is, mely információk hozzásegítenek az érzékelő rétegek továbbfejlesztéséhez, így érve el nagyobb érzékenységű, megbízhatóbb szenzorrétegeket. Megismerkedtem a spektroszkópiai ellipszometriával és annak *in situ* bioellipszometria rész tudományával, mely az optikai hullámvezető szenzorokhoz hasonlóan egy önálló tudományág, melyre külön mérőberendezések állnak a kutatók rendelkezésére. Azonban mindmáig nem született olyan műszer, mely egyszerre teszi lehetővé a bioszenzorral való célmolekuladetektálást, továbbá a felületen végbe menő biológiai vékonyrétegek időbeni változását, minősítését. Munkám során kijártam azt az utat, mely végén a spektroszkópiai ellipszometria alkalmassá vált arra, hogy *in situ* fehérje-immobilizációs kísérleteket végezzen optikai hullámvezető szenzorokhoz szánt chip-en, mely minden esetben egy összetett, bonyolult tervezési és gyártási folyamat során létrejövő integrált optikai egység. Ehhez az átlátszó hordozók ellipszometriai tulajdonságait vizsgáltam, és a hátoldali reflexió problémáját megoldottam. Továbbá eredményeket értem el egy önálló hullámvezető alapú szenzor összeállítás megépítésében. Kutatásom elsődleges célkitűzése a hullámvezető alapú interferometrikus szenzor érzékenységének javításán túl az, hogy a két mérőműszer párhuzamosan, valós időben és *in situ* tudjon méréseket végezni ugyan azon a hullámvezető chip-en. Ez által lehetőség nyílik a detektáló eszköz és a minősítő eljárás összehangolására kölcsönös referenciamódszerként felhasználva őket.

Oh no, a backside!

When the sample under inspection
has a backside reflection
a close index match
applied to the back
gives you a useable spectrum!

– Ron Synowicki, 2007

2. Spektroszkópiai ellipszometriai mérések optikai hullámvezető chip-en

2.1. Bevezetés az ellipszometriába

2.1.1. Elméleti alapok

Síkhullámok elmélete. Az elektromágneses tereket leíró téregyenletek a Maxwell-egyenletek [1] (2.1-2.4). Hullámoptikai jelenségek tanulmányozása esetén élhetünk azzal a feltételezéssel, hogy a közeg forrásmentes és homogén (állandó permeabilitású és permitivitású) dielektrikum. Ekkor az SI mértékegységrendszerben felírt egyenletek egy $\mathbf{r}$ helyen t időben:

$$\operatorname{div} \mathbf{D}(\mathbf{r}, t) = 0, \quad (2.1)$$

$$\operatorname{div} \mathbf{B}(\mathbf{r}, t) = 0, \quad (2.2)$$

$$\operatorname{rot} \mathbf{E}(\mathbf{r}, t) = -\partial_t \mathbf{B}(\mathbf{r}, t), \quad (2.3)$$

$$\operatorname{rot} \mathbf{H}(\mathbf{r}, t) = \partial_t \mathbf{D}(\mathbf{r}, t). \quad (2.4)$$

A közegre jellemző anyagi egyenletek pedig:

$$\mathbf{D}(\mathbf{r}, t) = \epsilon(\omega) \mathbf{E}(\mathbf{r}, t), \quad (2.5)$$

$$\mathbf{B}(\mathbf{r}, t) = \mu(\omega) \mathbf{H}(\mathbf{r}, t), \quad (2.6)$$

ahol ϵ ($[\epsilon] = F/m$) a permittivitást, μ ($[\mu] = H/m$) pedig permeabilitást jelöli.

A hely- és időfüggő térmennyiségek mellett a dielektromos állandók nemelnyelő izotróp közegben pozitív és valós, hullámhossztól függő skalárok (míg anizotróp inhomogén közegben akár helyfüggő tenzorokról is beszélhetünk).

Ezek mellett szükségünk lesz az elektromágnesség térmennyiségeire érvényes határfeltételi összefüggésekre. Ezen formulák adják meg az $\mathbf{E}(\mathbf{r}, t)$, $\mathbf{D}(\mathbf{r}, t)$, $\mathbf{B}(\mathbf{r}, t)$, $\mathbf{H}(\mathbf{r}, t)$ vektorok átmenetét két eltérő dielektrikum térrész között. A két térrészt elválasztó határfelület normálisa legyen $\mathbf{h}$. Itt is feltesszük, hogy nincsenek sem szabad áramok sem pedig határfelületi töltésfelhalmozódás. Ekkor:

$$\mathbf{h} \times (\mathbf{E}_1 - \mathbf{E}_2) = 0 \quad \mathbf{h} \cdot (\mathbf{D}_2 - \mathbf{D}_1) = 0, \quad (2.7)$$

$$\mathbf{h} \times (\mathbf{H}_1 - \mathbf{H}_2) = 0 \quad \mathbf{h} \cdot (\mathbf{B}_2 - \mathbf{B}_1) = 0. \quad (2.8)$$

A Maxwell-egyenletekből egyszerű matematikai lépésekkel megkapható az ún. hullámeqyenlet (2.9), mely megoldásai különféle változó elektromos tereket fejeznek ki. A Maxwell-egyenletek lineárisak, ezért egy „legegyszerűbb” (bázis) megoldásából minden más megoldás megkapható a szuperpozíció elvét alkalmazva. Ilyen elemi megoldásként tekinthető az elektromos síkhullám (2.10)². Mivel 2.1-2.4

²A továbbiakban a konvenció szerint nem jelölöm, de a komplex formulák valós részeinek tulajdonítok fizikai tartalmat.

egyértelmű megfeleltetést létesítenek $\mathbf{E}(\mathbf{r}, t)$ és $\mathbf{H}(\mathbf{r}, t)$ között, csupán előbbi tárgyalására szorítkozok.

$$\left[\nabla^2 - \frac{\epsilon(\omega)}{c^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} \right] \mathbf{E}(\mathbf{r}, t) = 0, \quad (2.9)$$

$$\mathbf{E}(\mathbf{r}, t) = \Re \{ \mathbf{E}_0 \cdot e^{i(\omega t - \mathbf{k} \cdot \mathbf{r} + \delta)} \}, \quad (2.10)$$

ahol ω a rezgés körfrekvenciája és $\mathbf{k}$ a hullámszámvektora, c a fény vákuumban mérhető sebessége, $\mathbf{E}_0$ amplitúdó vektor, δ pedig tetszőleges fázis tag.

Polarizált fény. [2] A polarizációs tulajdonság jellemző a fényhullámokra. Elektromágneses síkhullámok esetén ez a változó (rezgő) tér rezgési síkja, mely irányát az ún. polarizációs vektor adja meg. Egy a háromdimenziós térben tetszőleges irányba terjedő és tetszőlegesen polarizált elektromágneses hullám és komponensei az alábbi formában írhatók le, mint az ortogonális irányok mentén E_i szerint rezgő terek lineáris kombinációja:

$$\mathbf{E}(\mathbf{r}, t) = \sum_i E_i \cdot \mathbf{e}_i, \quad (2.11)$$

$$E_i = E_{i,0} \cos(\omega t - \mathbf{k} \cdot \mathbf{r} + \delta_i) = \quad (2.12)$$

$$= E_{i,0} [\cos \delta_i \cdot \cos(\omega t - \mathbf{k} \cdot \mathbf{r}) - \sin \delta_i \sin(\omega t - \mathbf{k} \cdot \mathbf{r})], \quad (2.13)$$

$$\mathbf{E}(\mathbf{r}, t) = [a_1 \cos(\omega t - \mathbf{k} \cdot \mathbf{r})] \mathbf{u}_1 - [a_2 \sin(\omega t - \mathbf{k} \cdot \mathbf{r})] \mathbf{u}_2. \quad (2.14)$$

A 2.12 rezgést leíró formulát addíciós tétellel kibontva azt találjuk, hogy konstans amplitúdót kifejező prefaktorok mellett hely- és időfüggő szinuszos illetve koszinuszos rezgések alkotják az egyes komponenseket, azaz bár háromdimenziós térben írtuk fel az egyenleteket, csupán két megkülönböztetett módus szerepel bennük. A két különböző fázisú rezgéshez rendelhetünk valamilyen - elemi rendezéssel megkapható - a_1, a_2 amplitúdókat és $\mathbf{u}_1, \mathbf{u}_2$ sajátvektorokat. Tehát egy általánosan polarizált, háromdimenzióban terjedő fényhullám polarizációs állapotát egy síkkal lehet jellemezni (hisz két vektor egy síkot definiál). A térerősség vektor ebben a síkban rezeg, így a Maxwell-egyenleteknek megfelelő módon terjedési iránya erre merőleges.

Ha az $S(\mathbf{u}_1, \mathbf{u}_2)$ síkban ezen vektorok szerint felbontjuk az elektromos térerősséget, akkor a kifejtés az alábbi alakot ölti:

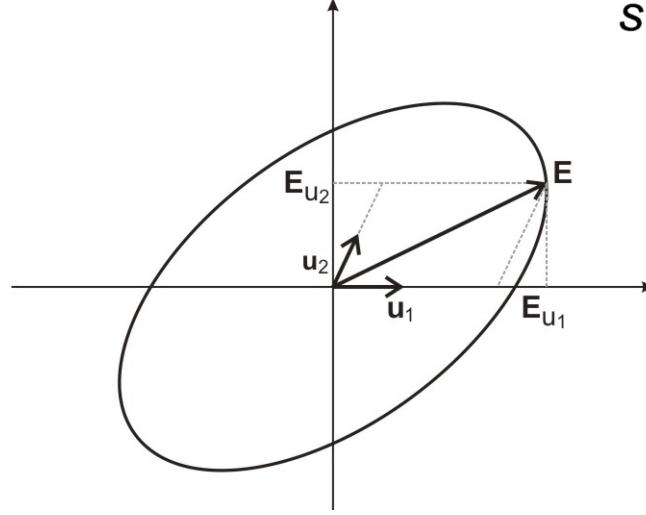
$$E_{u_1} = a_1 \cos(\omega t - \mathbf{k} \cdot \mathbf{r}) - a_2 \cos \gamma \cdot \sin(\omega t - \mathbf{k} \cdot \mathbf{r}), \quad (2.15)$$

$$E_{u_2} = -a_2 \sin \gamma \cdot \sin(\omega t - \mathbf{k} \cdot \mathbf{r}). \quad (2.16)$$

A 2.1. ábrán felvett geometriában könnyen adódik az időfüggés kiküszöbölésével és némi rendezéssel az $\mathbf{E}(\mathbf{r}, t)$ vektor által bejárt mértani hely, amely nem más, mint egy ellipszis, amelynek egyenlete

$$\frac{E_{u_1}^2}{a_1^2} + \frac{E_{u_2}^2}{(a_2 \sin \gamma)^2} - \frac{2 \cdot E_{u_1} E_{u_2} \cot \gamma}{a_1^2} = 1, \quad \text{ahol} \quad (2.17)$$

$$\cos \gamma = \mathbf{u}_1 \cdot \mathbf{u}_2 \quad \sin \gamma = |\mathbf{u}_1 \times \mathbf{u}_2|. \quad (2.18)$$



2.1. ábra: Az elektromos térerősség vektor, mint a síkját meghatározó bázisvektorok ($\mathbf{u}_1, \mathbf{u}_2$) lineáris kombinációja.

Innek kapta nevét az ellipszometria tudománya - a síkhullámok szuperpozíciójának polarizációs állapota általános esetben elliptikus. Az általános, elliptikus polarizációt praktikus okokból specializálni szokás (2.2. ábra). Legyenek $\mathbf{u}_1 = \mathbf{e}_x, \mathbf{u}_2 = \mathbf{e}_y$ - ekkor a hullám z irányba terjed, az eredő elektromos térerősség pedig:

$$\mathbf{E}(z, t) = \begin{pmatrix} E_x(z, t) \\ E_y(z, t) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E_{x,0} \cdot e^{i(\omega t - kz + \delta_x)} \\ E_{y,0} \cdot e^{i(\omega t - kz + \delta_y)} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E_x(z, t) \cdot e^{i(\delta_x - \delta_y)} \\ E_y(z, t) \end{pmatrix} \cdot e^{i\delta_y} \cdot e^{i(\omega t - kz)}, \quad (2.19)$$

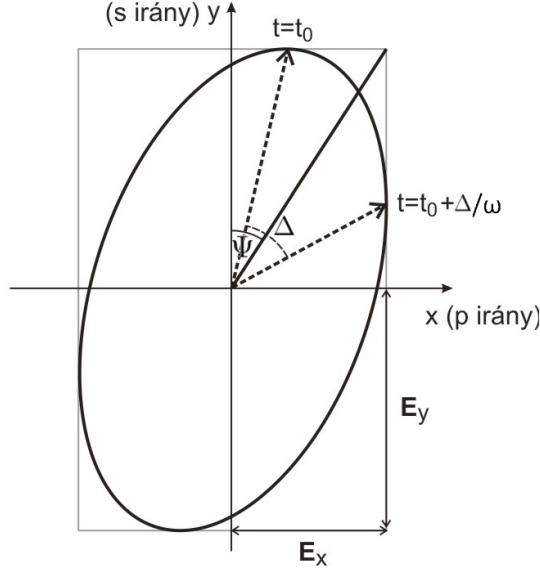
ahol $\Delta = \delta_x - \delta_y$ esetén az alábbi fogalmat vezethetjük be:

$$\mathbf{A} = \begin{pmatrix} E_{x,0} \cdot e^{i\Delta} \\ E_{y,0} \end{pmatrix}. \quad (2.20)$$

$\mathbf{A}$ vektor az ún. Jones-vektor, mely egyértelműen jellemzi a vizsgált síkhullám polarizációs állapotát. Ha ezen hullám anyaggal kölcsön hat, megváltozhat a polarizációs állapota, következésképpen a Jones-vektora is. Ezen transzformáció tulajdonságai lineárisak a megváltozást okozó elemekre nézve, matematikailag ezért a Jones-mátrixszal reprezentálhatóak:

$$\mathbf{A}_2 = \mathbf{J} \mathbf{A}_1, \quad (2.21)$$

ha egy J Jones-mátrixszal leírható optikai elemmel hat kölcsön a polarizált fény, és polarizációs állapota $\mathbf{A}_1$ -ből $\mathbf{A}_2$ -be alakul.



2.2. ábra: A polarizációs ellipszis, melyen látható az ellipszometriai szögek geometriai értelmezése. Az y komponens egy t_0 pillanatban maximális, hozzá képest Δ fázistolással veszi fel legnagyobb értékét a szintén rezgő x komponens. A két maximum arányát Ψ tartalmazza.

Az ellipszometria mérhető mennyiségei. A dolgozatban tárgyalt ellipszometria³ [3, 4] a - hagyományos - ún. ellipszometriai szögeket tekinti mért paramétereknek, melyeket Ψ -vel és Δ -val jelölünk. Definícióikat és kapcsolatukat a (normált) Jones-vektorral a 2.22-2.24 képletek adják meg, míg szemléletesen a 2.2. ábra demonstrálja:

$$\Psi = \arctan \frac{E_x}{E_y}, \quad (2.22)$$

$$\Delta = \delta_x - \delta_y, \quad (2.23)$$

$$\mathbf{A} = \begin{pmatrix} \sin \Psi \cdot e^{i\Delta} \\ \cos \Psi \end{pmatrix}, \quad (2.24)$$

ahol $\delta_i, E_{i,0}$ a merőleges síkhullám komponensek fázis- illetve amplitúdó tagjai.

Ha valamilyen határfelületről visszaverődik egy polarizált síkhullám, polarizációs állapota, így az őt leíró Jones-vektor, vagyis az ellipszometriai szögek megváltoznak [5]. Ez a megváltozás jellemzi a mintát. Ez alapján az ellipszometria alapösszefüggése a Paul Drude által a 19. század második felében

³Az ellipszometria egy haladóbb tárgyalása az ún. Mueller-mátrix formalizmus. Míg a Jones-mátrixok két komplex számból álló vektorokat transzformálnak, a Mueller-mátrixok négy valós számból álló ún. Stokes-vektorokat. A Stokes-vektorok alkalmasak a részben poláros, illetve inkohérens fény leírására is. Gyakorlati jelentőségük manapság pl. periodikus nanostruktúrák, vagy épp nanokristályos szerkezeti színek tanulmányozásában van. A két ellipszometriai szög helyett lehetőség nyílik ugyanis akár a Mueller-mátrixok mind a 16 elemének kimérésére (megfelelő hardware mellett).

bevezetett jelölésekkel:

$$\rho = \frac{\chi_r}{\chi_i} = \frac{|\chi_r|}{|\chi_i|} \cdot e^{i(\delta_r - \delta_i)} = \frac{\frac{E_{r,p}}{E_{r,s}}}{\frac{E_{i,p}}{E_{i,s}}} = \frac{\frac{E_{r,p}}{E_{i,p}}}{\frac{E_{r,s}}{E_{i,s}}} = \frac{r_p}{r_s} = \tan \Psi \cdot e^{i\Delta}, \quad (2.25)$$

$$\Psi = \arctan \frac{\chi_r}{\chi_i}, \quad (2.26)$$

$$\Delta = \delta_r - \delta_i, \quad (2.27)$$

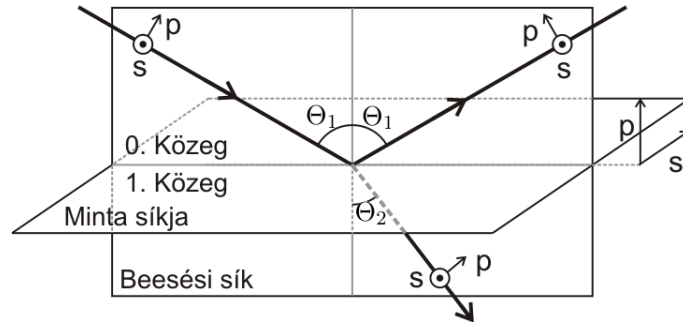
ahol az i és r indexek rendre a beeső és visszavert, a p és s indexek pedig a beesési síkkal párhuzamos (TM) illetve merőleges (TE) elektromos térerő komponenseket jelölik (2.3. ábra); továbbá ρ a komplex reflexiós együttható, χ_j ($j=p,s$) polarizációs együtthatók, r_j pedig az egyes komponensek reflexiós együtthatója.

Az r_j reflexiós együtthatók a Fresnel-formulákból (2.28, 2.29) ismertek és függnek a réteghatár törésmutató viszonyaitól valamint a beesési szögtől:

$$r_s = \frac{n_1 \cos \Theta_1 - n_2 \cos \Theta_2}{n_1 \cos \Theta_1 + n_2 \cos \Theta_2} \quad t_s = \frac{2n_1 \cos \Theta_1}{n_1 \cos \Theta_1 + n_2 \cos \Theta_2}, \quad (2.28)$$

$$r_p = \frac{n_2 \cos \Theta_1 - n_1 \cos \Theta_2}{n_1 \cos \Theta_2 + n_2 \cos \Theta_1} \quad t_p = \frac{2n_1 \cos \Theta_1}{n_1 \cos \Theta_2 + n_2 \cos \Theta_1}; \quad (2.29)$$

a beesési szög és a hullámhossz a mérés folyamán széles tartományban választható, míg a törésmutatók a vizsgálat tárgyát képezik. Ennek megfelelően a határfelületen visszaverődő fény polarizációs állapotának megváltozását különböző hullámhosszakon követve fontos információkat kaphatunk az anyag optikai tulajdonságairól (az optikai modellek című alfejezetben kiderül, még mikről) - ez a spektroszkópiai ellipszometria (SE) alap gondolata.



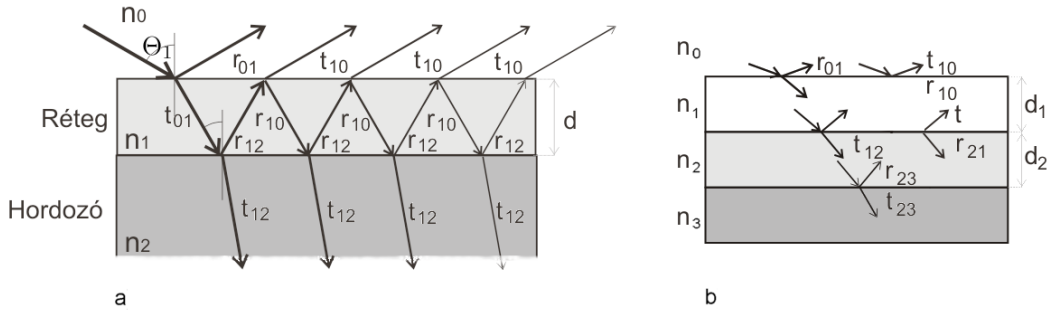
2.3. ábra: Reflexió eltérő törésmutatójú közegek határán, a beesési síkra merőleges (s) és párhuzamos (p) polarizációs irányokra.

Optikai vékonyréteg-szerkezetek. Optikai (minőségű) vékonyrétegről akkor beszélhetünk, ha a réteg a fény hullámhosszával összemérhető skálán homogén, míg a határfelületek érdessége ugyanezen a skálán elhanyagolhatóan kicsi. Ilyen esetekben a fényt, mint elektromágneses hullámot kell kezelni, de a visszaverődés-áteresztés jelenségét kvalitatívan vizsgálhatjuk az egymást erősítő hullámfrontok,

mint kvázisugármenetek tanulmányozásával is [6]. Ezen sugármenetek, mint vékonyréteg-interferencia erősítési helyei írhatóak le, mely az erősítés feltétele λ hullámhossz esetén (2.30). Optikai rétegek ilyen modelljével kiszámítható a reflexió és transzmisszió együttható a különböző törésmutatójú közegek határán, mindkét polarizációs irányra:

$$\beta = \frac{2\pi d}{\lambda} n_1 \cos \Theta_1, \quad (2.30)$$

ahol β a mérő fény fázisának megváltozása, amíg az a felső réteghatárról az alsó réteghatárig, majd onnan visszaverődve újra a felületre ér⁴.



2.4. ábra: Fény reflexiója optikai vékonyréteg-rendszerekben.

Tekintsünk először egy félvégtesen hordozót (melynek hátoldaláról nem verődik vissza fény - elnyelődik/kiszóródik; 2.4a. ábra). Az ábrán látható módon, $r_{ij}(t_{ij})$ mutatja a visszaverődés (átérésztés) amplitúdóját az egyes határfelületeken (i és j a közegek indexei). Az együtthatók a Fresnel-formulákból (2.28, 2.29) számolhatóak, a sugármenetek járulékait pedig végtelen mértani sorral közelítve összegezhjük:

$$r_{012} = r_{01} + t_{01}t_{10}r_{12}e^{-i\cdot 2\beta} + t_{01}t_{10}r_{10}r_{12}^2e^{-i\cdot 4\beta} + t_{01}t_{10}r_{10}^2r_{12}^3e^{-i\cdot 6\beta} + \dots = \quad (2.31)$$

$$= r_{01} + t_{01}t_{10} \cdot \sum_{k=0}^{\infty} r_{10}^k r_{12}^{1+k} e^{-i\cdot 2k\beta} = r_{01} + \frac{t_{01}t_{10}r_{12}e^{-i\cdot 2\beta}}{1 - r_{10}r_{12}e^{-i\cdot 2\beta}}. \quad (2.32)$$

A Fresnel-képletek alapján belátható, hogy $r_{01} = -r_{10}$ és $t_{01}t_{10} = 1 - r_{01}^2$. Ezek felhasználásával a rendszer teljes transzmissziós és reflexiós együtthatói [6]:

$$r_{012} = \frac{r_{01}r_{12}e^{-i\cdot 2\beta}}{1 + r_{01}r_{12}e^{-i\cdot 2\beta}}, \quad (2.33)$$

$$t_{012} = \frac{t_{01}t_{12}e^{-i\cdot 2\beta}}{1 + r_{01}r_{12}e^{-i\cdot 2\beta}}. \quad (2.34)$$

A 2.25 képlet elmondja a kapcsolatot az ellipszometriai szögek és a p illetve s irányra vett reflexiók

⁴Ez a mennyiség régiesebb nevén a vékonyréteg fázisvastagságaként is ismeretes.

együtthetők között. A teljes rendszerre jellemző együtthetőkről beláttuk, hogy az egyes réteghatárok áteresztési illetve visszaverődési jellemzői határozzák meg őket (2.33, 2.34), amiket viszont a Fresnel-formulákból ismerünk. Így a fizikai paraméterek (törésmutató, beesési szög, rétegvastagság (2.30)) és az absztrakt ellipszometriai paraméterek (Ψ és Δ) között egyértelmű kapcsolatot létesítettünk, mérhetővé tettük őket mint a polarizált hullám tulajdonságait.

