

Министерство образования Республики Беларусь

Учреждение образования
«Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины»

**В. А. Гольдаде, А. В. Рогачев,
Н. Н. Федосенко**

ТОНКИЕ ПЛЕНКИ

Методические указания к лабораторным работам

Практическое пособие
по курсу «Материалы электронной техники»

Гомель
ГГУ им. Ф. Скорины
2015

УДК 539.216.2(076.5)

ББК 22.36я73

Г63

Рецензенты:

доктор технических наук А. П. Крень;
доктор технических наук О. В. Холодилов

Рекомендовано к изданию научно-методическим советом
учреждения образования «Гомельский государственный
университет имени Франциска Скорины»

Гольдаде, В. А.

Г63 Тонкие пленки : методические указания к лабораторным
работам : практическое пособие / В. А. Гольдаде, А. В. Рогачев,
Н. Н. Федосенко ; М-во образования РБ, Гом. гос. ун-т
им. Ф. Скорины. – Гомель: ГГУ им. Ф. Скорины, 2015. – 44 с.
ISBN 978-985-577-071-9

Настоящее практическое пособие разработано в соответствии с Ти-
повой учебной программой «Материалы электронной техники» и с требо-
ваниями образовательного стандарта высшего образования по специаль-
ности 1-31 04 03 «Физическая электроника». В пособии приведен комплекс
лабораторных работ, посвященных изучению свойств тонких пленок.

УДК 539.216.2(076.5)

ББК 22.36я73

ISBN 978-985-577-071-9

© Гольдаде В. А., Рогачев А. В.,
Федосенко Н. Н., 2015

© Учреждение образования «Гомельский
государственный университет
имени Франциска Скорины», 2015

Оглавление

Предисловие	4
Лабораторная работа 1. Электрическое сопротивление тонких пленок, полученных в плазме тлеющего разряда	5
Лабораторная работа 2. Определение оптических характеристик тонких пленок	13
Лабораторная работа 3. Адгезионные характеристики металлических пленок, полученных при различных технологических режимах	19
Лабораторная работа 4. Исследование явлений массопереноса при воздействии лазерного излучения	25
Лабораторная работа 5. Измерение пороговых значений лучевой стойкости тонкопленочных покрытий	30
Лабораторная работа 6. Влияние лазерного отжига на лучевую стойкость диэлектрических пленок	36
Лабораторная работа 7. Четырехзондовый метод измерения удельного электрического сопротивления полупроводников	41

Предисловие

Изучение технологии получения тонких плёнок является неотъемлемой частью современного образования специалиста в области новых материалов и технологий. Тонкие пленки нашли широкое применение в машино- и приборостроении, микроэлектронике, лазерной технике и медицине. Корпускулярно-фотонные и ионно-лучевые методы нанесения тонких плёнок позволяют получать эффективные приборы, инструменты и механизмы, обладающие уникальными свойствами.

В данном практическом пособии приведены методические указания к лабораторным работам по курсу «Материалы электронной техники», в частности, по одному из разделов этого курса «Методы получения тонких пленок», изданному отдельным пособием.

Настоящее издание содержит указания к проведению семи лабораторных работ. В каждой работе приведена краткая теоретическая часть, порядок проведения лабораторной работы, контрольные вопросы и список литературы. Основное внимание уделено привитию студентам навыков практической работы с лабораторным оборудованием, умению самостоятельно получать тонкопленочные покрытия термическим и лазерным испарением материалов. Важная часть этих работ – исследование свойств полученных тонких пленок: удельного электрического сопротивления, оптических и адгезионных характеристик, лучевой стойкости.

Лабораторная работа 1

Электрическое сопротивление тонких пленок, полученных в плазме тлеющего разряда

Цель работы: освоить методику нанесения тонких пленок методом лазерного испарения в вакууме, проанализировать влияние плазмы тлеющего разряда на электрическое сопротивление пленок.

Приборы и принадлежности: установка УВН-73П-2, алюминиевые электроды (Al 99), блок питания ВС-23, кислородный баллон с редуктором, лазер ЛГН-703, таблетки из In_2O_3 , легированные Sn (5 %), подложки из стекла К8, блок измерительных зондов для определения величины удельного сопротивления.

Теоретические предпосылки

В соответствии с современной квантовой теорией электрическая *проводимость металлов* обусловлена свободными электронами. Обладающие волновыми свойствами электроны проходят через совершенную кристаллическую решетку без рассеяния (без затухания). В действительности совершенных решеток не существует. Электрическое сопротивление металлов возникает в результате рассеяния электронов на узлах решётки, поэтому удельное сопротивление ρ является мерой совершенства структуры кристаллической решётки. Имеющие место нарушения химического состава (наличие атомов примеси), а также структурные дефекты (вакансии, атомы внедрения, дислокации и т. д.) служат источниками рассеяния электронов. Следовательно, удельное сопротивление повышается с ростом концентрации дефектов.

Решётка, которая не имеет структурных дефектов, также не может считаться абсолютно совершенной при любой температуре, так как ее атомы совершают колебательные движения около своих положений равновесия; иначе говоря, в кристалле при любой температуре $T > 0$ К существуют фононы, являющиеся источником рассеяния электронов. Минимальная длина волны фонона имеет порядок межатомного расстояния. Соответствующая ей частота ν_{max} определяет температуру Дебая кристалла:

$$\theta = \frac{h\nu_{\text{max}}}{k},$$

где k – постоянная Больцмана.

Установлено, что $\rho \sim T$ при $T \gg \theta$ и $\rho \sim T^n$ ($n \approx 5$) при $T \ll \theta$.

Так как температура Дебая θ для многих металлов не превышает комнатную, то можно считать, что в обычных условиях (без охлаждения) удельное сопротивление металлов пропорционально температуре.

Удельное электрическое сопротивление металлов представляет собой сумму удельных сопротивлений, обусловленных фононами ρ_T и дефектами ρ_g (правило Маттисена):

$$\rho = \rho_{\check{N}} + \rho_g. \quad (1.1)$$

Введя температурный коэффициент сопротивления

$$\alpha = \frac{d\rho}{\rho dT},$$

с учетом (1.1) получим:

$$\alpha = \frac{d\rho_T}{\rho dT} \quad \text{или} \quad \alpha\rho = \frac{d\rho_T}{dT} = \text{const}, \quad (1.2)$$

так как в обычных условиях $\rho \sim T$. Запись правила Маттисена в форме (1.2) показывает, что с увеличением ρ данного материала его α падает. Это уравнение можно использовать для определения удельного сопротивления пленок, когда удобнее и проще измерить α .

Для характеристики электрических свойств пленок введено специфическое понятие – сопротивление слоя R_s . Пусть толщина пленки d , а ширина и длина измеряемого участка b и l , соответственно. Тогда электрическое сопротивление этого участка

$$R = \frac{\rho \cdot l}{d \cdot b}. \quad (1.3)$$

Если выбрать $l = b$, то $R = \frac{\rho}{d} = R_s$ – сопротивление слоя, измеряемое в Ом (Ом на квадрат). Для измерения R_s разработаны специальные методы, о которых будет сказано ниже. Измерив R_s и d , легко определить удельное сопротивление пленки из формулы (1.3).

На удельное сопротивление пленки влияет ее толщина. Дело в том, что незеркальные отражения электронов от поверхностей пленки также являются источником их рассеяния. По мере уменьшения толщины пленки число соударений электронов с поверхностью начинает составлять все более значительную часть из общего количества соударений. Таким образом, удельное сопротивление пленки заметно возрастает с уменьшением ее толщины, когда толщина становится сравнимой со средней длиной свободного пробега электронов. Эксперименты показали, что поверхностное рассеяние электронов при комнатной температуре оказывается существенным, если $d < 30$ нм, тогда как при $T \approx 200$ °C влияние поверхностного рассеяния обнаруживается при $d \sim 300$ нм.

До сих пор полагалось (и этот факт отражен в правиле Маттисена), что температурный коэффициент сопротивления имеет лишь положительные значения. Это означает, что с ростом температуры удельное сопротивление пленок увеличивается. Однако эксперименты, проведенные для очень тонких пленок, показали, что α может принимать и отрицательные значения. Так, для тонких золотых пленок получено значение $\alpha \approx -0,017 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$. В этих случаях зависимость электрического сопротивления пленок от температуры может быть описана следующим выражением:

$$R = AT^{-\Phi} e^{\frac{\theta}{kT}}, \quad (1.4)$$

где A , Φ , θ – постоянные для данной пленки.

Анализ наблюдаемого явления привел к следующим объяснениям. Очень тонкие ($\sim 1 \div 10$ нм) пленки находятся еще на стадии формирования и имеют островковую структуру, т. е. не являются сплошными. При повышении температуры электрон приобретает энергию, необходимую для преодоления промежутков между островками (энергия активации), и сопротивление падает. Это соответствует отрицательным значениям температурного коэффициента сопротивления.

Отрицательные значения коэффициента α проявляются и в случае сплошных металлических пленок, прошедших в своем формировании стадию островков и имеющих толщину ~ 100 нм. Это имеет место при значительной концентрации примесей в пленке. В данном случае существенную роль играют границы зерен. Примеси, захваченные в пленку во время ее осаждения, впоследствии мигрируют к границам зерен, где их скопление обуславливает прерывистый характер структуры пленки. Так же, как и в случае островковых пленок, преодоление границ зерен требует дополнительной энергии активации, которая может быть обеспечена повышением температуры. То есть электрическое сопротивление пленки падает с ростом температуры.

Электрические свойства металлических пленок существенно изменяются в результате термообработки пленок (отжига). Во время отжига происходит движение структурных дефектов, активированное повышением температуры. В результате близко расположенные вакансии и дефекты внедрения взаимно компенсируются, примеси и дислокации перемещаются к поверхностям пленки, и структура пленки становится более совершенной. В результате отжига удельное сопротивление пленок падает.

С другой стороны, нагревание (даже незначительное) металлической пленки на воздухе часто приводит к увеличению ее удельного сопротивления. Это происходит вследствие окисления металла пленки,

причем не только на ее поверхности, но и на границах зерен за счет диффузии кислорода внутрь плёнки.

Полупроводники характеризуются значениями удельной электропроводности σ , промежуточными между удельной электропроводностью металлов и хороших диэлектриков. В отличие от металлов, электропроводность полупроводников увеличивается с ростом температуры:

$$\sigma = \sigma_0 \exp [-E_A/(kT)], \quad (1.5)$$

где E_A – энергия активации проводимости;

σ_0 – коэффициент (изменяется с температурой значительно медленнее, чем экспоненциальный множитель).

Формула (1.5) означает, что в полупроводниках энергия связи электронов с атомами имеет порядок E_A . При повышении температуры тепловое движение разрывает связи электронов, и часть последних в количестве, пропорциональном экспоненте $\exp[-E_A/(kT)]$, становится свободными носителями заряда.

Связь электронов с атомами может быть разрушена также внешними воздействиями: светом, потоком быстрых частиц, сильным электрическим полем и т. д. Поэтому электропроводность полупроводниковых кристаллов чувствительна к внешним воздействиям, а также к содержанию дефектов и примесей в решетке. Во многих случаях энергия E_A электронов, локализованных вблизи примесей и дефектов, существенно меньше, чем в идеальном полупроводниковом кристалле. Возможность управлять в широких пределах электропроводностью полупроводников изменением температуры, напряженности внешних полей и введением примесей является основой их многочисленных и разнообразных применений.

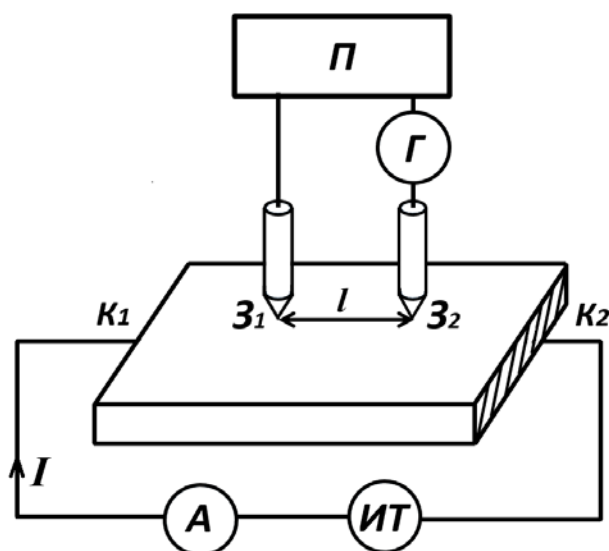
При разработке и производстве полупроводниковых материалов и приборов возникает необходимость измерения удельного электрического сопротивления или удельной электрической проводимости полупроводниковых материалов в виде монокристаллических слитков, образцов различной геометрической формы, пластин, диффузионных, эпитаксиальных и ионно-легированных слоев, составляющих часть полупроводниковых структур. Измерение удельного сопротивления осуществляют не только для установления его значения, но также для определения других важных параметров полупроводникового материала на основе теоретических расчетов или дополнительных экспериментальных данных.

