

РЕЦЕНЗИЯ

на дисертация за получаване на образователната и научна степен "Доктор"
професионално направление 4.1. Физически науки

Автор на дисертационния труд: **Димитър Людмилов Лютов**

Тема на дисертационния труд: **Елипсометрия на микро и нано структури**

Научен ръководител: проф. дфн Стоян Христов Русев

Рецензент — Председател на научното жури: доц. дфн Цветан Стаменов Велинов

I Данни за Димитър Лютов

Димитър Лютов постъпва като редовен докторант в катедра Физика на твърдото тяло и микроелектроника през 2013 г. Преди това е завършил магистратура по Микроелектроника и информационни технологии във Физическия факултет на СУ с отличен успех 6.00 и бакалавърска степен по инженерна физика с успех отличен 5.58, отново във ФзФ на СУ. От септември 2016 г. и понастоящем е асистент в катедрата по Обща физика на Физическия факултет на СУ.

II Общ преглед на дисертацията

Представената ми за рецензия работа е написана на 165 страници. Разделена е на обща и специална част, като общата част включва три глави, колкото и специалната. Съдържа също заключение, две приложения и декларация за достоверност и оригиналност. Библиографията включва 124 заглавия.

III Предмет, цел и задачи на дисертацията

Елипсометрията е наука, за която може да се счита, че е достигнала своята зрялост и в момента рутинно се прилага за изследване на повърхности и тънки филми. Независимо от това, усилията за подобряване на нейните възможности не са преставали. В представената ми дисертация такива усилия са насочени в две посоки: първо, в подобряването на напречната разделителна способност, както свидетелства самата тема на дисертацията и второ, в търсене на подобряване на чувствителността и получаване на допълнителна информация за образците чрез температурно модулиране на свойствата им. В тази връзка заглавието е малко подвеждащо, защото не отразява втората посока на изследванията. Модулирането на температурата се извършва или чрез загряване с лазерен лъч или, по-малко използваното в практиката, загряване чрез електронен сноп. За последното се използва лъчът на електронен микроскоп. Така елипсометрията в

дисертацията се съчетава с един голям клас методи, наречен фотоплинни методи и със сканиращ електронен микроскоп. Именно съчетанието на различни методи за постигане на целите на дисертацията, което налага изграждането на голям брой нови експериментални установки е най – характерната нейна черта.

Целта на дисертацията е формулирана пределно кратко и ясно: Подобряване на латералната разделителна способност на поляризационни оптични методи и в частност – елипсометрията.

Поставените задачи в дисертацията красноречиво говорят за това къде е центърът на тежестта на работата по нея. От девет изброени задачи осем са свързани с направа и тестване на нови експериментални конфигурации, изясняване на възможностите им и получаване на експериментални данни.

IV Актуалност и състояние на проблема и отразяването му в дисертацията

Получаването на информация за елипсометричните ъгли от все по-малки области на изследваните обекти е актуална и в крак с тенденцията за комплексно изследване на микро и нанообекти и процеси на тези нива, както и с усилията да се получат чувствителни сензори с паралелна обработка. Ще дам два примера: Статията *Ellipsometric microscopy*, излязла през 2000 г.(цитат 92 в дисертационния труд) е цитирана повече от 20 пъти, като последните цитати са от тази година; статията: *Development of biosensor based on imaging ellipsometry* by G. Jin, *PHYSICA STATUS SOLIDI A-APPLICATIONS AND MATERIALS SCIENCE* v 205 pp 810-816, (2008) е цитирана 28 пъти, включително през настоящата година.

