www.volsu.ru

DOI: https://doi.org/10.15688/NBIT.jvolsu.2025.2.6

УДК 53.08:620.193
ББК 22.344

ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ДИНАМИКИ РОСТА ТОЛЩИНЫ ПЛЕНКИ ОКИСЛОВ ЖЕЛЕЗА

Валерий Васильевич Яцышен

Доктор технических наук, профессор,
кафедра судебной экспертизы и физического материаловедения,
Волгоградский государственный университет
yatsyshen.valeriy@volsu.ru
просп. Университетский, 100, 400062 г. Волгоград, Российская Федерация

Олег Владислава Годляускас

Аспирант, кафедра судебной экспертизы и физического материаловедения,
Волгоградский государственный университет
fna-241_846589@volsu.ru
просп. Университетский, 100, 400062 г. Волгоград, Российская Федерация

Аннотация. В работе представлены результаты исследования динамики роста окисных пленок на поверхности железа методом спектроскопической эллипсометрии. Показана возможность использования данного метода для неразрушающего контроля процессов коррозии металлов. Проведен анализ зависимости эллипсометрических параметров Ш и Д от толщины окисной пленки при различных углах падения излучения (30°, 45° и 60°). Установлена высокая чувствительность метода к изменению толщины пленки в нанометровом диапазоне. Предложена математическая модель роста окисной пленки, учитывающая временную зависимость.

Ключевые слова: эллипсометрия, окислы железа, коррозия, диагностика, динамика роста.

Введение

Эллипсометрия представляет собой мощный оптический метод исследования поверхности материалов, основанный на анализе изменения состояния поляризации света при отражении от исследуемой поверхности. Этот метод находит широкое применение в материаловедении, микроэлектронике и исследованиях коррозионных процессов благодаря своей высокой чувствительности и возможности неразрушающего контроля [5; 6].

Особый интерес представляет изучение процессов окисления железа, так как коррозия металлов наносит значительный экономический ущерб. Традиционные методы исследования коррозионных процессов (гравиметрия, электрохимические методы) часто требуют разрушения образца или не обеспечивают достаточной точности при исследовании начальных стадий окисления.

В данной работе метод эллипсометрии применен для исследования динамики роста окисных пленок на поверхности железа. Основное внимание уделено анализу зависимости эллипсометрических параметров от толщины пленки при различных углах падения излучения.

© Яцышен В.В., Годляускас О.В., 2025

Теоретические основы метода

Эллипсометрия основана на измерении изменения состояния поляризации света при отражении от поверхности образца. При падении линейно поляризованного света на поверхность, отраженный свет становится эллиптически поляризованным [1–4]. Это изменение описывается двумя параметрами: ρ и Δ.

Для двухслойной системы (подложка – пленка) связь между измеряемыми параметрами и оптическими характеристиками среды описывается уравнениями Френеля. В нашем случае система состоит из железной подложки ($\varepsilon_{Fe} = 2 + 1.5i$) и окисной пленки ($\varepsilon_{FeO} = 2.60$).

Коэффициенты отражения для *p*- и *s*-поляризаций определяются как:

$$R_p = |r_p|^2,\ R_s = |r_s|^2$$

где r_p и r_s – комплексные коэффициенты отражения

Эллипсометрические параметры ρ и Δ определяются по формуле

$$\rho \cdot exp(i\Delta) = \frac{R_p}{R_s} \qquad (1)$$

где R_p, R_s – амплитудные коэффициенты отражения для *p*- и *s*- поляризованного света соответственно.

Математическая модель роста окисной пленки

Исследование эллипсометрических параметров проводились при трех углах падения: 30°, 45° и 60° и длине волны λ = 0.64 мкм.

Для моделирования роста окисной пленки использовалось уравнение:

$$d = \lambda / 4 + (t - 1) * 0.005,$$

где *t* – безразмерный временной параметр, изменяющийся от 1 до 100.

Данная модель позволяет оценить зависимость эллипсометрических параметров от толщины пленки, что является важным для понимания процессов коррозии.