A 2.4b ábra egy több rétegből álló rendszert mutat be. A valóságban általában ilyen mintákkal találkozhatunk. A példában a közeggel együtt négy rétegről beszélhetünk. Az a) esethez hasonlóan bevezethető és kiszámítható (teljesen azonos módon) egy $r_{123} - t_{123}$ adatpár, mellyel gyakorlatilag az n_2, n_3 törésmutatójú közegeket „egyesítettük”, hisz az $n_1 - n_2$ és $n_2 - n_3$ határfelületekre jellemző két-két reflexió és transzmisszió együtthető helyett egyet-egyet gyártottunk (2.33, 2.34) szerint. Ezt követően már az analógia adott az a) példával. Látható, hogy tetszőleges számú rétegre ez az iterációs folyamat elvégezhető. Azonban míg két réteg esetén analitikusan kezelhető a feladat, a rétegek számának növelésével a szerkezeti és anyagi (mérendő) paraméterek száma is egyre nő (rétegvastagságok, törésmutatók). Ezért numerikus megoldásokhoz, számítógépes kiértékelő algoritmusokhoz és vékonyréteg-rendszereket leíró optikai modellekhez kell folyamodnunk, melyekről a következő alfejezet kínál rövid áttekintést. A fenti számolásban a történeti hagyományokat követtem és igyekeztem a szemléletesebb utat bemutatni. Több réteg esetén azonban az iteratív tárgyalásmód helyett sokkal praktikusabb az illetző algoritmusokban is használt transzfer-mátrix módszer alkalmazása.

2.1.2. Optikai modellek

Néhány ellipszometriában használatos, a korábban bemutatott elméletek gyakorlati alkalmazásában kulcsfontosságú elméletet szeretnék bemutatni. A dolgozatban csak dielektrikumokat fogok vizsgálni, ezért eltekintek a félvezetők illetve fémek polarizált fénnel való kölcsönhatásának leírásától.

Cauchy-féle diszperziós formula. Ellipszometriában a leggyakrabban használt formula dielektrikumok modellezésére. A formula elméleti alapjául szolgál az A. Lorentz nevéhez fűződő rugalmas elektron modell. Az adott frekvenciájú fény, mely gerjesztő erővel hat a számolható sajátfrekvencián ez által megszólaló elektronokra. Az elektromos tér-anyag kölcsönhatásból valamint a frekvenciafüggésből már kiszámítható egy egyszerű modell a törésmutatóra:

$$n(\lambda) = A + \frac{B}{\lambda^2} + \frac{C}{\lambda^4} + \dots \quad (2.35)$$

Akkor beszélünk Cauchy-formuláról, ha a hatványsor λ^4 -esnél magasabb rendű tagjait elhanyagoljuk. A hatványsor együtthetői az anyagra mikroszkopikusan jellemező tulajdonságokból számíthatóak (pl. elektronsűrűség, rácsállandók) is, de a következőkben mint mérési paraméterek fognak szerepelni [7].

Effektív közeg közelítés. (Effective Medium Approximation - EMA) Az EMA alkalmazásával olyan összetett anyagrendszerek vizsgálhatók, amelyek irodalmi referencia-törésmutatókkal jellemezhető fázisok keverékeként adhatók meg. Ennek feltétele, hogy a fázisok mérete elegendően nagy legyen a

méreteffektusok elkerüléséhez, de kisebb legyen a vizsgált fény hullámhosszánál a fényszórás elkerüléséhez. Az EMA elmélet alapjai a mikroszkopikus - makroszkopikus polarizációs állapotok közötti kapcsolaton nyugszanak (Clausius-Mosotti egyenlet).

Makroszkopikusan homogén ám mikroszkopikusan heterogén rétegek leírásakor jól működik ez a közelítés. Ekkor ugyanis a felületen lévő („elszóró”) részecskék (polikristályok, fehérjemolekulák stb.) mérete jóval kisebb a fény hullámhosszánál, ezért eltekinthetünk olyan jelenségektől, mint fényszórás vagy fényelhajlás. Amennyiben a heterogén ám közelítéssel tárgyalható térrész mérete összemérhető egy olyan méretskálával, amelyen mért inhomogenitás már nem elhanyagolható, akkor a Bruggeman-féle effektív közeg közelítés értelmében a vizsgált anyag törésmutatója egyenlőnek vehető a megfelelő tömbi anyag optikai sűrűségével és így hatékony lehetőséget ad a dielektromos függvény meghatározására (n törésmutató esetén a függvény: $\epsilon(\omega) = \sqrt{n(\omega)}$). Hasonló módon értelmezhető a „kevert” közegre vezetőképesség is. Bruggeman [8] javaslata egy i komponensből álló anyagra:

$$\sum_i f_i \frac{\epsilon_i - \epsilon}{\epsilon_i + \gamma_d \epsilon} = 0, \quad (2.36)$$

ahol ϵ_i az i -edik, f_i térfogataránnyal rendelkező komponens tömbi állapotára jellemző dielektromos függvénye, γ_d a depolarizációs faktor (értéke általában 2 körüli [5]), míg a keresett dielektromos függvény ϵ .

De Feijter formula. Fehérjerétegek optikai minőségű felületre való adszorpcióját jól jellemezhetjük a réteg vastagságával (melyet a fentebb tárgyalt modellek illesztésével közvetlenül megkaphatunk), valamint a felületi tömegsűrűségével. De Feijter belátta [9], hogy a felületre levált réteg tömegsűrűsége:

$$\Gamma = d \cdot \frac{n - n_k}{dn/dc}, \quad (2.37)$$

ahol d a fehérjék alkotta vékonyréteg vastagsága, n_k a rá jellemző effektív törésmutató, n a közeg (általában pufferoldat) törésmutatója, míg a nevezőben szereplő derivált a fehérjeoldat törésmutatójának az oldat koncentrációjára vett gradiense. Ennek értéke az irodalomból ismert, $0,18 \pm 0,01 \text{ cm}^3/\text{g}$ 632,8 nm hullámhosszon, mely adekvát közelítést ad $\sim 0,4 \text{ g/ml}$ fehérjekoncentráció alatt.

Modellek és mérés kapcsolata. A korábbi fejezetekben bevezetett ellipszometriai szögekről (Ψ, Δ) megállapítottuk, hogy a mintára jellemző megváltozást mutatnak reflexió során, adott és tetszőleges beesési szög mellett. Manapság spektroszkópiai ellipszometriáról beszélhetünk, ami azt jelenti, hogy több különböző hullámhosszon végzünk mérést. Ilyen módon nagymennyiségű adat áll rendelkezésünkre, melyekre többek között a korábbi két bekezdésben bemutatott optikai modelleket tudjuk illeszteni. Az illesztés paraméterei a mérendő minta fizikai jellemzői, így a legjobb illesztést tekinthetjük a mérés eredményének. A mérés jóságát az egyes paraméterek illesztési algoritmus által számított hibáján túl jellemezni szokás az ún. négyzetes középhibával (Mean Square Error - *MSE*):

$$MSE = \left\{ \frac{1}{2N - M} \sum_{i=1}^N \left[\left(\frac{\Delta_i^{\text{mért}} - \Delta_i^{\text{mod}}}{\sigma_{\Psi,i}^{\text{mért}}} \right)^2 + \left(\frac{\Psi_i^{\text{mért}} - \Psi_i^{\text{mod}}}{\sigma_{\Delta,i}^{\text{mért}}} \right)^2 \right] \right\}^{\frac{1}{2}}, \quad (2.38)$$

ahol N a mérési adatpárok míg M az illesztendő paraméterek számát jelöli, $(\Delta_i^{\text{mért}}, \Psi_i^{\text{mért}})$ az i -edik mérési adatpár míg $(\Delta_i^{\text{mod}}, \Psi_i^{\text{mod}})$ az ugyanezen pontra kapott illesztett eredmény. A mért ellipszometriai szögek szórását $\sigma_{i,j}$ -vel jelöltem.⁵ A későbbiekben számos mért és kiértékelt $\Psi - \Delta$ spektrum kerül majd bemutatásra (pl. 2.9. ábra).

Az ellipszometria indirekt mérési módszer. Ahogy bonyolultabb rétegszerkezetekre láttuk, analitikus megoldás még az egyszerűbb szerkezetekre sem biztos, hogy létezik. A gyakorlatban ez a bonyolultság azt jelenti, hogy nem (vagy csak nagy nehézségek árán) alkalmas az ellipszometria pl. ismeretlen anyagszerkezet elemzésére (tehát nem analitikai eljárás). Ezzel közel ekvivalens az a megfogalmazás, mely szerint akkor tudunk mérési eredményekhez jutni (pl. vastagság, törésmutató), ha egy helyes optikai modell felállításához elegendő mértékben ismerjük a mért rétegszerkezetet (pl. egykristályos szilícium hordozó, rajta közelítőleg, de nem pontosan ismert vastagságú oxidréteggel). Ekkor megfelelő irodalmi referenciaadatokkal és kiértékelő algoritmusokkal dolgozva már meghatározhatók a szerkezeti paraméterek (szilíciumoxid esetén akár atomi pontossággal).

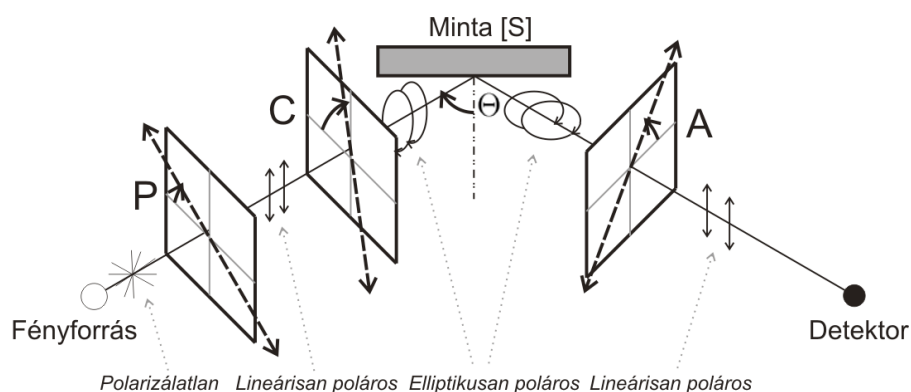
2.1.3. Korszerű ellipszométer felépítése és működése

Röviden érdemes áttekinteni, hogyan épül fel, illetve hogyan működik egy korszerű spektroszkópiai ellipszométer [10]. Az ellipszométernek két, egy síkban elhelyezkedő „karja” van, melyek közül az egyikben található a fényforrás, a másikban pedig a detektor. A fényforrás után helyezkedik el a polarizátor (P), mely lineárisan polarizálja a polarizálatlan fényt. A lineárisan polarizált fényt a következő alkatrész, a kompenzátor (C) elliptikusan polarizálttá teszi fázis modulációval (ez lehet akár egy $\lambda/4$ -es lemez, elektronikusan vezérelt fotoelasztikus modulátor vagy folyadékkristály). Így elliptikusan polarizált fény jut a következő részegységre, a mérendő mintára (S), melyen polarizációs állapota megváltozik. A detektor karon lévő analizátor újra lineárisan polarizált fényt állít elő (a visszaverődő elliptikusan polarizált fény egy adott irányú metszetét), amely a detektorba jut. A kompenzátor körbeforgatásával létrehozott fázis moduláció következtében a detektoron olyan jel jön létre, amely Fourier analízisével meghatározhatók a $\Psi - \Delta$ ellipszometriai szögek [11]. A számolásban kihasználható, hogy a bevezetett Jones-vektorok a Jones-mátrixok által lineárisan transzformálódnak. Az imént vázolt hagyományos PCSA ellipszometriai konfiguráció sematikus vázlatát a 2.5. ábra szemlélteti.⁶

A dolgozat méréseihez használt ellipszométer egy Woollam M-2000DI (Woollam Co. Inc.[12]) típusú forgó kompenzátoros ellipszométer, melyhez elektronikusan vezérelhető goniométerállvány és mintatartó asztal tartozik (2.6. ábra). Az elérhető hullámhossz-tartomány 193-1690 nm közé esik, mely

⁵A mérés során a kompenzátor másodpercenként hússzor fordul körbe. A ellipszometriai szögek meghatározásához elegendő egyetlen fél-periódus. A zaj csökkentése érdekében azonban egy mérés általában több másodpercig tart. Így az egyetlen mérési ciklus során meghatározott $(\Delta_i^{\text{mod}}, \Psi_i^{\text{mod}})$ szögek szórása definiálható, amely jellemzi az adott hullámhosszhoz és beesési szöghöz tartozó zajt, ezáltal kiválóan alkalmas az MSE képletében a normalásra.

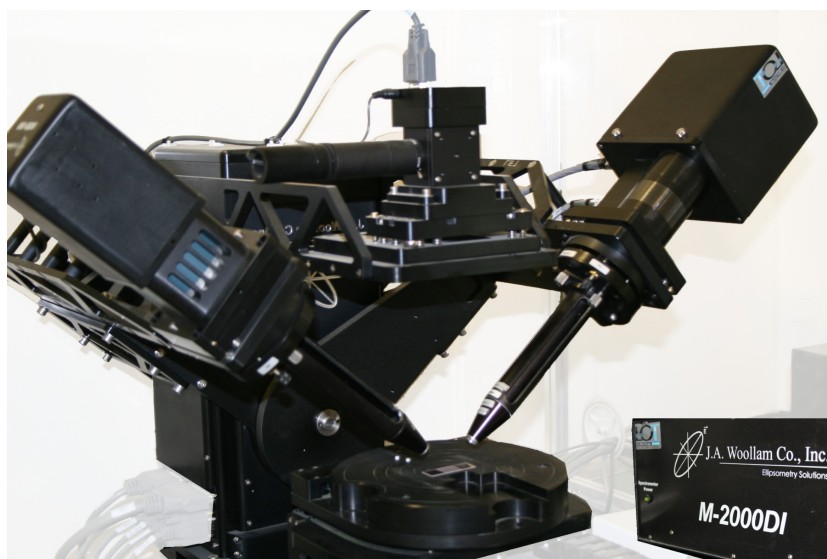
⁶Számos különféle konfiguráció elképzelhető. Létezik forgó analizátoros, de dupla kompenzátoros ellipszométer is. Utóbbival lehetőség van a korábbi lábjegyzetben említett Mueller-mátrix összes elemének kimérésére is.



2.5. ábra: PCSA Ellipszométer konfiguráció: fényforrás, polarizátor (P), kompenzátor (C), minta, analízátor (A), detektor.

eléréséről egy UV-ben intenzíven sugárzó deutérium-, valamint egy IR-ben intenzíven sugárzó halogén lámpa gondoskodik. A nyaláb átmérője néhány milliméter, míg megfelelő optikával akár $150\ \mu\text{m}$ is elérhető.

A kiértékelésekhez a Woollam által biztosított és mérési eredmények bemutatásakor szereplő CompleteEASE valamint WVASE32 ellipszometriai programokat használtam.



2.6. ábra: Woollam M-2000DI nyalábfókuszáló optikával.

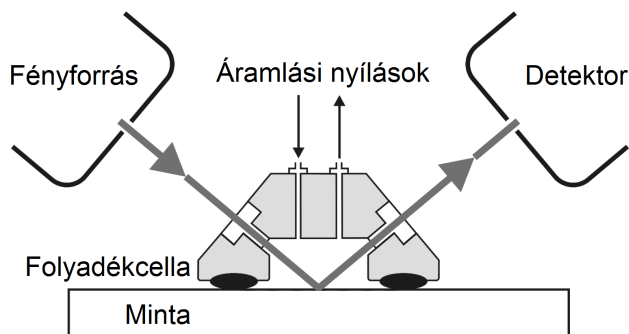
2.1.4. Ellipszometriai mérések (*ex situ*, *in situ*, térképező)

Alapvető mérési eljárás a minta mintatartóba helyezését követően számítógépes program vezérelte mérés elindítása. Ekkor a műszer „ránéz” megadott mérési idővel a mintára, és néhány másodperc alatt felveszi a $\Psi - \Delta$ spektrumot melyet ezután kiértékelhetünk. Mivel elég „ránéznie” a mintára, az ellipszometria roncsolás- és érintésmentes mérési módszer. Mindezekon felül fázismérés képességének köszönhetően az érzékenysége is kiemelkedően nagy. Belátható ugyanis, hogy akár atomi szintű

vastagságkülönbségek detektálására is alkalmas!⁷

Továbbá korszerű ellipszométerekkel lehetőség nyílik arra, hogy tetszőleges (0,05 s fölötti) időtartamon keresztül és tetszőleges időközönként végezzünk méréseket. Ennek technikai megvalósításán túl jogosultsága abban áll, hogy mivel roncsolásmentes, nem okoz semmiféle maradandó változást a mintában, tehát mód nyílik valós időben, folyamat közbeni, ún. *in situ* méréseket is végezni. Ekkor nyomon követhetővé válnak az időben változó folyamatok, melyek a minta felületén mennek végbe, lehetővé téve azok mélyebb, alaposabb megismerését. Lehet ez a natív oxidréteg növekedése, a felület levegőben található szerves molekuláktól való beszennyeződése, vagy éppen egy hordozóra leváló fehérjeréteg.

Molekuláris biológiai folyamatok (pl. fehérje adszorpció) rendszerint oldatokban zajlanak le. A fentebb vázolt PCSA összeállítást ezért alkalmassá kell tenni folyadékokban való mérésre. Ehhez ún. folyadékcella megépítésére és felszerelésére van szükség. A folyadékcella a mintára rögzíthető, így egy zárt áramlási teret képez felette, melyben ki- és beömlő nyílások alkalmazásával folyadék áramoltatható. Ahhoz, hogy a fény eljusson a mintára, majd arról a detektorba, optikai minőségű ablakokat is be kell építeni a cellába. Sematikus vázlatot erről az alkatrészről az 2.7. ábra tartalmaz.



2.7. ábra: Az ellipszométer fényútjába helyezett folyadékcella - vázlat.

Az *in situ* mérések során kialakult réteget *ex situ* is vizsgálhatjuk. Ilyenkor nem kapunk információt a fehérje leválás kinetikájáról, de cserébe végezhető térképezés. A korszerűbb ellipszométerek ugyanis rendelkeznek térképezés funkcióval, amely során a mintát több különböző pontban méri meg. Ez a funkció - egyelőre - csak folyadékcella nélkül érhető el. Térképező mérésekkel viszont lehetőség nyílik a minta makroszkopikus homogenitásának vizsgálatára mind vastagság, mind például törésmutató tekintetében.

2.1.5. SE rövid összefoglalása

A bevezetőben megismert SE egy nagy érzékenységgű (akár atomi réteg detektálására képes), gyors, roncsolás- és érintésmentes nemanalitikai optikai mérési módszer, mely a fény polarizációs állapotának megváltozásán alapulva vizsgálja valamely hordozóra leválasztott optikai vékonyréteg-szerkezetek

⁷ Ennek demonstrálása lehetséges a mérések kiértékelésekor használt optikai modellekkel való szimulációval. Így megbecsülhetjük, hogy például egykristályos szilícium hordozón 1 nm vastagságú oxidréteg mekkora változást okoz Δ -ban - ezen paraméterre vett reprodukálhatóságban szokás az ellipszométerek pontosságát mérni, jelen készülék esetén pedig fokban ez az érték 0,05. Kiszámolható, hogy ez mindössze 0,011 nm vastag felületi oxidréteget jelent, ami a jellemző rácsállandóknál, atomtávolságoknál egy nagyságrenddel kisebb, vagyis az ellipszométeres mérések alkalmasak atomi rétegek vizsgálatára.

opto-geometriai tulajdonságait. Folyadékcella beiktatásával egy korszerű ellipszométer képes arra, hogy valós időben *in situ* vizsgáljon különféle felületi reakciókat, mint például fehérjeréteg növekedését bioszenzorikai alkalmazásokhoz. Továbbá lehetőség van mérési térképek készítésére egy azon mintáról, illetve felszerelhető optikával a nyalábot fókuszálni is tudjuk.

2.2. Ellipszometria átlátszó hordozón

Ebben a fejezetben átlátszó, üveg hordozón végzett ellipszometriai méréseket fogok bemutatni. Ehhez először bemutatom az átlátszó hordozókat és a hátoldali reflexió jelenségét, mint problémát és annak lehetséges megoldását. Különböző szempontok szerint vizsgálom és minősítem a megoldási utakat. Majd bemutatom, hogy a hátoldali reflexió kiküszöbölése hogyan teszi lehetővé üveg hordozóval készült optikai hullámvezető chippek *in situ* ellipszometriai méréseit, melyek a kombinált méréshez elengedhetetlenek.