Второто направление: увеличаване на чувствителността (и разделителната способност) чрез модулиране на свойствата води началото си от книгата на Мануел Кардона: „Модулационна спектроскопия“, излязла през 1968 г. Основната идея е, че производната на дадена величина (например по температурата), преди всичко близо до някои особени линии в спектроскопията, може да се окаже по-чувствителна от самите величини. Фототоплинните и фотоакустични методи, които получиха бурно развитие от началото на осемдесетте години на миналия век, продължиха и отчасти видоизмениха тази идея. В момента тези методи рутинно се прилагат в много области на материалознанието (в частност микроелектрониката) и са на път да бъдат одобрени за прилагане в клинични изследвания в медицината. Тази идея се прилага тук за температурно модулиране на отражението и елипсометричните ъгли от различни образци. Работите в последната област не са много, особено що се отнася до загряване с електронен сноп. Причините според мен са скъпата апаратура и трудности от експериментален характер. Конкретно измерването на модулираното с топлина отражение/пропускане, получено чрез загряване с модулиран електронен лъч в сканиращ електронен лъч се среща за първи път в достъпната литература. Досега на мен са ми известни два фототоплинни / фотоакустични метода съчетани със сканиращ електронен път: с пиезо детекция (A. Rosencwaig, *Thermal wave*

imaging in a scanning electron microscope, Ann. Rev. Mater. Sci. 1985. 15:103-18) и с инфрачервено излъчване (J. Yin, Z. Wu, S. Zhu and W. Gao, *Technique and application of infrared thermal radiometry in scanning electron microscope*, SPIE Vol. 2321 / 749). Без съмнение, това е един от приносите в дисертацията и оригиналност в изследванията.

Съчетанието на няколко научни области: елипсометрия, сканираща електронна микроскопия и фототоплинни методи налага дисертантът да обхване огромно количество информация, да се справи с класификацията на различни методики, често с недобре изяснена и дори противоречива терминология и да си изясни състоянието и достиженията на изследванията тези области. И той се е справил добре. По една глава от общата част е посветена на състоянието и съвременното ниво на изследванията във всяка една от областите. Особено подробна и написана с умение е главата, посветена на елипсометрията, което не е учудващо, имайки предвид многогодишния опит в тази област на групата, в която работи и на нейния ръководител, проф. Русев. Все пак, като изхождам от правилото, че се отбелязват първите, най-важните и актуалните работи, ще кажа, че освен горните две статии в дисертацията не е цитирана и, може би, единствената работа досега, посветена на модулирането на елипсометричните ъгли със загряващ лазерен лъч: G. Gin, J.P. Roger, A.C. Voccaro, J.L. Stehle, *Probing dynamic processes in multilayered structures by stimulated spectroscopic ellipsometry*, J. Phys. D: Appl. Phys v 26 2096-99 (1993) (по-точно на тази тема от същите автори са публикувани три близки статии). Също не е цитирана една статия на Rosencwaig и съавтори от 1992 г. за паралелно определяне на елипсометричните ъгли при фокусиране на пробния лъч (*Beam profile reflectometry: A new technique for dielectric film measurements*, Appl. Phys. Lett. 60, 1301 (1992)), която е цитирана над 100 пъти и предшества по време редица статии, отбелязани в дисертацията.

V Обща характеристика на изследванията, постигнати резултати и приноси на дисертационния труд

Най – впечатляващо в представената ми дисертация е голямото количество извършена работа по сглобяване и тестване на нови експериментални установки, за да може да бъдат постигната поставената цел – цели шест: установка за микроелипсометрия на основата на микроскоп “Carl Zeiss”, установка за микроелипсометрия, базирана на елипсометър “Rudolf research”, установка за термоотражение при Джаулово загряване на образеца със и без оптично влакно, фототоплинен микроскоп и установка за изследване на отклика на поляризиран и неполяризиран оптичен лъч при загряване с електронен лъч в сканиращ електронен микроскоп. Когато към тях се прибавят и усилията да се получат подходящи микрообразци от сребърни монокристали, става ясен обемът на работа, който докторантът Димитър Лютов е трябвало да извърши преди да достигне до същината на своите опити.