Метод измерения выбирают с учетом получения требующейся информации, особенностей исследуемого материала, возможности изготовления электрических контактов, геометрической формы

образца, метрологических характеристик метода измерения. В идеальном случае измерение характеристик материалов не должно приводить к разрушению образца и не должно требовать его специальной обработки.

Многие методы измерения удельного сопротивления полупроводниковых материалов основаны на измерении разности электрических потенциалов на некотором участке образца, через который пропускают электрический ток. Исторически одним из первых методов измерения удельного сопротивления был двухзондовый метод, применявшийся для измерения удельного сопротивления металлов.

Двухзондовый метод применяют для измерения удельного сопротивления образцов, например, в виде прямоугольной пластины, снабженной омическими контактами (рисунок 1.1). Через эти контакты вдоль образца пропускают электрический ток. На одной из поверхностей образца вдоль линий тока устанавливают два контакта в виде металлических игл – зондов, имеющих малую площадь соприкосновения с поверхностью и позволяющих измерить разность потенциалов.



ИТ – источник тока, А – амперметр, П – потенциометр,
Г – гальванометр, Z₁, Z₂ – зонды, K₁, K₂ – контакты

Рисунок 1.1 – Схема измерения удельного сопротивления двухзондовым методом

Если образец однороден, то его удельное сопротивление (Ом·м) равно

$$\rho = \frac{U_{12}S}{I \cdot s}, \quad (1.6)$$

где I – сила тока, протекающего через образец, А;

U_{12} – разность потенциалов между измерительными (или потенциальными) зондами, В;

s – расстояние между зондами, м;

S – площадь поперечного сечения образца, м².

Ток через образец подают от регулируемого источника постоянного тока, гарантирующего достаточную его стабильность во времени. Силу тока измеряют миллиамперметром, разность потенциалов – полупавтоматическим компенсирующим потенциометром или электронным цифровым вольтметром с высоким входным сопротивлением.

Погрешность измерения напряжения и тока при использовании приборов с цифровой индикацией не превышает 0,1 %. Однако систематическая погрешность измерения напряжения между потенциальными зондами зависит от сопротивления контакта зонда с образцом, которое может в $10^3 \div 10^4$ раз превышать сопротивление образца. Чтобы устранить влияние сопротивлений контактов на результаты измерений, необходимо предельно уменьшить протекающий через них ток. Для этого используют вольтметры с высоким входным сопротивлением (10^3 кОм и больше), причем сопротивление изоляции каждого из зондов относительно любого элемента измерительной установки должно быть много большее этого значения.

Неточное соблюдение геометрических размеров образца ведет к отклонению формы эквипотенциальных поверхностей от плоских поверхностей, параллельных торцевым граням образца, и возникновению систематической погрешности. Искажение формы эквипотенциальных поверхностей и одномерного пространственного распределения линий тока имеет место в образце правильной геометрической формы вблизи омических контактов, если они неоднородны по площади. В предельном случае использования точечных токовых контактов эту погрешность можно свести к значению, не превышающему 0,5 %, при следующих соотношениях геометрических размеров образца:

$$a \geq 3b, \quad s \leq \frac{a}{2}, \quad \frac{b}{2} \leq w \leq b,$$

где a , b , w – длина, ширина и толщина образца.

При этом потенциальные зонды следует располагать на расстоянии от торцевых граней образца, большем $3b$.

Отклонение реального контакта зонда от теоретической модели точечного потенциального контакта также вносит систематическую погрешность в результат измерений.

Случайная составляющая относительной погрешности измерений, обусловленная невоспроизводимостью расстояния между зондами

при независимой фиксации каждого из зондов со среднеквадратическим отклонением Δs , определяется соотношением при доверительной вероятности 0,95:

$$\frac{\delta\rho}{\rho} = 1,41 \left(\frac{2\Delta s}{s} \right). \quad (1.7)$$

На контакте металл-полупроводник при протекании электрического тока может возникать ряд физических эффектов и явлений, которые вносят существенную погрешность в результаты измерений. Основными из них являются: инжекция носителей заряда контактом, влияющая на проводимость образца; эффект Пельтье, приводящий к возникновению градиента температуры на образце и соответствующей этому градиенту термо-ЭДС; нагрев образца электрическим током, протекающим через образец. Чтобы уменьшить погрешности, вызванные этими явлениями, ток через образец выбирают минимальным, но обеспечивающим необходимую точность измерения тока и напряжения.

Практически любой полупроводниковый образец обладает некоторой *неоднородностью в распределении удельного сопротивления*. Измеренное на неоднородном образце значение удельного сопротивления характеризуется эффективным удельным сопротивлением $\rho_{\text{эф}}$ и представляет собой значение, усредненное по некоторой области образца. Интерпретация результатов измерений эффективного удельного сопротивления на неоднородном образце, т. е. нахождение соотношения между эффективным и действительным или средним значением удельного сопротивления, предполагает знание конкретной функции $\rho(x, y, z)$ и требует выполнения соответствующих теоретических расчетов. Решение этой задачи в аналитической форме возможно для простых одномерных случаев: линейного, экспоненциального и периодического распределения удельного сопротивления. В ряде практически важных случаев для образцов с одномерной неоднородностью, а именно для диффузионных, эпитаксиальных и ионно-легированных слоев, распределение удельного сопротивления по толщине слоя измеряют с помощью последовательного удаления слоев.

Порядок выполнения работы

1. Загрузить в тигель таблетку испаряемого вещества и закрепить на карусели подложки для напыления. Включить вакуумный агрегат установки УВН-73П-2, получить вакуум в рабочей камере не хуже $5 \cdot 10^{-4}$ мм. рт. ст.

2. С помощью натекаателя подать в рабочую камеру кислород до давления $5 \cdot 10^{-2}$ мм. рт. ст. Установить выходное напряжение на блоке ВС-23 на «3 кВ», включить блок питания.

3. Убедиться в появлении тлеющего разряда по характерному свечению в камере. Включить карусель вращения подложек для проведения очистки подложек перед напылением.

4. Включить непрерывный CO_2 -лазер ЛГН-703 и провести напыление материала $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ в течение 10 мин в плазме тлеющего разряда при парциальном давлении кислорода $5 \cdot 10^{-2}$ мм. рт. ст.

5. Отключить лазер ЛГН-703 и блок питания ВС-23, закрыть редуктор и напустить воздух в рабочую камеру. Извлечь подложки с полученными пленками.

6. Получить пленки согласно п. 4 на новых подложках при других парциальных давлениях кислорода: $1 \cdot 10^{-2}$ мм. рт. ст., $2 \cdot 10^{-3}$ мм. рт. ст., $5 \cdot 10^{-3}$ мм. рт. ст., $5 \cdot 10^{-4}$ мм. рт. ст., каждый раз проводя смену подложек и при необходимости заменяя мишень.

7. Исследовать удельное электрическое сопротивление полученных пленок двухзондовым методом. Проанализировать полученные результаты, сделать выводы.

Контрольные вопросы

1. Какие факторы влияют на электрическое сопротивление материалов? Сформулируйте правило Маттисена.

2. Что характеризует температурный коэффициент удельного сопротивления?

3. Как влияет толщина пленок на их удельное сопротивление и температурный коэффициент сопротивления?

4. Охарактеризуйте влияние режимов термообработки тонких пленок на их электрические свойства.

5. В чем суть двухзондового метода измерения сопротивления тонкого слоя? В чем его преимущества и недостатки?

Литература

1. Технология тонких плёнок: в 2 т. Т. 2 / под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. – М.: Сов. Радио, 1977. – 768 с.

2. Ефимов, И. Е. Микроэлектроника / И. Е. Ефимов, М. Я. Козырь, Ю. И. Горбунов. – М.: Высшая школа, 1986. – 464 с.

Лабораторная работа 2

Определение оптических характеристик тонких пленок

Цель работы: освоить методику измерения спектров пропускания тонких диэлектрических пленок в видимой области. Определить оптические постоянные тонких пленок, используя спектральную интерференционную кривую пропускания.

Приборы и принадлежности: спектрофотометр УФ-Вид Cary 50; тонкие пленки из SiO_2 , In_2O_3 , MgF_2 , IrO_2 , нанесенные на подложки из NaCl , стекла К8 и кварцевого стекла С5-1.

Теоретические предпосылки

При получении тонкопленочных покрытий, используемых в качестве функциональных элементов оптики, микроэлектроники и других областей науки и техники, важной задачей является определение их оптических свойств. Разработано множество методов определения оптических констант – показателя преломления n и коэффициента поглощения χ , отличающихся измеряемыми параметрами, областями применения, точностью и т. д. Рассмотрим некоторые из них.

1. **Эллипсометрия.** Для того чтобы охарактеризовать тонкую изотропную пленку с оптической точки зрения, необходимо знать значения оптических постоянных n и χ , а также материал пленки и ее толщину d . Метод эллипсометрии основан на измерении параметров, описывающих состояние поляризации света, отраженного от исследуемой пленки. Поскольку плоско поляризованный свет после отражения оказывается эллиптически поляризованным, понятно происхождение названия этого метода. С помощью эллипсометра определяют сдвиг фаз Δ при отражении световых волн, поляризованных параллельно плоскости падения δ_p и перпендикулярно плоскости падения δ_s , а также относительный азимут эллипса поляризации отраженного света ψ . Эти экспериментальные параметры связаны с оптическими параметрами пленки соотношениями:

$$\text{tg} \psi \cdot e^{i\Delta} = \frac{\hat{r}_p}{\hat{r}_s}, \quad (2.1)$$

где $\Delta = \delta_p - \delta_s$; $\hat{r}_p = f(n, \chi, d)$ и $\hat{r}_s = f(n, \chi, d)$ – комплексные коэффициенты отражения для параллельно и перпендикулярно поляризованного света.

Выражение (2.1) является уравнением для комплексных величин, которое разбивается на два уравнения – для действительной и мнимой составляющих. Решив уравнение (2.1), можно найти значения двух величин, например n и χ , если толщина d определена из независимых измерений. Все три величины n , χ и d могут быть определены по значениям Δ и ψ , измеренным при двух различных углах падения.

2. **Метод Крамерса-Кронига** применим для поглощающих пленок, у которых комплексный показатель преломления \hat{n} полностью описывает оптические свойства среды при заданной толщине пленки d :

$$\hat{n} = n - i\chi.$$

Метод позволяет определить n и χ в широкой спектральной области на основе измерения одного из спектров – спектра отражения $R(\nu)$ или спектра пропускания $T(\nu)$, что выгодно отличает его от других методов, требующих измерения большего числа величин.

Комплексный коэффициент отражения на частоте ν может быть представлен выражением:

$$\hat{r}(\nu) = [R(\nu)]^{\frac{1}{2}} e^{i\Phi(\nu)}, \quad (2.2)$$

где $R(\nu)$ – измеряемое значение коэффициента отражения (по мощности) на частоте ν ;

$\Phi(\nu)$ – фаза комплексного коэффициента отражения.

Фаза Φ и амплитуда R комплексного коэффициента отражения связаны между собой соотношением Крамерса-Кронига:

$$\Phi(\nu) = \frac{-\nu_0}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{\ln R(\nu)}{\nu_0^2 - \nu^2} d\nu, \quad (2.3)$$

где ν_0 – частота в максимуме полосы поглощения.

Оптические постоянные n и χ рассчитывают из формулы Френеля, которая, например, для S -поляризованного света, имеет вид:

$$\hat{n}^2 = (n - i\chi)^2 = \left(\frac{\hat{r}_s + 1}{\hat{r}_s - 1} \right)^2 \cos^2 \theta + \sin^2 \theta, \quad (2.4)$$

где θ – угол падения света.

Таким образом, измерив спектр отражения $R(\nu)$ в диапазоне частот от ν_1 до ν_2 и экстраполируя функцию $R(\nu)$ за пределы диапазона измерений от ν_1 до 0 и от ν_2 до ∞ , в соответствии с формулой (2.3) рассчитывают значения фазы $\Phi(\nu)$ во всем спектральном диапазоне. Найденный таким образом по формуле (2.2) комплексный коэффициент отражения на частотах исследуемого диапазона используют для расчета $n(\nu)$ и $\chi(\nu)$ из выражения (2.4).

