

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
**«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г.
ЧЕРНЫШЕВСКОГО»**
(СГУ)

Кафедра физики полупроводников

**Влияние количества инертного газа в ионном пучке кислорода на
оптические характеристики пленок диоксида титана, полученных методом
электронно-лучевого испарения с ионным ассистированием**

АВТОРЕФЕРАТ МАГИСТЕРСКОЙ РАБОТЫ

студента 2 курса 202 группы

направления 11.04.04 «Электроника и наноэлектроника»

факультета nano- и биомедицинских технологий

Лебедева Алексея Дмитриевича

Научный руководитель

старший преподаватель

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

Соколов С.Н.

фамилия, инициалы

Зав. кафедрой

д.ф.-м.н., профессор

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

Михайлов А.И.

фамилия, инициалы

Саратов 2019

ВВЕДЕНИЕ

Общая характеристика работы.

Актуальность темы. Диоксид титана TiO_2 широко используется в качестве тонкоплёночного материала для интерференционных оптических покрытий благодаря его высокому показателю преломления, низкому коэффициенту поглощения, химической стойкости и хорошей адгезии. В частности, интерференционные зеркала на основе $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ применяются в производстве лазерных диодов.

Существует большое количество методов и процессов получения тонких пленок. Чаще всего пленки получают методами осаждения.

В качестве материала с высоким показателем преломления был выбран оксид титана (IV), поскольку он имеет наибольший показатель преломления и является наиболее прост в исследовании.

Работа посвящена исследованию влияния количества инертного газа в ионном пучке кислорода на оптические характеристики диоксида титана в тонкопленочном состоянии, полученного при помощи электронно-лучевого испарения в вакууме с ионным ассистированием.

Цель и задачи магистерской работы.

Целью данной магистерской работы является оптимизация технологии напыления плёнок оксида титана (IV) для улучшения его оптических характеристик посредством варьирования состава ассистирующего пучка ионов.

Для достижения этой цели были решены следующие задачи:

1. Изучение литературы по различным методам нанесения тонких пленок материалов с высоким показателем преломления на подложку из стекла марки К8;

2. Получение однослойных покрытий оксида титана (IV) путем электронно-лучевого испарения в вакууме при добавлении инертного газа аргона в ионный источник;

3. Получение однослойных покрытий оксида титана (IV) путем электронно лучевого испарения в вакууме при добавлении инертного газа криптона в ионный источник;

4. Получение многослойных покрытий оксида титана (IV) путем электронно лучевого испарения в вакууме при добавлении инертного газа аргона в ионный источник;

5. Получение многослойных покрытий оксида титана (IV) путем электронно лучевого испарения в вакууме при добавлении инертного газа криптона в ионный источник;

Структура магистерской работы. Кроме ВВЕДЕНИЯ, ЗАКЛЮЧЕНИЯ, СПИСКА ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ и ПРИЛОЖЕНИЙ работа включает 4 основных раздела:

1. Свойства диоксида титана TiO_2 ;
2. Метод термического испарения в вакууме;
3. Оборудование и материалы;
4. Практическая часть.

Положение, выносимое на защиту.

1. Матричный метод, реализованный в рабочей среде MathCad описывает оптические характеристики тонких пленок с учетом дисперсии.

2. Напыление диоксида титана с асситированием ионами аргона и кислорода показывает увеличение показателя преломления и усиление отражающих характеристик

3. Напыление диоксида титана с асситированием ионами криптона и кислорода показывает увеличение показателя преломления и усиление отражающих характеристик.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

В разделе 1 произведен анализ литературы, посвящённой оксиду титана. Рассмотрены основные методы использования и его оптические характеристики. Описываются основные достоинства и недостатки всех методов.

В разделе 2 проведен литературный обзор, посвященный методам термического испарения в вакууме. Рассмотрены основные методы нанесения тонких пленок и более подробно рассмотрено электронно лучевое испарение с ионным ассистированием. Изучены их преимущества и недостатки.

В разделе 3 кратко даются сведения об используемом оборудовании. Указаны их основные характеристики.