Четвърта глава (първа от специалната част) е посветена на една трудна и неизяснена изцяло теоретично задача: израстване на сребърни монокристали с микронни

размери, които по-нататък са изследвани в дисертацията. Дисертантът е успял да се справи много добре с нея, разбира се с помощта на цялата група на проф. Русев. Аз лично съм свидетел на няколко месечните усилия преди да бъдат постигнати първите окуражаващи резултати и на личния принос на Димитър Лютов в тази насока. Резултатите са отлични – получени са образци с размери над 10 микрона (дебелина под микрон) с правилна форма и резултатите от ТЕМ потвърждават, че са монокристални (възможно е все пак да има двойникуване). Такива образци са интересни в много области и преди всичко в плазмоникумата, тъй като са с много малко дефекти и много гладка повърхност. Без съмнение това е един от приносите в дисертационния труд.

Петата глава е посветена на основната цел на дисертацията – елипсометрични измервания на микрообекти. Наред с експерименталните изследвания е решена една нова обратна елипсометрична задача, а именно прозрачен слой, вграден в прозрачна среда. Тази задача е свързана с едно оригинално експериментално решение с цел да се избегне сигнала от подложката и е съществен принос в дисертационния труд. Направени са елипсометрични измервания с две експериментални установки на сребърните микрочастици, дискутирани в предишната глава, както и върху стандартни образци с цел да се сравнят резултатите. Въз основа на много измервания и сравнения изводът е: показателите на пречупване на микрообразци, особено реалната им част се отличават от тези, цитирани в литературата за масивни образци. Все пак не става ясно на какво се дължи това – дали на включените допълнителни елементи (обективи), които внасят сходимост и може би деполяризация на лъча или на самият обект. Последното в възможно поради изключителната чувствителност на елипсометрията към състоянието на повърхността. Този въпрос може да се реши с допълнителни изследвания с помощта на повърхнинни плазмони и аз зная, че групата на проф. Русев се е насочила към тях. Що се отнася до измерване на стандартни образци от стъкло хром и силиций – при тях се наблюдава съвпадение на резултатите с тези, получени с конвенционален елипсометър дори при използването на обектив с числена апертура 0.8. Дисертантът оценява напречната разделителна способност на 6.5 мкм.

Следваща серия от експерименти е извършена върху литографски структури и изводите потвърждават направените по-горе: точността на микроелипсометричните измервания зависи не само от използвания обектив, но и от размерите на образците. При образци с напречни размери по-малки от 50 мкм грешките силно нарастват, поради дифракция на светлината и невъзможност са пълно нулиране на отразения лъч.

Шестата глава е посветена на изследванията на докторанта върху възможността да се повиши разделителната способност и чувствителността на елипсометрични и спектроскопични измервания като малка част от обекта температурно се модулира с оптичен или електронен лъч. Тази идея не е нова, но реализацията и в сканиращ електронен микроскоп е напълно оригинална. За да се справи с предизвикателствата на поставените пред него задачи в тази глава, дисертантът е трябвало да направи три различни установки и немалък брой симулации за температурното разпределение и

влиянието му върху елипсометричните ъгли, които предполагат много отделено време за намиране на нужните данни. По мое мнение задачите в тази глава са достатъчни за един отделен дисертационен труд. Големият обем на работа не е позволил довеждането докрай на тези изследвания и самият дисертант подчертава, че резултатите са предварителни. По мое мнение предизвикателствата са две: липсата на място, налагаща използването на оптично влакно при детекцията, при което трудно се контролира частта на отразената светлина, влизаща в него и съвместяването на загряващия и пробния оптичен лъч. От личен опит знам, че само два – три микрона разлика в местата на фокусиране води до драстично намаление на сигнала. Обикновено съвместяването се прави чрез пряко наблюдение в микроскоп, но това е невъзможно при условие, че установката е вътре в сканиращия микроскоп. Въпреки слабия сигнал, дължащ се най – вероятно на посочените причини и съответно малкото отношение сигнал – шум, докторантът е получил добри резултати: изменение на сигнала както корен от честотата на загряващия лъч, каквото е теоретичното предсказване, двумерно разпределение на температурата в сребърен хексагон и около нехомогенност в златен слой с поляризиран и неполяризиран лъч.