2.2.1. Mérés üvegen

Ellipszometriai mérések során általában vékonyrétegek optikai tulajdonságait szeretnék kideríteni. Ezek jellemzően felületi rétegrendszerek valamilyen hordozón, lehetnek valamilyen fizikai/kémiai úton leválasztott, vagy épp felületi módosítással (pl. ionimplantáció) létrehozott rétegek. A 2.1.1. fejezetben bemutatott vékonyrétegek esetén mindig feltételezzük azt, hogy a hordozó félvégtelennek tekinthető elnyelő minta, így annak hátoldalát már mint optikai réteghatárt nem kell figyelembe venni (pl. egykristályos szilícium). Viszont ha a hordozó átlátszó, már jelentős mennyiségű fény verődik vissza a hátoldaltól, mely a detektorba jutva (az előoldali reflexióval feltehetően inkohere⁸) mért jelet okoz - ezt a jelenséget hívjuk hátoldali reflexiónak. A gyakorlat azt mutatja, hogy ez a mérési eredményeinket módosítja. A hordozók minősége gyakran sokkal alatta van a vizsgált optikai vékonyrétegnek, durva a hátoldal felszíne (mint ahogy a mérésekben is látszik a spektrum zajosságán), ám a visszavert jel intenzitása viszonylag nagy lehet (összemérhető az előoldali reflexióval, azaz a hasznos jellel), így egy intenzív, a hasznos jelet elnyomó komponenst juttat a jelre. Ez modellekkel nehezen kezelhető probléma. A mintára illesztett optikai modell komplexitása, illesztendő paramétereinek száma nő, ami nyilvánvaló hátrányokat jelent az illesztés hibájában, robusztusságában, megbízhatóságában (például egy *in situ* fehérjeleválasztás hullámvezető chip-re folyadékcellában közel 10 mérési paraméterrel jellemezhető). Ezért érdemes fizikai (nem szoftveres) úton kiküszöbölni a hátoldali reflexiót.⁹

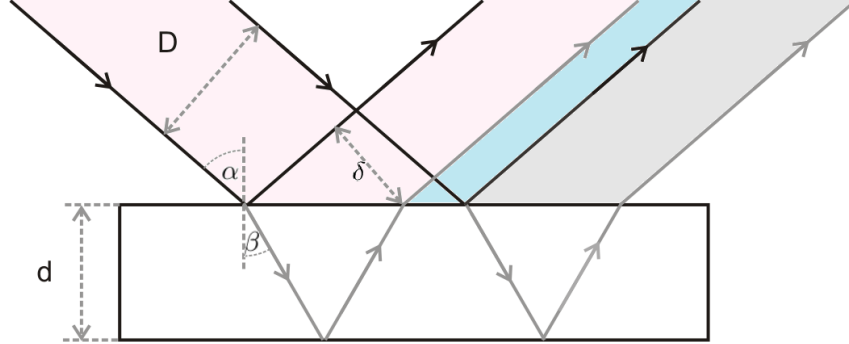
Mivel kutatási munkám elsődleges célja, hogy spektroszkópiai ellipszométer - rácscsatolt interferométer kombinált mérésekig jussak, olyan mintán kell megtanulni ellipszometriai méréseket végezni, melynek fizikai paraméterei megegyeznek az interferometrikus szenzor chippek tulajdonságaival. Ezen (a későbbiekben pontosabban bemutatásra kerülő) chippek pedig (az általam használt esetekben) 1,0 mm vastag üveg hordozót tartalmaznak. Így a kísérleti feladat egy megfelelő mérési rutin kidolgozása

⁸ Ennek oka az, hogy a hordozó fázisvastagsága nagy, vagyis a fény számos oszcillációs perióduson keresztülmegy, míg a hátoldaltól visszaverődve újra a felületre jut. Ennek következtében a minta anyagában vagy a felületek párhuzamosságában bekövetkező legkisebb tökéletlenség is kiszámíthatatlan és a mérő folton belül laterálisan eltérő fázisban visszaérkező kevert, azaz a kiértékelési módszereinkkel nehezen értelmezhető választ ad.

⁹ Megjegyezzük, hogy a vékonyréteg-rendszer tulajdonságait definíció szerint nem befolyásolhatja a hordozó, a mérési eredményektől tehát függetlennek tekintendő.

ezekre a mintákra.

Hátoldali reflexió. A hátoldali reflexiót síkmetszetben vizsgáljuk az alábbi, 2.8. ábrán.



2.8. ábra: Hátoldali reflexió. Egy D átmérőjű nyaláb reflexiója d vastagságú átlátszó hordozóról, melyet bennfoglaló sugármeneteit leírva jellemzünk.

Tegyük fel, hogy a mintára eső nyaláb $D=5$ mm átmérőjű, mely a mintára $\alpha \approx 49,2^\circ$ -ban esik (ezen érték egy későbbi fejezetben szimuláció során kerül meghatározásra), majd a levegő-üveg ($n \approx 1,52$) határfelületen a Snellius-Descartes törvény szerint β szögben törik. Legyen az üveglap vastagsága d . Ekkor vezessük be a δ mennyiséget, mely megadja, hogy a kimenő nyaláb (direkt és hátoldalról reflektált nyalábok összege) mekkora része az, melyben csak a direkt reflektált nyaláb ad járulékot.¹⁰ Jó közelítéssel állíthatjuk, hogy a detektorba a teljes, D átmérőjű direkt reflektált nyaláb bejut, azonban más nem. Ekkor elemi geometriai megfontolásokból adódik (2.39), amiből az alábbi formulát tudjuk felírni a hátoldali reflexió mérési eredményt befolyásoló hatásának geometriai feltételére:

$$\delta = 2d \cdot \tan \beta \cdot \cos \alpha \approx 0,869 \cdot d, \quad (2.39)$$

$$D \leq \delta, \quad (2.40)$$

$$\frac{D}{d} \leq \sim 0,869. \quad (2.41)$$

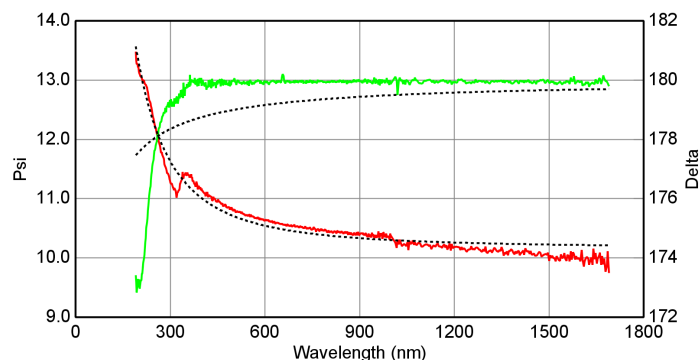
Vagyis ha (2.41) teljesül, a mérés szempontjából nem beszélhetünk hátoldali reflexióról. Ehhez a nyaláb átmérője és az átlátszó szubsztrát vastagsága között egy egyszerű arányosságnak kell fennállnia. Ez alapján (2.41) két fizikai módszer adódik a hátoldali reflexió kiküszöbölésére. Egy harmadik megoldás a hátoldal kezelése, melyekkel a rendelkezésre álló lehetőségek:

- a hátoldal megfelelő kezelésével, hogy ne reflektálódjon róla fény,
- növeljük a minta vastagságát (d) állandó nyalábátmérő (D) mellett, hogy az arányosság igaz legyen,
- csökkentjük a nyalábátmérőt (D) állandó mintavastagság (d) mellett, hogy az arányosság igaz legyen.

¹⁰Ezen számolás csupán becslés, ezért a kör keresztmetszetű nyalábot a síkmetszetben jellemző, átmérő jellegű mennyiségekkel (dimenzióhelyesen) jellemzem.

A következő alfejezetekben ezen módszerekre térek ki. A bemutatott mérési eredményekhez pedig a következő bekezdésben ismertetem egy átlátszó hordozó ellipszometriai modelljét illetve bemutatom a mért spektrumot.

Egy tesztmérés bemutatása. A 2.9. ábra egy kezeletlen átlátszó hordozó „nyers” $\Psi - \Delta$ spektrumát mutatja - a minta anyaga üveg. A beesési szög 50° míg a minta vastagsága 1,0 mm. A modell a 2.10. ábrán látható. A modellben A , B , C a Cauchy-paraméterek (Tapasztalati tény, hogy a C Cauchy-paramétert már nem érdemes illeszteni, mert a paraméterhiba összemérhető lesz magával a paraméter értékével. Ezen felül a modellhez adhatunk felületi durvaságot, érdességet leíró paramétert (*surface roughness*), hátoldali reflexió számítását (*background reflection*) valamint elnyelési paramétereket (k , *Exponent*). Szintén tapasztalati tény, hogy nem érdemes illeszteni az elnyelési paraméterekre, az általam vizsgált esetekben egyszer sem adtak számottevő, illesztési hibájukat meghaladó járulékot, ami azt mutatja, hogy a minta elnyelése a vizsgált hullámhossztartományban elhanyagolható.



2.9. ábra: Átlátszó hordozó $\Psi - \Delta$ spektruma és illesztett görbe a 192-1690 nm hullámhossztartományon.

Include Surface Roughness = [ON](#) Roughness = [12.60 nm](#) (fit)
 - Substrate = [7059_Cauchy](#) Substrate Thickness = [1.0000 mm](#)
 A = [1.480](#) (fit) B = [0.00483](#) (fit) C = [0.00000](#)
 k Amplitude = [0.00000](#) Exponent = [3.000](#)
 Band Edge = [300.0 nm](#)
 Angle Offset = [0.000](#)
 - **MODEL Options**
 Include Substrate Backside Correction = [ON](#)
 Transmission SE Data = [OFF](#) Reverse Direction = [OFF](#)
 # Back Reflections = [35.000](#) (fit) % 1st Reflection = [0.00](#) (fit)

2.10. ábra: Átlátszó hordozó $\Psi - \Delta$ spektrumára illesztett optikai modell.

2.3. Hátoldali reflexió megszüntetése

Az alfejezet bevezető szakaszában olvasható, hogy a hátoldali reflexió egy fizikai behatással megoldható probléma. Erre számos lehetőség kínálkozik [13], melyek közül a két leghatékonyabbnak bizonyultat szeretném bemutatni. Ezen eljárásokat pedig összevetem a referenciaeredménynek tekinthető geometriai megoldásokkal (2.41).

2.3.1. Az átlátszó hordozó vastagságának növelése

2.41 egyenlet szerint, ha $D=5$ mm-es nyalábbal dolgozunk (ami a Woollam M-2000DI-re gyártó által garantált érték), $d \approx 5,75$ mm az a mintavastagság, melynél geometriai okokból nem jelenhet meg a hátoldali reflexió jelensége. Ennek kísérleti tanulmányozására lehetőséget ad az átlátszó hordozó spektrumának felvétele és kiértékelése akkor, ha rendelkezésre áll azonos anyagi minőségű hordozóból megfelelő, eltérő vastagságú mintákból álló sorozat. Sajnos ez speciális igényekre egyedi mintagyártást jelent, ami igen költséges. Ezért más megoldást választottam. A rendelkezésre álló, $1 \times 26 \times 76$ mm méretű, Thermo Scientific Menzel microscope slides típusú üveglemezekből multiréteg-rendszert építettem. Az üveg törésmutatója a $632,8$ nm-en gyártó szerint $n_{ref} \approx 1,51 \pm 0,01$, mely anyagból készült lemezeket egymásra helyezve értem el a d paraméter növekedését. Ehhez törésmutató illesztésre tetraklór-etilént használtam, melyre a gyártója szerint $n_{C_2Cl_4} \approx 1,5044 \pm 0,0050$ és a gyakorlatban jól működő folyadék. Ez az ideális, tömbi üveghez képest mérési hibát okoz - egy új, reflektáló határfelületet iktat be, ami viszont a kis törésmutató kontraszt miatt kvalitatív következtetések levonását engedi (melyet a kísérlet eredménye is igazol).

A méréseket a $d=1...10$ mm tartományon végeztem, 1 mm-es lépésközzel. Minden vastagságon négy pontban mértem meg a mintát. Lehetséges, hogy pontosabb eredményeket kaphattam volna ha több pontban végzek méréseket, azonban a tetraklór-etilén egy igen gyorsan párologó folyadék így előfordulhat, sőt elő is fordult, hogy a négy mérési pontból csupán három maradt kiértékelhető. Minden vastagsághoz meghatároztam a Cauchy-paramétereket, a jellemző felületi durvaságot és a jel intenzitását.

Intenzitás. A 2.11. ábrán láthatóak az intenzitásértékek és azok hibái (négy mérési pont szórása, mely részint a törésmutató illesztő tökéletlenségéből fakad). Az intenzitást a Woollam M-2000DI SE relatív egységekben méri, így annak dimenziója 1 . Mivel a detektorra eső intenzitást W/m^2 -ben mérjük, ez egy távolságdimenziójú mennyiséggel fordítottan arányos mennyiség. A rendszerünkben mint intenzitást befolyásoló távolságdimenziójú mennyiség egyedül a d paraméter szerepel, így dimenzióanalitikai megfontolások alapján az $I(d)$ - d kapcsolatra illeszthetünk egy

$$f(d) = A + \frac{B}{d^2}, \quad (2.42)$$

alakú függvényt. Az illesztés eredménye:

$$I(d) = [0,05397 \pm 0,000368] + \frac{0,03565 \pm 0,00282}{d^2}. \quad (2.43)$$

Jól látszik, hogy a paraméterhibák minden esetben nagyságrendekkel a paraméterértékek alatt vannak, tehát a feltételezésünk jó: a vastagság növekedésével csökken az intenzitás, azaz a hátoldaltól reflektálódó nyaláb egyre jobban eltolódik az előoldaltól reflektálthoz képest, így egyre kisebb része jut a detektorba (a $\sim 5 - 15\%$ -os paraméterhibák elsődleges forrása lehet a törésmutató illesztő folyadék, mely ellenére az effektus tisztán látszik). Az illesztésben szereplő B paraméter diszkutálása bonyolult, és kevésbé érdekes feladat. Ez az anyagi minőségtől, és a pontos geometriai paraméterektől függ. Az A paraméter viszont elárulja, hogy mi az az intenzitásérték, amihez tart az $I(d)$ függvény. Ez pedig pont az az intenzitás, amit akkor mérhetünk, ha nincs hátoldali reflexió¹¹. Elméletben 5,75 mm vastagság fölött már nem lehet hátoldali reflexió, így az ennél nagyobb vastagságok esetén mért intenzitásokat mért referenciának tekinthetjük. Ez az intenzitás pedig összevethető az illesztésből származó értékkel:

$$I_{1,0\text{mm},\text{illesztett}} \approx 0,05397 \pm 0,000368, \quad (2.44)$$

$$I_{1,0\text{mm},\text{mért}} \approx 0,05472 \pm 0,0108. \quad (2.45)$$

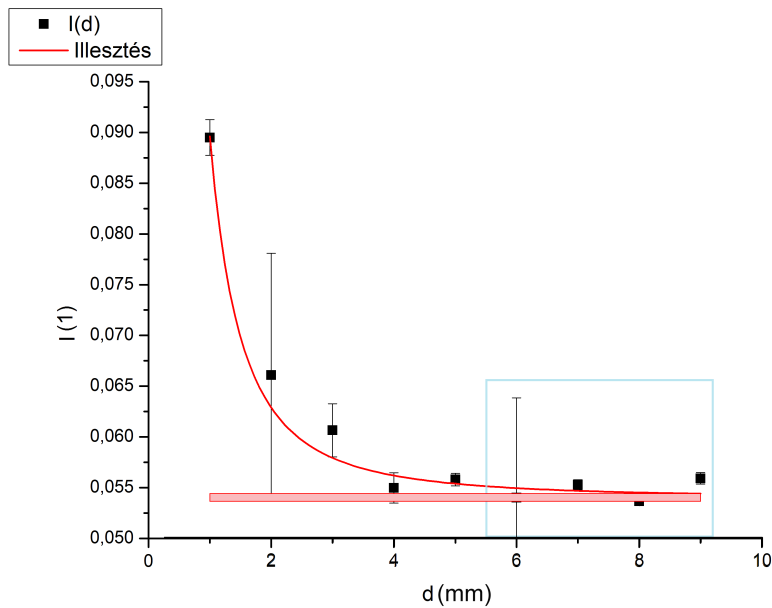
A mért eredmény a technológiai tökéletlenségek miatt viszonylag nagy hibával jelentkezik, de jól egybeesik az illesztés eredményével.

Törésmutató. A törésmutató vastagságfüggésére nem feltételezhetünk olyan egyszerű eloszlást, mint az intenzitásnál tettük (hátoldal befolyásoló hatása). Azonban referenciaértéket kaphatunk úgy, ha megnézzük, milyen törésmutatókat kaptunk 6 mm fölött, ahol már az előzőek alapján biztosan nincs hátoldali reflexió:

$$n_{1,0\text{mm},\text{mért}} \approx 1,5096 \pm 0,0089. \quad (2.46)$$

A 6 mm-es üvegvastagság felett mért intenzitásértékek az illesztéssel kapott referenciaértékhez képest csupán 2,5%-t szórnak, a törésmutató kevesebb, mint 1% -os hibával adódik erre a vastagságtartományra. Ez azt jelenti, hogy a mért üveg vastagságának megfelelő vastagságig való növelése után nagy bizonyossággal állíthatjuk, hogy az üveg valódi, hátoldali reflexiótól nem zavart spektrumát mérjük ezért a rá jellemző, valódi opto-geometriai paramétereket mérjük ki. A 2.12. ábra mutatja az illesztett törésmutatót a vastagság, így a hátoldali reflexió alakulásának függvényében.

¹¹ Az illesztett $I(d)$ függvény aszimptotikusan tart a hátoldali zaj nélküli értékhez, míg a valóságban egy bizonyos értéken túl már egzaktul nulla a hátoldal járuléka. Az ellentmondás oka, hogy bizonyos geometriai egyszerűsítő feltételekkel éltünk, amely viszont - az illesztett függvény jellege miatt - nem befolyásolja érdemben az eredményt.



2.11. ábra: Intenzitás - üvegvastagság kapcsolat. Fekete pontok jelölik az egyes vastagságoknál mért intenzitást a hozzájuk tartozó hibával. A piros vízszintes sáv jelöli azt az intenzitásértéket, melyhez az illesztés eredménye alapján tart a függvény. Kék téglalappal jelöltem azokat a mérési pontokat, melyek már 2.41 alapján (D/d arány) nem tartalmazzák a hátoldali reflexiót.

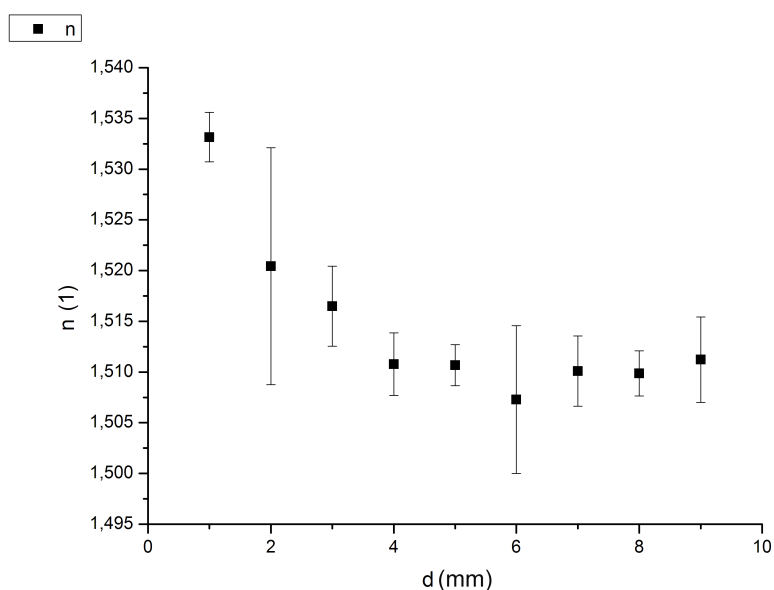
2.3.2. A hátoldal kezelése

Módszerek. A 2.13. ábra szerint alapesetben mind a felső mind pedig az alsó oldalról történik reflexió. Ha nem akarjuk modellezni a jelenséget és a rendszer geometriájának megváltoztatására sincs lehetőség, akkor a hátoldal kezelésével szüntethetjük meg a hátoldali reflexiót. Erre az egyik lehetséges mód, ha mechanikai durvítással elérjük azt, hogy megfelelően durva, matt (a fény hullámhosszánaál nagyobb, azt szórni képes méretskálán) legyen a hátoldal felszíne. A másik út pedig, hogy törésmutató illesztéssel valamilyen fényt szintén szóró anyagot helyezünk oda. Ez utóbbi tipikusan törésmutató illesztő polimer ragasztószalag, amely „csapdába ejti” a hátoldaltól reflektálódni vágyó fényt. A mechanikai durvítást finom polírozó papírral végeztem, míg a törésmutató illesztésére *Scotch R Magic TM* adhézios ragasztószalagot használtam [13].

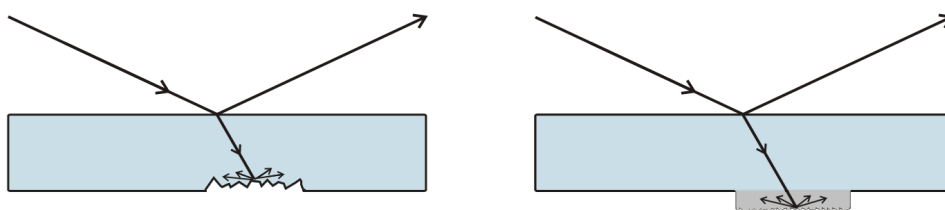
Mérési eredmények. Számos mérést végeztem munkám során, melyek közül két reprezentatív jellegű, reprodukálható mérési eredményt szeretnék bemutatni¹². Az eredményeket a 2.1.-2.2. táblázatok tartalmazzák. Az egyes adatok térképező mérés eredményei - mindegyik hat mérési pontra vonatkoztatott átlag.

Az első táblázaton jól látszik, hogy mind a kezeletlen, mind pedig a törésmutató illesztő módszer hibahatáron belül megegyezik az irodalmi, valamint a 2.3.1. alfejezet alapján mért referenciaértékekkel. A hátoldal durvításából kapott törésmutató alsó hibahatárral szintén beleesik az intervallumba, ám

¹²A nagy számú rendelkezésre álló mérésből statisztikai következtetéseket tapasztalati úton tudtam levonni, a precíz számszerűsítés értelmét viszont megkérdőjelezi az anyagi minőség gyártástechnológiából fakadó, ellipszometria érzékenységehez képest jelentős inhomogenitás.



2.12. ábra: Törésmutató - üvegvastagság kapcsolat.



2.13. ábra: Háttoldal kezelése: makroszkopikus durvítás illetve törésmutató illesztő polimer.

hibája közel kétszerese a másik két esetben kapottnak. Jól látszik továbbá, hogy a polimeres módszer adja a legjobb illeszkedést, legkisebb hibát. Fizikai megfontolásokból (hordozó minősége) alapos okunk van feltételezni, hogy a felület érdes, felületi durvaság található rajta. Ezt megfelelő, a mért értéknél közel egy nagyságrenddel kisebb hibával egyedül a polimeres módszer tudja visszaadni. Emellett a intenzitásokról is jól látszik a módszer eredményessége - hibahatáron belül mind az irodalmi, mind pedig a referenciaértékkel egybecseng. Leolvasható az is, hogy a kezeletlen esetben jobban szórnak az intenzitások, ami majd a spektrumokon mint nagyobb zaj fog mutatkozni.

A második táblázatban a polimeres módszer hasonlóan jó eredményeket mutat, azonban a durvítási módszer intenzitásértéke gyakorlatilag megegyezik a kezeletlen esetben tapasztalhatóval. Ez rávilágít a durvítási módszer egy jelentős hátrányára: nem jól reprodukálható. Ugyanis a minta a preparálás során már úgy tűnt, elkészült, az eredmények mégis azt mutatják, nem volt sikeres a mattítás.

Spektrumok. Ebben a bekezdésben a 2.1. táblázat mérési eredményeiül szolgáló néhány $\Psi - \Delta$ spektrum kerül bemutatásra. A spektrumok mind a teljes, 192-1690 nm, mint pedig a kiértékelt 560-1350 nm hullámhossztartományokat tartalmazzák - utóbbi esetben illesztett függvénnyel is.

A spektrumokon is jól látszik, hogy a polimer illesztési módszer adja a legjobb illesztést valamint

	Durvított	Polimer	Kezeletlen	Irodalom	Referencia
MSE [1]	2,00	0,93	1,78	-	-
n [1] (632,8 nm)	$1,5218 \pm 0,0048$	$1,5136 \pm 0,0028$	$1,5114 \pm 0,0020$	$1,51 \pm 0,01$	$1,5095 \pm 0,0089$
Felületi durvaság [nm]	$0,59 \pm 0,84$	$3,31 \pm 0,44$	$1,50 \pm 0,98$	-	-
Intenzitás [1]	$0,069 \pm 0,0038$	$0,054 \pm 0,0016$	$0,091 \pm 0,0023$	$0,05397 \pm 0,000368$	$0,05472 \pm 0,0108$

2.1. táblázat: Hátoldali reflexió kezelése (1,0 mm vastagságú minta).