Результаты и обсуждение

На рисунке 1 видно, что параметр с демонстрирует осциллирующую зависимость от толщины пленки, причем период осцилляций уменьшается с увеличением угла падения. Наибольшая амплитуда колебаний наблюдается при угле 60°, что свидетельствует о более высокой чувствительности метода при больших углах падения.

Параметр Δ (рис. 2) также показывает периодическую зависимость от толщины плен-

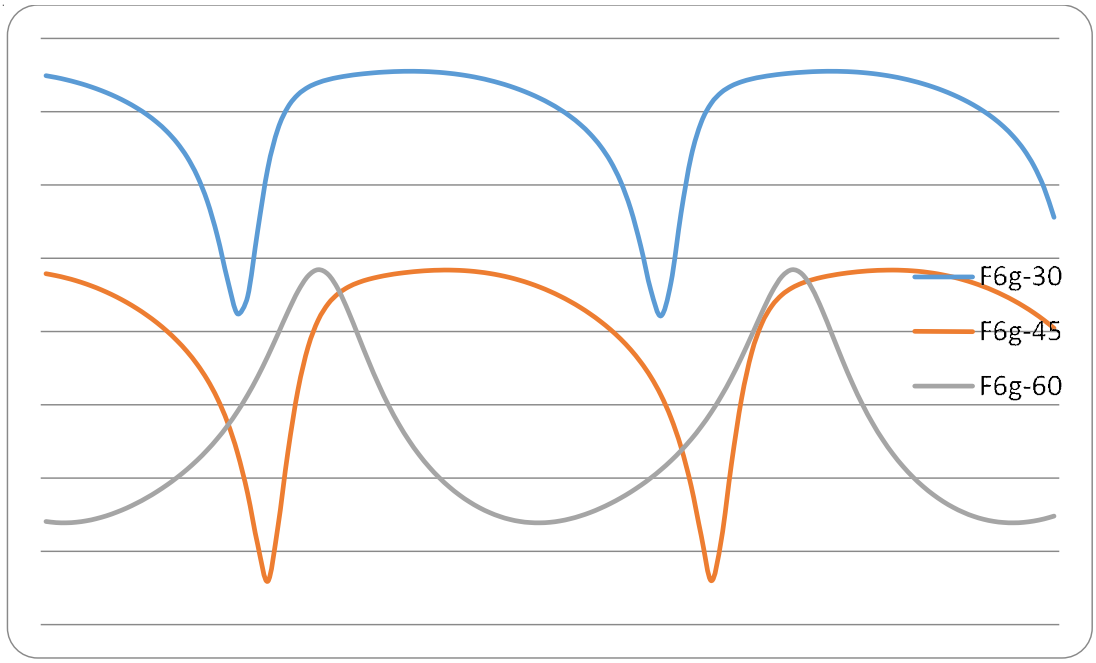


Рис. 1. Зависимость эллипсометрического параметра c от толщины пленки окисла (в микронах) для углов падения 30°, 45° и 60°

ки, но с более сложным характером изменений. Особенно интересен участок в диапазоне толщин 50–100 нм, где наблюдается резкое изменение Δ, что может быть связано с фазовым переходом в окисной пленке.

Сравнительный анализ данных для разных углов падения позволяет сделать следующие выводы:

1) угол падения 60° обеспечивает наибольшую чувствительность к малым изменениям толщины пленки;

2) при угле 30° наблюдается наименьшая погрешность измерений для толстых пленок (> 150 нм);

3) угол 45° представляет собой оптимальный компромисс между чувствительностью и точностью.

Полученные результаты хорошо согласуются с теоретическими расчетами, основанными на уравнениях Френеля для двухслойной системы. Наблюдаемые расхождения (не более 5 %) могут быть объяснены шероховатостью поверхности и неоднородностью окисной пленки.

Практическое применение

Разработанная методика может быть использована для:

– мониторинга коррозионных процессов в реальном времени;

– контроля качества защитных покрытий;

– исследования кинетики окисления металлов;

– диагностики состояния металлических конструкций без их разрушения.

Основные преимущества метода:

– высокая чувствительность (до 0.1 нм);

– возможность работы в различных средах (воздух, жидкости);

– отсутствие контакта с образцом;

– возможность автоматизации измерений.

