

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ПРИГОТОВЛЕНИЯ СЕРЕБРЯНЫХ И МЕДНЫХ СЛОЕВ НА ИХ ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

В. П. Костюк и И. Н. Шкляревский

Исследована зависимость оптических постоянных серебряных и медных слоев от скорости их осаждения и температуры отжига. Полученные результаты связываются со структурными изменениями слоев и интерпретируются на основании теории Друде—Зинера.

Зависимость структуры металлических слоев от условий их осаждения в вакууме исследовалась многими авторами [1, 2]. Если исключить из рассмотрения тривиальные факторы, связанные с нарушением вакуумной гигиены, плохим вакуумом, неправильным выбором испарителя и т. д., то основными факторами, влияющими на структуру слоев данного металла, будут скорость осаждения и температура подложки. Не останавливаясь на механизме образования слоя, подробно изложенном в [1, 2], укажем только, что со скоростью осаждения связана плотность атомарного пучка металла, а следовательно, и структура слоя. По крайней мере для металлов со средней температурой плавления (650—1900° С) при малых скоростях осаждения наблюдается мелкодисперсная структура слоев, при больших — образуются крупнозернистые поликристаллические слои [3-5].

Конденсация металлов обычно производится на подложку комнатной температуры. Повышение температуры подложки, влияя на условия аккомодации, десорбции и миграции атомов, обычно приводит к губчатой структуре, поверхность таких слоев сильно рассеивает свет. Иначе влияет температура отжига на структуру уже сформировавшихся слоев, ускоряя процессы укрупнения зерна. Определению оптимальных скорости осаждения и режима отжига серебряных и медных слоев и посвящена данная работа.

В тех областях спектра, где за поглощение света ответственны свободные электроны, показатели преломления μ и поглощения $\mu\chi$ по Друде—Зинеру могут быть представлены так [6]:

$$\mu \approx \frac{1}{2} \sqrt{\frac{4\pi Nq^2}{m\omega^2}} \frac{\nu}{\omega} \left(1 - \frac{5}{8} \frac{\nu^2}{\omega^2}\right) \quad (1)$$

и

$$\mu\chi \approx \sqrt{\frac{4\pi Nq^2}{m\omega^2}} \left(1 - \frac{3}{8} \frac{\nu^2}{\omega^2}\right). \quad (2)$$

Здесь N — концентрация электронов проводимости, m и q — эффективная масса и заряд электрона, ω — частота света, а ν — эффективная частота столкновений электронов, представляющая сумму частот столкновений электронов друг с другом, с колебаниями решетки и с дефектами структуры. Чем меньше размеры зерен слоя, т. е. чем больше в нем дефектов, тем больше электрон—дефектная, а следовательно, и эффективная частота столкновений. Заметим, что это не единственный фактор, который приводит к зависимости оптических постоянных от структуры слоя. Чем мелко-

дисперсией слой, тем большую роль должны играть поверхностные уровни, на которых может локализоваться часть свободных электронов [7]. Таким образом, чем более совершенен в структурном отношении образец, тем меньшим μ и большим $\mu\chi$ он должен обладать.

Образцы изготовлялись в специальной вакуумкамере, конструкция которой позволяла производить измерения оптических постоянных в вакууме по методу [8]. Здесь же образцы отжигались, с помощью угольного сорбционного насоса во время отжига поддерживался вакуум порядка $3 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст. (такой же, как и при конденсации слоев). При изготовлении образец располагался горизонтально, при оптических измерениях и отжиге — вертикально; поворот образца производился специальным ме-

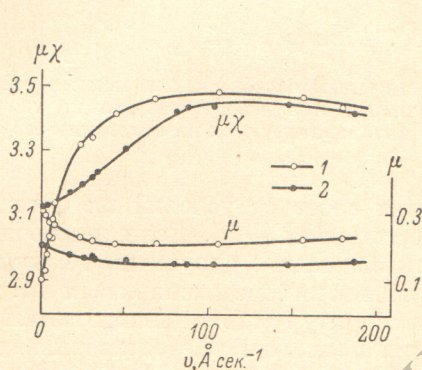


Рис. 1. Зависимость μ и $\mu\chi$ от скорости осаждения.

1 — медь, 2 — серебро.

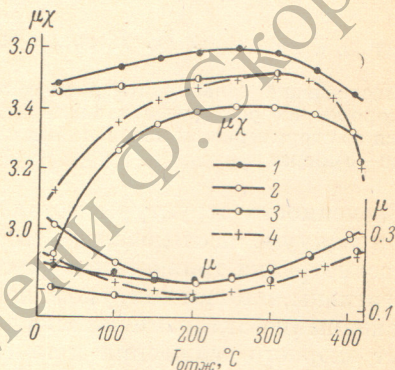


Рис. 2. Зависимость μ и $\mu\chi$ от температуры отжига.