Погрешность в расчете n и χ обусловлена экспериментальными погрешностями ΔR и $\Delta \theta$ при измерении коэффициента отражения и угла падения, а также погрешностью расчёта фазы $\Delta \Phi$, источниками которой являются: а) ограниченность интервала измерений $\nu_1 \div \nu_2$ и связанная с этим экстраполяция $R(\nu)$ за пределы области измерений; б) наличие особой точки ($\nu = \nu_0$) подынтегральной функции в выражении (2.3).

Применяют ряд различных способов экстраполяции $R(\nu)$, а также способы устранения необходимости экстраполяции за счет коррекции полученного при интегрировании в пределах от ν_1 до ν_2 решения. Например, функция $n(\nu)$ представляется в виде:

$$n(\nu) = a + b\nu + c\nu^2 + \frac{f\hat{O}(\nu)}{4\pi\nu d}, \quad (2.5)$$

где a, b, c, f – константы, которые определяют из условия минимизации величины δR ;

d – толщина пленки.

Погрешности значений n и χ при этом снижается до 5 % при погрешности измерений $R \sim 1$ %.

3. Метод расчета оптических постоянных $n(\nu)$ и $\chi(\nu)$ на основе экспериментальных спектров отражения $R(\nu)$ и пропускания $T(\nu)$ разработан для поглощающих плёнок на прозрачной подложке. При учете многократного отражения и интерференции света в плоскопараллельном слое пленки коэффициенты R и T на заданной частоте ν можно определить из следующих выражений:

$$T = \frac{16n_0n_s(n^2 + \chi^2)}{A'e^{\gamma\chi} + B'e^{-\gamma\chi} + C'\cos\gamma n - D'\sin\gamma n}; \quad (2.6)$$

$$R = \frac{Ae^{\lambda\chi} + Be^{-\gamma\chi} + C\cos\gamma n + D\sin\gamma n}{A'e^{\gamma\chi} + B'e^{-\gamma\chi} + C'\cos\gamma n - D'\sin\gamma n};$$

где $A, A', B, B', C, C', D, D'$ являются функциями n_0, n_s, n, χ ;

n_0 и n_s – показатели преломления воздуха и материала подложки;

$\gamma = 4\pi\nu d\chi$.

Метод расчета реализуется следующим образом. Задавая произвольные значения n и χ , рассчитывают в соответствии с формулами (2.6) значения T и R , затем в координатах n, χ строят кривые, соответствующие $T = \text{const}$ и $R = \text{const}$. По экспериментальным значениям коэффициентов пропускания $T_{\text{эксп}}$ и отражения $R_{\text{эксп}}$ выбирают соответствующую пару кривых $T_{\text{эксп}} = \text{const}$ и $R_{\text{эксп}} = \text{const}$, по пересечению которых находят значение n и χ . Преимущество метода состоит в относительной простоте расчета при достаточно полной степени

моделирования (учитывается поглощение, многократное прохождение и интерференция излучения).

4. **Метод расчета оптических постоянных по спектральной интерференционной кривой коэффициента пропускания T (или отражения R)** применяют для слабо поглощающих пленок. К наиболее важным оптическим характеристикам пленки относятся: пропускание T , толщина d и показатель преломления n_2 :

$$T = e^{-kd}, \quad (2.7)$$

$$k = 4\pi \frac{\chi}{\lambda}, \quad (2.8)$$

$$\hat{n}_2 = n_2 - i\chi, \quad (2.9)$$

где λ – длина волны;

\hat{n}_2 – комплексный показатель преломления.

Для проведения расчетов необходима интерференционная кривая: пропускание образца (пленки на подложке) в зависимости от длины волны λ (или волнового числа ν). Обозначим показатели преломления последовательно расположенных сред: n_1 – для воздуха, n_2 – для пленки, n_3 – для подложки, n_4 – для воздуха. Величины коэффициентов отражения R_1 на границе 1–2 и R_2 на границе 2–3 определяют по формулам:

$$R_1 = \frac{(n_2 - n_1)^2}{(n_2 + n_1)^2}; \quad R_2 = \frac{(n_2 - n_3)^2}{(n_2 + n_3)^2}. \quad (2.10)$$

Пропускание интерференционного фильтра, каковым является рассматриваемая система, в максимуме полосы равно:

$$T_{\max} = \tilde{N} \frac{(1 - R_1)(1 - R_2)}{(1 - \tau \sqrt{R_1 R_2})^2}, \quad (2.11)$$

причём

$$T_{\max} = T'_{\max} + T''_{\max}, \quad (2.12)$$

где T'_{\max} – значение максимума пропускания на экспериментальной кривой $T(\nu)$;

$T''_{\max} = T'_{\max} R_3$ – слагаемое, учитывающее R_3 – отражение на границе 3–4:

$$R_3 = \frac{(n_3 - n_4)^2}{(n_3 + n_4)^2}. \quad (2.13)$$

Оптическая толщина плёнок равна:

$$dn_2 = \frac{1}{4(\nu_{n+1} - \nu_n)}, \quad (2.14)$$

где ν_{n+1} , ν_n – волновые числа соседних экстремумов на кривой $T(\nu)$.

Контрастность C интерференционного фильтра определяется как:

$$C = \frac{T_{\max}}{T_{\min}} = \frac{(1 + \sqrt{R_1 R_2})^2}{(1 - \sqrt{R_1 R_2})^2}, \quad (2.15)$$

где $T_{\min} = T'_{\min} + T''_{\min}$; (2.16)

T'_{\min} – значение минимума пропускания по экспериментальной кривой $T(\nu)$;

$T''_{\min} = T'_{\min} \cdot R_3$ – слагаемое, учитывающее отражение на границе 3–4.

Совокупность уравнений (2.11)–(2.16) является системой, в результате решения которой определяют значения основных оптических параметров плёнки T , d и n_2 . Последовательность вычислений искомых величин такова.

Из формулы (2.15) выразим единственный независимый в ней показатель преломления n_2 , учитывая, что R_1 и R_2 в ней задаются формулами (2.10), T_{\max} – формулой (2.12), T_{\min} – формулой (2.16). Получим:

$$n_2 = 0,5 \left[(n_1 + n_3) \sqrt{N} + \sqrt{[(n_1 + n_3) \sqrt{N}]^2 - 4n_1 n_3} \right]. \quad (2.17)$$

После расчета R_1 и R_2 по формулам (2.10) вычисляем τ , выражение для которого получим из (2.11):

$$T = \frac{M \pm \sqrt{M^2 - 4T_{\max}^2 R_1 R_2}}{2T_{\max} R_1 R_2}, \quad (2.18)$$

где $M = (1 - R_1)(1 - R_2) + 2T_{\max} \sqrt{R_1 R_2}$. (2.19)

Толщину плёнки d определяют из (2.14), а затем на основе формул (2.7) и (2.8) рассчитывают значения k и χ . Таким образом, все оптические константы плёнки рассчитаны.

Погрешность вычислений будет зависеть в основном от неточности представления величин R_1 и R_2 по формулам (2.10), не учитывающим поглощения в плёнке. Точная запись для коэффициентов отражения R'_1 на границе 1–2 и R'_2 на границе 2–3 соответственно имеет вид:

$$R'_1 = \frac{(n_2 - n_1)^2 + \chi^2}{(n_2 + n_1)^2 + \chi^2}, \quad R'_2 = \frac{(n_2 - n_3)^2 + \chi^2}{(n_2 + n_3)^2 + \chi^2}. \quad (2.20)$$

Найдем, начиная с каких значений χ относительная ошибка в определении R'_1 превысит наперёд заданную величину γ_1 :

$$\gamma_1 < \frac{R'_1 - R_1}{R_1} = \left[\frac{(n_2 - n_1)^2 + \chi^2}{(n_2 + n_1)^2 + \chi^2} - \frac{(n_2 - n_1)^2}{(n_2 + n_1)^2} \right] \cdot \frac{(n_2 - n_1)^2}{(n_2 + n_1)^2}. \quad (2.21)$$

Из (2.21) выразим χ :

$$\chi > \sqrt{\frac{\gamma_1(n_2 + n_1)(n_2 - n_1)^2}{(n_2 + n_1)^2 - (n_2 - n_1)^2 - \gamma_1(n_2 - n_1)^2}} \quad (2.22)$$

Порядок выполнения работы

1. Изучить устройство и принцип действия спектрофотометра УФ-Вид Cary 50.
2. Зарегистрировать спектр пропускания тонкой плёнки SiO₂ на подложке NaCl, KBr в области длин волн 400–1000 нм.
3. Проанализировать полученную спектрограмму, определить экспериментальные значения T'_{\max} , T'_{\min} , ν_{n+1} , ν_n , занести их в таблицу 2.1, составленную по форме:

Таблица 2.1

T'_{\max}	T'_{\min}	ν_{n+1}	ν_n	T_{\max}	T_{\min}	C	n_2	T	d	χ
-------------	-------------	-------------	---------	------------	------------	-----	-------	-----	-----	--------

4. По известным значениям n_3 и n_4 рассчитать по формуле (2.13) значения R_3 и, используя его, определить величины T''_{\max} , T''_{\min} и в соответствии с (2.12) и (2.16) – значения T_{\max} и T_{\min} . Внести значения T_{\max} и T_{\min} в таблицу 2.1.
5. Рассчитать контрастность C по формуле (2.15): и затем – значение n_2 , воспользовавшись формулой (2.17).
6. Рассчитать R_1 и R_2 по формулам (2.10), воспользовавшись результатами расчетов, определить значение T по формуле (2.18).
7. Рассчитать на основе формулы (2.14) значение d , на основе формул (2.7) и (2.8) – значения r и χ .
8. Определить, пользуясь формулами (2.21) и (2.22), начиная с каких значений χ , погрешность значений R'_1 , превышает 0,01.
9. Выполнить расчёт n_2 , T , d , χ для 3–4 пар экстремумов $n_2(\nu)$, $\chi(\nu)$. Изобразить графически зависимости $n_2(\nu)$, $\chi(\nu)$.

Контрольные вопросы

1. Какими методами определяют оптические свойства тонких плёнок? В чем суть метода эллипсометрии?

2. В чем состоит сущность метода Крамерса-Кронига?
3. Как определить оптические постоянные тонких поглощающих плёнок по измеренным значениям коэффициентов пропускания и отражения?
4. Как рассчитать оптические константы прозрачных тонких плёнок по спектральной интерференционной кривой пропускания?

Литература

1. Черёмухин, Г. С. Расчёт оптических характеристик плёнок / Г. С. Черёмухин // Оптико-механическая промышленность. – 1976, № 6. – С. 13–15.
2. Новое в исследовании поверхности твёрдого тела / под ред. Т. Джайядевайя, Р. Ванселова. – М.: Мир, 1977. – 372 с.

Лабораторная работа 3

Адгезионные характеристики металлических пленок, полученных при различных технологических режимах

Цель работы: изучение способов измерения и методики определения адгезии металлических пленок, полученных резистивным, электронно-лучевым и лазерным методами.

Приборы и принадлежности: установка УВН-73П-2; подложки из стекла К8 и кварца С5-1; металлы Al, Cu, Ni, Mo; установка для определения адгезионной прочности и прочности покрытий на истирание; набор зондов шириной 1мм; 1,5 мм; 2,0 мм.

Теоретические предпосылки

Практически все пленки, независимо от способа их формирования, находятся в состоянии внутреннего напряжения. Напряжения могут быть сжимающими (пленка стремится расшириться параллельно поверхности подложки) и растягивающими (пленка стремится сжаться). Для нормальных температур осаждения (от 50 до нескольких сотен °С) типичные величины растягивающих напряжений в металлических

пленках составляют $10 \div 10^3$ МПа, причем для тугоплавких металлов они близки к верхнему, а для мягких – к нижнему пределу. В диэлектрических пленках напряжения чаще всего оказываются сжимающими и имеют несколько меньшие значения.

Если коэффициенты термического расширения пленки и подложки различны, то нагревание или охлаждение вызывает дополнительное напряжение в пленке, называемое термическим. При наличии внешних механических нагрузок в пленке также возникает дополнительное напряжение, называемое внешним. Таким образом, общее напряжение в плёнке определяется суммой всех перечисленных составляющих:

$$\sigma = \sigma_{\text{терм}} + \sigma_{\text{внеш}} + \sigma_{\text{мех}}.$$

С помощью различных технологических приемов общее напряжение может быть сведено к минимуму. Внутренние напряжения в большинстве систем являются доминирующими и поэтому являются предметом более пристального изучения.