VI Критични бележки и въпроси

Към работата имам следните забележки:

1. Навсякъде в текста се използва терминът „латерална разделителна способност“. На български терминът е „напречна разделителна способност“
2. Често се използва терминът „симулации“ за обикновено пресмятане на математични изрази с компютър, например на стр. 103 - 107.
3. На няколко места в дисертацията има неточни и неверни изрази и твърдения; например на стр. 15 се казва: „Въздухът се загряваи модулациите повтарят тези на образеца“. Всъщност температурното разпределение във въздуха не повтаря това във образеца, а двете са свързани чрез граничните условия за непрекъснатост на температурата и топлинния поток, което позволява, измервайки температурното поле във въздуха близо до границата с образеца да съдим за топлинните свойства на последния. Страница 16 завършва с изречението: „...рамото на детектора е добре да е по-дълго, за да може лъчът да се отклонява повече по повърхността на фотодетектора“. Това твърдение е невярно, защото заедно с отклонението расте и размерът на лъча. Може строго да се докаже, че двете явление взаимно се компенсират. На стр. 18 е написано: „Поляризацията характеризира посоката на трептенето на електричния лъч.“ Поляризацията характеризира много повече.
4. Графиките на Фиг. 60 показват повишение на температурата на образеца при загряване до 1000 – 1400 °С и в същото време са използвани стойностите на топлинните параметри за стайна температура.
5. На стр. 103 в Таблица 7 коефициентите на топлинна ефузия и топлинна дифузия са дадени с пет до седем значещи цифри. Няма метод, който да позволява

такава точност. Грешката идва от използвания източник [45], но все пак докторантът би трябвало да я усети.

6. Декларацията за оригиналност и достоверност в копието, което имам не е подписана.

Присъстват, разбира се, неизбежните граматични и правописни грешки, но те не дразнят при четене и не се набиват на очи.

Въпроси:

1. На страница 86 оценявате разделителната способност на установката като пресмятате числената апертура на обектива в използваната конфигурация. От Фиг. 44 се вижда, обаче, че след обектива е сложена допълнителна апертура. Как влияе тя на разделителната способност? Можете ли да оцените последната?
2. Твърдите, че сте използвали числено пресмятане за намиране на температурното разпределение в образците (стр. 104) при наличието на формули (118 -121), които би трябвало да позволят аналитичното пресмятане на температурата. В тези формули, обаче, единствената координата е разстоянието до загряващия лъч. Моля да обясните как точно са получени формулите на стр. 102 – 105 и за какво се отнасят. Как е получено температурното разпределение в образците?
3. От вашите пресмятания става ясно, че изменението на елипсометричните ъгли при модулиране на характеристиките на образеца е най-голямо при ъгъла на Брюстер, (Фиг. 61, стр. 108) но не използвате този ъгъл при експериментите си. Защо?
4. В общата част на дисертацията твърдите, че микроскопията при ъгъла на Брюстер е по-чувствителна от други елипсометрични методи. На какво се дължи това, при условия, че тази микроскопия се базира на елипсометрични измервания?

VII Заключение

Въз основа на написаното по-горе и въпреки забележките смятам, че дисертантът е изпълнил задачите и постигнал целите на дисертацията. Публикуваните работи: четири статии в списания с импакт фактор, три доклада на конференции в пълен текст и два други покриват изискванията на закона и препоръчителните изисквания на Физическия факултет. Гласувам „за“ присъждане на научната и образователна степен „доктор“ на Димитър Людмилов Лютов

Рецензент: доц. дфн Цветан Стаменов Велинов

08.07.2018 г.

София