

К ВОПРОСУ О ВЛИЯНИИ ПРОЦЕДУРЫ ДООКИСЛЕНИЯ НА ПАРАМЕТРЫ ТОНКИХ ПЛЕНОК TiO_2 и Ta_2O_5 .

В.В. Азарова^{1,2}, В.В. Фокин^{1,2},

1. МИЭМ (ТУ); 2. ФГУП НИИ «Полюс» им. М.Ф. Стельмаха

azarovav@hotmail.ru;

There are analyzed the ellipsometrical measurement results of precision optical TiO_2 and Ta_2O_5 layers obtained by ion beam method and discussed the optimization of the regimes of there production.

1. Введение.

Качество современных лазерных приборов во многом определяется формирующими резонатор зеркалами. К ним предъявляются очень высокие требования. Так коэффициенты отражения должны превышать величину 99.99%¹. Такие параметры достигаются за счет уменьшения коэффициентов рассеяния и поглощения. Поглощение снижается путем выбора оптимального режима роста и последующей процедуры доокисления уже готового зеркала (технологический прогрев многослойного интерференционного покрытия в кислородной атмосфере).

В этой работе приводятся результаты экспериментальных измерений однослойных покрытий TiO_2 и Ta_2O_5 . Для определения изменений параметров слоев в результате доокисления использовались тонкие пленки. Одним из контролируемых параметров была мнимая часть комплексного показателя преломления, коэффициент экстинкции. После доокисления его величина для пленок Ta_2O_5 уменьшалась, а для пленок TiO_2 его изменение оказалось незначительным, что хорошо согласуется с измерениями суммарных потерь на лазерных зеркалах, из которых косвенно (зная величину рассеяния и пропускания) определяется коэффициент поглощения.

2. Метод эллипсометрии.

В качестве метода контроля параметров покрытий был выбран метод спектральной многоугловой эллипсометрии², так как он обладает высокой чувствительностью (особенно в области нанометрового диапазона толщин), точностью и воспроизводимостью результатов. Данный метод позволяет достоверно определить толщины слоев, показатели преломления материалов слоев (в общем случае комплексные), а также наличие градиента показателя преломления.

Метод эллипсометрии основан на том, что в общем случае свет после отражения от исследуемого образца изменяет свою форму поляризации.

Основное уравнение эллипсометрии, связывающее между собой эллипсометрические параметры дельта (Δ) и пси (Ψ) и комплексные значения коэффициентов отражения по амплитуде R_p и R_s для p- и s-поляризованного света записывается в виде:

$$\rho = \frac{R_p}{R_s} = \tan(\Psi)e^{i\Delta} \quad (1)$$

Как видно из уравнения 1 в процессе измерения определяются не абсолютные, а относительные величины, что является важным достоинством метода. По измеренным величинам Δ и Ψ при решении обратной задачи эллипсометрии на основе выбранной модели рассчитываются оптические параметры поверхности образца.

Достоверность полученных результатов оценивается с помощью функции ошибки, в нашем случае она имеет следующий вид:

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

где N – число пар (Ψ, Δ), M – число переменных параметров в модели, Ψ_i^{mod} , Δ_i^{mod} – данные рассчитанные из модели, Ψ_i^{exp} , Δ_i^{exp} – экспериментальные данные, а σ – стандартное отклонение по точкам экспериментальных данных. Достоверным считается тот результат, при котором функция ошибки принимает наименьшее значение. Кроме того полученные результаты должны иметь физический смысл. В нашем случае это означает, что рассчитанные дисперсионные кривые показателей преломления исследуемых материалов должны иметь нормальный вид в измеряемом спектральном диапазоне, т.е. с ростом длины волны показатель преломления должен монотонно уменьшаться.

3. Доокисление пленок оксида тантала и оксида титана.

Ниже приведены результаты измерений 4-х образцов однородных танталовых и титановых пленок, толщины которых составили приблизительно 100 нм для Ta_2O_5 и 300 нм TiO_2 , соответственно. Нанесение пленок проводилось методом ионно-лучевого напыления на ситалловые подложки на установке IonFab. После изготовления данных образцов, они были переданы на отжиг (технологический прогрев) в воздушной атмосфере при температуре 300° и 250° C, соответственно, в течение 2 часов. С целью определения изменений, которые происходят в результате такой обработки, были проведены эллипсометрические измерения до и после отжига. Измерения проводились на спектроскопическом эллипсометре с вращающимся компенсатором компании J.A. Woollam M-2000 с возможностью сбора эллипсометрических данных на разных углах падения. Экспериментально измерялись зависимости $\Delta(\lambda)$ и $\Psi(\lambda)$ при трех углах падения 60, 65 и 70 градусов. Затем с помощью однослойной модели рассчитывались параметры пленок – толщина, действительная и мнимая части комплексного показателя преломления. Ниже приведены полученные дисперсионные кривые для действительной и мнимой части комплексного показателя преломления.