	Durvított	Polimer	Kezeletlen	Irodalom	Referencia
MSE [1]	1,08	0,78	1,82	-	-
n [1] (632,8 nm)	$1,5329 \pm 0,0011$	$1,5125 \pm 0,0012$	$1,5123 \pm 0,0020$	$1,51 \pm 0,01$	$1,5095 \pm 0,0089$
Felületi durvaság [nm]	$0,57 \pm 0,33$	$3,30 \pm 0,36$	$1,36 \pm 0,99$	-	-
Intenzitás [1]	0,092	0,053	0,089	$0,05397 \pm 0,000368$	$0,05472 \pm 0,0108$

2.2. táblázat: Hátoldali reflexió kezelése (1,0 mm vastagságú minta).

ez a spektrum a legkevésbé zajos.

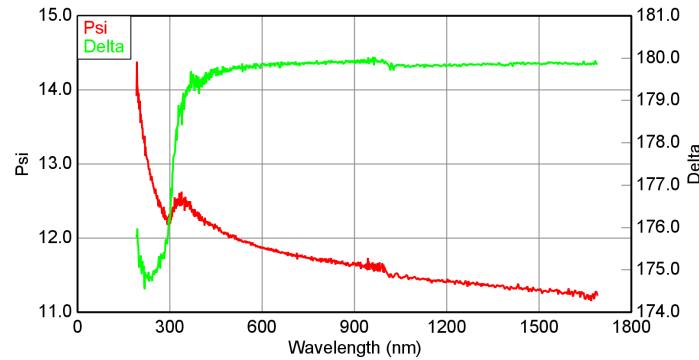
Összegzés. Összevetettük a hátoldali reflexió kezelését annak modellezése (kezeletlen eset), a hátoldal durvítása valamint törésmutató illesztő polimer alkalmazásával. Azt találtuk, hogy a durvítási módszer bár mechanikai okokból a legstabilabb megoldást kellett adja, mégsem mutatott olyan jó egyezést az irodalmi illetve saját méréseken alapuló referenciaértékekkel, mint a másik két módszer. A hátoldali reflexió optikai modellezése kerülendő megoldás, hisz bonyolultabb vékonyréteg-szerkezeteknél a hasznos paraméterek meghatározási érzékenysége nek rováására megy. Így konkludálható, hogy a törésmutató illesztő polimer alkalmazása az ideális módszer a hátoldali reflexió kezelésére, ugyanis az

- jól visszaadja az irodalmi és referenciaértékeket,
- kis MSE -t és paraméterhibákat eredményez, jól illeszkednek az optikai modellek,
- nem okoz maradandó változást a mintában (roncsolásmentes),
- neminvaszív technika lévén ez a legalkalmasabb finom optikai alkatrészek kezelésére
- jól reprodukálható,
- fizikailag is ez a módszer ad legjobban leírható modellt (felületi durvaság, spektrum alakja),
- valamint ez okozza a legkevésbé zajos mérést.

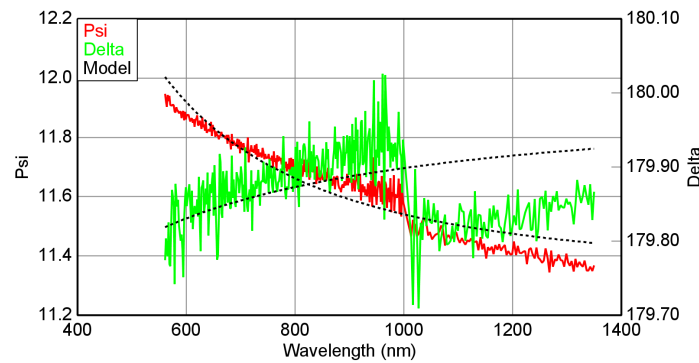
A mattítási technikákat megvizsgáltam 0,15 mm és 0,5 mm vastag üveg hordozókon is. Ezen eredmények a függelék 4.1.1. alfejezetében találhatók.

2.3.3. Nyalábfókuszálás mint referenciamódszer

Ismét nyúlunk a 2.41. formulához, amely szerint $D/d \leq \sim 0,869$ ahol D , d rendre a nyaláb átmérője illetve a minta vastagsága. A 2.6. ábrán látható módon lehetőség van az M-2000DI típusú ellipszométert felszerelni fókuszáló optikával, mely folyamányaképpen a D értékét az eredeti 5 mm-ről - jelen esetben 300 μ m-re csökkentettem. Ez 1,0 mm-es mintán $D/d = 0,3$ arányt jelent, amire a hátoldali reflexió



2.14. ábra: Az 1. minta $\Psi - \Delta$ spektruma a teljes mért hullámhossztartományon (192-1690 nm), kezeletlenül.



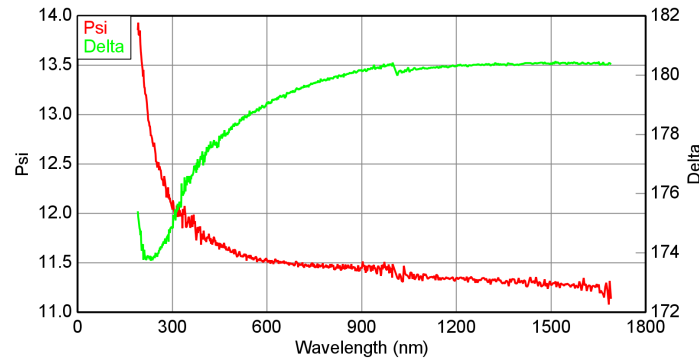
2.15. ábra: Az 1. minta $\Psi - \Delta$ spektruma 560-1350 nm-n, kezeletlenül, ahol az illesztett spektrumot szaggatott vonal jelöli. Látható, hogy az illesztés nem túl pontos - a hátoldali reflexió nehezen modellezhető spektrumot eredményez.

megszűnésének feltétele fennáll. Ezt legjobban úgy ellenőrizhetjük, ha a hátoldalon ismert inhomogenitással rendelkező mintát mérünk meg fókuszált nyalábbal. Erre pedig a legkézenfekvőbb kínákozó alkalmat a már bemutatott "1. minta" jelölésű üveglemez adja. Ez alapján készült el a 2.20. ábra, melyen a minta intenzitáseloszlása látható, mely egy térképező mérés során felvett értékeken alapszik.

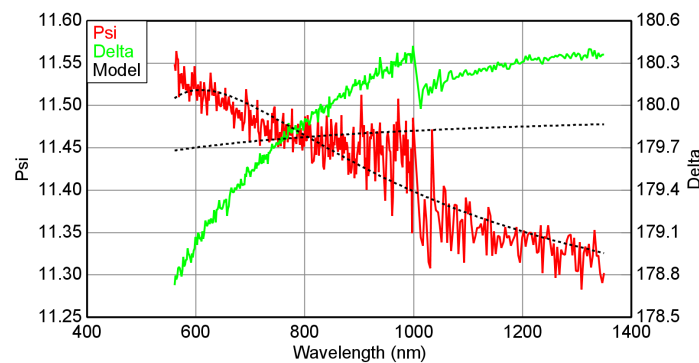
A 2.20 ábrán ábrázolt mérési pontok 0-90 tartományon durvított hátoldalúak, a következő közel 100 mérési pont polimerrel kezelt, míg a hátramaradó pontok kezeletlenek. Tehát igen szépen látszik (2.20-2.21. ábrák), ahogy normál nyaláb esetén a minta intenzitás, így hátoldali reflexió szerint jól elkülöníthető részekre választható. Az is könnyen leolvasható, hogy a hátoldali reflexió közel akkora intenzitású, mint a hasznos jel. A nyalábfókuszálás pedig nem mutat semmit (azaz teljes mértékben kiküszöböli a hátoldali reflexió hatását), ami azt jelenti, hogy ebben az esetben teljesen mindegy, mi van a minta hátoldalán. A függelék 4.1.2. alfejezete tartalmaz képeket az intenzitás síkbeli eloszlásáról mind fókuszált nyalábbal, mind pedig nélküle.

2.3.4. Összegzés

A hátoldali reflexió problémája fellép minden esetben, ha átlátszó hordozón végzünk ellipszometriai méréseket. A 2.41. egyenlet által kiválasztott geometriákban a mérést is negatívan befolyásolja. Ezen



2.16. ábra: Az 1. minta $\Psi - \Delta$ spektruma 192-1690 nm-n, durvítós módszerrel.



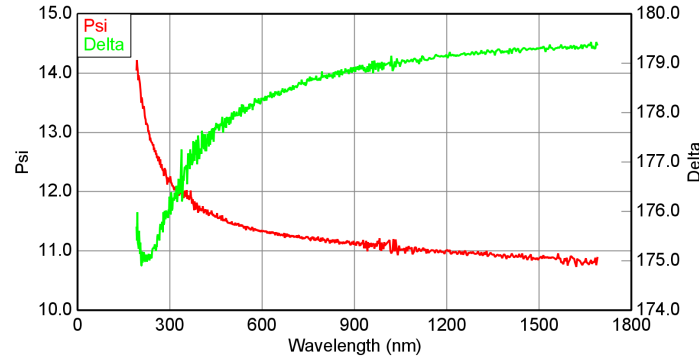
2.17. ábra: Az 1. minta $\Psi - \Delta$ spektruma 560-1350 nm-n, durvítós módszerrel, ahol az illesztett spektrumot szaggatott vonal jelöli. Látható, hogy az illesztés továbbra sem túl pontos - a durvított hátoldal sem eredményez jó illesztést.

formula állításait sikerült mérési úton igazolnom, így referenciaértékeket kaptam az 1,0 mm vastag üveg hordozó opto-geometriai tulajdonságairól (törésmutató, felületi durvaság, reflektált intenzitás). Ezeket felhasználva megvizsgáltam a két leghatásosabb módszert a hátoldali reflexió megszüntetésére, melyeket egymással és a jelenség szoftveres kezelésével is összevettem. Az eredményeim azt mutatják, hogy a hátoldalra ragasztott törésmutató illesztő polimer adja messzemenően a legjobb megoldást. Ekkor kapjuk a legjobb illesztést mindamelllett, hogy minden paraméter szépen egybecseng az irodalmi- és referenciaértékekkel, továbbá a módszer jól reprodukálható.

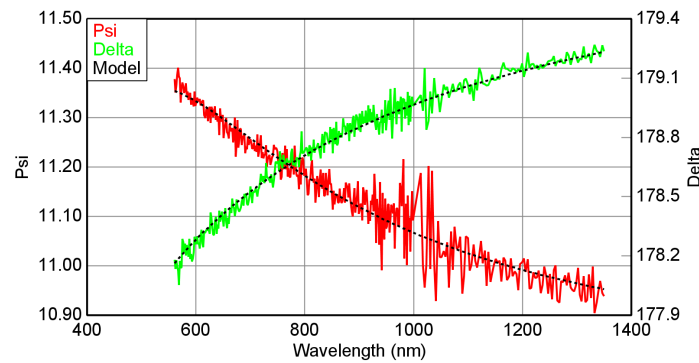
2.4. Mérés optikai hullámvezető chip-en

2.4.1. A chip bemutatása

Az 2.22. ábrán látható a hullámvezető chip vázlatos rajza [14]. A chip egy 1,0 mm üveg hordozón kialakított integrált optikai egység. A hordozón található a meghatározott (néhány 100 nm) vastagságú Ta_2O_5 hullámvezető réteg. A chipen van egy ún. érzékelő felület, ahol kölcsön tud hatni a hullámvezető rétegbe csatolt fény a mért közeggel (3. fejezet). A chip felülete ez fölött így szabad és alkalmas arra, hogy a fölé helyezett folyadékcélában áramló oldatokkal kapcsolatba lépjen. A chip felületének többi részén viszont amorf SiO_2 fedőréteg található. A SiO_2 -vel fedett rétegek alatt optikai rácsok vannak, míg



2.18. ábra: Az 1. minta $\Psi - \Delta$ spektruma 192-1690 nm-n, polimeres módszerrel.



2.19. ábra: Az 1. minta $\Psi - \Delta$ spektruma 560-1350 nm-n, polimeres módszerrel, ahol az illesztett spektrumot szaggatott vonal jelöli. Láthatóan a polimeres kezelés jól modellezhető és kevésbé zajos spektrumot eredményez (a 2.14.-2.17. ábrákon bemutatottakkal szemben).

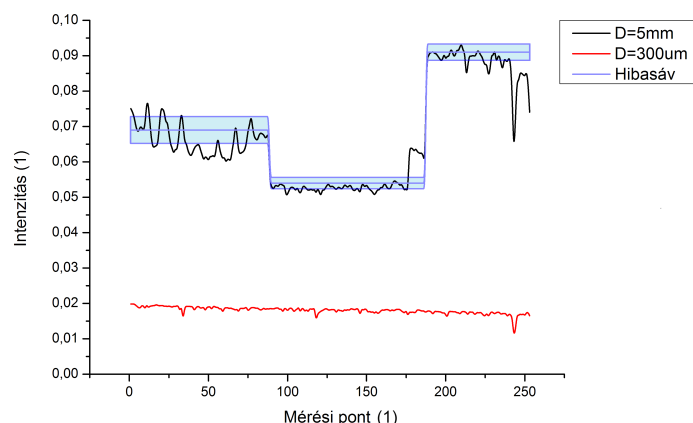
az érzékelő felület alá a szubsztrát átellenes oldalán került felhelyezésre a hátoldali reflexiót megszüntető adhézios polimer mely így nem akadályozza a rácsok megvilágítását, ám hatásosan fellép az érzékelő felület ellipszometriai mérésekor fellépő hátoldali reflexió ellen.

2.4.2. A chip *ex situ* vizsgálata

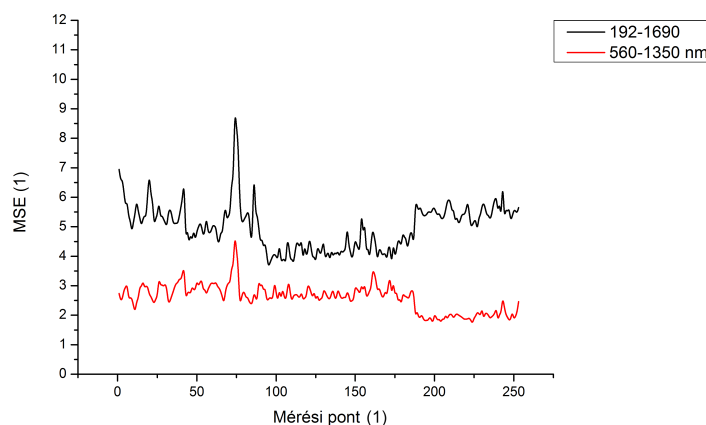
A kombinált ellipszometriai-interferometriai mérések célpontja minden esetben a hullámvezető chip érzékelő felülete. A hátoldali reflexiót a már bemutatott módszer segítségével küszöböltem ki.

Az érzékelő felület ellipszometriai szempontból egy üveg hordozóból valamint egy rajta létrehozott, nagyságrendileg 100 nm vastag Ta_2O_5 vékonyrétegből áll. Erről az anyagról tudható, hogy 2,1 körüli törésmutatójú dielektrikum, így kézenfekvő leírás a Cauchy-féle diszperziós modell alkalmazása. Ez esetben a 2.23. ábrán látható optikai modellt tudjuk illeszteni. Az illesztés hibája igen kicsi ($MSE \approx 2$), így mind a minta minősége, mind pedig az optikai modell jó¹³. A kutatási témám szempontjából

¹³A SE mint mérési módszer lehetőséget ad a chip egyes összetevőinek vastagság és felületi érdesség, valamint hullámhosszfüggő törésmutató értékeinek nagy pontosságú meghatározására - akár a teljes mintára térképező mérés keretein belül. Ha ilyen méréseket végzünk, a chip laterális inhomogenitásáról is fontos következtetéseket vonhatunk le. Ezen területeken elért eredményeimet viszont a chip szabadalmi jogait birtokló svájci Creoptix GmbH-val fennálló titoktartási szerződés feltételei miatt jelen dolgozatban nem publikálhatom.



2.20. ábra: Intenzitáseloszlás az 1. mintán. Normál nyaláb esetén jól elkülöníthetők a különböző módon kezelt/nem kezelt részek, míg a fókuszált nyaláb esetén nem.

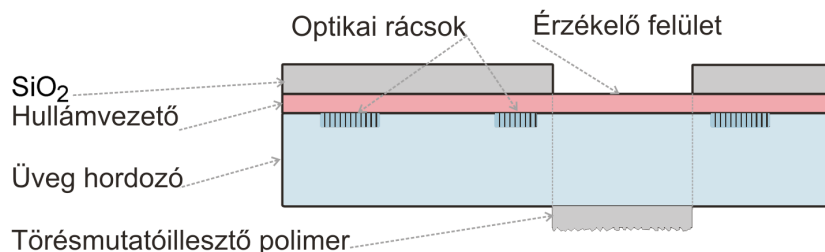


2.21. ábra: Az 1. minta térképének egyes pontjaira illesztett modell MSE értékei a teljes, illetve az 560-1350 nm közé korlátozott hullámhossztartományon.

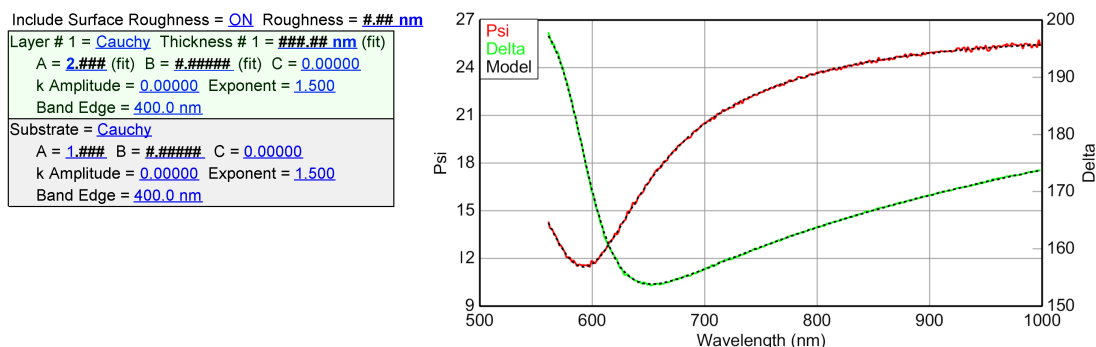
az érzékelő felület vizsgálata lényeges, azonban érdekes lehet megvizsgálni a SiO_2 védőréteget. Ezen eredményeimet a Függelék 4.1.3. alfejezete tartalmazza.

2.4.3. *In situ* kísérletek

Folyadékcella. Az *in-situ* ellipszometriai kísérletekhez be kell szerelnünk egy folyadéktartó küvetát a fénypálya. A küvetát megfelelő, optikai minőségű ablakokkal is el kell látni, hogy a küvetta alatt lévő minta továbbra is vizsgálható maradjon a SE számára. A minta fölött, a küvetában áramlik és hat kölcsön a felülettel a mért biológiai oldat (pl. fehérje oldat). Ennek gyakorlati megvalósítására áramlási csöveket és egy Ismatec perisztaltikus pumpát használtam. A mérésekhez használt küvetát Dr. Kozma Péter (jelenleg a Franhofer Institute for Biomedizinische Technik (IBMT)[15] tudományos munkatársa, korábban PhD hallgató az MFA-ban) tervezte és készítette 3D-s nyomtatási eljárással. A cella terveit a 2.24. ábra, míg az elkészült cella fényképeit a 2.25-os ábra mutatja. A küvetta áramlási



2.22. ábra: Hullámvezető chip sematikus vázlata.

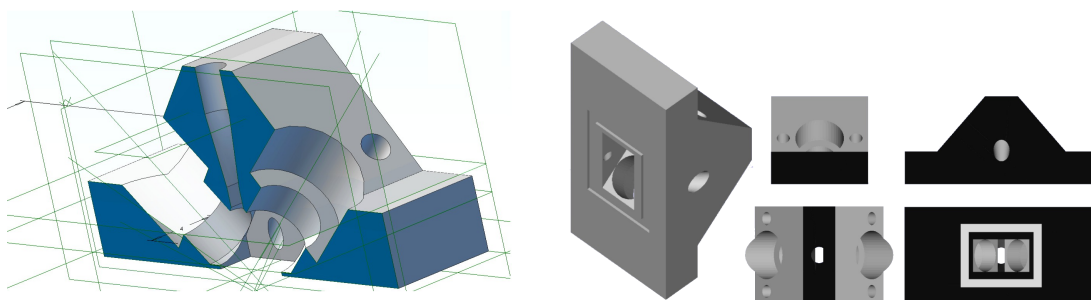


2.23. ábra: Hullámvezető chip: üveg + Ta₂O₅ optikai modellje valamint az illesztett $\Psi - \Delta$ spektrum.

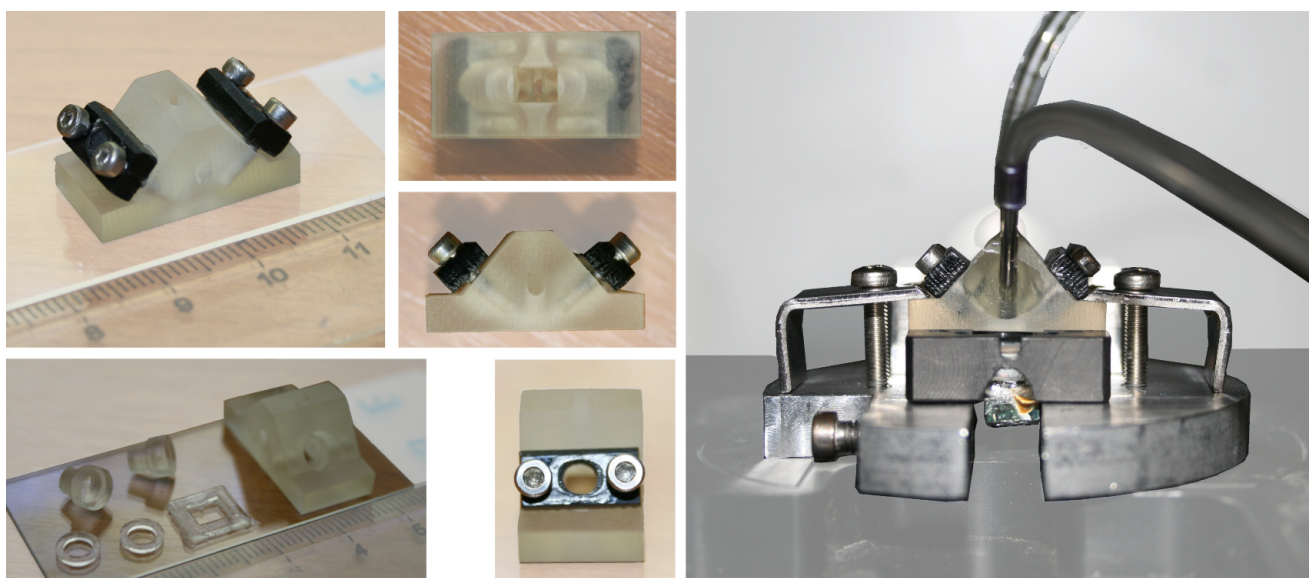
tere egy háromszög alapú hasáb melynek térfogata $\sim 43,5 \mu\text{l}$. A cella ablakainak tömítését, valamint a mintához rögzülő áramlási tér szigetelését PDMS (polidimethylsiloxán) tömítőgyűrűk végzik. A küvetta geometriája $\sim 49,2^\circ$ -os beesési szöghöz lett kialakítva.