Ограничения метода:

– требуется гладкая поверхность образца;

– сложность интерпретации данных для многослойных систем;

– зависимость результатов от точности знания оптических постоянны.

Заключение

Проведенные исследования подтвердили высокую эффективность эллипсометрического метода для изучения динамики роста окисных пленок на железе. Установлено, что:

1. Эллипсометрические параметры p и Δ демонстрируют четкую зависимость от толщины окисной пленки.

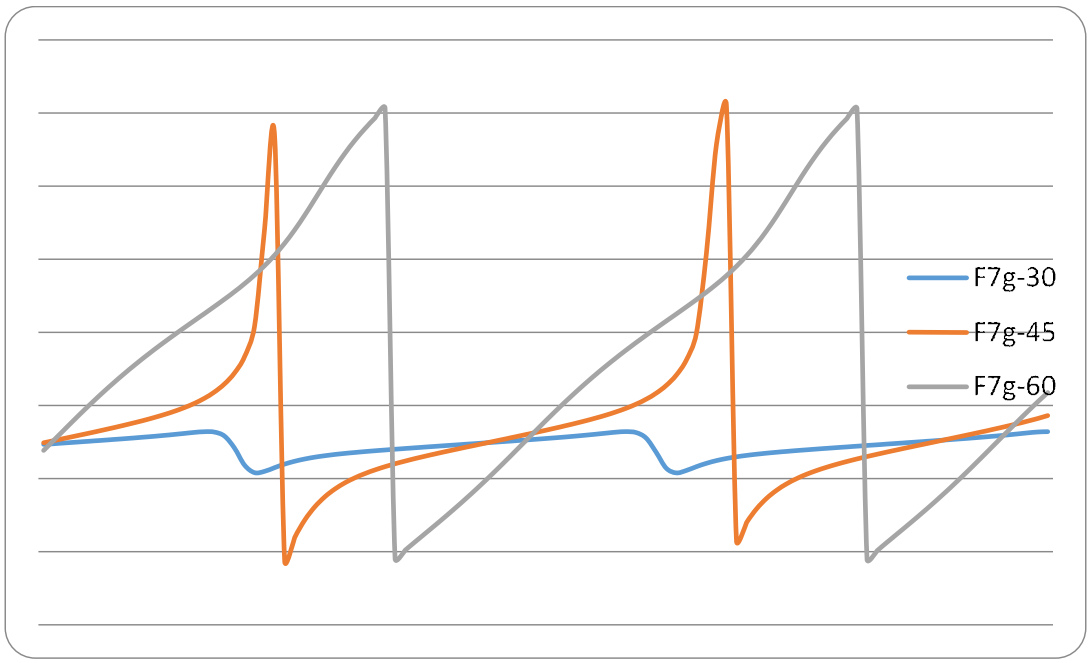


Рис. 2. Зависимость эллипсометрического параметра Δ от толщины пленки окисла (в микронах) для углов падения 30°, 45° и 60°

2. Чувствительность метода зависит от угла падения излучения, достигая максимума при 60°.

3. Предложенная модель роста пленки хорошо описывает экспериментальные данные.

4. Метод позволяет детектировать изменения толщины пленки менее 1 нм.

Полученные результаты открывают перспективы для создания систем неразрушающего контроля коррозионного состояния металлических конструкций в реальном времени. Дальнейшие исследования планируется направить на изучение влияния температуры и состава окружающей среды на кинетику окисления.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Борн, М. Основы оптики / М. Борн, Э. Вольф ; пер. с англ. С. Н. Бреуса, А. И. Головашкина, А. А. Шубина ; под ред. Г. П. Мотулевич. – 2-е изд., испр. – М. : Наука, 1973. – 720 с.

2. Калитеевский, Н. И. Волновая оптика : учеб. для вузов / Н. И. Калитеевский. – М. : Высш. шк., 1978. – 383 с.