3.1 Результаты измерений тонких пленок оксида тантала

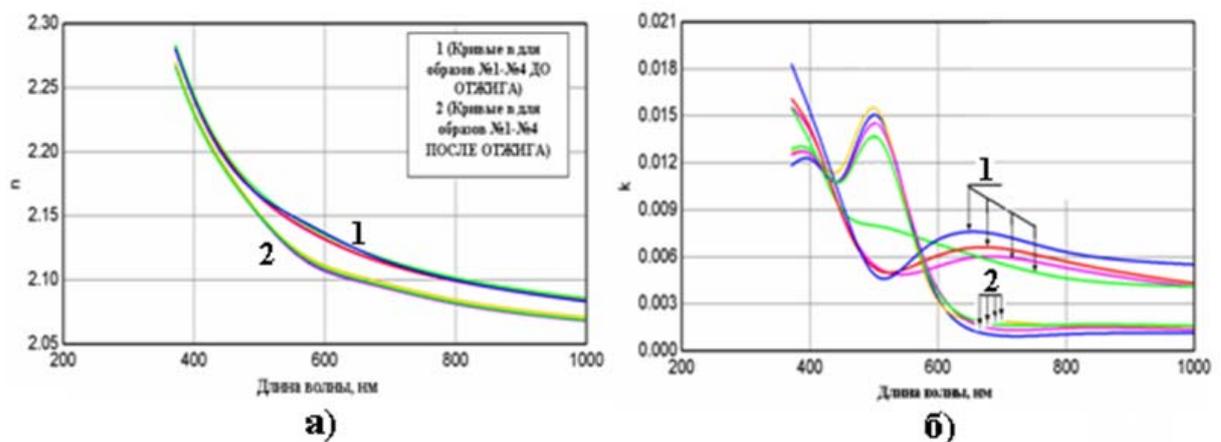


Рисунок 1. Дисперсионная функция $k(\lambda)$ для тонких пленок Ta_2O_5 до – а) и после – б) доокисления.

Из рисунка 1 видно, что на всех четырех образцах характер изменения n и k идентичен. Кривые n смещаются вниз, при этом как до, так и после отжига кривые показателя преломления очень хорошо накладываются друг на друга. После отжига кривые k принимают одну и ту же форму, причем разброс значений между образцами

уменьшается. В коротковолновой области (приблизительно от 420 до 620 нм) наблюдается увеличение коэффициента поглощения k , локальный пик которого на всех образцах приходится приблизительно на 500 нм и отличается лишь слегка величиной. В диапазоне длин волн от ~ 620 нм видно значительное (2-3 раза) уменьшение коэффициента поглощения.

В таблице 1 приведены полученные результаты для образцов 1 – 4, которые соответствуют рисунку 1. Значения для величин n и k указаны для длины волны 632.8 нм.

Таблица 1.

Номер образца	Толщина d , нм. Доокисление		$n(\lambda=632.8 \text{ нм})$ Доокисление		$k(\lambda=632.8 \text{ нм})$ Доокисление	
	до	после	до	после	до	после
1	113	114	2.12	2.10	0.006	0.002
2	109	110	2.13	2.11	0.006	0.002
3	113	114	2.12	2.10	0.006	0.002
4	112.5	113.5	2.13	2.10	0.007	0.002

Из приведенных в таблице данных видно, что после отжига геометрическая толщина пленки на всех образцах увеличилась на величину ~ 1 нм. Коэффициент поглощения k для длины волны 632.8 нм уменьшился до значения 0.002 (в три раза), также уменьшается показатель преломления.

3.2 Результаты измерений тонких пленок оксида титана

Ниже приведен характерный график дисперсионных зависимостей комплексного показателя преломления для пленок оксида титана.