Если пленка в напряженном состоянии осаждена на тонкую подложку, то подложка вместе с пленкой изгибается. Этот изгиб является мерой внутренних напряжений в пленке и может быть измерен. На этом принципе основаны следующие наиболее общие **методы измерения внутренних напряжений**: дисковый, изгибания стержня, рентгеновской и электронной дифракции.

1. **Дисковый метод** основан на измерении прогиба центра круглой пластины после осаждения пленки на одну из ее сторон. Для измерения прогиба диска используют интерференционные полосы, возникающие в слое между диском и оптически плоской поверхностью. Зная прогиб диска δ на расстоянии r от его центра, напряжение σ можно рассчитать по следующей формуле:

$$\sigma = \frac{\delta E_s d_s^2}{3(1-\nu)r^2 d_f},$$

где E_s и ν – модуль Юнга и коэффициент Пуассона материала подложки;

d_s – толщина подложки;

d_f – толщина плёнки.

Используя пластины диаметром $\approx 2,5$ см и толщиной 2 мм можно определить значения напряжений от 10^2 до 10^4 МПа.

2. **Метод изгибания стержня**. При использовании этого метода подложку выбирают длиной в 3–5 раз больше ее ширины. Кривизну этого стержня, возникшую за счет внутренних напряжений в нанесенной на него пленке, находят, измеряя отклонение одного из его концов, в то время как другой конец закреплен, или по изгибу середины стержня, если закреплены оба его конца. Регистрацию изгиба

можно осуществлять одним из способов: по изменению емкости; по изменению индуктивности; по току, пропущенному через нагретую проволоку; с помощью интерферометра Майкельсона и др. Если модуль Юнга пленки и подложки одинаковы, напряжение σ в пленке рассчитывают по измеренному радиусу кривизны стержня ρ по формуле:

$$\sigma = \frac{E_s d_s}{6\rho d_f}$$

Чувствительность метода составляет $\approx 0,1$ МПа.

3. Наряду с методами, основанными на измерении деформации пленки, которые возникают за счет внутренних напряжений, существует группа **методов рентгеновской и электронной дифракции**. Рентгеновский метод можно использовать для определения изменений параметров кристаллической решетки, а следовательно – и напряжений в пленке. Метод применим, когда размеры кристаллитов в пленке превышают 100 нм, в противном случае из-за наблюдаемого уширения дифракционных линий параметры решетки установить затруднительно. Метод электронной дифракции можно применять, не ощущая эффекта уширения линий, до величины кристаллов, превышающих по размерам 10 нм.

Характеристики упругости тонких пленок исследуют различными методами: по измерению микроупругости, методом вздутия, методом центрифугирования, рентгеновским и электронно-дифракционным методом и др. Основная особенность, обнаруженная при исследовании характеристик упругости пленок, заключается в том, что пленки оказываются прочнее, чем объемный материал.

Измерения зависимости возникающих в пленке напряжений σ от величины ее деформации ϵ , показывают, что начальные напряжения приводят к необратимым изменениям внутренних свойств пленки. Если пленку нагрузить выше предела упругости, появляется пластическая деформация.

Установлено, что прочность, т. е. минимальные напряжения, при которых происходит разрушение пленок, примерно в 200 раз превышает прочность объемного материала. На рисунке 3.1 показана типичная кривая зависимости прочности пленки никеля от ее толщины.

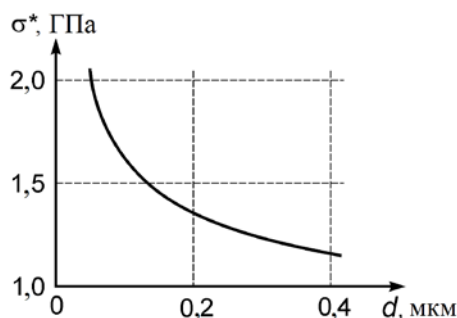


Рисунок 3.1 – Зависимость предела прочности от толщины пленки никеля

Из рисунка 3.1 можно заключить, что прочность пленки возрастает с уменьшением ее толщины, т. е. с относительным увеличением роли поверхности образца. Результаты экспериментальных исследований показали, что предел прочности пленки σ^* складывается из трех составляющих:

$$\sigma^* = \sigma_{i\dot{a}} + \sigma_{i\dot{i}\dot{n}} + \sigma_d,$$

где $\sigma_{об}$ – величина, обусловленная внутренним строением вещества (идентичная объемному образцу);

$\sigma_{нес}$ – величина, обусловленная наличием несовершенств структуры – структурными дефектами;

σ_d – величина, обусловленная наличием поверхности и зависящая от толщины пленки.

В целом зависимость предела прочности от толщины пленки можно представить в виде:

$$\sigma^* = \sigma_{i\dot{a}} \left(1 + \frac{K}{d} \right),$$

где K – постоянная.

Адгезия является одной из важнейших характеристик механических свойств пленок. Экспериментальные исследования показали, что значение энергии адгезионного взаимодействия между пленкой и подложкой составляет от десятых долей до нескольких десятков электрон-вольт. Такой широкий диапазон энергий может быть объяснен различной природой сил адгезионного взаимодействия в различных парах пленка-подложка – физической и химической адсорбцией.

Природу *физической адсорбции* рассматривают в нескольких аспектах. В соответствии с одним из предположений между атомами пленки и подложки возникают потенциальные силы притяжения, если на поверхности подложки присутствуют постоянные диполи. Дебай предположил, что дипольные моменты могут индуцироваться в молекуле на поверхности подложки приходящим диполем. Однако эти теории неприменимы в случае, когда имеет место адсорбция неполярных молекул. В соответствии с теорией Лондона в любом атоме каждый электрон вместе с ядром образует электрический диполь, вследствие чего вращающиеся диполи соседних атомов взаимодействуют между собой. Показано, что энергия адсорбции E_a атома конденсата и атома поверхности может быть выражена формулой:

$$E_a = \frac{-3\alpha_1\alpha_2hv_1v_2}{2S^6(v_1 + v_2)},$$

где α_1 и α_2 – поляризуемости двух атомов;

v_1 и v_2 – характеристические частоты колебаний атомов;

h – постоянная Планка;

S – равновесное расстояние между атомами конденсата и поверхности.

Взаимодействие между адсорбированным атомом и всей подложкой тогда определяется выражением:

$$E_{ad} = \frac{-N\pi\alpha_1\alpha_2 h\nu_1\nu_2}{4S^3(\nu_1 + \nu_2)} = \frac{-N\pi\alpha_1\alpha_2 U_1 U_2}{4S^3(U_1 + U_2)},$$

где N – число атомов адсорбента на единицу объема подложки;

U_1 и U_2 – потенциалы ионизации взаимодействующих атомов.

Химическая природа сил адгезионного взаимодействия имеет место, если конденсация атомов сопровождается возникновением химической связи. В этом случае силы адгезионного взаимодействия значительно выше.

Экспериментальное измерение сил адгезионного взаимодействия осуществляют одним из перечисленных ниже механических методов:

1. *Метод ленты* состоит в том, что к пленке, осажденной на подложку, припрессовывают липкую ленту, к которой прилагают нагрузку (рисунок 3.2). Под действием этой нагрузки (при условии, что адгезия пленки к подложке меньше, чем ленты к пленке) пленка отрывается от подложки. По величинам приложенной нагрузки, необходимой для отрыва пленки при различных углах φ , методом экстраполяции угла φ к нулю определяют силу сцепления.

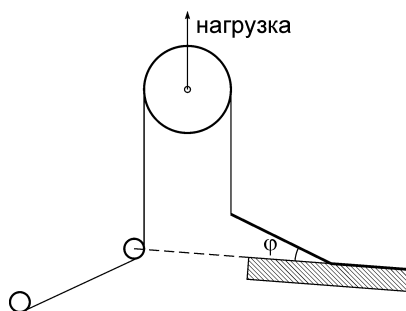


Рисунок 3.2 – Схема исследования отрыва пленки от подложки

2. *Метод царапания* состоит в том, что на поверхность пленки нормально к ней устанавливают зонд с гладко заточенным острием. Зонд перемещают по поверхности, увеличивая вертикальную нагрузку на него до критической, т. е. до такой величины, при которой пленка полностью сдирается. Критическую нагрузку определяют, исследуя полученные царапины под микроскопом. По величине критической нагрузки оценивают силу сцепления.

3. *Метод перегрузок* состоит в том, что пленку осаждают на цилиндрическую поверхность ротора, который в подвешенном состоянии приводят во вращение с постепенно возрастающей скоростью до тех пор, пока пленка не отслоится. Адгезию A и предел прочности σ^* можно связать со скоростью вращения n уравнением:

$$4\pi^2 n^2 r^2 \rho = \frac{Ar}{d + \sigma^*/A}, \quad (3.1)$$

где r – радиус ротора;

ρ и d – плотность и толщина пленки.

Для измерения собственно адгезии на пленке делают продольные разрезы. В этом случае, приравнивая к нулю σ^* и зная скорость вращения, при которой происходит отрыв пленки, можно, воспользовавшись формулой (3.1), определить адгезию.

4. *Метод изгибания* состоит в том, что подложку изгибают до удаления пленки.

Кроме механических методов определения прочности адгезионного сцепления используют косвенные методы, основанные на микроскопических исследованиях процесса зародышеобразования и роста пленок. В их основу положены измерения таких параметров, как скорость зародышеобразования, плотность островков новой фазы, критическая температура конденсации, время адсорбции.

Порядок выполнения работы

1. Подготовить подложки из стекла К8 и С1-5 для напыления; для этого обезжирить их хромовой смесью, промыть этиловым спиртом и высушить.

2. Разместить подложки в вакуумной камере установки УВН-73П-2. В тигель электронно-лучевого испарителя 1 загрузить алюминий. В тигель электронно-лучевого испарителя 2 загрузить медь.

3. Произвести откачку рабочего объема до давления $5 \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст. Нагреть подложки до температуры 250 °С и поочередно нанести слой металла на подложки: Al – в течение 10 мин., Cu – 15 мин.

4. При температуре 270 °С аналогично п. 3 нанести слои из Ni и Mo. Время напыления: для Ni – 15 мин, для Mo – 20 мин.

5. Получить пленки Cu на кварцевой подложке, используя лазерную обработку в процессе осаждения. Режим обработки следующий: плотность мощности для обработки $P = 5 \div 10$ Вт/см²; $\tau = 0,8 \cdot 10^{-3}$ сек; длительность облучения – 15 мин. Повторить п. 5 для получения пленок Ni, Mo, Al.

6. Полученные пленки Cu, Ni, Mo, Al исследовать на адгезионную прочность. Оценить величину адгезионной связи. Результаты записать в таблицу.

7. Исследовать на истирание пленки Cu, Ni, Mo, Al.

8. Оценить влияние лазерной обработки на адгезионную прочность в системе металлическая пленка – подложка. Сделать выводы.

Контрольные вопросы

1. Какие напряжения возникают в тонких пленках и как их измеряют?

2. Охарактеризуйте особенности упругих и прочностных характеристик тонких пленок.

3. В чем заключается природа сил адгезионного взаимодействия?

4. Перечислите методы измерения адгезионной прочности.

Литература

1. Технология тонких пленок: в 2 т. Т. 2 / под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. – М.: Сов. Радио, 1977. – С. 246–305.

2. Варченя, С. А. Прочностные и энергетические характеристики адгезии конденсатов металлов к кремнию и кварцу / С. А. Варченя, Г. П. Упит. – Препринт ЛШ-045, 1981. – С. 48.

3. Физика тонких пленок: в 5 т. Т. 5 / под ред. Г. Хасса, Р. Э. Туна. – М.: Мир, 1972. – 250 с.

Лабораторная работа 4

Исследование явлений массопереноса при воздействии лазерного излучения

Цель работы: ознакомиться с методом локального переноса вещества под действием лазерного излучения.

Приборы и принадлежности: лазер ГОС-301, оптическая скамья, набор фокусирующих линз с фокусным расстоянием 10 см, 15 см, 20 см, держатель образцов, оптический микроскоп БМИ-1ц, полимерные подложки с покрытиями из Cu, Ni, Mo, предметные стекла из стекла К8.

Теоретические предпосылки

Основными свойствами, отличающими лазерное излучение от излучения обычных источников света, являются высокая интенсивность, направленность, монохроматичность и когерентность. При изучении процессов взаимодействия лазерного излучения с твердым телом наиболее широко используются лазеры с длительностью импульса 5–50 нс. В зависимости от типа лазера мощность излучения в импульсе может достигать 10^6 – 10^{10} Вт. Наряду с высокой интенсивностью лазерное излучение обладает малым углом расходимости луча. Благодаря этому все излучение легко собрать при помощи простой системы линз и сфокусировать лазерный луч в пятно малого диаметра. Изменяя размер светового пятна, можно в широких пределах изменять плотность мощности падающего излучения ($P = 10^3 \div 10^{15}$ Вт/см²).