В разделе 4 описываются экспериментальные работы исследования. Здесь описывается методика получения тонких пленок диоксида титана. Приведена методика расчета оптических характеристик однослойных покрытий в программной среде Mathcad при помощи матричного метода (рисунок 1).

$$\begin{aligned}
 & n_s := 1.5 \quad n_a := 1 \quad n_l := 2.43 \\
 & M1(\lambda, d1) := \begin{pmatrix} \cos\left(\frac{2 \cdot \pi}{\lambda} \cdot n_l \cdot d1\right) & \frac{i}{n_l} \cdot \sin\left(\frac{2 \cdot \pi}{\lambda} \cdot n_l \cdot d1\right) \\ i \cdot n_l \cdot \sin\left(\frac{2 \cdot \pi}{\lambda} \cdot n_l \cdot d1\right) & \cos\left(\frac{2 \cdot \pi}{\lambda} \cdot n_l \cdot d1\right) \end{pmatrix} \\
 & Q(\lambda, d1) := M1(\lambda, d1) \\
 & r(\lambda, d1) := \frac{n_s \cdot Q(\lambda, d1)_{0,0} - n_a \cdot Q(\lambda, d1)_{1,1} + n_a \cdot n_s \cdot Q(\lambda, d1)_{0,1} - Q(\lambda, d1)_{1,0}}{n_s \cdot Q(\lambda, d1)_{0,0} + n_a \cdot Q(\lambda, d1)_{1,1} + n_a \cdot n_s \cdot Q(\lambda, d1)_{0,1} + Q(\lambda, d1)_{1,0}} \\
 & t(\lambda, d1) := 2 \cdot \frac{n_s}{\left(Q(\lambda, d1)_{0,0} + n_a \cdot Q(\lambda, d1)_{0,1}\right) \cdot n_s + Q(\lambda, d1)_{1,0} + n_a \cdot Q(\lambda, d1)_{1,1}} \\
 & R(\lambda, d1) := \left(|r(\lambda, d1)|\right)^2 \quad T(\lambda, d1) := \frac{n_a}{n_s} \left(|t(\lambda, d1)|\right)^2
 \end{aligned}$$

Рисунок 1 – Матричный метод реализованный в программной среде Mathcad.

Для того, чтобы рассчитать оптические характеристики плёнки, необходимо знать дисперсию подложки. Приведена методика расчета оптических характеристик однослойных покрытий в программной среде Mathcad при помощи матричного метода с учетом дисперсии подложки (рисунок 2). Дисперсия стекла К8 описывается формулой Sellmeier №1:

$$n_s^2 - 1 = \frac{A_1 \lambda^2}{\lambda^2 - B_1} + \frac{A_2 \lambda^2}{\lambda^2 - B_2} + \frac{A_3 \lambda^2}{\lambda^2 - B_3} \quad (1)$$

$$\begin{aligned}
na &:= 1 & n1 &:= 2.73 \\
ns(\lambda) &:= \sqrt{1 + \frac{\lambda \cdot 1.006 \cdot 10^4}{\lambda^2 + 2.104 \cdot 10^7} + \frac{\lambda \cdot 149.279}{\lambda^2 + -4.583 \cdot 10^4} + \frac{\lambda \cdot 926.417}{\lambda^2 + 3.752 \cdot 10^5}} \\
M1(\lambda, d1) &:= \begin{pmatrix} \cos\left(\frac{2 \cdot \pi}{\lambda} \cdot n1 \cdot d1\right) & \frac{i}{n1} \cdot \sin\left(\frac{2 \cdot \pi}{\lambda} \cdot n1 \cdot d1\right) \\ i \cdot n1 \cdot \sin\left(\frac{2 \cdot \pi}{\lambda} \cdot n1 \cdot d1\right) & \cos\left(\frac{2 \cdot \pi}{\lambda} \cdot n1 \cdot d1\right) \end{pmatrix} \\
Q(\lambda, d1) &:= M1(\lambda, d1) \\
r(\lambda, d1) &:= \frac{ns(\lambda) \cdot Q(\lambda, d1)_{0,0} - na \cdot Q(\lambda, d1)_{1,1} + na \cdot ns(\lambda) \cdot Q(\lambda, d1)_{0,1} - Q(\lambda, d1)_{1,0}}{ns(\lambda) \cdot Q(\lambda, d1)_{0,0} + na \cdot Q(\lambda, d1)_{1,1} + na \cdot ns(\lambda) \cdot Q(\lambda, d1)_{0,1} + Q(\lambda, d1)_{1,0}} \\
t(\lambda, d1) &:= 2 \cdot \frac{ns(\lambda)}{(Q(\lambda, d1)_{0,0} + na \cdot Q(\lambda, d1)_{0,1}) \cdot ns(\lambda) + Q(\lambda, d1)_{1,0} + na \cdot Q(\lambda, d1)_{1,1}} \\
T(\lambda, d1) &:= \frac{na}{ns(\lambda)} (|t(\lambda, d1)|)^2
\end{aligned}$$

Рисунок 2 – Показатель преломления, записанный как функция от длины ВОЛНЫ.