Hullámvezető chip tesztmérése folyadékcellában. A hullámvezető chip-et megmértem a bemutatott folyadékcellában, vízzel feltöltve. A mérést elvégeztem úgy is, hogy a hátoldal kezeletlen volt és úgy is, hogy törésmutató illesztő polimerrel megszüntettem a hátoldali reflexiót. A mérések azt mutatják, hogy a vizes közegben hátoldali reflexió esetén gyakorlatilag nem lehet a modellt illeszteni a mért spektrumra. Ha viszont kezeljük a hátoldalt, a 2.26. ábrán látható illesztést kapjuk. A modell felépítése során a már megismert dielektrikum hordozó és hullámvezető rétegek mellett számításba kell venni azt, hogy a mérő közeg víz, továbbá egy *Delta offset* paraméterrel azt, hogy üvegablakok át vetül a fény a mintára. Ugyanis ezek, mint dielektrikumok befolyásolják (a bennük a mechanikai rögzítés hatására anizotróp módon keletkező feszültségek hatására) spektrumot. Ez alapján az illesztés visszaadja a hordozóra a $\sim 1,52$, míg a Ta₂O₅-re a $\sim 2,1$ körüli törésmutatót. A hullámvezető chip mért spektrumára az illesztést $MSE = 3,716$ hibával sikerült illeszteni.

In situ fehérje adszorpciós kísérlet. A dolgozatom célja a GCI-SE kombinált mérésekhez való eljutás. Ilyen jellegű, metodikai fejlesztések során célszerű jól ismert [16], könnyen hozzáférhető modell anyagokkal dolgozni, jelen esetben például fibrinogénnel [17]. A fibrinogén egy a vérplazmában található fehérje, mely vízben oldódó polimere alkalmas *in situ* ellipszometria vizsgálatokra. Ezeket a



2.24. ábra: Küvetta tervei.



2.25. ábra: Az elkészült küvetta fotói, valamint a mérésre kész küvetta mintatartóra szerelve és folyadékkal feltöltve.

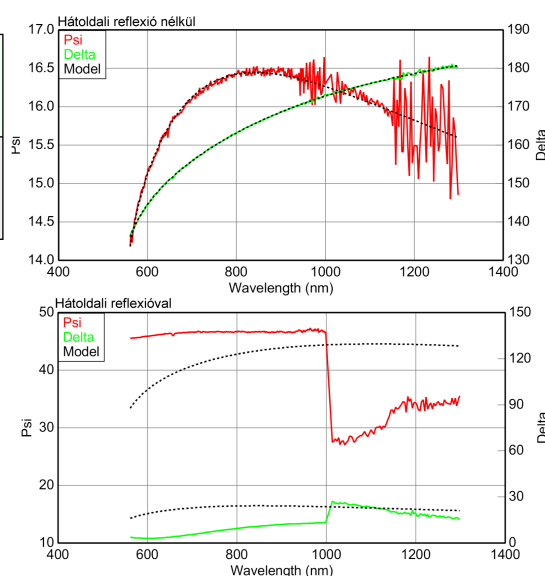
makromolekulákat kb. 45-50 nm hosszú, 5 nm vastag hengeres testként lehet elképzelni, amelyek így kb. ~ 6 nm vastagságú, ellipszometriai szempontból [18] vizsgálható monomolekuláris réteget tudnak képezni. A réteget az effektív közeg közelítés szerint tudjuk kezelni ahol az egyik közeg a referencia törésmutatóval jellemzett fehérjeszerkezet, a másik pedig a pufferoldat. Ezt az EMA modellt mutatja a 2.27. ábra, melyben víz és Cauchy-moddal leírt fehérje alkotják a keveréket.

A kísérlet menete:

- 0-30 min. - nagytisztaságú (milli Q) víz áramoltatás
- 30-60 min. - pufferoldat (PBS) áramoltatása
- 60+ min. - Fibrinogénoldat (0,1 mg/ml) áramoltatása

A 2.28. ábrán látható, hogyan növekszik monoréteg a chip felületén. Az illesztés eredményeképpen a fehérjeréteg vastagságára $5,89 \pm 0,28$ nm adódott átlagosan, 90% körüli fehérje-víz kitöltési arányban, mely illesztéshez átlagosan $MSE=2,762$ illesztési hiba társul. Az MSE viszonylagos homogenitása alapján (2-4 körüli értékek, 2.29. ábra) azt mondhatjuk, hogy a modellünk jól írja le a felületen lezajló reakciót minden fázisban. A 2.31. ábrán átható az időben változó fehérjeréteg telítésbe menő felületi

Include Surface Roughness = [OFF](#)
 Layer # 1 = [Cauchy](#) Thickness # 1 = [###.## nm](#) (fit)
 A = [2.###](#) (fit) B = [#.#####](#) (fit) C = [0.00000](#)
 k Amplitude = [0.00000](#) Exponent = [1.500](#)
 Band Edge = [400.0 nm](#)
 Substrate = [Cauchy Substrate](#)
 A = [1.###](#) B = [#.#####](#) C = [0.00000](#)
 k Amplitude = [0.00000](#) Exponent = [1.500](#)
 Band Edge = [400.0 nm](#)
 Angle Offset = [0.000](#)
MODEL Options
 Include Substrate Backside Correction = [OFF](#)
 Model Calculation = [Ideal](#)
 Ambient Index >1 = [ON](#)
 Material: [water](#)
 Delta Offset: [Window \(1/wvl\)](#) #1 = [-8.712](#) (fit)
 #2 = [-14.980](#) (fit)
 #3 = [8.394](#) (fit)
 #4 = [-1.730](#) (fit)

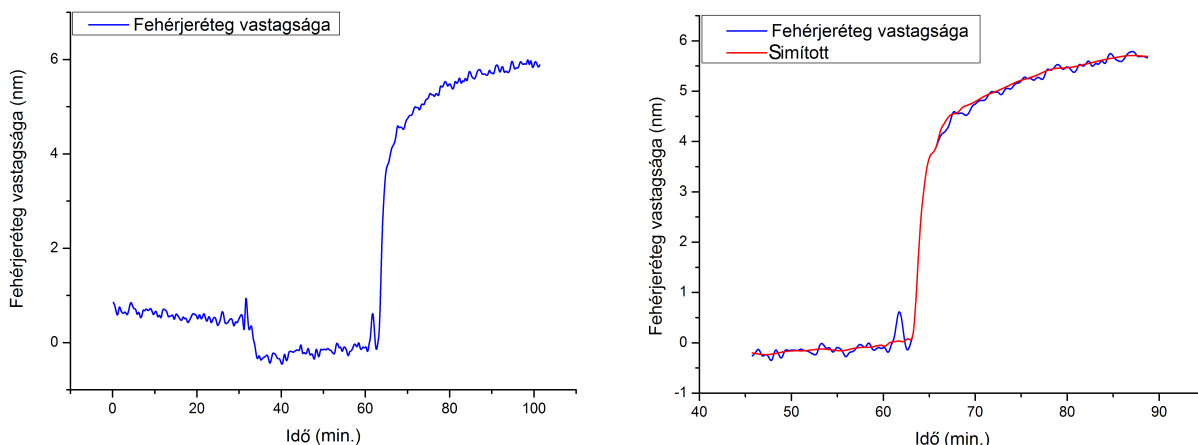


2.26. ábra: Vizes közegbe helyezett hullámvezető chip optikai modellje és illesztett spektrum hátoldali reflexióval és nélküle.

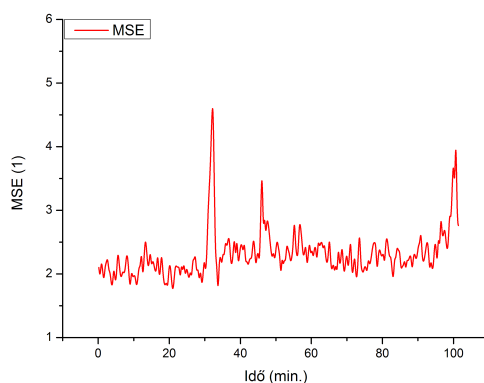
Include Surface Roughness = [OFF](#)
 Layer # 2 = [EMA](#) Thickness # 2 = [5.48 nm](#) (fit)
 # of Constituents = [2](#)
 Material 1 = [water](#)
 + Material 2 = [Cauchy](#)
 EMA % (Mat 2) = [92.6](#) (fit)
 depolarization = [0.333](#) Analysis Mode = [Bruggeman](#)
 Layer # 1 = [Cauchy](#) Thickness # 1 = [###.## nm](#)
 Substrate = [Cauchy Substrate](#)

2.27. ábra: Fehérjeréteg optikai modellje.

tömegsűrűséget bemutató grafikonja, mely a De Feijter formula alapján határozható meg (2.37) [19]. A mérésben a 30. illetve 60. perc körül láthatunk redundáns részeket. Ennek oka, hogy ezen időpontokban váltottunk oldatot (MQ víz → puffer oldat, puffer oldat → Fgn oldat, és ekkor a különböző törésmutatójú közegek elkeveredtek egymással. A keveredő, különböző törésmutatójú oldatok turbulenciák alakította határfelületén szóródik a fény, mely kiszóródás okozza az intenzitás hirtelen - és átmeneti - csökkenését. Ezt mutatja a 2.30. ábra, mely a detektorban mérhető relatív intenzitásértéket mutatja. A grafikonon jól látszik, hogy az oldatok keveredésénél negatív csúcsokat tapasztalunk. Észrevehetjük továbbá, hogy az intenzitás monoton csökken. Ennek feltételezett oka egyrészt az oldatból kiváló gázok alkotta mikroszkopikus buborékok fényszóró hatása, másrészt pedig, hogy a tömítések tökéletlensége miatt kívülről is kerül minimális mennyiségű levegő a rendszerbe.



2.28. ábra: *In situ* fibrinogén adszorpció hullámvezető chipen - rétegvastagság időbeni változása a teljes mérésre, illetve a telítődési szakaszra közelítve. A telítődési szakasz mért görbéje fölé ábrázoltam egy átlagoló simítással kapott, szemléletesebb grafikont is.



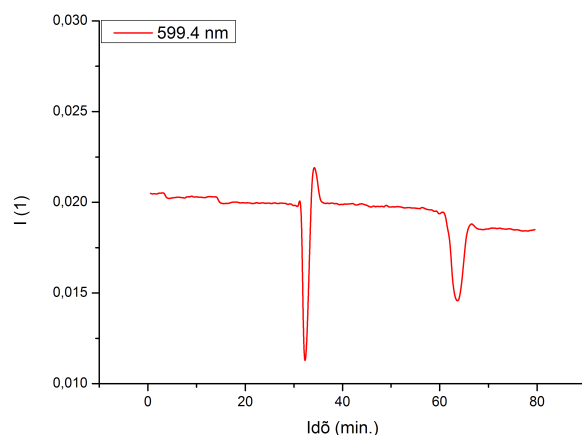
2.29. ábra: *In situ* fibrinogén adszorpció hullámvezető chipen - az egyes időpillanatokban illesztett spektrumok MSE-je.

2.5. A mérési paraméterek meghatározása

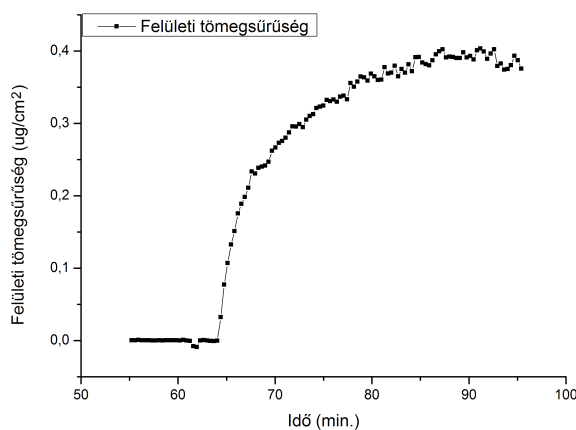
2.5.1. Mintavételezési idő

A mintavételezési idő optimumának meghatározásához a mintát egy azon pontban megmértem különböző mintavételezési időket használva, majd vizsgáltam az egyes idők esetén az illesztés jóságát, melyhez a 2.10. ábrán bemutatott modellt használtam. A jelenséget demonstrálni jelen esetben egy 1.0 mm vastag üveg hordozón szeretném, melyet megvizsgáltam hátoldali reflexióval és az nélkül. Az eredményeket a 2.32. ábra mutatja, melyen az adott mérési idő logaritmusának¹⁴ függvényében ábrázolom az *MSE*-t. A mintavételezési idő optimumának keresésére az ad motivációt, hogy *in situ* méréseknél fontos szempont a mérés időfelbontása. Azonban azt is figyelembe kell venni, hogy rövidebb mérési idő nagyobb hibát okoz. Ez alapján azt mondhatjuk, hogy üveg hordozó esetén az *MSE* körülbelül $\log t$

¹⁴A logaritmikus skála csupán a szemléltetést segíti.



2.30. ábra: *In situ* fibrinogén adszorpció hullámvezető chipen - az intenzitás alakulása a mérés során, 599,4 nm-es hullámhosszon.



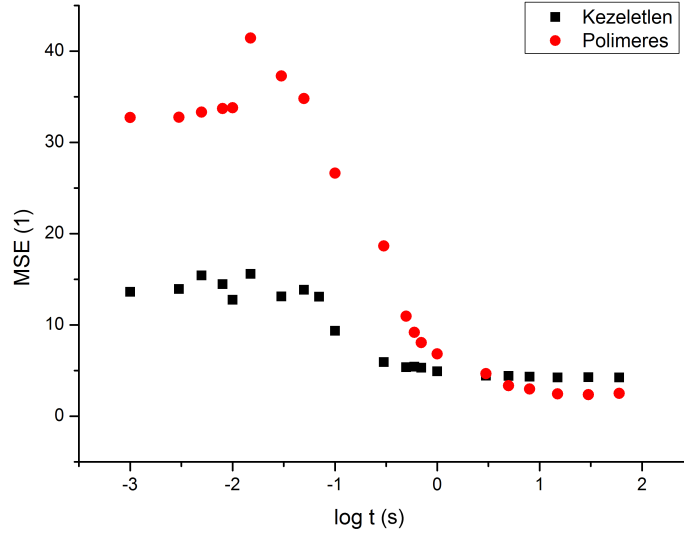
2.31. ábra: *In situ* fibrinogén adszorpció hullámvezető chipre kiváló fehérjeréteg tömegsűrűsége a De Feijter formula alapján.

=1...2 között stabilizálódik. Ez felülről becsülve 10 szekundumos mérési időt eredményez, de a tapasztalatok azt mutatják, hogy a hullámvezető chip-en ennél kisebb (3-5 s) idő is elegendő (a bemutatott grafikon viszont látványosabban demonstrálja mintavételezési idő-hiba kapcsolatát, ezért választottam a hordozóról készült grafikon a mintavételezési idő megbecslésének prezentálásra).

Megfigyelhető, hogy kis mintavételezési időknél rosszabb illesztést kaptunk a polimeres módszerre. Ennek egy lehetséges magyarázata, hogy azon mérésekben kisebb a visszavert intenzitás, és bár a mérési paraméterek nem, a mérés zajossága függ az abszolút intenzitástól. A polimeres illesztés során pedig kisebb a visszavert intenzitás (2.20), tehát nagyobb zajt várunk, ami rövidebb mintavételezési idő alatt kevésbé tud kiátlagolódni.

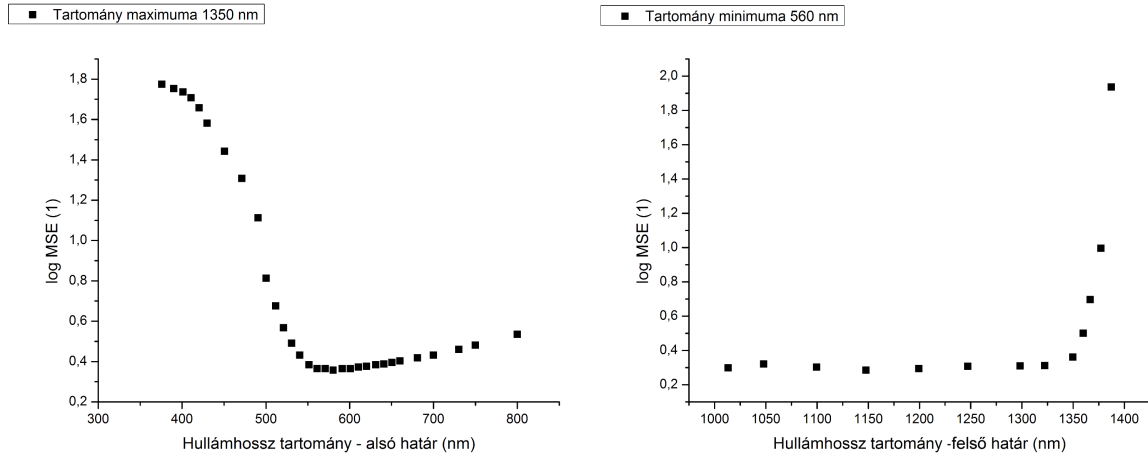
2.5.2. Hullámhossztartomány

Az optimális hullámhossz tartomány megbecsléséhez a hullámhossztartomány határainak függvényében vizsgáltam az illesztés hibáját. Először egy - korábbi tapasztalatok alapján - jól működő tartományt vettem alapul (500-1350 nm), majd először a tartomány maximumát állandónak tartva változ-



2.32. ábra: Mintavételezési idő hatás az MSE -re, 560-1350 nm-es hullámhossztartományon, $49,2^\circ$ -os beesési szög mellett.

tattam a kezdeti értéket, majd miután ezt 560 nm környékére sikerül optimalni, ugyanezt megtettem a tartomány maximumával is. Ez alapján a kiértékeléseket 560-1350 nm-es hullámhossztartományon végeztem. Az eredményeket a 2.33. ábra mutatja.



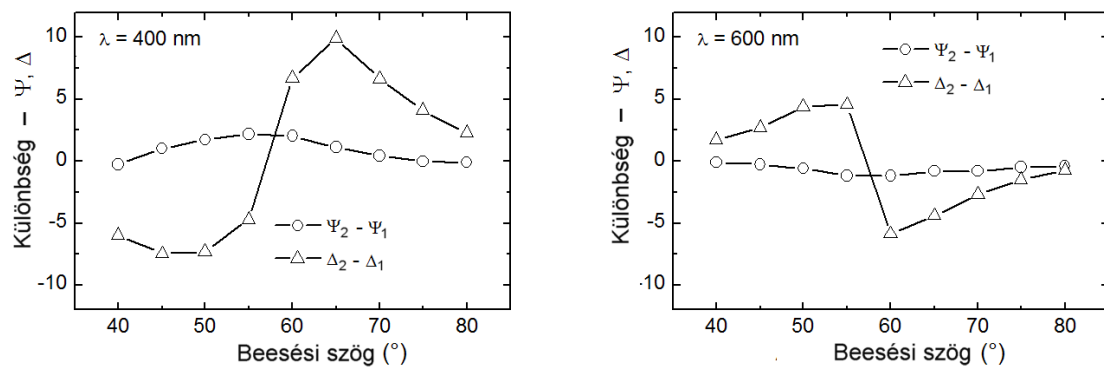
2.33. ábra: Kiértékelt hullámhossztartomány határainak hatása az MSE -re.

2.5.3. Beesési szög

Az optimális beesési szög numerikus szimuláció során került meghatározásra. A felhasznált MATLAB programot Hülber Tímea [20] és Dr. Petrik Péter készítette, a 2.34. ábrán bemutatottak pedig WVASE32-vel készültek. Az ideális beesési szög meghatározásához a chip-re kivált fehérjét a már bemutatott módon modelleztük: Cauchy-modellel leírt üveg hordozó illetve hullámvezető vékonyréteg, valamint a fehérjerétegre. Egyszerűsítésként feltételezzük azt, hogy a fehérjeréteg 10 nm vastag. Az

elemzés során megnéztük, hogy a beesési szögek függvényében hogyan változik az ellipszometriai szögek értéke azon két szélső eset között, melyek szerint van a hullámvezető rétegen fehérje (Ψ_2, Δ_2) illetve nincs (Ψ_1, Δ_1). Ezen különbségei szimulált spektrumokat mutatja a 2.34. ábra. Így a teljes vizsgált hullámhossz tartományt kielemezhetjük.

Az optimum keresése szempontjából további fontos tényező volt az, hogy a lehető legkisebb beesési szöget szerettük volna használni. A cella geometriája miatt ugyanis kisebb beesési szöghöz kisebb térfogat tartozik, mely fontos a felhasznált oldat mennyiségének csökkentése miatt. Ennek jelentősége pedig triviális, hisz bizonyos biológiai oldatok mennyisége erősen korlátozott lehet vagy költséges előállítások, vagy előállítási módjuk (pl. vérvétel) miatt. Ezek alapján azt találtuk, hogy az ideális beesési szög, melyhez a 2.24. ábrán látható küvetta is készült $\sim 49,2^\circ$.



2.34. ábra: Ψ és Δ megváltozása chip-en lévő fehérjeréteg hatására 400 nm-es és 600 nm-es hullámhosszokon.

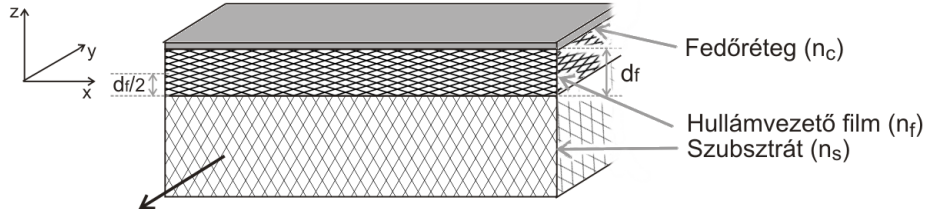
3. Rácscsatolt interferométer

A rácscsatolt interferométer (angolul grating coupled interferometer, röviden és a továbbiakban GCI) egy nagy érzékenységű, roncsolás- és jelölésmentes optikai bioszenzor, melynek fejlesztését Dr. Horváth Róbert, az MTA TTK MFA tudományos főmunkatársa indította el közösen a svájci Cre-optix GmBH-val, mely együttműködés jelenleg is tart. Az első működő berendezés Dr. Kozma Péter PhD munkájaként született meg [21] 2009-2011 között. Ebben a fejezetben be szeretném mutatni a rácscsatolt interferométer elvi felépítését majd ezt követően bemutatok egy általam felépített kísérleti összeállítást, az optikai elemekből álló rendszer felépítésétől egészen az interferenciajel kiértékeléséig.

3.1. A hullámvezetés elméleti alapjai

Az optikai hullámvezetés jelensége egy kvalitatív geometriai optikai kép szerint is értelmezhető, mely első leírása Jean-Daniel Colladon svájci kutató¹⁵ nevéhez fűződik. Megfigyelésének alapja, hogy két eltérő optikai törésmutatójú közeg határfelületére beeső fény teljes visszaverődést szenvedhet mely ha megfelelő geometriai elrendezéssel párosul, akkor a teljes visszaverődések sorozata nyomán a közeghatárokon sorozatosan oda-vissza reflektálódó, így egy törött vonal mentén terjedő fénysugár keletkezik. Valójában akkor beszélünk optikai hullámvezetésről, ha a probléma már a hullámoptika eszközeivel kezelhető, azaz ha a jelenséget létrehozó geometria valamilyen irányban összemérhető nagyságú a fény hullámhosszával [22, 23]. Ehhez megfelelő geometriai peremfeltételek és törésmutató viszonyok között kell megoldanunk a Maxwell-egyenleteket (Függelék 4.3.1. alfejezet).