В зависимости от интенсивности падающего излучения в приповерхностном слое твердого тела, в котором поглощается излучение, происходят различные физические процессы. При $P < 10^5$ Вт/см² преобладают процессы оптического возбуждения электронной системы твердого тела: межзонные и внутризонные электронные переходы, плазменные колебания, появление экситонов. В полупроводниках такие возбуждения приводят к фотопроводимости и фотогальваническим эффектам. Тепловое действие света в рассматриваемом диапазоне интенсивностей вызывает повышение температуры образца, как правило, в пределах десяти градусов, и им в рассматриваемых эффектах пренебрегают. В диапазоне низких интенсивностей лазерное излучение используют для изучения оптических свойств твердых тел.

Плотность мощности $P > 10^8$ Вт/см² характерна для лазерного излучения с высокой интенсивностью. Энергия световых квантов, поглощенная в твердом теле за время действия светового импульса, может превысить энергию связи атомов в веществе и энергию их ионизации, в результате чего приповерхностный слой вещества превращается в плазму. Сильно ионизированная плазма эффективно поглощает лазерное излучение, что приводит к ее значительному нагреву. В диапазоне энергий $10^5 < P < 10^7$ Вт/см² достаточно высокого уровня достигает возбуждение электронной системы твердого тела. Эффект теплового действия света может увеличивать температуру поверхности на сотни градусов (до температур плавления и испарения материала). При этом сильному энергетическому возбуждению подвергаются поверхностные частицы, в результате чего происходит их десорбция.

При взаимодействии потока световых квантов с поверхностью твердого тела, на которой находятся адсорбированные частицы, часть световых квантов будет поглощаться адсорбированными частицами. В результате поглощения кванта света адсорбированная молекула переходит в возбужденное состояние, что может привести к фотодесорбции. Молекула удаляется от поверхности, приобретая некоторую кинетическую энергию. Таким образом, одна часть энергии электронного возбуждения молекулы расходуется на преодоление адсорбционного барьера, другая превращается в кинетическую энергию десорбируемой частицы. Такая десорбция получила название *прямой*, или *резонансной фотодесорбции*.

Наиболее часто для возбуждения десорбции используют неодимовый лазер ($h\nu = 1,17$ и $h\nu = 2,34$ эВ на первой и второй гармониках, длительность импульса в пределах $\tau_v = 1,5 \div 30$ нс), рубиновый лазер с модулированной добротностью ($h\nu = 1,78$ эВ, $\tau_v = 20 \div 25$ нс), NO_2 – лазер ($h\nu = 3,59$ эВ, $\tau_v = 5$ нс), KrF-эксимерный лазер ($h\nu = 7,3$ эВ, $\tau_v = 10 \div 20$ нс). Плотность мощности, достигаемая в импульсе, составляет $0,1 \div 10$ МВт/см².

При прямом переносе на металлическую пленку, нанесенную на прозрачную подложку, действует сфокусированное лазерное излучение. В процессе такого воздействия материал пленки нагревается и испаряется. Для давления меньше 0,1 Па анализ процесса разлета испаряющегося материала можно выполнить в одномерном бесстолкновительном приближении: атомы испаренного вещества летят прямолинейно, не испытывая воздействия со стороны молекул остаточного газа. В зависимости от толщины пленки донора (или плотности потока мощности) можно выделить два режима разрушения материала пленки донора.

В первом случае при равномерном нагревании пленки по толщине механизм разрушения является испарительным, т. е. пленка разрушается за счет «спокойного» испарения со свободной поверхности. Во втором случае при увеличении толщины пленки или увеличении плотности мощности, когда слой пленки, прилежащей к подложке, нагрет до температуры кипения $T_{\text{кип}}$, а наружная поверхность пленки не превышает температуру плавления $T_{\text{пл}}$, наблюдается взрывной механизм разрушения. Для импульса с длительностью $\tau \approx 10$ нс критическая толщина пленки $h_{\text{кр}}$, при которой наблюдается смена механизма, равна приблизительно 4 нм. Время переноса может быть больше длительности импульса излучения даже при малом зазоре d между донором и акцептором. Для этого должно выполняться условие: $\frac{0,5 \cdot d}{u} > \tau$,

где $u = \left(\frac{2kT}{m_0}\right)^{\frac{1}{2}}$ – эффективная скорость испарения;

k – постоянная Больцмана;

T – температура пара;

m_0 – масса атома или молекулы пара.

Для типичных значений $d = 1$ мм, например, при подстройке частот резонаторов и использовании лазеров на молекулярном азоте при 10 нс, температуре пара $T = 4\ 000 \div 5\ 000$ К (материал донора – серебро) эффективная скорость испарения составляет $u = 20$ м/с. При этом скорость конденсации будет

$$V_c(f) = \left[2hd^2 / (u^2t)\right] \exp\left[-(d / (ut))^2\right],$$

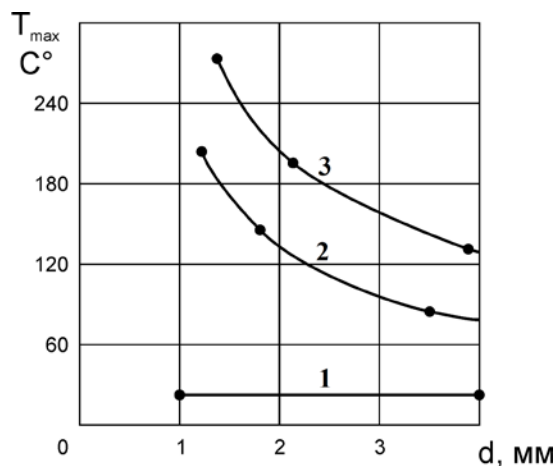
где h – толщина пленки донора.

В этих же условиях толщина пленки акцептора h_0 определяется выражением

$$h_0 = h \exp\left[-(d / (ut))^2\right].$$

Очевидно, что при уменьшении зазора d увеличивается толщина осаждаемой пленки, и, следовательно, при сохранении объема материала, удаляемого с донора, повышается локальность распределения осаждаемой массы по электродному покрытию. Превышение времени переноса над длительностью импульса уменьшает вероятность переиспарения. Частичное переиспарение может происходить также при превышении температуры подложки-акцептора вследствие выделения теплоты конденсации.

Зависимость максимальной температуры поверхности акцептора T_{\max} от зазора d представлена на рисунке 4.1.



1 – подложка Al; 2, 3 – подложка кварц

Рисунок 4.1 – Зависимость максимальной температуры поверхности подложки в конце импульса напыления от величины зазора

Для предотвращения переиспарения T_{\max} должна быть меньше температуры плавления осаждаемого материала. В то же время для улучшения адгезии T_{\max} не должна быть слишком малой. Так, при перенесении алюминия на кварц $T_{\max} = 200$ °С (при зазоре $d = 2$ мм, кривая 3), что обеспечивает достаточно хорошую адгезию. При перенесении в тех же условиях, но на пленку алюминия толщиной $h = 300$ нм, $T_{\max} < 100$ °С (кривая 1) и адгезия становится недостаточной для обеспечения стабильной работы изделия. Из рисунка 4.1 видно, что с точки зрения обеспечения высокой адгезии размер зазора должен находиться для алюминия в диапазоне 1–3 мм.

На качество переноса влияет соотношение d/l между зазором и размером облучаемой области l . При отношении $d/l < 1$ происходит частичное переиспарение, но обеспечивается наилучшая адгезия. С увеличением d/l адгезия уменьшается, так как пар успевает охладиться и T_{\max} в значительной степени снижается. На основе экспериментальных данных установлено, что при перенесении следует выбирать толщину пленки донора около 100 нм, плотность – выше пороговой в $1,5 \div 2$ раза, а размер области облучения – порядка $20 \div 30$ мкм.

Порядок выполнения работы

1. Подготовить макет для проведения исследований: на оптическую скамью в держатель образцов закрепить фотобумагу; с помощью диафрагмы и фокусирующей линзы с $\Phi = 10$ см получить отпечаток лазерного луча. Для этого включить лазер ГОС-301 согласно инструкции по эксплуатации. Работать в режиме одиночных импульсов.

2. Установить требуемый размер лазерного пятна ($d = 4$ мм; 6 мм; 10 мм) и закрепить подложку с напыленной металлической пленкой (поочередно с Cu, Ni, Mo).

3. Закрепить с зазором 2 мм, 5 мм, 7 мм, 9 мм, 12 мм предметное стекло и перемещая юстировочный столик перпендикулярно лазерному лучу, получить поочередно отпечатки вещества пленки на подложке при действии лазерного моноимпульса.

4. Опыт повторить для каждой пленки из Cu, Ni, Mo при постоянном увеличении зазора, зазор выбирать в указанном в п. 3 значении. Параметры импульса лазерного воздействия должны быть следующими: $\tau = 0,8 \cdot 10^{-3}$ нс; $P = 5 \div 10$ Вт/см²; время воздействия – один моноимпульс.

5. Исследовать полученные пленки на микроскопе БМИ-1ц. В таблице представить значения полученного отпечатка в зависимости от контактного зазора.

6. Оценить массоперенос по величине и геометрии отпечатка.

Контрольные вопросы

1. В чем заключается воздействие лазерного излучения на поверхность твердого тела и механизм лазерной десорбции?
2. Охарактеризуйте принципы лазерной термодесорбции.
3. Что представляет собой прямая резонансная фотодесорбция?
4. Перечислите прямые и косвенные методы регистрации фотодесорбции.
5. В чем суть метода локального переноса вещества?

Литература

1. Действие излучения большой мощности на металлы / С. И. Анисимов [и др.]. – М.: Наука, 1970. – 272 с.

Лабораторная работа 5 Измерение пороговых значений лучевой стойкости тонкопленочных покрытий

Цель работы: изучение методики определения пороговых значений лучевой стойкости (прочности) тонкослойных покрытий.

Приборы и принадлежности: пленки из Al_2O_3 , ZnO_2 , SiO_2 , TiO_2 , HfO_2 на подложках из стекла К8, кварца С5; лазер ГОС-301; объективы с $\Phi = 10$ см, $\Phi = 15$ см, $\Phi = 25$ см; диафрагма, юстировочный столик; микроскоп БМИ-1ц.

Теоретические предпосылки

Исследования разрушения прозрачных диэлектриков под действием лазерного излучения ведутся практически с момента создания лазеров с модулированной добротностью. Интерес к этой проблеме продиктован как необходимостью выяснения принципиальных вопросов физики взаимодействия интенсивного лазерного излучения с веществом,

так и практической потребностью в оптических материалах, пригодных для создания высоконадежных мощных лазерных систем.

Различают два вида пробоя – собственный и несобственный [1]. В первом случае имеют в виду пробой, инициируемый в самой матрице и не связанный с наличием в материале дефектов, например, поглощающих неоднородностей. Механизмы собственного пробоя (лавинная или многофотонная ионизация и пороговое сужение запрещенной зоны диэлектрика) реализуются при острой фокусировке и интенсивностях излучения 10^{11} – 10^{13} Вт/см² при использовании сложных и дорогостоящих лазерных установок. Последнее связано, в частности, с необходимостью исключения влияния на развитие пробоя различного рода дефектов, прежде всего *поглощающих неоднородностей* (ПН) – включений сильно поглощающих веществ субмикронного размера.

Одним из основных понятий физики взаимодействия лазерного излучения с веществом является порог разрушения [2]. Принято различать два вида порогов – физический и технический. *Физическим порогом разрушения* материала называют такую плотность энергии или мощности (интенсивности) излучения, при которой происходят необратимые изменения оптических характеристик образца (пропускания, рассеяния, отражения) исследуемого материала. Изменение указанных характеристик является следствием образования разрушения, формирование которого сопровождается яркой вспышкой оптического излучения. *Техническим порогом разрушения* называют такую плотность энергии или мощности излучения, при которой нарушается работоспособность изделия, изготовленного из исследуемого материала, вследствие изменений его оптических характеристик, превышающих допустимые. Ясно, что порог разрушения – одна из важнейших характеристик оптических материалов, определяющая возможности их использования для изготовления оптических элементов лазерных установок.

Установлено, что в большинстве случаев лучевая прочность реальных сред ограничена развитием несобственного пробоя, инициируемого нагревом ПН. Нагрев их ведет к разрушению материала, обусловленному появлением локальных проплавов, разрастанию размеров поглощающей области вокруг ПН за счет включения различных механизмов поглощения, термохимических и фотохимических реакций, возникновению термических напряжений. Наличие в материале ПН ведет к снижению порога пробоя на несколько порядков по сравнению с порогом собственного пробоя и к зависимости порога от размера облучаемой области.