Дисперсия оксида титана описывается формулой Коши:

$$n(\lambda) = A_0 + \frac{A_1}{\lambda^2} + \frac{A_2}{\lambda^2} \quad (2)$$

На рисунке 3 представлен матричный метод, реализованный в программной среде Mathcad с учетом дисперсии подложки и тонкопленочного покрытия.

$$\begin{aligned}
na &:= 1 \\
ns(\lambda) &:= \sqrt{1 + \frac{\lambda \cdot 1.006 \cdot 10^4}{\lambda^2 + 2.104 \cdot 10^7} + \frac{\lambda \cdot 149.279}{\lambda^2 + -4.583 \cdot 10^4} + \frac{\lambda \cdot 926.417}{\lambda^2 + 3.752 \cdot 10^5}} \\
n1(\lambda) &:= a + \frac{a1}{\lambda^2} + \frac{a2}{\lambda^4} \\
M1(\lambda, d1) &:= \begin{pmatrix} \cos\left(\frac{2 \cdot \pi}{\lambda} \cdot n1(\lambda) \cdot d1\right) & \frac{i}{n1(\lambda)} \cdot \sin\left(\frac{2 \cdot \pi}{\lambda} \cdot n1(\lambda) \cdot d1\right) \\ i \cdot n1(\lambda) \cdot \sin\left(\frac{2 \cdot \pi}{\lambda} \cdot n1(\lambda) \cdot d1\right) & \cos\left(\frac{2 \cdot \pi}{\lambda} \cdot n1(\lambda) \cdot d1\right) \end{pmatrix} \\
Q(\lambda, d1) &:= M1(\lambda, d1) \\
r(\lambda, d1) &:= \frac{ns(\lambda) \cdot Q(\lambda, d1)_{0,0} - na \cdot Q(\lambda, d1)_{1,1} + na \cdot ns(\lambda) \cdot Q(\lambda, d1)_{0,1} - Q(\lambda, d1)_{1,0}}{ns(\lambda) \cdot Q(\lambda, d1)_{0,0} + na \cdot Q(\lambda, d1)_{1,1} + na \cdot ns(\lambda) \cdot Q(\lambda, d1)_{0,1} + Q(\lambda, d1)_{1,0}} \\
t(\lambda, d1) &:= 2 \cdot \frac{ns(\lambda)}{(Q(\lambda, d1)_{0,0} + na \cdot Q(\lambda, d1)_{0,1}) \cdot ns(\lambda) + Q(\lambda, d1)_{1,0} + na \cdot Q(\lambda, d1)_{1,1}} \\
T(\lambda, d1) &:= \frac{na}{ns(\lambda)} (|t(\lambda, d1)|)^2 \\
R(\lambda, d1) &:= (|r(\lambda, d1)|)^2
\end{aligned}$$

Рисунок 3 – Матричный метод, реализованный в программной среде Mathcad с учетом дисперсии подложки и тонкопленочного покрытия.

Напыление диоксида титана на образцы проводилось при различной скорости подачи инертного газа в ионный источник. Режимы напыления на каждый образец приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Режимы напыления диоксида титана

Образец	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Подача Ar, см ³ /мин	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9

Спектр пропускания осаждаемой плёнки измерялся во время напыления insitu и после выдержки образцов в атмосфере в течение 10 суток. Полученные спектры приведены на рисунке 4.