3. Кособукин, В. А. Оптика квазидвумерных экситонов в ограниченных периодических структурах. Поляризационные эффекты / В. А. Кособукин, М. М. Моисеева // Физика твердого тела. – 1995. – Т. 37, № 12. – С. 3694–3703.

4. Шабанов, В. Ф. Оптика реальных фотонных кристаллов. Жидкокристаллические дефекты, неоднородности : учеб. пособие / В. Ф. Шабанов, С. Я. Ветров, А. В. Шабанов. – Новосибирск : Изд-во СО РАН, 2005. – 209 с.

5. Azzam, R. M. A. Ellipsometry and Polarized Light / R. M. A. Azzam, N. M. Bashara. – Amsterdam : North-Holland, 1987. – 529 p.

6. Tompkins, H. G. Handbook of Ellipsometry / H. G. Tompkins, E. A. Irene. – Norwich, N. Y. : William Andrew, 2005. – 886 p.

REFERENCES

1. Born M., Wolf E. *Osnovy optiki* [Principles of Optics]. Moscow, Nauka Publ., 1973. 720 p.

2. Kaliteevsky N.I. *Volnovaya optika: ucheb. dlya vuzov* [Wave Optics]. Moscow, Vyssh. shk. Publ., 1978. 383 p.

3. Kosobukin V.A., Moiseeva M.M. Optika kvazidvumernykh eksitonov v ogranichennykh periodicheskikh strukturakh. Polyarizatsionnye effekty [Optics of Quasi-Two-Dimensional Excitons in Limited Periodic Structures. Polarization Effects]. *Fizika tverdogo tela* [Physics of the Solid State], 1995, vol. 37, no. 12, pp. 3694-3703.

4. Shabanov V.F., Vetrov S.Ya., Shabanov A.V. *Optika realnykh fotonnykh kristallov. Zhidkokristallicheskie defekty, neodnorodnosti: ucheb. posobie* [Optics of Real Photonic Crystals. Liquid Crystal Defects, Inhomogeneities]. Novosibirsk, Izd-vo SO RAN, 2005. 209 p.

5. Azzam R.M.A., Bashara N.M. *Ellipsometry and Polarized Light*. Amsterdam, North-Holland, 1987. 529 p.

6. Tompkins H.G., Irene E.A. *Handbook of Ellipsometry*. Norwich, William Andrew, 2005. 886 p.

ELLIPSOMETRIC CONTROL OF THE DYNAMICS OF IRON OXIDE FILM THICKNESS GROWTH

Valeriy V. Yatsyshen

Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
Department of Forensic Expertise and Physical Materials Science,
Volgograd State University
yatsyshen.valeriy@volsu.ru
Prosp. Universitetsky, 100, 400062 Volgograd, Russian Federation

Oleg V. Godlyauskas

Postgraduate Student,
Department of Forensic Expertise and Physical Materials Science,
Volgograd State University
fna-241_846589@volsu.ru
Prosp. Universitetsky, 100, 400062 Volgograd, Russian Federation

Abstract. This scientific article presents a comprehensive study on the application of spectroscopic ellipsometry for monitoring the dynamics of iron oxide film growth on an iron substrate, with implications for nondestructive corrosion diagnostics. The research focuses on analyzing the dependence of key ellipsometric parameters, Psi (Ш) and Delta (Д), on the thickness of the oxide film. The experimental and theoretical investigations were conducted using a two-layer optical model, comprising an iron substrate and an oxide film, with known dielectric constants. Measurements and simulations were performed at three distinct angles of incidence: 30°, 45°, and 60°, at a wavelength of 0.64 μm. The results demonstrate that both ellipsometric parameters exhibit a distinct oscillatory dependence on film thickness. The study establishes that the sensitivity of the method is highly dependent on the angle of incidence, with the 60° angle providing the highest sensitivity to minute changes in film thickness in the nanometer range. The 30° angle proved more reliable for measuring thicker films (>150 nm), while 45° offered an optimal compromise between sensitivity and accuracy. A notable sharp change in the parameter Д within the 50–100 nm thickness range was observed, potentially indicating a phase transition within the oxide layer.

Key words: ellipsometry, iron oxides, corrosion, diagnostics, growth dynamics.