Пробой при околопороговых интенсивностях излучения сопровождается вспышкой свечения, ростом рассеяния и образованием

одного или нескольких микроразрушений. Число последних растет с ростом интенсивности вплоть до образования макроразрушения.

Порог разрушения реальных сред имеет вероятностную природу. Кроме того, он зависит от времени воздействия и, как уже упоминалось, от диаметра облучаемой области. В связи с этим его измерения должны производиться в условиях обязательного контроля параметров импульса лазерного излучения и размера (площади) облучаемого пятна. С целью получения сопоставимых данных о порогах разрушения, измеренных в конкретных условиях для данного материала, с результатами измерений, полученных в иных условиях для того же или других материалов, необходимо вместе со значениями порогов приводить указанные параметры.

Обычно при измерениях порога разрушения образец облучают от нескольких раз до нескольких десятков раз, причем каждое облучение проводят в новом месте образца. Существует несколько способов измерения порога [3]. Ниже описаны некоторые из них.

1. Суть широко используемого способа определения порога состоит в том, что образец последовательно облучают серией из 20–30 импульсов с нарастающей интенсивностью в области значений $q_{\min} < q < q_{\max}$, где q_{\min} – интенсивность, при которой разрушение заведомо не наблюдается, а q_{\max} – интенсивность, при которой разрушение наблюдается наверняка. Границы этой области грубо определяют в результате первых нескольких облучений с различными значениями q . Для каждого воздействия с интенсивностью q_k фиксируется его результат – наличие или отсутствие разрушения. Воздействие на образец импульса с одной и той же интенсивностью q_k в разных зонах образца может приводить к неоднозначным результатам с точки зрения образования разрушений. Поэтому повторные воздействия с одним и тем же значением q_k не являются бесполезными. Анализируя полученные данные, определяют $q_{\min(+)}$ – минимальное значение интенсивности в пределах серии облучений, при котором разрушение наблюдалось и $q_{\max(-)}$ – максимальное значение интенсивности, при котором разрушение отсутствовало. За порог разрушения принимают значения:

$$Q^* = \frac{1}{2} [q_{\max(-)} + q_{\min(+)}] \pm \frac{1}{2} [q_{\max(-)} - q_{\min(+)}].$$

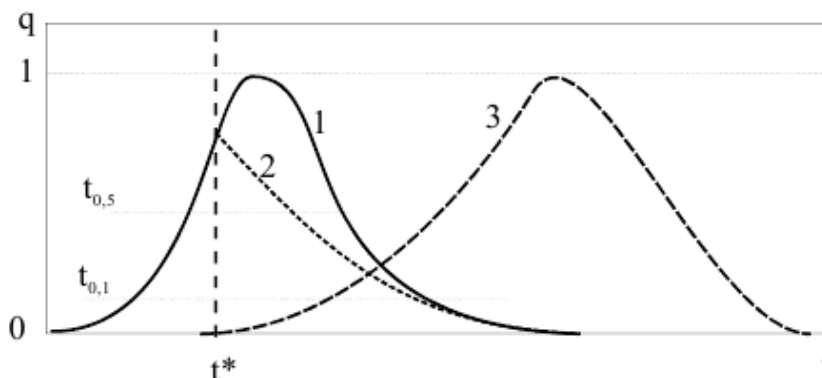
Следует иметь в виду, что второе слагаемое не является погрешностью измерений, а характеризует разброс порога, обусловленный статистической природой разрушения.

2. Образец подвергают воздействию нескольких серий облучения с одной и той же интенсивностью в каждой серии, увеличивая

интенсивность в области значений $q_{\min} < q < q_{\max}$ от значения q_{\min} , при котором разрушение заведомо отсутствует, до q_{\max} , при котором оно наверняка наблюдается при каждом воздействии. Область значений q от q_{\min} до q_{\max} разбивают на равные интервалы, так что, например, q_k и q_{k+1} соответствуют границам одного из интервалов, а их число ≥ 10 . Для каждого значения q_k проводят $n \geq 10$ облучений, фиксируя для каждого 11 облучения наличие или отсутствие разрушения. Если в рамках серии разрушение наблюдалось m_k раз, то величиной $p_k = m_k/n_k$ оценивают вероятность разрушения при интенсивности q_k . По результатам измерений строят кривую $p = f(q)$, которая демонстрирует зависимость вероятности разрушения от интенсивности излучения. При этом величина порога пробоя, отвечающая вероятности появления разрушения, равной 0,5, хорошо согласуется с величиной порога разрушения, измеряемой первым способом.

Величина интенсивности излучения, соответствующая $p \approx 0$, позволяет определить величину q_m , характеризующую свойства основного типа ПН исследуемого образца и отличающуюся тем, что при $q \leq q_m$ пробой не наблюдается. Если же он развивается, то обусловлен нагревом ПН другого типа с более низким значением порога.

3. Для определения порога разрушения образец облучают импульсами излучения с интенсивностями $q > q^*$, определяя по осциллограмме $q(t)$ величину $q^* = q(t^*)$. На второй канал используемого в измерениях двулучевого осциллографа подается один из сигналов 2–3 (рисунок 5.1), позволяющих фиксировать момент начала разрушения t^* . Для этой цели используют вспомогательные приемники оптического излучения, регистрирующие начало обрезания лазерного импульса в зоне разрушения или появление яркой вспышки свечения плазмы, сопровождающей процесс разрушения.



1 – импульс лазерного излучения, 2 – импульс лазерного излучения, прошедшего через образец и плазму пробоя, 3 – импульс оптического излучения, сопровождающего образование разрушения

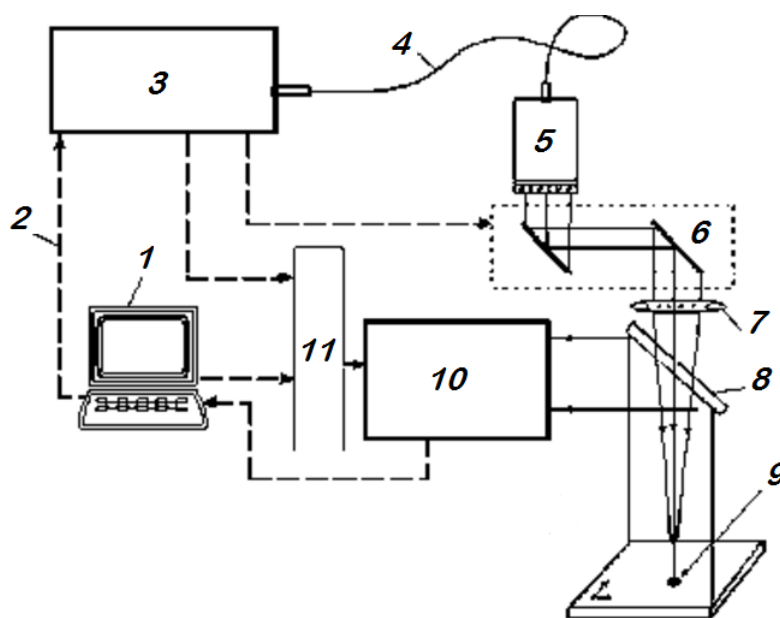
Рисунок 5.1 – Осциллограммы сигналов, регистрируемых при образовании разрушения

Но также существует и экспресс-методика определения порога разрушения. Суть ее состоит в том, что лазерный импульс после прохождения через зеркальную систему углового сканирования и телецентрическую фокусирующую систему направляется на исследуемый объект, в объеме или на поверхности которого определяется порог оптического разрушения. Оптическая система совместно с системой Z-коррекции обеспечивают фокусировку излучения в одной плоскости в широком диапазоне углов падения на входе в фокусирующий объектив при минимальном изменении диаметра сфокусированного пучка в пределах поля сканирования. В процессе сканирования лазерный пучок формирует концентрические зоны фокусировки излучения, в каждую из которых направляется выбранное количество импульсов с определенной энергией. Энергия импульсов дискретно изменяется в радиальном направлении от зоны к зоне в соответствии с заданным шагом, причем направление этого изменения выбирают либо от центра к периферии поля сканирования, либо наоборот. Таким образом устраняется погрешность, связанная с остаточными aberrациями, вносимыми оптической системой и возможными динамическими тепловыми процессами в лазерном источнике. Для исследования процессов накопления цикл сканирования может многократно повторяться посредством введения в каждую из точек фокусировки выбранного количества импульсов с заданным интервалом. За один цикл сканирования производится такое число выстрелов, которое обеспечивает необходимую точность измерений.

Схема установки, которую использовали в ходе экспериментов, приведена на рисунке 5.2. Импульс запуска 2 от платы управления, установленной в персональном компьютере 1, включает импульс накачки в блоке питания лазерного диодного модуля 3. Световая накачка передается в лазерный излучатель 5 по оптическому волокну 4 с диаметром сердцевины 600 мкм.

Расширенный выходным телескопом пучок после прохождения через систему углового сканирования 6 фокусируется на исследуемый объект 9 через спектроделитель 8 телецентрическим объективом 7. Изображение исследуемого участка объекта считывается видеокамерой 10 с системой управления 11 и обрабатывается компьютером.

В результате за один цикл сканирования, проводимый в течение 1 с (100–1000 импульсов), определяется зависимость вероятности оптического разрушения исследуемого объекта от энергии входного импульса.



- 1 – персональный компьютер, 2 – импульс запуска, 3 – блок питания,
 4 – оптическое волокно, 5 – лазерный излучатель,
 6 – система углового сканирования, 7 – телецентрический объектив,
 8 – спектроделитель, 9 – исследуемый объект, 10 – видеокамера,
 11 – система управления видеокамерой

Рисунок 5.2 – Схема экспериментальной установки

Порядок выполнения работы

1. Изготовить пленки толщиной 0,25 мкм; 0,5 мкм; 0,75 мкм из тугоплавких оксидов: Al_2O_3 , ZnO_2 , SiO_2 , TiO_2 , HfO_2 на подложках из стекла К8 и кварца С5-1.

2. Включить лазер ГОС-301 согласно инструкции по эксплуатации; на оптической скамье закрепить фокусирующую линзу с $\Phi = 10$ см; в фокальной плоскости с помощью отпечатка на фотобумаге получить пятно минимальных размеров.

3. Закрепить на юстировочном столике поочередно пленки из указанных материалов на месте максимальной фокусировки. Установить минимальную выходную мощность лазера.

4. Произвести моноимпульсную лазерную обработку пленки при минимальной выходной мощности. Передвинуть с помощью юстировочных болтов пленку в новое фиксированное положение и произвести моноимпульсную лазерную обработку при большей выходной мощности.

5. Нарастивать выходную мощность лазера до тех пор, пока при моноимпульсной обработке не появятся следы заметных разрушений пленки.

6. Определить пороговые значения лучевой стойкости различных покрытий по формуле:

$$q^* = E_{\text{пор}} / \tau_{\text{имп}} \cdot S_0,$$

где $E_{\text{пор}}$ – минимальное значение энергии лазерного излучения, при котором наблюдаются следы разрушения покрытия;

$\tau_{\text{имп}}$ – длительность лазерного импульса;

S_0 – площадь пятна лазерного воздействия.

Контрольные вопросы

1. Как происходит разрушение диэлектриков под действием лазерного излучения?
2. В чем отличие физического и технического порога разрушения?
3. Каковы основные методы определения лучевой стойкости покрытий?

Литература

1. Гагарский, С. В. Исследование лучевой прочности диэлектрических покрытий, нанесенных на оптическую поверхность / С. В. Гагарский, В. С. Ермолаев // Приборостроение. – 2012. – Т. 55, № 7. – С. 80–84.
2. Лазерные технологии: учеб. пособие к лабораторным работам / Г. Н. Виноградова [и др.]. – СПб: ГУ ИТМО, 2007. – 46 с.
3. Бабаянц, Г. И. Разработка и исследование диэлектрических покрытий с высокой лучевой прочностью / Г. И. Бабаянц, С. Г. Гаранин // Квантовая электроника. – 2005. – № 7. – С. 54–56.
4. Технология тонких пленок / под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. – М.: Советское радио, 1977. – 768 с.

Лабораторная работа 6

Влияние лазерного отжига

на лучевую стойкость диэлектрических пленок

Цель работы: изучить технологические особенности получения диэлектрических пленок Al_2O_3 , ZnO_2 , SiO_2 , TiO_2 , HfO_2 , подвергнутых

лазерному отжигу, а также исследовать влияние отжига на лучевую стойкость пленок.