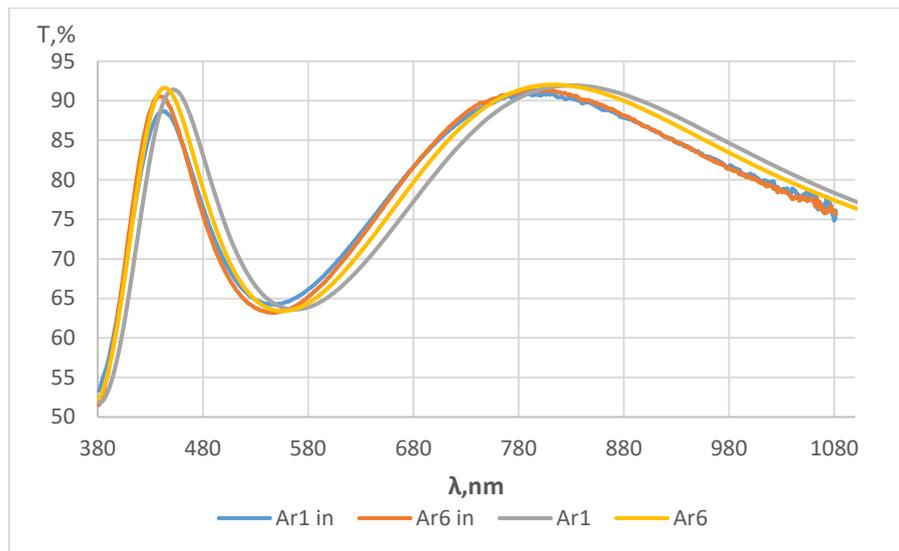


Рисунок 4 – Спектр пропускания осаждаемой плёнки, измеренный во время напыления *insitu* и после выдержки образцов в атмосфере в течение 10 суток.

Полученные зависимости показателя преломления от длины волны при разных режимах напыления приведены на рисунке 5. Все зависимости имеют нормальную дисперсию.

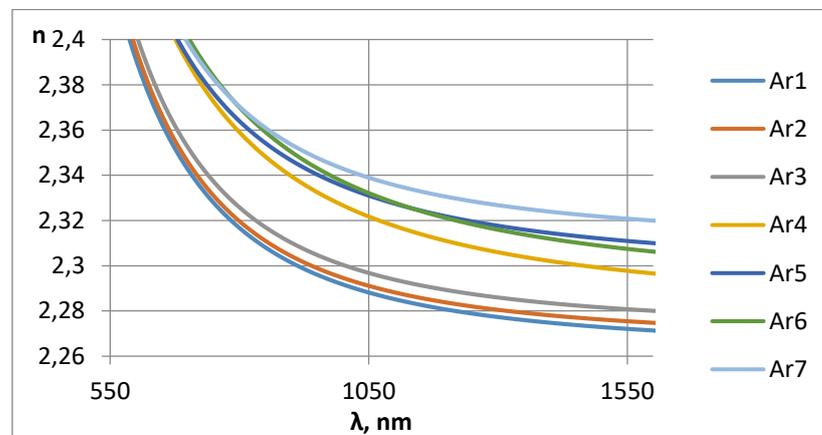


Рисунок 5 – Зависимости показателя преломления от длины волны при разных режимах напыления.

Для оценки пористости плёнки было проведено сравнение спектров пропускания образцов во время напыления (*insitu*) и после выдержки в атмосфере в течение 10 дней. Такие спектры для образца №1 и №6 приведены на рисунке 6.

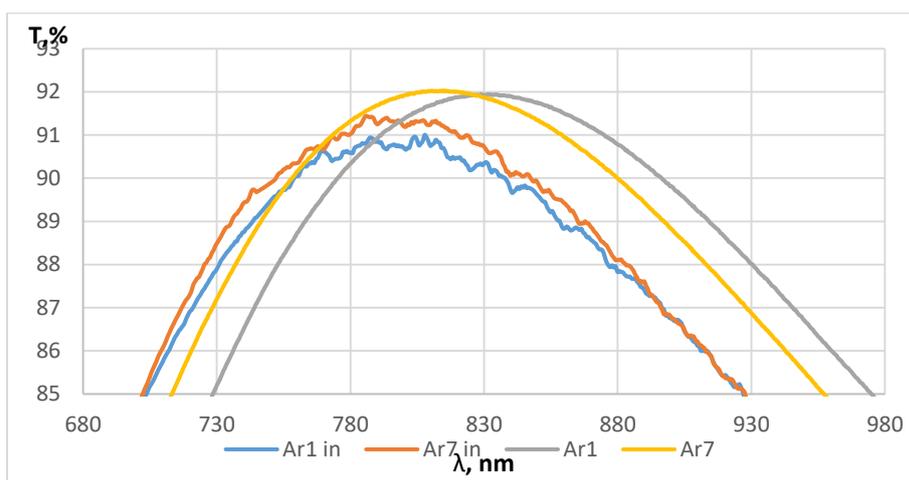


Рисунок 6 – Сравнение спектров пропускания образцов во время напыления и после выдержки в атмосфере.