1 — медь, $v=80$ Å/сек.; 2 — медь, $v=1$ Å/сек.; 3 — серебро, $v=100$ Å/сек.; 4 — серебро, $v=1$ Å/сек.

ханизмом без нарушения вакуума. Перед испарением металла стеклянные подложки обезгаживались прогревом в вакууме в течение 1 часа при $T=350^\circ\text{C}$. Скорость осаждения определялась по времени осаждения и позже измеряемой [9] толщине слоя. Чистота исходного материала 99.99%.

На рис. 1 приведена зависимость оптических постоянных медных и серебряных слоев от скорости осаждения v . Оптические постоянные медных слоев измерялись при длине волны $\lambda=625$ нм, а серебряных — при $\lambda=550$ нм. Как следует из рис. 1, при увеличении v до 80—100 Å/сек. наблюдается весьма заметное улучшение оптических постоянных в соответствии с (1) и (2). Дальнейшее увеличение скорости сопровождается некоторым увеличением μ и уменьшением $\mu\chi$. Однако такой результат может быть вызван и побочными явлениями: увеличение плотности пучка достигается более сильным разогревом испарителя — молибденовой лодочки. При этом могла нагреться подложка, появиться газы, выделение из разогретых деталей камеры и захват этого газа атомарным потоком металла.

Нормирующий отжиг проводился на образцах примерно одинаковой толщины ($t=2000$ Å). Результаты измерений оптических постоянных в процессе отжига показали, что в тонких слоях последний протекает довольно быстро. Так, при $T_{\text{отж.}}=100^\circ\text{C}$ отжиг заканчивается через 1.5 часа, а при $T_{\text{отж.}}=200^\circ\text{C}$ — через 30—40 мин. после включения печи нагрева.

На рис. 2 приведена зависимость оптических постоянных быстро и медленно осажденных слоев меди и серебра от температуры отжига. Увеличение $T_{\text{отж.}}$ вначале ведет к уменьшению μ и увеличению $\mu\chi$. Особенно резко изменяются оптические постоянные медленно осажденных слоев. Дальнейшее увеличение $T_{\text{отж.}}$ приводит к возрастанию μ и убыванию $\mu\chi$.

При этом оптимальная температура отжига, найденная по μ_{\min} , ниже соответствующей температуры, найденной по $(\mu\chi)_{\max}$. По-видимому, это связано с тем, что при увеличении $T_{\text{отж}}$ происходит не только укрупнение зерен, но и возникновение дефектов внутри последних. Согласно (1), (2), их возникновение показатель преломления μ «чувствует» раньше, чем показатель поглощения $\mu\chi$. Найденная нами оптимальная температура отжига оказалась выше, чем та, при которой проводился нормирующий отжиг в [10, 11].

Попутно была найдена температура раскисления поверхности меди. После изготовления и отжига образца при оптимальных скорости осаждения и температуре отжига измерялись μ и $\mu\chi$, а затем в камеру напускался сухой воздух. Через несколько дней измерялись оптические постоянные окисленного слоя, значения которых уменьшались примерно на 10%. Затем образец отжигался в вакууме. Оказалось, что заметное раскисление меди наступало при $T=200^\circ\text{C}$, полное же раскисление (восстановление прежних значений μ и $\mu\chi$) достигалось при $T=250^\circ\text{C}$ и времени отжига порядка 30 мин. Этот результат хорошо согласуется с $T=500^\circ\text{K}$, найденной в [12].

Литература

- [1] Г. В. Розенберг. Оптика тонкослойных покрытий. ГИФМЛ, М., 1958.
- [2] В. В. Слущкая. Тонкие пленки в технике сверхвысоких частот. Госэнергоиздат, М.—Л., 1962.
- [3] R. S. Sennett, G. D. Scott. J. Opt. Soc. Am., 40, 203, 1950.
- [4] А. И. Бублик, Б. Я. Пинес. ДАН СССР, 87, 215, 1952.
- [5] И. Н. Шкляревский, Р. Г. Яровая, В. П. Костюк, Л. Г. Лелюк. Опт. и спектр., 20, 1074, 1966.
- [6] В. Л. Гинзбург, Г. П. Мотулевич. Усп. физ. наук, 55, 469, 1955.
- [7] И. Н. Шкляревский, Т. И. Корнеева. Опт. и спектр., 24, 744, 1968.
- [8] И. Н. Шкляревский, В. П. Костюк, Л. Г. Лелюк, Р. Г. Яровая. Опт. и спектр., 18, 853, 1965.
- [9] И. Н. Шкляревский. Опт. и спектр., 5, 617, 1958.
- [10] L. G. Schulz, F. R. Tangherlini. J. Opt. Soc. Am., 44, 362, 1954.
- [11] М. М. Кириллова, М. М. Носков, Б. А. Чариков. Физ. мет. и металловед., 13, 798, 1962.
- [12] S. Roberts. Phys. Rev., 118, 1509, 1960.

Поступило в Редакцию 28 ноября 1969 г