Приборы и принадлежности: вакуумная установка УВН-73П-2, непрерывный CO₂-лазер ЛГН-701, импульсный лазер ГОС-301, таблетки из оксидов Al₂O₃, ZnO₂, SiO₂, TiO₂, HfO₂, оптический микроскоп БМИ-1ц, подложки из стекла К8 и кварца С5.

Теоретические предпосылки

Процессы, происходящие при нагреве и обуславливающие структурные изменения в деформированных металлах, в зависимости от температуры и длительности отжига условно делят на следующие стадии:

1) возврат: а) первого рода (отдых); б) второго рода (полигонизация);

2) рекристаллизация: а) первичная (или рекристаллизация обработки); б) собирательная; в) вторичная.

В настоящее время нет единой классификации процессов разупрочнения. При отжиге упрочненных металлов иногда трудно разграничить возврат и рекристаллизацию, так как в зависимости от условий деформирования и последующего отжига процессы, определяющие данные стадии отжига, могут протекать одновременно.

Отдых – термообработка, в процессе которой происходит частичное восстановление структурно-чувствительных физических свойств упрочненных металлов, не связанное с изменением микроструктуры либо кристаллографической ориентации, а обусловленное перемещением и аннигиляцией неравновесных точечных дефектов.

Полигонизация – процессы, связанные с миграцией и перераспределением дислокаций, в результате которых образуются свободные от дислокаций области кристаллита, разделенные малоугловыми дислокационными границами.

Рекристаллизация – последующая стадия отжига упрочненных металлов. На этой стадии разупрочнения происходит образование и рост новых неискаженных областей кристаллов, ориентация которых, как правило, отличается от исходной. Рекристаллизация сопровождается полным восстановлением физических и механических свойств кристаллических тел.

В отличие от полигонизации, при которой также образуется более совершенная структура, зерна, возникающие при рекристаллизации, отделены от деформированной матрицы не малоугловыми, как субзерна, а большеугловыми границами. Образование и рост зерен

с более совершенной структурой, окруженных большеугловыми границами, за счет деформированных зерен той же фазы называют первичной рекристаллизацией или рекристаллизацией обработки.

Структура тонких металлических пленок, полученных методом термического испарения в вакууме, отличается от структуры массивных материалов. Как правило, тонкие пленки имеют более мелкодисперсную структуру и содержат большее количество дефектов кристаллической решетки. При нагревании тонких пленок в них начинают протекать процессы, вызывающие структурные и субструктурные изменения, приводящие к уменьшению свободной энергии системы. Процессы возврата и рекристаллизации характеризуются рядом внутрифазовых переходов, при которых неравновесные структурные и субструктурные состояния переходят в более равновесные. Эти процессы весьма удобно изучать на тонких пленках, поскольку они позволяют реализовать очень большой диапазон многообразных неравновесных состояний, некоторые из которых в массивных материалах не наблюдаются. Л. С. Палатник и Г. В. Федоров показали в своих работах, что переход из одного состояния в другое происходит через несколько этапов, смена неравновесных состояний характеризуется последовательностью ступенчатых переходов

$$\Psi_H > \Psi_1 > \Psi_2 > \dots > \Psi_K;$$

где $\Psi_H, \Psi_1, \Psi_2, \Psi_K$ – значения свободной энергии в начальном (Н), промежуточных (1, 2, ...) и конечном (К) состояниях.

Структурные изменения, происходящие в тонких пленках при отжиге, вызывают изменение их физических свойств. Исследование структурных изменений, происходящих в поликристаллических пленках при их отжиге на различных подложках, показало, что подложка оказывает существенное влияние на кинетику первичной, собирательной и вторичной рекристаллизации. При нагреве пленок на подложках в них возникают внутренние напряжения, которые служат дополнительной движущей силой, стимулирующей структурные превращения и увеличивающей скорость роста зерен и их конечные размеры. Отличительной особенностью пленок на подложках является более интенсивное протекание коалесценции в процессе первичной и собирательной рекристаллизации. В пленках, отжигаемых на подложках, рекристаллизация начинается при температурах отжига более низких, чем температура напыления. Скорость миграции границ зерен экспоненциально уменьшается с увеличением времени отжига и находится в экспоненциальной зависимости от обратной величины температуры отжига.

Основной особенностью воздействия лазерного излучения на материалы является локальный характер теплового источника,

обеспечивающий формирование жесткого термического цикла при поверхностной обработке с высокими скоростями перемещения источника нагрева и высокими скоростями нагрева и охлаждения материала.

Требуемые свойства поверхности получают при лазерном термоупрочнении путем создания соответствующего термического цикла с заданными оптимальными параметрами, определяемыми максимальной температурой нагрева, скоростью нагрева, скоростью охлаждения, временем пребывания материала выше характерной температуры.

В зависимости от плотности мощности лазерного излучения лазерная термическая обработка осуществляется как нагревом до температур плавления $T_{пл}$, так и нагревом до температур ниже температуры плавления. Используют уровни плотности мощности лазерного излучения $E = 10^8 \div 10^9$ Вт/м², обеспечивающие локальный разогрев до температур $T \leq T_{пл}$ без заметного испарения материала. Обычно рекомендуется значение плотности мощности для лазерной термообработки E устанавливать из условия $E < E^*$, где E^* – пороговая плотность мощности излучения, при превышении которой происходят активное плавление и испарение материала. Значения E^* для различных металлов составляет $10^9 \div 5 \cdot 10^{10}$ Вт/м².

При воздействии лазерного излучения на поверхность обрабатываемой металлической пленки происходит лишь частичное поглощение излучения, характеризующееся эффективным коэффициентом поглощения:

$$A_{эф} = 1 - R_{отр},$$

где $R_{отр}$ – коэффициент отражения.

Энергия поглощенного лазерного излучения преобразуется в тепловую в тонком поверхностном слое толщиной $10^{-6} \div 10^{-7}$ м. Тогда плотность мощности теплового излучения g_n , действующего на поверхность облучаемого тела, можно представить в следующем виде:

$$g_n = A_{эф} E;$$

где $A_{эф}$ – эффективный коэффициент поверхностного поглощения. Физический смысл этого коэффициента заключается в том, что он характеризует отношение части энергии (или мощности) лазерного излучения, поглощенной металлом в процессе лазерного воздействия, к энергии (или мощности) лазерного излучения.

Можно записать также соотношение $g = A_{эф} P$, где P – мощность лазерного излучения. Значение g характеризует интенсивность теплового воздействия и используется для расчетов тепловых процессов при лазерной обработке. Определение мощности лазерного излучения P не вызывает затруднений и легко осуществляется непосредственными измерениями на лазерной установке.

Порядок выполнения работы

1. Включить вакуумный агрегат установки УВН-73П-2 и вывести на рабочий режим паромасляный насос Н-5.
2. В тигли для испарения загрузить поочередно таблетки из SiO_2 , Al_2O_3 , ZnO_2 , TiO_2 , HfO_2 , установить на карусели подложки для осаждения пленок.
3. Закрыть вакуумную камеру, получить вакуум не хуже $5 \cdot 10^{-5}$ мм. рт. ст.
4. Включить непрерывный CO_2 -лазер и произвести напыление пленок в течение 10 мин.
5. В процессе осаждения производить лазерный отжиг формирующихся слоев с помощью импульсного лазера ГОС-301. Плотность мощности лазерной обработки должна составлять $4 \cdot 10^4 \div 1 \cdot 10^5$ Вт/см².
6. Получить пленки SiO_2 , Al_2O_3 , ZnO_2 , TiO_2 , HfO_2 с помощью электронно-лучевого испарения.
7. Определить лучевую прочность полученных покрытий с помощью импульсного лазера ГОС-301. Оценить характер разрушения покрытий, полученных при лазерном отжиге, без него и в результате электронно-лучевого испарения. Сделать выводы.

Контрольные вопросы

1. Какие процессы протекают при нагревании кристаллических тел?
2. Какие структурные изменения происходят в тонких металлических пленках при отжиге?
3. Как происходит кинетика отжига поликристаллических пленок?
4. Какие параметры лазерного излучения влияют на процессы отжига тонких пленок?

Литература

1. Летохов, В. С. Мощные лазеры и их применение / В. С. Летохов, Н. Д. Устинов. – М.: Советское радио, 1980. – 112 с.
2. Вейко, В. П. Лазерная обработка пленочных элементов / В. П. Вейко. – Л.: Машиностроение. – 1986. – 248 с.
3. Технология тонких пленок: справочник: в 2 т. Т. 1 / под ред. Л. Майсела, Р. Глэнга. – М.: Сов. Радио, 1977. – 564 с.
4. Точицкий, Э. И. Кристаллизация и термообработка тонких пленок / Э. И. Точицкий. – Минск: Наука и техника, 1976. – 376 с.

Лабораторная работа 7

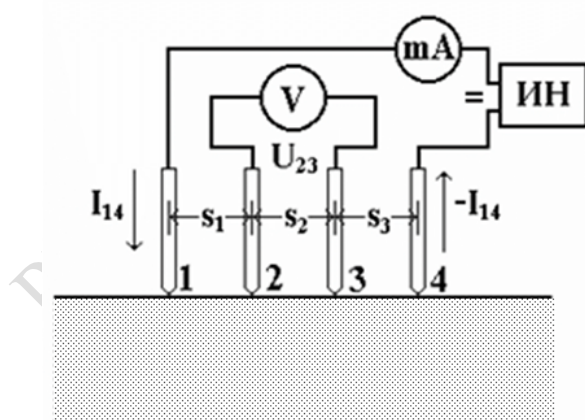
Четырехзондовый метод измерения сопротивления полупроводников

Цель работы: исследование температурной зависимости удельного электросопротивления полупроводника четырехзондовым методом, определение ширины запрещенной зоны полупроводника.

Приборы, и принадлежности: термокамера с образцом и измерительной головкой; источник постоянного тока ТЕС-41; источник постоянного напряжения Б5-47; универсальные цифровые вольтметры В7-21А; нанесенные на стекле К8 электронно-лучевым и лазерным методом пленки In_2O_3 , SnO_2 , CdO и др.

Теоретические предпосылки

Четырехзондовый метод измерения удельного сопротивления полупроводников является самым распространенным. Преимущество этого метода состоит в том, что для его применения не требуется создания омических контактов к образцу, возможно измерение удельного сопротивления образцов самой разнообразной формы и размеров. Условием его применения с точки зрения формы образца является наличие плоской поверхности, линейные размеры которой превосходят линейные размеры системы зондов.



ИН – источник постоянного напряжения;
V – вольтметр; mA – миллиамперметр

Рисунок 7.1 – Электрическая схема измерения

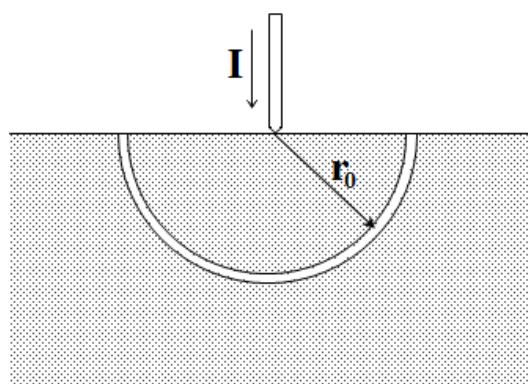


Рисунок 7.2 – Модель зонда

Схема измерения сопротивления четырехзондовым методом представлена на рисунке 7.1. На плоской поверхности образца вдоль прямой линии размещены четыре металлических зонда с малой площадью соприкосновения. Расстояния между зондами s_1 , s_2 и s_3 . Через внешние зонды 1 и 4 пропускают электрический ток I_{14} , на внутренних зондах 2 и 3 измеряют разность потенциалов U_{23} . По измеренным значениям I_{14} и U_{23} можно определить удельное сопротивление полупроводника.

Чтобы найти расчетную формулу для удельного сопротивления, рассмотрим вначале задачу о распределении потенциала вокруг отдельного точечного зонда (рисунок 7.2). Для решения этой задачи необходимо записать уравнение Лапласа в сферической системе координат, так как распределение потенциала имеет сферическую симметрию:

$$\Delta U(r) = \frac{1}{r^2} \frac{d}{dr} \left(r^2 \frac{dU}{dr} \right) = 0. \quad (7.1)$$

Решение уравнения (7.1) при условии, что потенциал при $r = 0$ положителен, стремится к нулю, при очень больших r имеет следующий вид

$$U(r) = \frac{C}{r}.$$

Константу интегрирования C можно вычислить из условия для напряженности электрического поля E на некотором расстоянии от зонда $r = r_0$:

$$E(r_0) = - \left. \frac{dU(r)}{dr} \right|_{r=r_0}.$$

Так как плотность тока, протекающего через полусферу радиусом r_0 , равна $j = I/(2\pi r_0^2)$, а в соответствии с законом Ома $j = E/\rho$, то $E(r_0) = I\rho/(2\pi r_0^2)$.