Значение сдвига максимума $\Delta\lambda$ на длине волны 800 нм для различных образцов приведены на рисунке 7.

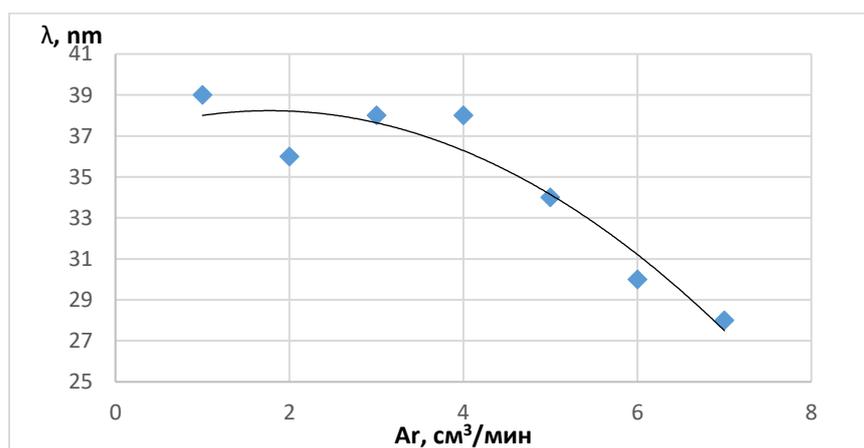


Рисунок 7 – Сдвига максимума $\Delta\lambda$ на длине волны 800 нм.

Напыление диоксида титана на образцы проводилось при различной скорости подачи инертного газа в ионный источник. Режимы напыления на каждый образец приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Режимы напыления диоксида титана

Образец	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Подача Kr, см ³ /мин	1	2	3	4	5	6	7	8	9

Спектр пропускания осаждаемой плёнки измерялся во время напыления *insitu* и после выдержки образцов в атмосфере в течение 10 суток. Полученные спектры приведены на рисунке 8.

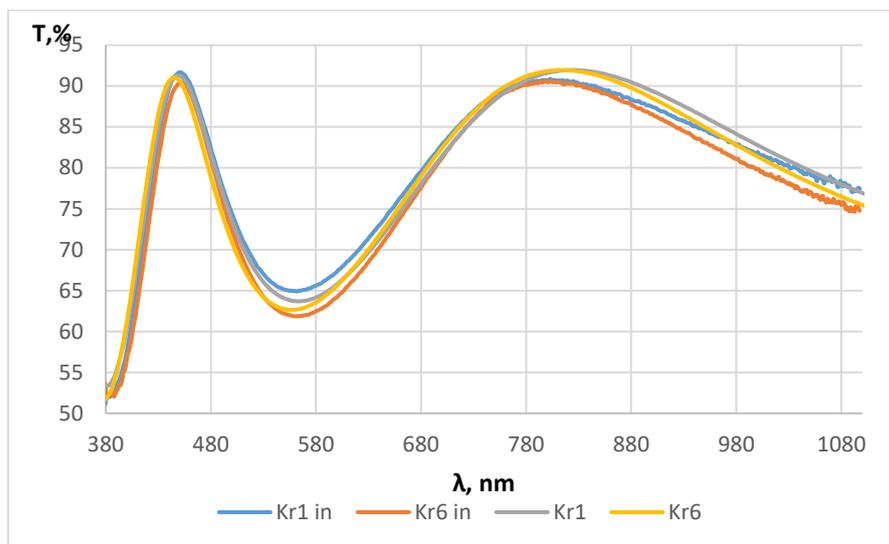


Рисунок 8 – Спектр пропускания осаждаемой плёнки, измеренный во время напыления *insitu* и после выдержки образцов в атмосфере в течение 10 суток.

Полученные зависимости показателя преломления от длины волны при разных режимах напыления приведены на рисунке 9.