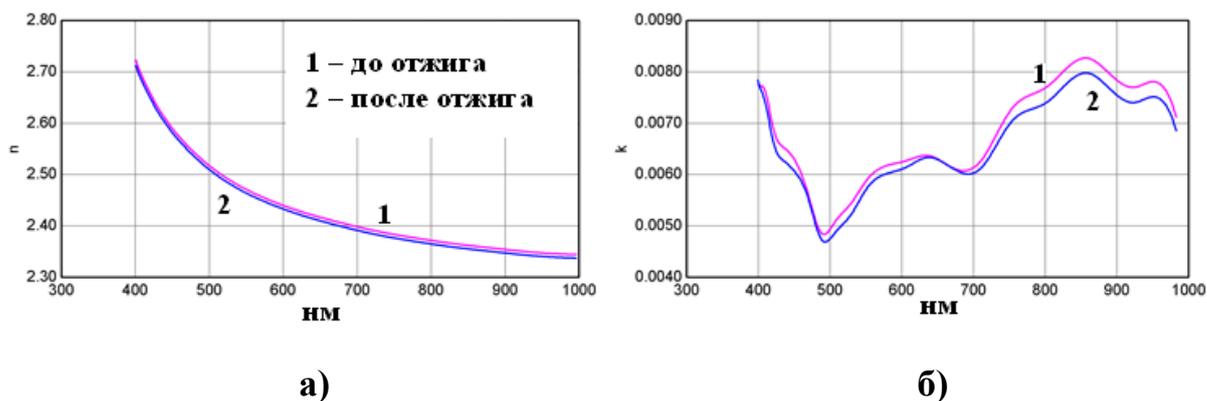


Рисунок 2. Дисперсионная функция $k(\lambda)$ для тонких пленок TiO_2 до – а) и после – б) доокисления.

Из рисунка 2 видно, что кривые дисперсионных зависимостей для действительной и мнимой частей показателя преломления до и после отжига практически повторяют друг друга, и в отличие от пленок оксида тантала таких резких изменений не наблюдается. В таблице 2 ниже приведены полученные результаты для образцов 1 – 4, которые соответствуют рисунку 2. Значения для величин n и k указаны для длины волны 632.8 нм.

Таблица 1.

Образец	Толщина d, нм. Доокисление		n($\lambda=632.8$ нм) Доокисление		k($\lambda=632.8$ нм) Доокисление	
	до	после	до	после	до	после
	302	304	2.424	2.417	0.006	0.006

Из приведенных в таблице данных видно, как и в случае пленок оксида тантала, после прогрева наблюдается незначительное увеличение толщины ~ 2 нм, уменьшение действительной части показателя преломления на ~ 0.07 , а мнимая часть с точностью до третьего после запятой знака осталась неизменной. К сожалению повысить температуру прогрева для TiO_2 не представляется возможным, т.к. от 300 гардусов и выше аморфные пленки двуокиси титана начинают кристаллизоваться. Очевидно, что технологический прогрев для данного материала не столь эффективен, как для оксида тантала.

Подтверждением правильности полученных результатов (относительно уменьшения коэффициента поглощения на длине волны 632.8 нм после отжига) служат измерения суммарных потерь на танталовых многослойных интерференционных покрытиях (МИП) с маленькой величиной пропускания (0.01-0.02%). Суммарные потери для МИП определяются величиной рассеяния, пропускания и поглощения. Непосредственно для зеркал измеряются суммарные потери, коэффициент интегрального рассеяния и коэффициент пропускания. Отсюда косвенно оценивается коэффициент поглощения. После отжига при температуре 300° суммарные потери на поглощение танталовых зеркал с потерями на пропускание 0.006% и коэффициентом интегрального рассеяния 0.009% уменьшаются приблизительно в 3 раза со значений 0.045% до 0.025%, при этом рассеяние не изменяется, а пропускание остается приблизительно на том же уровне. Для титановых зеркал с потерями на пропускание 0.01% и коэффициентом интегрального рассеяния 0.009% суммарные потери уменьшаются приблизительно на величину 0.005 со значений 0.04% до 0.035%, отсюда потери на поглощение изменяются от 0.021% до 0.017%.

4. Выводы

Метод спектральной многоугловой эллипсометрии дает возможность проследить за изменениями, происходящими в результате технологической обработки покрытий (отжига) и выбрать оптимальные условия такой обработки.

5. Заключение

В заключение авторы благодарны М.М.Расеву и сотрудникам его группы в НИИ «Полюс» за изготовление тонких пленок. Работа выполнена при поддержке Российского Фонда Фундаментальных исследований. Грант РФФИ 08-02-13662.

1. G. Kolodnyi, Yu. Golyaev, V. Azarova, M. Rasyov, N. Tikhmenev, Ion beam optical coatings for visible and near IR lasers. Proc. SPIE, v.4350, 120÷125, 2000.
2. Азам Р., Башара Н. Эллипсометрия и поляризованный свет.– М.: Мир,1981.-582 с.