A dolgozatomban az ún. három réteges sík hullámvezetőkkel fogok foglalkozni (3.1).



3.1. ábra: Három réteges hullámvezető felépítése: hordozó (substrate), hullámvezető film és fedőréteg (cover). Az optikai törésmutatók rendre n_s, n_f, n_c , melyekre a hullámvezetés kialakulásához teljesül, hogy $n_f > n_s, n_c$.

A hullámvezetés leírásához meg kell oldanunk a Maxwell-egyenleteket a 3.1. ábra geometriájára [24], mely részletes számolásait a 4.3.1. alfejezet tartalmazza. A feladat megoldásakor feltesszük, hogy homogén, izotróp és forrásmentes a közegünk. Ekkor a Maxwell-egyenleteket két független csoportra tudjuk szétbontani. Az egyes egyenletcsoportok szigorúan az alábbi változókat tartalmazzák:

$$\text{TM :} \quad H_y, \quad E_x, \quad E_z, \quad (3.1)$$

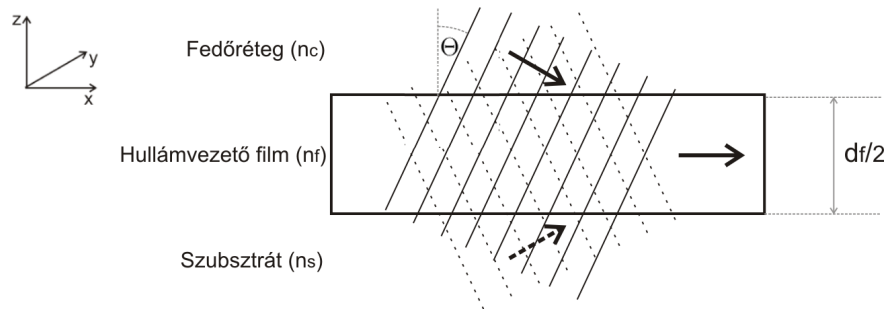
$$\text{TE :} \quad E_y, \quad H_x, \quad H_z. \quad (3.2)$$

¹⁵Korábban jogászhallgató, majd fizikusként Ampère és Fourier laboratóriumaiban is dolgozott.

Felhasználva azt, hogy a Maxwell-egyenetek kapcsolatot teremtenek az elektromos és mágneses térerőségek között, mindkét egyenletcsoport egy-egy hullámegyenletté alakítható. Az egyik csoport megoldásait nevezzük transzverzális mágneses (TM), míg a másik csoport megoldásait transzverzális elektromos (TE) hullámoknak (amik megegyeznek ellipszometriai fejezetekben látott p illetve s polarizációs irányokkal). A dolgozatomban bemutatott kísérletek és számolások minden esetben TM módusra vonatkoznak.

A hullámvezetési módusok megtalálása érdekében feltételezzük azt a kísérleti tényt, hogy $n_f > n_s, n_c$. Ugyanis csak ekkor fog a hullámvezető rétegben rezgő, terjedő tér kialakulni (vezetett módus), míg a fedőrétegben és a hordozóban evanescens exponenciálisan lecsengő, térelosztást kapunk. A megoldás során további feltételezés, hogy a probléma y irányban transzlációinvariáns.

3.2. Cikk-cakk hullám elmélet [25] és módusegyenlet



3.2. ábra: A cikk-cakk hullám elmélet szemléletes vázlata. A z irányban ellentétes irányba terjedő hullámok szuperpozíciója adja az x irányban terjedő teret.

A (4.3.1. alfejezet) szerint ha megoldjuk hullámvezetőkre a hullámegyenletet, akkor a hullámvezető rétegben ($z \in [-d/2, d/2]$) kialakuló terjedő transzverzális mágneses tér a következő alakban írható fel:

$$H_{y, \text{film}}(x, z, t) = [A \cdot e^{-ik_{z,f} \cdot z} + B \cdot e^{ik_{z,f} \cdot z}] e^{i(\omega t - \beta x)}, \quad (3.3)$$

ahol $k_{z,f}$ a filmben terjedő hullám hullámszámvektornak z irányú komponense míg β egy hullámszám dimenziójú paraméter, melyet terjedési konstansnak szokás hívni (jelen esetben a hullámszámvektor x komponense). Látható, hogy időben és x irányban terjed a hullám, míg z irányban két egymással ellentétes irányban haladó hullám szuperpozíciója adja meg a térelosztást. Ez ötletet adhat egy geometriai analógia bevezetésére (3.2. ábra): a kialakuló elektromágneses teret adjuk meg úgy, mint egymással ellentétesen terjedő síkhullám szuperpozíciója. Ekkor szükséges, hogy a két síkhullám fáziskülönbsége, a film-fedőréteg (ϕ_c) illetve film-szubsztrát (ϕ_s) határfelületen történő reflexió okozta fázisugrás illetve az optikai úthosszak különbségből adódó fázistolás 2π egész számú többszöröse legyen, hisz a sugárop-tikai képben csak ekkor fog előállni erősítő interferencia (ezt önkonzisztencia-feltételnek nevezik). Ez

alapján¹⁶ fel lehet írni az ún. módusegyenletet:

$$2d_f k_{z,f} - \phi_s - \phi_c = 2\pi m. \quad (3.4)$$

Jól látszik, hogy a folytonos fázistagot (3.4) egyenletben az m paraméter kvantálja. Kísérleti úton igazolható következmény továbbá [26], hogy, hogy vékony (100-200 nm) hullámvezető filmekben csupán egyetlen módus alakul ki - ezeket monomódusos hullámvezetőknek nevezzük.

A 3.4 egyenlet fázistagjai meghatározhatóak, mely mind a cikk-cakk hullám közelítés, mind pedig a Maxwell-egyenleteken alapuló számolás során a módusegyenlet alábbi alakjára vezet θ szög függvényében (TM-módusra):

$$\pi m = \frac{d_f}{kn_f} \cos \theta_m - \arctg\left(\frac{n_f^3 \cdot \sqrt{\sin^2 \theta_m - n_c^2/n_f^2}}{n_c^3 \cdot \cos \theta_m}\right) - \arctg\left(\frac{n_f^3 \cdot \sqrt{\sin^2 \theta_m - n_s^2/n_f^2}}{n_c^3 \cdot \cos \theta_m}\right), \quad (3.5)$$

mely formula megadja, hogy milyen θ szögek esetén jöhet létre hullámvezető módus a filmbe adott anyagi paraméterek, d_f hullámvezető film vastagság valamint n_s, n_c, n_f szubsztrát, fedőréteg valamint film törésmutatók mellett. Ha bevezetjük az N_m fizikai mennyiséget (4.21), mely az m -edik módusra vonatkoztatott effektív törésmutató ($N_m = \beta_m/k_0$), akkor a módusegyenlet az alábbi alakot veszi fel:

$$\pi \cdot m = d_f k \cdot \sqrt{n_f^2 - N_m^2} - \arctg\left(\frac{n_f^2 \cdot \sqrt{N_m^2 - n_c^2}}{n_c^2 \cdot \sqrt{n_f^2 - N_m^2}}\right) - \arctg\left(\frac{n_f^2 \cdot \sqrt{N_m^2 - n_s^2}}{n_s^2 \cdot \sqrt{n_f^2 - N_m^2}}\right), \quad (3.6)$$

3.2.1. Rácscsatolás

Amikor egy vákuumban szabadon terjedő elektromágneses hullám bejut egy korlátozott geometriába (hullámvezető vékonyrétegbe) és ott vezetett módust gerjeszt, akkor a filmbe történő becsatolásról beszélünk. Ennek gyakorlati megvalósítására több lehetőség is nyílik, napjaink integrált optikai alkalmazásaiban ez leggyakrabban diffrakciós rács segítségével valósítható meg [27, 28]¹⁷. Ezek jellemzően valamilyen Λ rácsállandóval jellemzett periodikus struktúrák a fényvezető réteg és a fedőréteg között (3.3. ábra). Mivel diffrakciós rács, ennek megfelelően a rajta diffraktálódó fény, mint elemi gömbhullámok szuperpozíciója terjed tovább, a konstruktív interferencia helyeknek megfelelően különböző diffrakciós rendeket létrehozva, mely rendeket geometriai képben különböző sugármenetekkel szemléltethetünk (és melyek valójában intenzitáseloszlási csúcsok). A csatolás feltétele a hullámszámokra:

$$k_{f,l} = kn_{lev} \sin \theta + \frac{2\pi \cdot l}{\Lambda}, \quad (3.7)$$

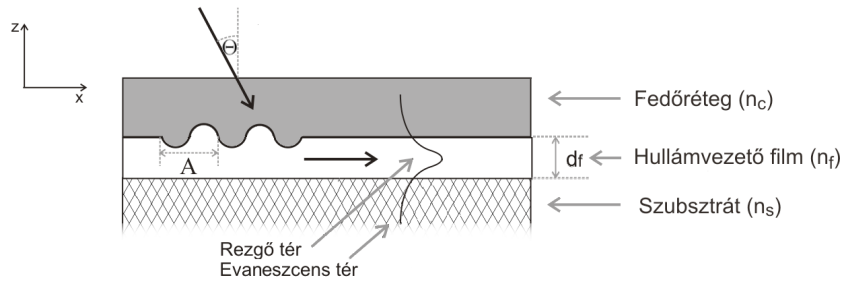
¹⁶Az itt felírt gondolatmenet a Fresnel-féle reflexiók együtthatókból is levezethető, míg a függelék tisztán hullámoptikai elvekre támaszkodva teszi meg ugyanezt.

¹⁷Más lehetőség, ha megfelelő törésmutatójú és geometriájú prizmat helyezünk a hullámvezető film fölé, de a hullámvezető filmet az (y,z) síkban megvilágítva is érhető el csatolás.

ahol $k_{f,l}$ az l -edik diffrakciós rendnek megfelelő hullám hullámszáma, k a vákuumban terjedő hullám hullámszáma n_{lev} pedig a levegő törésmutatója. A feltételt átírhatjuk a hullámvezetésben gyakrabban használt effektív törésmutatóra:

$$N_l = n_{lev} \sin \theta + \frac{\lambda \cdot l}{\Lambda}, \quad (3.8)$$

ahol λ a k hullámszámhoz tartozó hullámhossz. (3.8) alapján ha tudjuk a becsatolási szöget, ismerjük a rács illetve a vizsgáló fényhullám tulajdonságait és a törésmutató viszonyokat, meghatározhatjuk a rendszer effektív törésmutatóját [29].



3.3. ábra: Rácscsatolás szinuszos rácson, majd a hullámvezető rétegben, a hordozóban valamint a fedőrétegben kialakuló elektromágneses tér.

3.2.2. Rácscsatolt interferencia

Interferencia. Terjedő hullámok esetén akkor beszélhetünk az interferencia jelenségének kialakulásáról, ha azok a rezgési periódusidejükhöz képest állandó fáziskülönbséggel találkoznak (koherensek). Optikai interferencia esetén fényhullámok interferálnak. Vizsgáljunk olyan esetet, melyben két hullám találkozik:

$$U_1(\mathbf{r}, t) = A_1(\mathbf{r})e^{i[\omega t - \varphi_1(\mathbf{r})]}, \quad (3.9)$$

$$U_2(\mathbf{r}, t) = A_2(\mathbf{r})e^{i[\omega t - \varphi_2(\mathbf{r})]}, \quad (3.10)$$

ahol az U_1 hullámok amplitúdóit A_1 -bel, míg fázisukat φ_i -vel jelöltem.

Optikai interferencia esetén kialakuló interferenciajel intenzitáseloszlása megfigyelhető, hisz a tér különböző pontjaihoz a hullámforrástól mérve különböző optikai utakat kell bejárnia az egyes hullámoknak, így minden pontban más és más fáziskülönbséggel találkoznak. Az így létrejövő intenzitáseloszlás detektálható és mérhető. Mivel az intenzitás arányos az amplitúdók abszolút értékének négyzetével, az időátlagolt intenzitás kéthullámos interferenciára könnyen számítható:

$$U(\mathbf{r}, t) = U_1(\mathbf{r}, t) + U_2(\mathbf{r}, t), \quad (3.11)$$

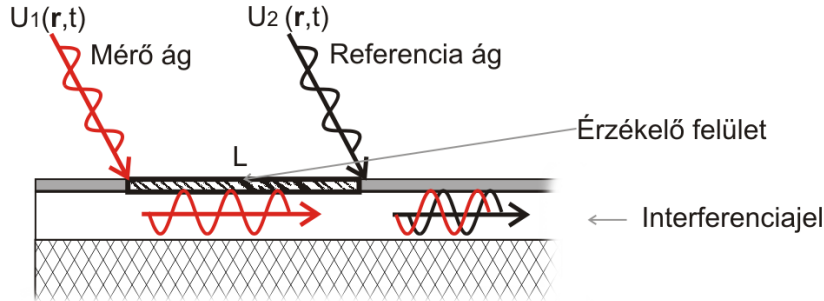
$$I(\mathbf{r}) = \int |U(\mathbf{r}, t)|^2 dt = \int U(\mathbf{r}, t) \cdot U^*(\mathbf{r}, t) dt, \quad (3.12)$$

$$I(\mathbf{r}) = I_1(\mathbf{r}) + I_2(\mathbf{r}) + 2\sqrt{I_1(\mathbf{r}) \cdot I_2(\mathbf{r})} \cos [\varphi_1(\mathbf{r}) - \varphi_2(\mathbf{r})]. \quad (3.13)$$

Rácscsatolt interferencia. A rácscsatolt interferométerben két azonos (jelen esetben TM) polarizációjú hullám interferál. A két nyalábot egymástól valamekkora L távolságra, rácscsok segítségével csatoljuk a hullámvezetőbe (3.4. ábra). A két nyaláb közötti, interferenciát okozó fáziskülönbség az L hosszú szakaszon a mérőág által elszenvedett fázisváltozás miatt jön létre, ezért a két nyaláb közötti részt tekintjük érzékelő felületnek. Ugyanis ha az érzékelő felületen törésmutató változás történik (pl. felületre kiváló molekularéteg), akkor az a fáziskülönbsége eltolja, az interferenciajelet megváltoztatja. Ekkor, ha az m -edik módust csatoljuk a hullámvezetőbe, akkor az optikai úttal arányos fáziskülönbség a mérő és a referenciaág között:

$$\Delta\varphi = N_m \cdot L \cdot k = 2\pi \frac{N_m \cdot L}{\lambda}. \quad (3.14)$$

A rácscsatolt interferometriás kísérletekben monomódusos hullámvezetőket használunk, ezért a továbbiakban $m=0$, $N_m = N$.



3.4. ábra: A párhuzamos, mérő és referenciaágak interferenciája a hullámvezetőbe való becsatolás után. A mérő ág fázismódult, továbbá fázistolást szenved az érzékelő felületen.

Folyadékkristály modulátor. Kozma és szerzőtársai megmutatták [30], hogy több nagyságrenddel nagyobb érzékenység érhető el az interferenciajelben, hogyha a mérőágot időben változó, periodikus modulációval látjuk el. Ehhez a kísérletek során egy folyadékkristály modulátort használtak, és használtam én is munkám során. A modulátort meghajtó jel (3.8. ábra) hatására a folyadékkristályban rövid ideig homogén tér jön létre, mely orientálja az azt alkotó molekulákat. A tér megszűnése után lassabb relaxációs szakasz következik, mely során a molekulák visszaállnak egyensúlyi helyzetükbe. Ezen relaxációs szakasza kiértékelhető, melyből az intenzitáseloszlás illetve a fázistolás [30, 31, 14]:

$$I(t_{rel}) = I_0 + A \cos [\varphi_{LCM} \cdot e^{-2t_{rel}/\tau} - \varphi_{LCM} - \Delta\varphi(t)], \quad (3.15)$$

$$\Delta\varphi(t) = k \cdot L \cdot \frac{\partial N}{\partial n_c} \cdot \Delta n_c, \quad (3.16)$$

ahol I_0 konstans eltolási („offset”) paraméter, φ_{LCM} a folyadékkristály modulátorra [32] jellemző teljes fázistolás (amennyivel megváltoztatja az áthaladó hullám fázisát), A egy amplitúdó tag, $\varphi(t)$ a mérő és referenciaágak fáziskülönbsége, τ a folyadékkristály modulátorra jellemző időállandó, Δn_c pedig az érzékelő felületen bekövetkezett törésmutató megváltozás nagysága továbbá t_{rel} a modulátor periódusát jellemző időváltozó [31, 14].

3.3. Kísérleti összeállítás

Ebben az alfejezetben kerülnek bemutatásra az általam felépített GCI technológiai vonatkozásai. Patkó és szerzőtársai által kifejlesztett mérési elrendezést használtam, mely összeállítás felépítését Dr. Hámori András, az MTA TTK MFA Fotonika Osztályának tudományos munkatársa segítségével végeztem. Az általam használt adatfeldolgozó és kiértékelő szoftverek és eszközök Dr. Kozma Péter fejlesztésének eredményei [21].

3.3.1. Elvi felépítés

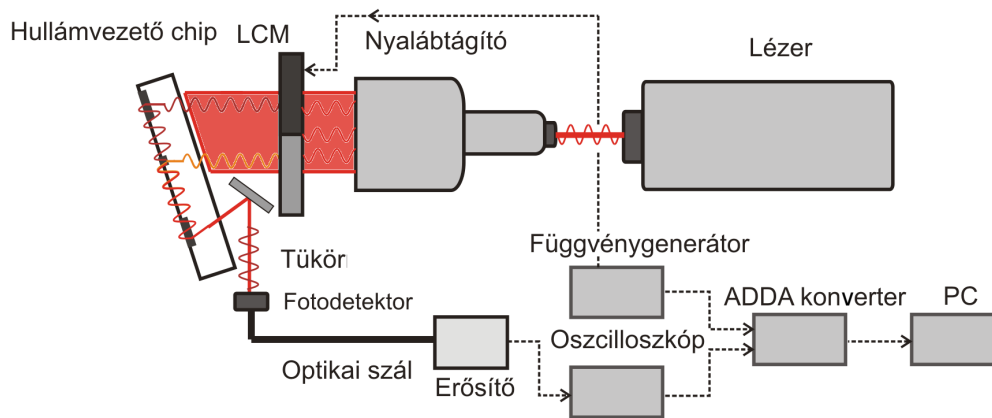
A rácscsatolt interferométer vázlatos felépítése a 3.5. ábrán látható. A lézer szolgáltatja monokromatikus fény egy megfelelően összeállított lencserendszeren halad át. A lencserendszer (távcső) többszörösére növeli a nyaláb átmérőjét, mely a kollimáló lencserendszer miatt jól párhuzamosított lesz. A tágitott nyaláb lehetőséget teremt arra, hogy a modulált és referenciaágak egymástól kis távolságra (néhány mm) haladjanak így csökkentve a zajt. Így egy azon nyaláb egy részét jelgenerátorral elektronikusan meghajtott folyadékkristály modulátorral (LCM) moduláljuk (mérőág), míg a nyaláb többi része modulálatlanul terjed (referenciaág). A mérő- illetve referenciaágak következő állomása a hullámvezető chip. A csatoló rácscsok felülete jóval kisebb a nyaláb keresztmetszeténél, így intenzitásvessztéssel történik a csatolás mely veszteség jóval kisebb, mint az a nyereség, melyet a két ág közti távolság csökkentésével elért zajcsökkentés jelent. A jól szeparálható ágak garantálják, hogy megfelelő geometriai beállítások mellett a nyaláb modulált része csak az egyik, modulálatlan része pedig csak a másik rácson csatloljon be. A csatoláshoz a hullámvezető chip-nek a természetesen nyalábhoz képest a megfelelő, becsatolás szögben¹⁸ kell állnia. A chip-en található egy harmadik rács, ami a kialakuló interferenciajelet kicsatolja a chip-ből [14].

A kicsatolt nyalábot ezután egy tükör fényútba helyezésével eljuttathatjuk egy fotodetektorhoz. A fotodetektor jelét egy optikai szál vezet egy áram-feszültség konvertáló erősítőre, mely a fotoáramot felerősíti. Az erősítő jelét ezután megfigyelési célokból egy oszcilloszkópba vezetjük.

A függvénygenerátor és az oszcilloszkóp analóg jeleit egy analóg-digitális jelátalakító digitalizálja, majd innen jut a digitális jel egy számítógépbe. Az itt mért függvény a 3.15 egyenlettel leírható,

¹⁸A becsatolási szöget mérési úton egy módusspektrummérővel megállapítottam, azonban a mért értékek a Creoptix GmBH-val fennálló titoktartási szerződés miatt ezen dolgozatban nem kerülhet bemutatásra (Függelék 4.4).

modulált interferenciajel lesz, melyet számítógépes kiértékelő rutinok segítségével használhatunk az érzékelő felületen végbemenő optikai törésmutató változások nyomon követésére.



3.5. ábra: Rácscsatolt interferométer sematikus vázlata.

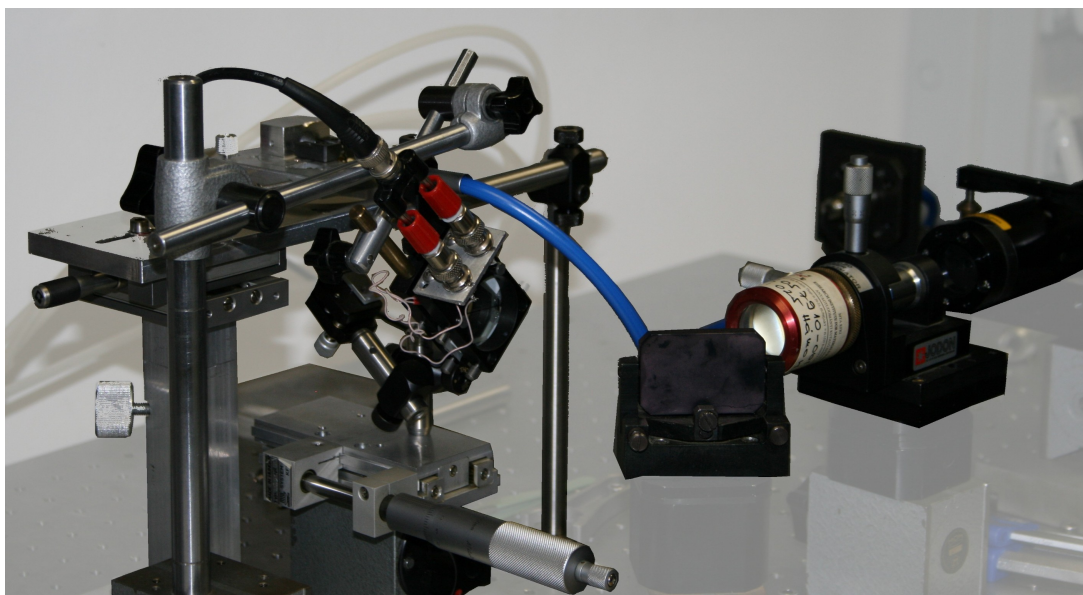
A mérés elvét Dr. Horváth Róbert és munkatársai publikálták [30]. Az ekkor publikált, és Dr. Kozma Péter PhD értekezésében bemutatott GCI elrendezésben a modulált és referencianyalábokat egy Mach-Zender interferométer segítségével választotta el egymástól, melyeket külön-külön csatolt a hullámvezetőbe. A nyalábtágítóval megoldott interferométer összeállítást Patkó et.al megmutatták és publikálták, hogy ez az összeállítás a Kozma et.al által [31]-ben bemutatott $\sim 0,1 \text{ pg/mm}^2$ felületi tömegsűrűsége illetve 10^{-7} optikai törésmutatóra vett érzékenység egy-egy nagyságrenddel megjavítható [14].