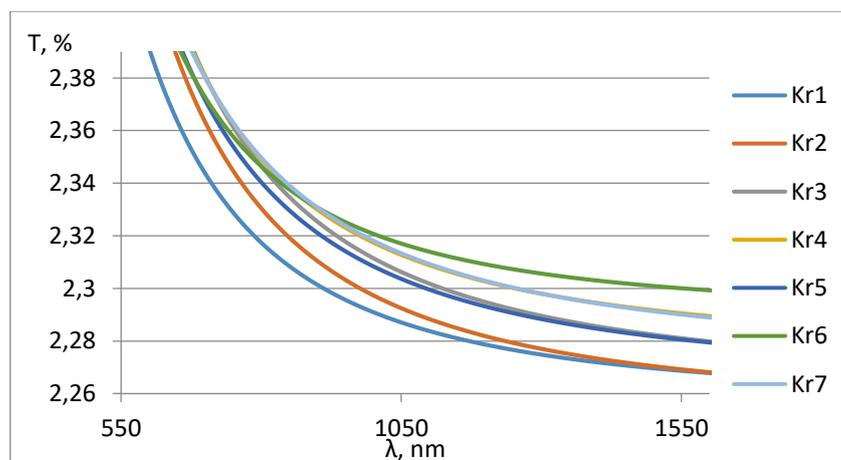


Рисунок 9 - Зависимости показателя преломления от длины волны при разных режимах напыления.

Для оценки пористости плёнки было проведено сравнение спектров пропускания образцов во время напыления и после выдержки в атмосфере в течение 10 дней. Такие спектры для образца №1 и №6 приведены на рисунке 10.

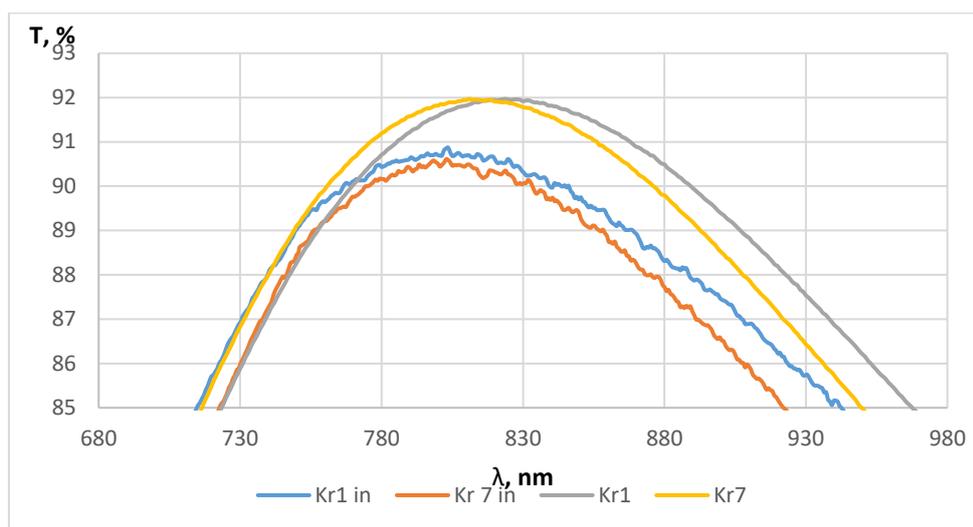


Рисунок 10 – Сравнение спектров пропускания образцов во время напыления и после выдержки в атмосфере.

Как видно из рисунка 10, спектр пропускания после выдержки в атмосфере сдвигается вправо в длинноволновую область. Значение сдвига максимума $\Delta\lambda$ на длине волны 800 нм для различных образцов приведены на рисунке 11.

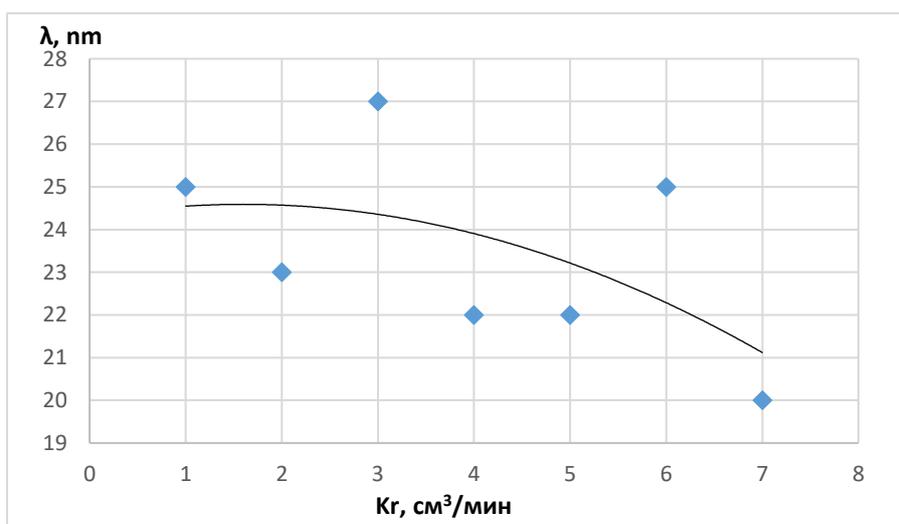


Рисунок 11 – Сдвига максимума $\Delta\lambda$ на длине волны 800 нм.