Таким образом,

$$U(r) = \frac{I\rho}{2\pi r}. \quad (7.2)$$

Если радиус контакта r_1 , то потенциал его острия

$$U(r_1) = \frac{I\rho}{2\pi r_1}. \quad (7.3)$$

Очевидно, что это же значение имеет потенциал на образце в точке его контакта с зондом. Согласно формуле (7.3), следует, что основное падение напряжения происходит в приконтактной области и, следовательно, значения протекающего через образец тока определяются сопротивлением приконтактной области. Протяженность этой области тем меньше, чем меньше радиус зонда.

Электрический потенциал в любой точке образца можно найти как алгебраическую сумму потенциалов, создаваемых в этой точке током каждого зонда. Для тока, втекающего в образец, потенциал имеет положительное значение, а для тока, вытекающего из образца, – отрицательное. Для системы зондов, показанных на рисунке 7.1, потенциалы измерительных зондов 2 и 3

$$U_2 = \frac{I_{14}\rho}{2\pi} \left(\frac{1}{s_1} - \frac{1}{s_2 + s_3} \right),$$

$$U_3 = \frac{I_{14}\rho}{2\pi} \left(\frac{1}{s_1 + s_2} - \frac{1}{s_3} \right).$$

Разность потенциалов между измерительными контактами 2 и 3

$$U_{23} = U_2 - U_3 = \frac{I_{14}\rho}{2\pi} \left(\frac{1}{s_1} - \frac{1}{s_2 + s_3} - \frac{1}{s_1 + s_2} + \frac{1}{s_3} \right). \quad (7.4)$$

Отсюда удельное сопротивление образца

$$\rho = \frac{2\pi}{\frac{1}{s_1} - \frac{1}{s_2 + s_3} - \frac{1}{s_1 + s_2} + \frac{1}{s_3}} \frac{U_{23}}{I_{14}}. \quad (7.5)$$

Если расстояния между зондами одинаковы, т. е. $s_1 = s_2 = s_3 = s$, то

$$\rho = 2\pi s \frac{U_{23}}{I_{14}}. \quad (7.6)$$

Таким образом, для измерения удельного электросопротивления образца четырехзондовым методом достаточно измерить расстояние между зондами s , падение напряжения U_{23} на измерительных зондах и ток, протекающий через образец I_{14} .

Экспериментальная установка

Измерительная установка реализована на базе универсального лабораторного стенда. Блок-схема экспериментальной установки показана на рисунке 7.3.

Образец помещают на измерительный столик термокамеры. Измерительная головка прижимается пружинным механизмом манипулятора к плоской полированной поверхности образца. Внутри измерительного столика располагается нагреватель, питание которого осуществляется от стабилизированного источника постоянного тока ТЕС-41, работающего в режиме стабилизации тока. Температура образца контролируется с помощью термопары или термосопротивления. Для ускорения процесса измерения можно пользоваться градуированными кривыми, которые позволяют определить температуру образца по току нагревателя. Величина тока нагревателя измеряется встроенным в источник тока амперметром.

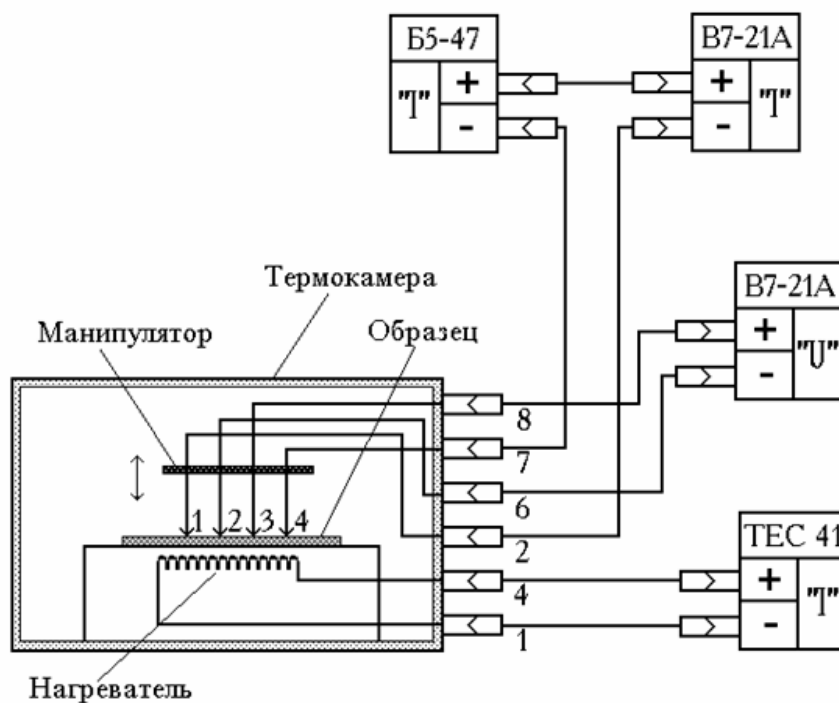


Рисунок 7.3 – Схема экспериментальной установки

Ток через контакты *1* и *4* создается с помощью регулируемого стабилизированного источника постоянного тока Б5-47 и контролируется универсальным цифровым прибором В7-21А, включенным в режиме амперметра. Напряжение, возникающее между измерительными зондами *2* и *3*, регистрируется высокоомным цифровым вольтметром В7-21А. Измерения необходимо проводить при наименьшем токе через образец, определяемым возможностью измерения малых напряжений. При больших токах возможен нагрев образца, искажающий результаты измерений. Уменьшение рабочего тока одновременно снижает модуляцию проводимости образца, вызванную инжекцией носителей заряда при протекании тока.

Основной проблемой при измерении электросопротивления зондовыми методами является проблема контактов. Для высоковакуумных образцов иногда необходимо проводить электрическую формовку контактов для получения малых контактных сопротивлений. Формовку контактов измерительного зонда осуществляют кратковременной подачей на измерительный зонд постоянного напряжения несколько десятков или даже сотен вольт.

Порядок выполнения работы

1. Ознакомиться с описанием приборов, необходимых для выполнения работы. Собрать схему измерительной установки согласно

рисунка 7.3. При подключении универсальных вольтметров В7-21А обратить внимание, что один должен работать в режиме измерения напряжения, другой – измерения тока. На схеме они обозначены значками «U» и «I» соответственно. Проверить правильность установки переключателей режимов на этих приборах.

2. После проверки правильности сборки измерительной установки преподавателем включить вольтметры и источник напряжения Б7-47.

3. Установить напряжение источника Б7-47 равным 5В. Если напряжение и сила тока на образце меняются со временем, то провести с помощью преподавателя или инженера электрическую формовку контактов измерительного зонда.

4. Провести измерения падения напряжения U_{23}^+ и U_{23}^- при разных направлениях тока I_{14} . Полученные значения напряжения усредняют, для того чтобы исключить таким образом продольную термо-ЭДС, возникающую на образце вследствие градиента температуры. Данные эксперимента и расчетов значений напряжений \bar{U}_{23} занести в таблицу 7.1.

Таблица 7.1

№	$I_{\text{нагр}}, \text{ А}$	$T, \text{ К}$	$I_{14}, \text{ мА}$	$U_{23}^+, \text{ В}$	$U_{23}^-, \text{ В}$	$\bar{U}_{23}, \text{ В}$
1						
2						
...						

5. Повторить измерения при другой температуре образца. Для этого необходимо установить ток нагревателя термокамеры $I_{\text{нагр}} = 0,5 \text{ А}$, подождать 5–10 минут, чтобы температура образца стабилизировалась, и записать показания приборов в таблицу 7.1. Температуру образца определить по градуировочной кривой.

6. Аналогично измерения сделать последовательно для значений тока нагревателя 0,9, 1,1, 1,2, 1,5, 1,8 А. Результаты всех измерений занести в таблицу 7.1.

7. Обработать полученные экспериментальные результаты. Для этого, используя результаты, представленные в таблице 7.1, вычислить $10^3/T$, удельное электросопротивление образца при каждой температуре ρ по формуле (7.6), удельную электропроводность

$$\sigma = \frac{1}{\rho},$$

натуральный логарифм удельной электропроводности $\ln\sigma$. Все результаты расчетов занести в таблицу 7.2.

Таблица 7.2

№	T, K	$\frac{10^3}{T}, \text{K}^{-1}$	$\rho, \text{Ом}\cdot\text{м}$	$\sigma, \text{Ом}^{-1}\cdot\text{м}^{-1}$	$\ln\sigma$
1					
2					
...					

8. Построить график зависимости $\ln\sigma = f\left(\frac{10^3}{T}\right)$. Проанализировать ход кривых, отметить области примесной и собственной проводимостей.

9. Из графика в области собственной проводимости полупроводника определить ширину запрещенной зоны по формуле

$$E = \frac{2 \cdot 10 \cdot k \cdot \Delta \ln \sigma}{\Delta \left(\frac{10^3}{T} \right)}, \quad (7.7)$$

здесь $\frac{\Delta \ln \sigma}{\Delta \left(\frac{10^3}{T} \right)}$ – тангенс угла наклона логарифмической кривой на графике;

k – постоянная Больцмана ($k = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ Дж/К} = 8,26 \cdot 10^{-3} \text{ эВ/К}$).

10. Оформить отчет по работе.

Требования к оформлению отчета

Отчет должен содержать:

- краткое описание задачи, поставленной в работе;
- схему измерительной установки;
- результаты измерений и расчетов;
- график зависимости $\ln\sigma\left(\frac{10^3}{T}\right)$;
- анализ полученных результатов;
- выводы по работе.

Контрольные вопросы

1. Охарактеризуйте основные параметры собственных и примесных полупроводников: зонную структуру, ширину запрещенной зоны, энергию активации примеси.

2. В чем отличие механизмов электропроводности собственных и примесных полупроводников?

3. Каковы особенности температурной зависимости электропроводности собственных и примесных полупроводников?

4. Как определить ширину запрещенной зоны и энергию активации примеси по температурной зависимости удельной электропроводности?

5. В чем суть четырехзондового метода измерения удельного электрического сопротивления полупроводников? В чем его преимущества и недостатки?

6. Объясните экспериментально полученный график зависимости $\ln \sigma \left(\frac{10^3}{T} \right)$. Как из этого графика определить ширину запрещенной зоны?

Литература

1. Павлов, Л. П. Методы измерения параметров полупроводниковых материалов: учеб. для вузов / Л. П. Павлов. – М.: Высш. шк., 1987. – 239 с.

2. Лысов, В. Ф. Практикум по физике полупроводников / В. Ф. Лысов. – М.: Просвещение, 1976. – 207 с.

3. Епифанов, Г. И. Твердотельная электроника: учеб. для студентов вузов / Г. И. Епифанов, Ю. А. Мома. – М.: Высш. шк., 1986. – 304 с.

4. Киттель, Ч. Введение в физику твердого тела / Ч. Киттель. – М.: Наука, 1978. – 792 с.

5. Шалимова, К. В. Физика полупроводников: учеб. пособие для вузов / К. В. Шалимова. – М.: Энергия, 1971. – 312 с.

6. Фридрихов, С. А. Физические основы электронной техники: учеб. для вузов / С. А. Фридрихов, С. М. Мовнин. – М.: Высш. шк., 1982. – 608 с.

Производственно-практическое издание

**Гольдаде Виктор Антонович,
Рогачев Александр Владимирович,
Федосенко Николай Николаевич**

ТОНКИЕ ПЛЕНКИ

Методические указания к лабораторным работам

Практическое пособие

Редактор *В. И. Шкредова*
Корректор *В. В. Калугина*

Подписано в печать 29.10.2015. Формат 60x84 1/16.

Бумага офсетная. Ризография. Усл. печ. л. 2,8.

Уч.-изд. л. 3,1. Тираж 50 экз. Заказ 638.

Издатель и полиграфическое исполнение:
учреждение образования

«Гомельский государственный университет имени Франциска Скорины».

Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя,
распространителя печатных изданий № 1/87 от 18.11.2013.

Специальное разрешение (лицензия) № 02330 / 450 от 18.12.2013.

Ул. Советская, 104, 246019, Гомель.

**В. А. Гольдаде, А. В. Рогачев,
Н. Н. Федосенко**

ТОНКИЕ ПЛЕНКИ

**Методические указания
к лабораторным работам**

Гомель
2015