3.3.2. Gyakorlati megvalósítás - a mérési összeállítás

A mérési elrendezés fényforrása egy 632.8 nm-en működő Melles Griot He-Ne (25-LHP-151-230) lézer volt, melyből kijövő nyalábot egy Jodon BET25 20-szoros nagyítású lencserendszer tágította. A folyadékkristály modulátort egy Tektronix AG3022 jelgenerátor hajtott meg. Az interferenciajel megfigyelését egy Tektronix TPS2024 típusú oszcilloszkóppal végeztem. Geometriai okokból szükség volt a nyaláb terjedési irányának módosítására, melyhez Thorlabs illetve Magyar Optikai Művek (MOM) által gyártott tükröket használtam. A mérési elrendezés egy Newport optikai asztalon épült fel, melyen a MOM által gyártott optomechanikai alkatrészek segítségével szereltem fel az optikai eszközöket. A chip egy saját tervezésű, alumíniumból illetve műanyagból készült mintatartón helyezkedett el. Az összeállítás fényképeit a 3.6.-4.4. ábrák, míg a mintatartót a 4.5. ábra mutatja.

3.3.3. Gyakorlati megvalósítás - a kiértékelés háttere

A mérésekhez Kozma PhD dolgozatában bemutatott kiértékelési- és jelfeldolgozó algoritmusokat használtam. Kozma vizsgálta, hogy milyen zajszűrő- illetve paraméterillesztő algoritmus adja a legjobb eredményt. Továbbá Dr. Horváth Róbert és csoportja kidolgoztak egy módszert a modulációra, mely eredményeként méréseimben egy $\sim 20 \text{ Hz}$ frekvenciájú, 10 V amplitúdójú jelet használok (3.8. ábra).



3.6. ábra: Rácscsatolt interferométer - a mérési összeállítás (1. fénykép).

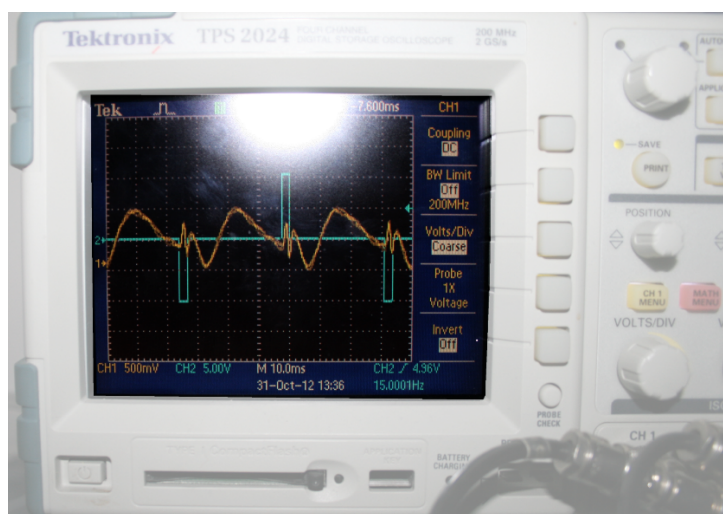
Az általam kiértékelő szoftverek MATLAB környezetben készültek, míg az adatrögzítő- és feldolgozó modulok C++ kódban íródtak, Dr. Kozma Péter által.

3.4. Az első saját mérési eredmények

3.4.1. Interferencia mérése

A következő ábrákon látható a diffrakciós rácsokkal a hullámvezető chip-be csatolt interferenciajel. A 3.7. ábrán egy fénykép látható arról a jelpárról, mely a Tektronix TPS2024 típusú oszcilloszkópon megjelenik (interferencia sárga, míg vezérlő jel kék színnel jelölve). Ezt a jelet követve lehet manuális kalibrációt végezni a mérési elrendezésen (pl. becsatolási szög változtatása, tükrök állítása). Ugyanezt a jelpárt digitalizálva mutatja be a 3.8. ábra. A mért és digitalizált jelre a röviden ismertetett illesztő rutinokkal 3.15 szerint illesztünk paraméteres függvényt, mely illesztés eredményét az LCM relaxációs szakaszára 3.9. ábra mutatja.

Az eddig bemutatott interferenciajelek néhány Hz -s moduláló frekvencia mellett mért egyedi periódusok voltak. Valódi mérések (törésmutató megváltozás detektálása) végzéséhez viszont ezen interferenciajel fázisának változása az, amit meg szeretnék mérni. Ehhez adott mintavételezési frekvenciával kell rögzítenünk időben kvázifolytonosan a relaxációs szakaszokra vonatkozó jeleket. Mindegyikből meghatározható az interferenciajel adott mintavételezési periódushoz tartozó fázisa, melyek fázis időfejlődése így vizsgálhatóvá válik, lehetőséget teremtve a felületen lezajló jelenségek vizsgálatára. A 3.10. ábrán bemutatott eredményem az interferenciajel folyamatos detektálását mutatja közel 250 periódus hosszan. Mivel a levegő sűrűség- és hőmérsékletingadozásán kívül más jelenség nem történt az érzékelő felület fölött, ez a mérés alkalmas arra, hogy megbecsüljük az elrendezés fázisra vonatkoztatott zaját, ugyanis az átlagos fázisra a $-0,0055 \pm 0,0291$ érték adódik.



3.7. ábra: Oszilloszkópon megjelenő interferencia jel (analóg).

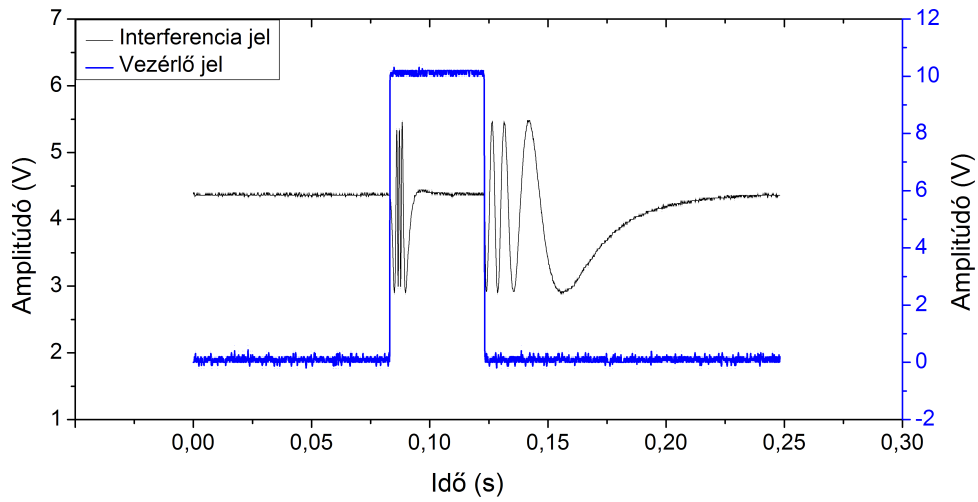
3.5. Összegzés

Dr. Kozma Péter doktori munkája, mely tartalmazza az első generációs GCI megépítésének útját és működésének eredményeit, egy 0,5 mm vastag hordozón, ionimplantációval megmunkált kevésbé jó minőségű hullámvezető chip-et használt. Az általa használt, Magyar Optikai Művek alkatrészeiből felépített elrendezés ugyan alkalmas lehet GCI-SE kombinált mérésekre, a Mach-Zender interferométer mechanikai hatásokra túl érzékenynek bizonyult a sikeres továbblépéshez. Patkó et.al mérési összeállítása képviseli az új generációs GCI-t, melyben a mérő- illetve referenciaágak szeparálása már egyetlen tágitott nyalábbal oldották meg, mely már kevésbé érzékeny a környezeti hatásokra. Ez a mérőberendezés már 1,0 mm vastag üveghordozóval készült hullámvezető chip-et használ, melyeket a Balzers gyárt.

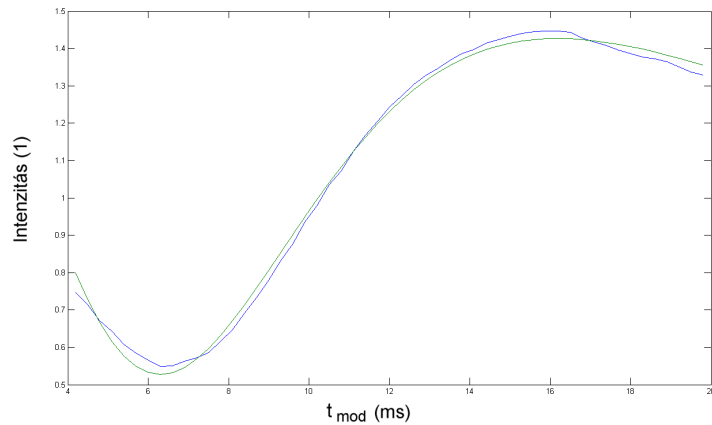
A munkám során felépített rácscsatolt interferométer által megismerkedtem a hullámvezetés alapjaival. Témavezetői segítséggel összeállítottam egy működő GCI elrendezést, mely tágitott nyalábbal és új generációs chip-vel működik. Az elrendezés felépítésében fontos hangsúly került arra, hogy a geometriai kialakítása - a piaci termékkel szemben - alkalmas legyen arra, hogy szimultán végezhessünk ellipszometriai méréseket is a hullámvezető chipen. A bemutatott első mérési eredményekből zajossága alapján megállapítható, hogy az általam épített elrendezés sajnos még nem éri el elődei érzékenységet.

3.6. Jövőbeni tervek

A GCI elrendezésem érzékenysége javításán túl az elsődleges cél a GCI-SE kombinált mérések megvalósítása. Ahhoz, hogy ez fizikailag kivitelezhető legyen, az ellipszométer számára kezelhető, vízszintes helyzetű mintával kell dolgozni. Ez számos, a mérési összeállítás megépítését nehezítő opto-geometria problémát jelentett. Továbbá szükséges volt megfelelő, kombinált mérésekre alkalmas mintatartó állvány és mintatartó megtervezése és megépítése (3.12. ábra), továbbá olyan küvetta tervezése és építése, mely szintén alkalmas mindkét eszközzel való mérésre (2.24-2.25-3.12. ábra). A dolgozat megírásáig sikerült a chip-ben interferenciajelet létrehoznom, azonban ezt nem sikerült



3.8. ábra: A számítógéppel felvett vezérlő- és interferencia jel (digitális).

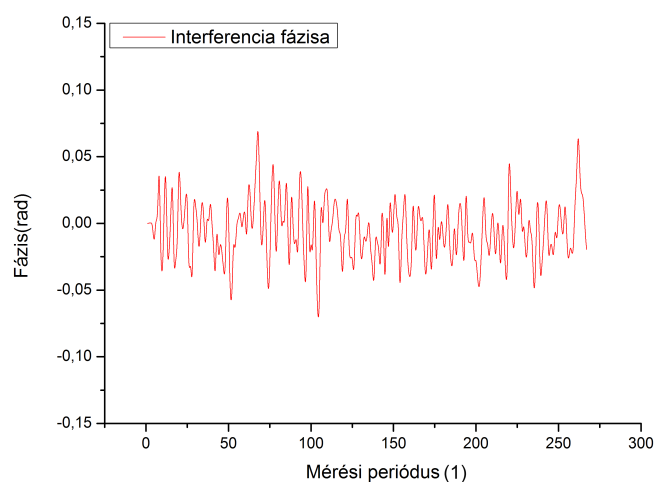


3.9. ábra: Mért interferenciajel relatív intenzitása a modulációs idő függvényeként, és a 3.15 alapján illesztett függvény.

reprodukálnom arra az esetre, amikor a folyadékkal feltöltött küvetta a chip-en van (3.11. ábra).

A kombinált mérés megvalósulásához nagyon fontos lépés, hogy sikerült megmutatnom, hogy az ellipszométeres mérések nagy pontossággal, reprodukálhatóan kivitelezhetőek optikai hullámvezető chip-en. Ehhez a hátoldali reflexió problémájának megoldása a kulcsmomentum, mely így a bemutatott optikai modellek segítségével ellipszometriai oldalról egyértelműen lehetővé teszi a kombinált mérés létrejöttét.

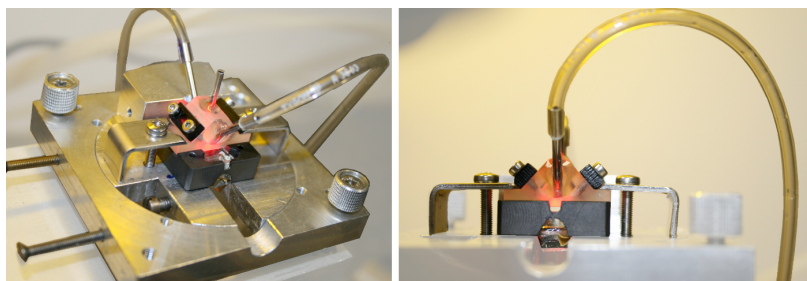
A rendelkezésre álló Woollam M-2000DI ellipszométer így alkalmas lehet a GCI-SE kombinált mérőberendezés megvalósítására. Van azonban egy hátránya: tartalmaz forgó (mechanikai mozgást végző alkatrészt). Ezzel szemben a GCI-ben nem tartalmaz mozgó alkatrészeket. Így a Woollam ellipszométer alkalmazása növeli a mérési zajt. A probléma orvosolható olyan ellipszométer beszerzésével, mely nem forgó kompenzátorral oldja meg a fázis modulációt (ilyen például a Horiba Jobin-Yvonne MM16, amelyen típusú SE beszerzésére már történtek kezdeti törekvések MTA TTK-n belüli, intézmények közötti



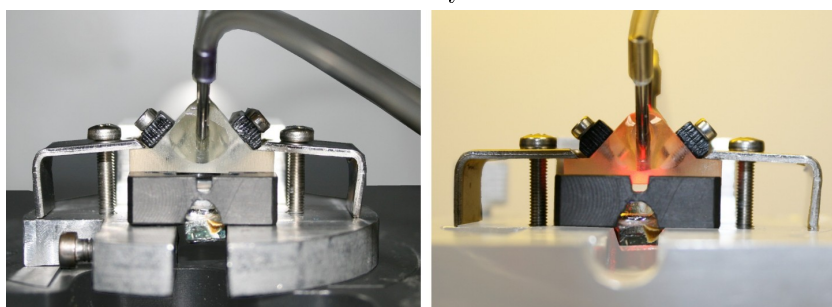
3.10. ábra: Interferenciajel fázisa időben.

kollaborációval).

A kombinált mérőberendezés lehetőséget teremt olyan folyamatok tanulmányozására, melyek során a hullámvezető szenzor nagy érzékenysége, azonban felület közeli (néhány 100 nm) érzékelése párosul az ellipszométer spektroszkópiai előnyeivel és nagyobb, akár mikronos vastagságban is működő méréseivel. Ez lehetőséget teremt különféle polielektrolit multirétegek felépülésének kétoldalú *in situ* tanulmányozására, vagy éppen élő sejtek, sejtrétegek *in situ* és akár *in vivo* tanulmányozására is [33, 34].



3.11. ábra: GCI folyadékccellával.



3.12. ábra: GCI-SE kűvetta és mintatartó.

4. Függelék

4.1. Ellipszometriai kiegészítések

4.1.1. Kiegészítő mérési eredmények a 2.3.2. alfejezethez

Hátoldali reflexió vizsgálata 0,5 mm vastag üvegen. A térképező mérésből származó adatok:

3. minta - 0,5 mm	Durvított	Polimer	Kezeletlen
MSE [1]	5,54	0,77	1,20
n [1] (632,8 nm)	$1,5426 \pm 0,0113$	$1,5234 \pm 0,0009$	$1,5208 \pm 0,0011$
Felületi durvaság [nm]	$0,00 \pm 0,27$	$1,47 \pm 0,42$	$0,87 \pm 0,26$
Intenzitás[1]	$0,242 \pm 0,008$	$0,070 \pm 0,00052$	$0,118 \pm 0,00054$

4.1. táblázat: Hátoldali reflexió kezelése - 3. minta (05 mm)

Hátoldali reflexió vizsgálata 0,15 mm vastag üvegen. A térképező mérésből származó adatok:

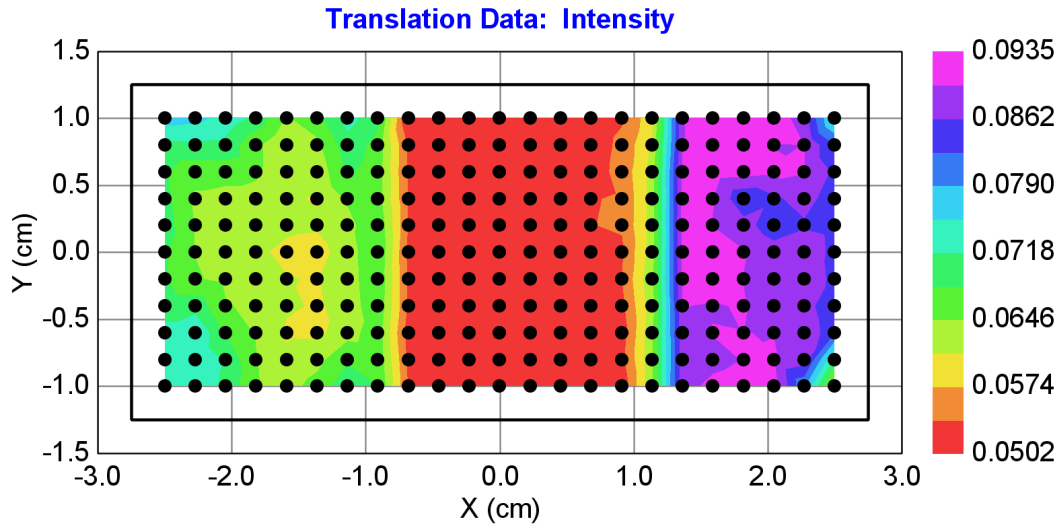
4. minta - 0,15 mm	Polimer	Kezeletlen
MSE [1]	1,41	3,72
n [1] (632,8 nm)	$1,5172 \pm 0,0015$	$1,5128 \pm 0,0022$
Intenzitás [1]	0,038	0,094

4.2. táblázat: Hátoldali reflexió kezelése - 4. minta (0,15 mm)

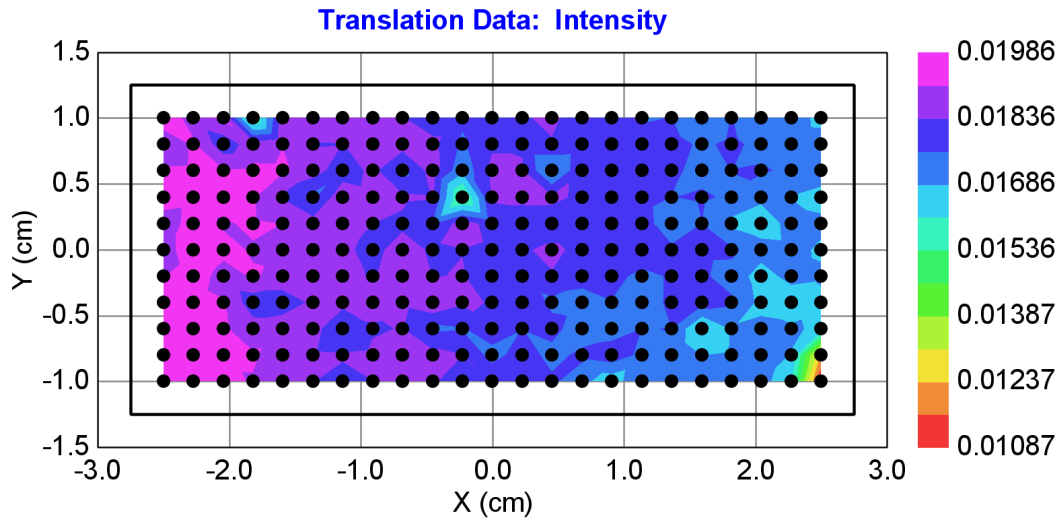
A 0,15 mm vastag minta esetén a durvítási módszer nem vezetett eredményre, túl gyakran törtek el az üveglemezek a preparálás során, így eltekintettem a tárgyalásuktól.

Mindkét vastagság esetén jól látszik a paraméterek hibáiból, hogy a polimeres módszer adja a legjobb eredményt. Viszont itt nem volt lehetőség irodalmi- illetve referenciaértékekkel összevetni az eredményt. Ennek oka egyfelől, hogy nem volt ismert az alkalmazott anyag gyártó által leközlött törésmutatója, másfelől pedig, hogy a törésmutató illesztésére szolgáló tetraklór-etilén gyors párolgása miatt nem sikerült az üveg multiréteg-rendszert felépítenem elég gyorsan ahhoz, hogy kiértékelhető méréseket tudjak végezni. A finomabb vastagságra vett felbontás miatt pedig így lehetőség lehetett volna jobban ellenőrizni a 2.41 formula elméleti jóslatát.

4.1.2. Ábrák 2.3.3. alfejezethez



4.1. ábra: Intenzitástérkép az 1. mintán. Jól elkülöníthetők az eltérő módon kezelt hátoldali részek.



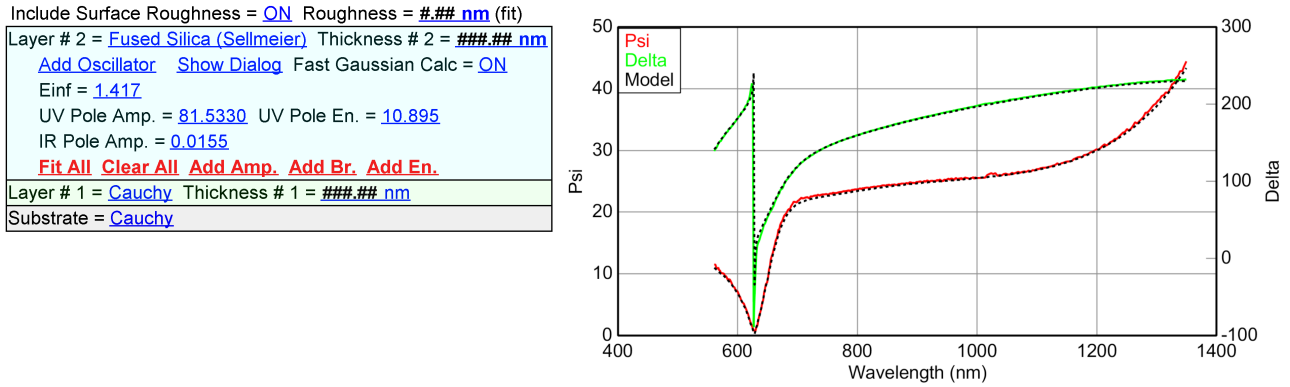
4.2. ábra: Intenzitástérkép - fókuszált nyalábbal az 1. mintán. A homogenitás igazolja, hogy nincs hátoldali reflexió, habár az egyes részek eltérően kezelt hátoldallal rendelkeznek.