Напыление диоксида титана на образцы проводилось при фиксированной скорости подачи инертного газа в ионный источник. Режимы напыления на каждый образец приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Режимы напыления интерференционных покрытий с высоким коэффициентом отражения

Добавление газа Ar	Добавление газа Kr	Без инертного газа
6 см ³ /мин	6 см ³ /мин	0 см ³ /мин

На рисунке 12 и 13 представлен спектральный график зависимости коэффициента пропускания многослойного интерференционного покрытия, состоящего из 13 чередующихся слоев диоксида титана и оксида кремния, напыленных при добавлении инертного газа Ar и Kr соответственно.

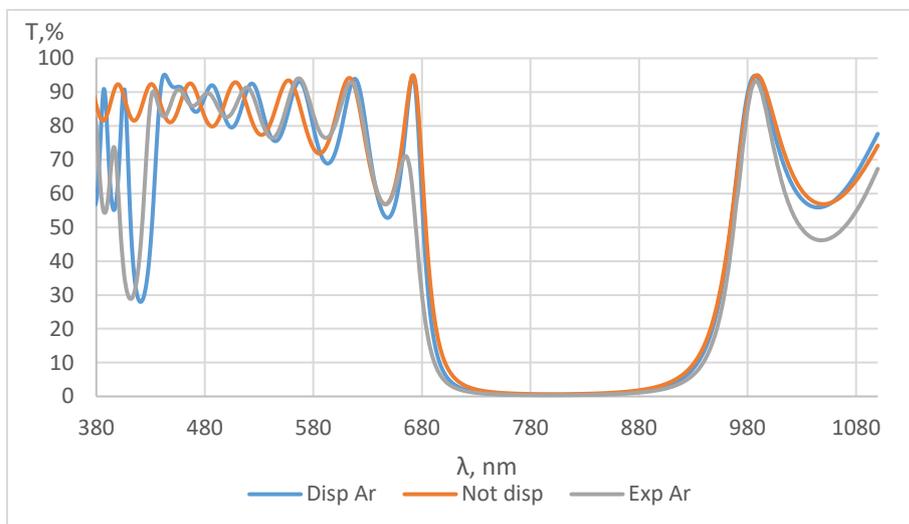


Рисунок 12 – График зависимости коэффициента пропускания многослойного интерференционного покрытия от длины волны с добавлением газа Ar.

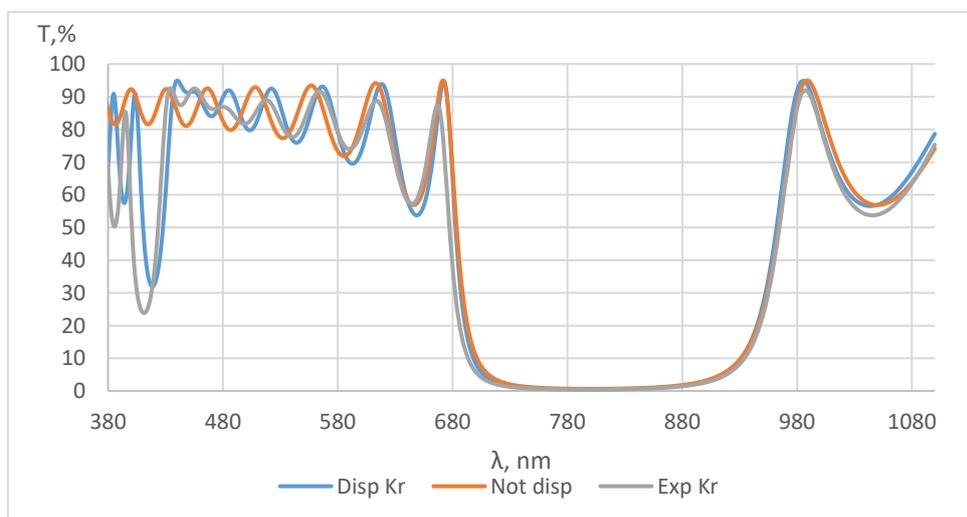


Рисунок 13 – График зависимости коэффициента пропускания многослойного интерференционного покрытия от длины волны с добавлением газа Kr.

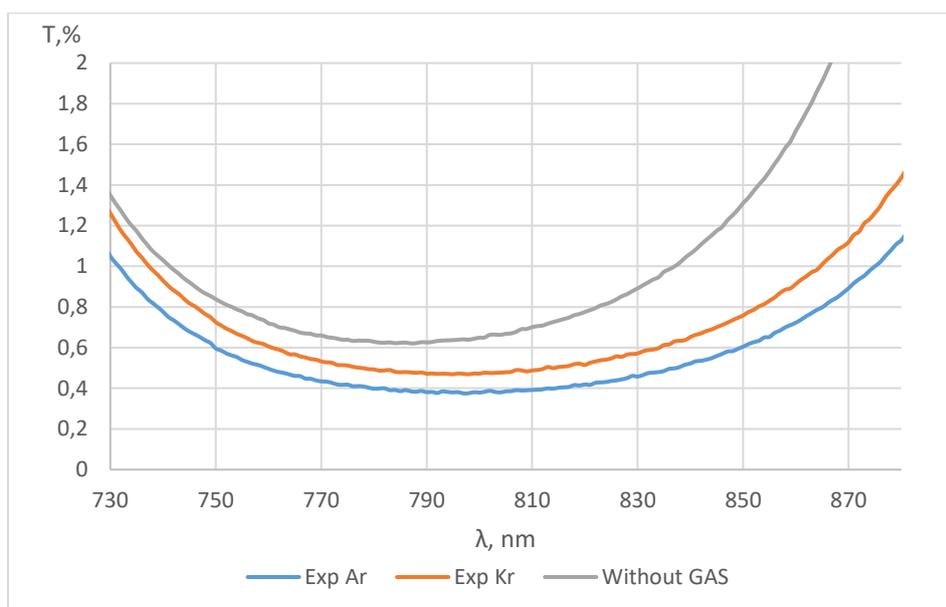


Рисунок 14 – Область зависимости коэффициента пропускания многослойного покрытия от длины волны в диапазоне высокого отражения.

Исходя из приведенных данных (рисунок 14) можно судить, что добавление газа в состав ассистирующего пучка ионов дает значительные изменения в показаниях оптических характеристик пленок диоксида титана. Наилучшие результаты были получены при добавлении в ионный источник по 6 см³/мин газа как Ar, так и Kr. Показатели преломления составили $n=2.37$ и $n=2.36$ соответственно.

Значение сдвига максимума $\Delta\lambda$ в случае с Ar больше на 20 мкм, чем в случае с Kr. Исходя из этих данных можно сказать, что пленки не имеют значительных различий по своим оптическим характеристикам, хотя пленки, полученные при добавлении в ионный источник газа Kr оказались более плотными.

При сравнении многослойных покрытий явно наблюдалась область высокого отражения в диапазоне длин волн от 750 до 850 и увеличение коэффициента отражения при добавлении в ионный источник инертного газа.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ.

Для исследования оптических свойств плёнок диоксида титана были подготовлены 15 подложек, изготовленных из оптического стекла марки К8. Оптимизация технологии напыления плёнок оксида титана (IV) для улучшения

его оптических характеристик проводилась посредством варьирования состава ассистирующего пучка ионов. В качестве дополнения в состав ассистирующего пучка ионов были выбраны газ Ar и газ Kr.

Для каждого образца были построены спектральные характеристики и их модели в рабочей среде MathCad, рассчитаны показатели преломления и смещение $\Delta\lambda$. Наилучшие показатели преломления показали образы при добавлении в ионный источник по $7 \text{ см}^3/\text{мин}$ газа как Ar, так и Kr. Смещение $\Delta\lambda$ показывает спадающую зависимость, что говорит об увеличении плотности пленки при увеличении концентрации газа в ионном источнике.

При сравнении многослойных покрытий явно наблюдалась область высокого отражения в диапазоне длин волн от 750 до 850 и увеличение коэффициента отражения при добавлении в ионный источник инертного газа.

Наибольший коэффициент показателя отражения наблюдается у пленок с добавлением в ионный источник газа Ar.