4.1.3. Kiegészítés a 2.4.2. alfejezethez

Alább láthatóak a hullámvezető chip SiO_2 védőrétegének optikai modellje és illesztett spektruma. Az amorf SiO_2 bár dielektrikum, mégsem sikerült a elég jól leírni Cauchy-féle diszperziós formulával (a titoktartási szerződés miatt itt nem közölhető, térképező mérések során bizonyult kevésbé alkalmasnak, az inhomogenitások modellezése során). Ezért a kevésbé könnyen kezelhető, ám robusztusabb Sellmeier-formulát használtam az illesztésekhez. Az összefüggés elméletét nem részletezve a törésmutató hullámhosszfüggését az alábbi módon írja le:

$$n(\lambda) = \sqrt{1 + \sum_i \frac{B_i \lambda^2}{\lambda^2 - C_i}}. \quad (4.1)$$

A következő ábrákon látható Sellmeier-féle formulát használó optikai modell és a vele illesztett spektrum.



4.3. ábra: SiO_2 védőréteg optikai modellje és a modell illesztése mért spektrumra.

4.2. Három réteges sík hullámvezető elméleti leírása (Maxwell egyenletek megoldása véges geometriában)

A hullámvezetési tulajdonság rigorózusabb leírására [23] keressük a 3.1. ábrán bemutatott, korlátozott geometriában a Maxwell egyenletek megoldását, Dr. Horváth Róbert diplomadolgozata alapján [24]. Ehhez három feltevést rögzítünk.

1. Forrásmentességet feltételezünk. Ekkor (2.7-2.8) szerint a megfelelő térmennyiségek tangenciális illetve normális komponense folytonosak a határfelületeken.
2. Feltesszük, hogy $n_f > n_s > n_c$. A megoldás során látni fogjuk, hogy ilyen törésmutató viszonyok mellett jön létre hullámvezetés (terjedő hullám a filmben, lecsengő evanescens tér a hordozóban és a fedőrétegben).
3. A feladatot y irányban invariánsnak tekintjük, azaz $\partial_y = \hat{0}$.

A Maxwell-egyenletek véges geometriában. A fenti megszorítások mellett a Maxwell-egyenleteket komponensekre bontva az alábbi alakot öltik (szögletes zárójelben jelezve az egyenlet sorszámát a 2.1.1. fejezetben felírt sorrendben).

$$\partial_x B_x + \partial_z B_z = 0 \quad [2] \qquad \partial_x D_x + \partial_z D_z = 0 \quad [1] \qquad (4.2)$$

$$\partial_z E_y - \partial_t B_x = 0 \quad [3] \qquad \partial_z E_x - \partial_x E_z = -\partial_t B_y \quad [3] \qquad (4.3)$$

$$\partial_x E_y + \partial_t B_z = 0 \quad [3] \qquad -\partial_z H_y - \partial_t D_x = 0 \quad [4] \qquad (4.4)$$

$$\partial_z H_x - \partial_x H_z = \partial_t D_t \quad [4] \qquad \partial_x H_y - \partial_t D_z = 0 \quad [4] \qquad (4.5)$$

Vegyük észre, hogy ebben az elrendezésben az első oszlop csak az E_y, H_x, H_z míg a második csak a H_y, E_x, E_z komponensekre felírt egyenleteket tartalmaz. A továbbiakban a Maxwell-egyenleteket ezen két csoportra bontva fogjuk tárgyalni. Az első csoport megoldását transzverzális elektromos (TE) míg a második csoport megoldásait transzverzális mágneses (TM) hullámoknak nevezzük¹⁹.

TM módus hullámegyenlete. A kísérletek során TM módussal dolgoztam, ezért annak elméleti leírását fogom bemutatni. A TE módus eredményei - a homogén Maxwell egyenletekre érvényes duális szimmetria miatt - csupán egy konstans szorzóban térnek el ettől. A TM módusra felírt Maxwell-egyenletek elemi átalakításaival megkapható az alábbi hullámegyenlet a mágneses térerősség komponensre:

$$\left(\partial_x^2 + \partial_z^2 - \epsilon \mu \partial_t^2 \right) H_y(x, z, t) = 0. \qquad (4.6)$$

Megjegyezzük, hogy a véges geometriában felírt parciális differenciálegyenlet rendszert sikerült egy hullámegyenletre egyszerűsíteni, aminek megoldása után már behelyettesítéssel adódnak E_x, E_z függvények. A 3.1. ábra alapján három tartományra kell megoldanunk a hullámegyenletet, majd a határfeltételeket illeszteni. A megoldást az alábbi alakban keressük:

$$H_y(x, z, t) = H_{y,j}(z) e^{i(\omega t - \beta_j x)} \quad \text{ahol } j = s, f, c. \qquad (4.7)$$

A határfeltételekből következik, hogy a határfelületen H_y folytonos, ami akkor lehetséges, ha $\beta_j = \beta \quad \forall j$ (ez könnyen látható az $x=0$ síkban, időfejlődést figyelve). A próbafüggvényt behelyettesítve az egyenletbe, ha vákuumban a hullámszám-frekvencia kapcsolata $\omega = ck$, míg a törésmutató definíciója miatt $c/c_j = n_j$.

$$\partial_z^2 H_{y,j}(z) = -(k^2 n_j^2 - \beta^2) H_{y,j}(z) \qquad (4.8)$$

¹⁹Ez könnyen beláthatóan ekvivalens fizikailag azzal, hogy TE esetben $B_y(\mathbf{r})|_{x_F} = 0$ és $\partial_z E_y(\mathbf{r})|_{x_F} = 0$ (x_F a határfelület pontjai) azaz a mágneses indukciókomponens, és az elektromos térerősség komponens normális (most z irányú) deriváltja eltűnik a határfelületen (hasonló feltétel a TM módusra is érvényes).

$H_{y,j}$ -re olyan megoldást keresünk, ami a filmben terjedő rezgést, míg a hordozóban illetve a fedőrétegben lecsengő evanescens teret ad. Ekkor alakul ki a hullámvezető módus. Fizikailag a fejezet elején felsoroltak közül a 3. feltételben leírt a törésmutató viszonyok garantálják (ekkor fog a filmben való terjedésnek illetve a hordozóban és fedőrétegben való lecsengésnek megfelelően alakulni az exponens kitevők valósága). Ez alapján az egyes tartományokban érvényes hullámszámokra felírható egyenletek:

$$k^2 n_f^2 - \beta^2 = k_{z,f}^2 \quad (4.9)$$

$$k^2 n_s^2 - \beta^2 = -|k_{z,s}|^2 \quad (4.10)$$

$$k^2 n_c^2 - \beta^2 = -|k_{z,c}|^2. \quad (4.11)$$

Ekkor a hullámegyenlet megoldása az egyes tartományokra:

$$H_{y,f}(z) = A \cdot e^{-ik_{z,f}z} + B \cdot e^{ik_{z,f}z} \quad \text{ha} \quad -d_f/2 \leq z \leq d_f/2. \quad (4.12)$$

$$H_{y,c}(z) = C \cdot e^{-|k_{z,c}|(z-d_f/2)} \quad \text{ha} \quad d_f/2 \leq z, \quad (4.13)$$

$$H_{y,s}(z) = D \cdot e^{|k_{z,c}|(z+d_f/2)} \quad \text{ha} \quad z \leq -d_f/2. \quad (4.14)$$

A megoldás illesztése a peremfeltételekhez. A megoldásban lévő B,C,D (A tetszőleges skálázó tényező) konstansokat meghatározhatjuk a határfeltételekből következő határfelületi folytonosságból, melyet a $-d_f/2, d_f/2$ síkok mentén tudunk kiróni (H_y és $\partial_z H_y$ folytonosak).

$$H_{y,c}(d/2) = H_{y,f}(d/2), \quad (4.15)$$

$$H_{y,f}(-d/2) = H_{y,s}(-d/2), \quad (4.16)$$

$$\left. \frac{\partial H_{y,c}}{\partial z} \right|_{z=d/2} = \left. \frac{\partial H_{y,f}}{\partial z} \right|_{z=d/2}, \quad (4.17)$$

$$\left. \frac{\partial H_{y,f}}{\partial z} \right|_{z=-d/2} = \left. \frac{\partial H_{y,s}}{\partial z} \right|_{z=-d/2}. \quad (4.18)$$

A négy határfelületi egyenletből egy lineáris egyenletrendszer adódik a prefaktorokra. Az egyenletrendszer megoldható analitikusan, melynek végén elemi átalakításokkal az alábbi feltétel adódik:

$$2\pi \cdot m = 2 \cdot k_{z,f} d_f - 2 \cdot \arctg \frac{n_f^2 |k_{z,c}|}{n_c^2 k_{z,f}} - 2 \cdot \arctg \frac{|k_{z,s}|}{k_{z,f}} \quad (4.19)$$

$$2\pi \cdot m = 2 \cdot \sqrt{k^2 n_f^2 - \beta^2} d_f - 2 \cdot \arctg \frac{n_f^2 \sqrt{\beta_m^2 - k^2 n_c^2}}{n_c^2 \sqrt{k^2 n_f^2 - \beta_m^2}} - 2 \cdot \arctg \frac{n_f^2 \sqrt{\beta_m^2 - k^2 n_s^2}}{n_s^2 \sqrt{k^2 n_f^2 - \beta_m^2}} \quad (4.20)$$

Ahol a k a vákuumban terjedő fény hullámszámvektorának abszolút értéke, d_f a hullámvezető réteg vastagsága, n_s, n_f, n_c pedig rendre a szubsztrát, film illetve fedőréteg (cover) törésmutatói. β egy

hullámszám dimenziójú mennyiség melyet a próbafüggvénnyel definiáltunk. A 4.20 formulában ez az egyetlen nem anyagi konstans, tehát m függvényében ez változik. Így a β_m jelölést bevezetve beszélhetünk a hullámvezető *módus sajátértékéről*. A 4.20 egyenletet átírhatjuk, ha bevezetjük a gyakorlati alkalmazások szempontjából praktikus effektív törésmutatót, ha N_m az m -edik hullámvezető módus effektív törésmutatója:

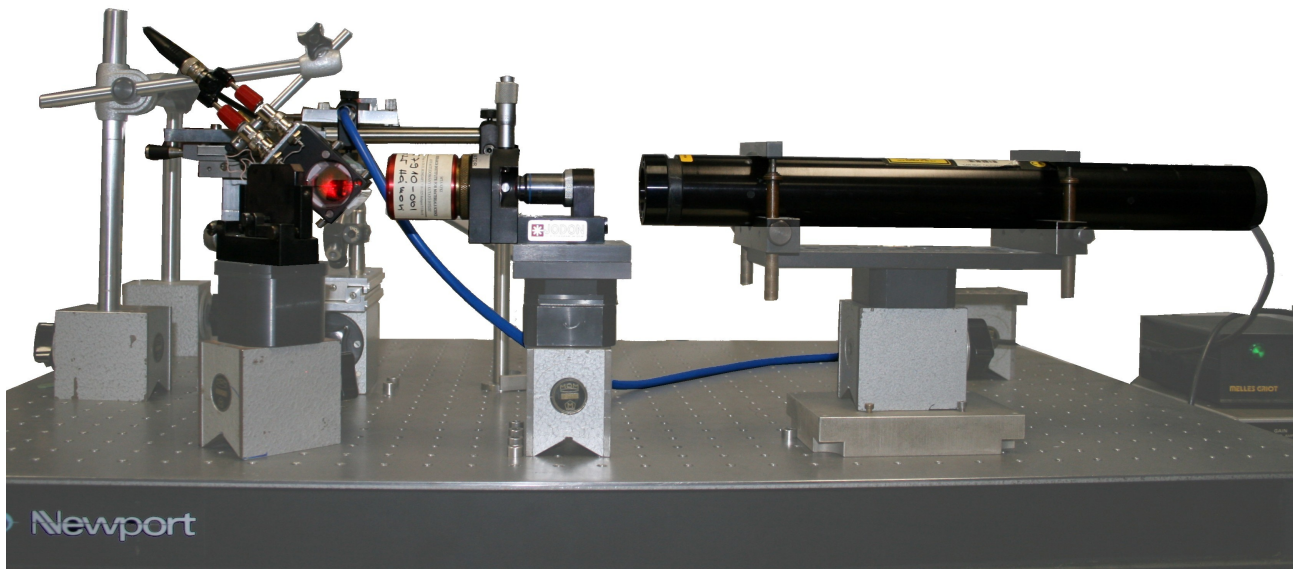
$$N_m = \frac{\beta_m}{k} \quad (4.21)$$

Ekkor a feltétel:

$$\pi \cdot m = d_f k \cdot \sqrt{n_f^2 - N_m^2} - \arctg\left(\frac{n_f^2 \cdot \sqrt{N_m^2 - n_c^2}}{n_c^2 \cdot \sqrt{n_f^2 - N_m^2}}\right) - \arctg\left(\frac{n_f^2 \cdot \sqrt{N_m^2 - n_s^2}}{n_s^2 \cdot \sqrt{n_f^2 - N_m^2}}\right) \quad (4.22)$$

Ezt az összefüggést módusegyenletnek nevezzük. A cikk-cakk hullám elméletben szereplő θ_m szögére is átírható a formula, ha felhasználjuk azt, hogy $\sin \theta_m = \beta / (k n_f)$.

4.3. Rácscsatolt interferométer - további fényképek



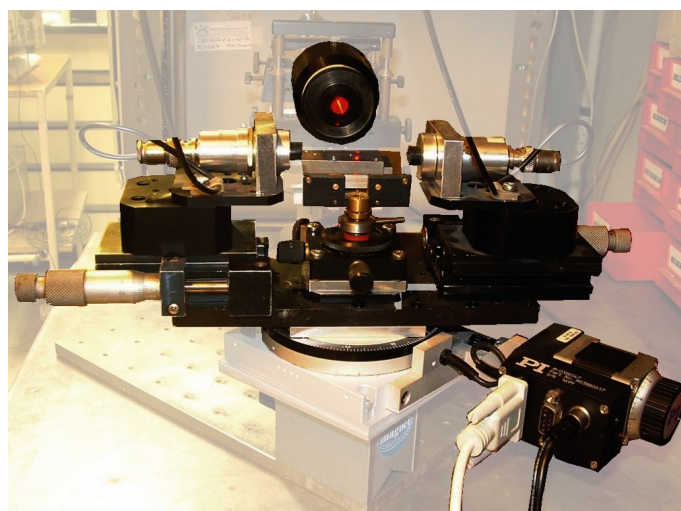
4.4. ábra: Rácscsatolt interferométer - a mérési összeállítás (2. fénykép).



4.5. ábra: Mintatartó állványzat, fotodetektor és Thorlabs tükör.

4.4. Módusspektrum kimérése

A kísérletekben használt Balzers hullámvezető chip módusspektruma meghatározásra került. A méréshez Dr. Hámori András és Dr. Nagy Norbert publikált mérési elrendezését használtuk [26]. A módusspektrummérő a 4.6. ábrán látható készülék, mely segítségével azt lehet vizsgálni, hogy a hullámvezetőbe csatolt fény relatív intenzitása a beesési szög függvényében hogyan változik. A beesési szög változtatásához a chip-et függőleges tengely körül tudjuk forgatni. A csatoló elem - jelen esetben rács - függőleges szimmetriatengelye minden esetben a forgástengellyel egybeessen (ez garantálja, hogy csak a megvilágítás szöge változzon, a megvilágító nyaláb csatolóra eső keresztmetszete nem). Ekkor ha a rácson becsatol a fény, majd a chip valamely végén ki, akkor a chip végére elhelyezett detektorral tudjuk mérni a bejövő intenzitást. Az intenzitás null szintjének mérése megvalósíthatóság szempontjából bonyolult, továbbá felesleges is, mert a módusspektrum mérés célja a becsatolási szögek meghatározása, ehhez pedig elegendő az intenzitást relatív egységekben mérni majd a csúcsokat megtalálni, a becsatolási helyek körül pedig a relatív intenzitás jól illeszthető Gauss-függvénnyel.



4.6. ábra: Módusspektrum mérő

4.5. A témához kapcsolódó konferencia részvételek

European Material Research Society (EMRS) Fall Meeting

Helye: Varsó

Ideje: 2012.09.17-21.

Szerzők: M. Janosov, P. Kozma, A. Hamori, S. Kurunczi, B. Fodor,
R. Horvath, M. Fried, P. Petrik

Cím: Spectroscopic ellipsometry measurements on waveguiding chips

Részvétel jellege: poszter (angol nyelven)

2nd Virtual Nanotechnology Poster Conference

Helye: Online

Ideje: 2012.09.10-14.

Szerzők: M. Janosov and P. Petrik

Cím: Spectroscopic ellipsometry measurements on transparent substrates

Részvétel jellege: poszter (angol nyelven)

Bolyai Konferencia

Helye: Budapest

Ideje: 2012.05.05.

Szerző: Janosov Milán

Cím: Spektroszkópiai ellipszometria és a bioérzékelés

Részvétel jellege: poszter (magyar nyelven)

Eötvös Konferencia

Helye: Budapest

Ideje: 2012.05.04

Szerzők: Janosov Milán

Cím: Optikai mérés technika manapság

Részvétel jellege: előadás (15+5 perc, magyar nyelven)

ELTE Össz-szakkollégiumi Konferencia

Helye: Budapest

Ideje: 2012.02.23.

Szerzők: Janosov Milán

Cím: Fény a nanovilágban

Részvétel jellege: szakmai előadás (15+5 perc, magyar nyelven)

Hivatkozások

- [1] J. Jackson, *Klasszikus elektrodinamika*. Typotex, 2010.
- [2] R. M. A. Azzam and N. M. Bashara, *Ellipsometry and Polarized Ligh.* Elsevier Publications, 1987.
- [3] M. Fried, T. Lohner, and P. Petrik, *Ellipsometric characterization of thin films*, H. S. Nalwa, Ed. San Diego: Academic Press, 2001.
- [4] P. Petrik, „Ellipszometria (nanoszerkezetek optikai vizsgálata),” *Természettudományi Közlöny*, vol. 142(5), p. 231, 2011.
- [5] E. A. Irene and H. G. Tompkins, „Sio₂ films,” in *Handbook of ellipsometry*, E. G. Irene and H. G. Tompkins, Eds. Norwich, NY: William Andrew, 2005.
- [6] H. Fujiwara, *Spectroscopic Ellipsometry*. John Wiley and Sons Ltd., 2007.
- [7] M. Born and E. Wolf, *Principles of Optics*. Wheatons Ltd., 1991.
- [8] D. Bruggeman, „Berechnung verschiedener physikalischer konstanten von heterogenen substanzen i. dielektrizität und leitfähigkeiten der mischkörper aus isotropen substanzen,” *Annalen der Physik*, vol. 24, no. 1, p. 636, 1935.
- [9] F. J.A.D., B. J., and F. Veer, „Ellipsometry as a tool to study the adsorption behaviour of synthetic and biopolymers at the air - water interface,” *Biopolimers*, vol. 17, pp. 1759–1772, 1978.
- [10] H. G. Tompkins and W. A. McGahan, *Spectroscopic Ellipsometry and Reflectometry - A User's Guide*. John Wiley and Sons Ltd., 1999.
- [11] F. Dill and P. Hauge, „Rotating-compensator ellipsometer (szabadalmi leírás,” Patent.
- [12] W. C. Inc., „<http://www.jawoollam.com>,” Patent.
- [13] R. Synowicki, „Suppression of backside reflection from transparent substrate,” *Physical Status Solid C*, vol. 5, no. 5, pp. 1085–1088, 2008.
- [14] D. Patko, K. Cottier, A. Hamori, and R. Horvath, „Single beam grating coupled interferometry. high resolution miniaturized label-free sensor for plate based paralell screening,” *Optical Express*, vol. 20, pp. 23 162–23 172, 2012.
- [15] F. IBMT, „<http://www.ibmt.fraunhofer.de/>,” Patent.
- [16] L. Castro, D. W. Thompson, E. M. Tiwald, T. snd Berberoc, and J. Woollam, „Repeatability of ellipsometric data in cholera toxin g_{M1} - elise structures,” *Surface Science*, pp. 1795–1803, 2007.
- [17] Z. Bai, M. Filiaggi, and J. Dahn, „Fibrinogen adsorption onto 316l stainless steel, nitinol and titanium,” *Surface science*, 2009.

- [18] H. Arwin, „Ellipsometry on thin organic layers of biological interest: characterization and application,” *Thin Solid Films*, 2009.
- [19] A. Németh, *Fehérje adszorpció in situ optikai vizsgálata bioszenzorikai alkalmazásokhoz - OTDK dolgozat*. ELTE, MTA MFA, 2011.
- [20] T. Hülber, *Bioszenzorikai vékonyrétegek előállítása és in situ optikai minősítése - Szakdolgozat*. BME, 2009.
- [21] P. Kozma, *Interferometrikus optikai hullámvezető bioszenzor jelölésmentes érzékeléshez - Doktori (PhD) értekezés*. Pannon Egyetem Molekuláris- és Nanotechnológiák Doktori Iskola, 2011.
- [22] P. N. Prasad, *Nanophotonics*. John Wiley and Sons Ltd., 2004.
- [23] B. Saleh and M. Teich, *Fundamentals of Photonics*. John Wiley and Sons Ltd., 2007.
- [24] R. Horváth, *Optikai hullámvezetők biológiai alkalmazásai - Diplomamunka*. ELTE, 1997.
- [25] P. Tien, „Integrated optics and new wave phenomena in optical waveguides,” *Reviews of Modern Physics*, vol. 49, no. 2, pp. 361–420, 1977.
- [26] A. Hámosi and N. Nagy, „Sub-micrometer period refractive index grating coupler for single mode optical waveguiding sensors,” *Sensors Proceedings of IEEE*, vol. 3, pp. 1333–1336, 2004.
- [27] H. Kogelnik and T. Sosnowski, „Holographic thin film couplers,” *Sensors Proceedings of IEEE*, vol. 3, pp. 1333–1336, 2004.
- [28] R. Horvath, L. Wilcox, H. Pedersen, N. Skivesen, S. Hesthaven, and P. Johansen, „Analytical and numerical study on grating depth effects in grating coupled waveguide sensors,” *Applied Physics B*, vol. 81, pp. 65–73, 2005.
- [29] J. Ramsden, „Review of new experimental techniques for investigating random sequential adsorption,” *Journal of Statistical Physics*, vol. 73, no. 5/6, pp. 854–877, 1993.
- [30] P. Kozma, A. Hámosi, K. Cottier, S. Kurunczi, and R. Horvath, „Grating Coupled Interferometry for Optical Sensing,” *Applied Physics B*, vol. 3, pp. 1333–1336, 2009.
- [31] P. Kozma, A. Hámosi, S. Kurunczi, K. Cottier, and R. Horvath, „Grating coupled optical waveguide interferometer for label-free biosensing,” *Sensors and Actuators*, pp. 446–450, 2011.
- [32] E. Hallstig, *Nematic Liquid Crystal Spatial Light Modulators for Laser Beam Steering*. Uppsala University Library, 2004.
- [33] J. Ramsden and R. Horvath, „Optical biosensors for cell adhesion,” *Journal of receptor and signal transduction research*.
- [34] R. Horvath, C. K., H. Pedersen, and J. Ramsden, „Multidepth screening of living cells using optical waveguides,” *Biosensors and Bioelectronics*, no. 4, pp. 799–804, 2008.

