

05

© 1991 г.

ИЗМЕРЕНИЕ ОПТИЧЕСКИХ ПОСТОЯННЫХ ОКИСНОВАНАДИЕВЫХ ПЛЕНОК ИЗ УГЛОВЫХ ЗАВИСИМОСТЕЙ ОТРАЖАТЕЛЬНОЙ СПОСОБНОСТИ

А. А. Гурьянов, И. А. Хахаев, Ф. А. Чудновский

Описан эксперимент по измерению оптических констант и толщин окиснованадиевых пленок, нанесенных на алюминиевый подслои, которые применяются в устройствах оптической обработки информации. Показано, что оптические константы пленки и подслоя зависят от условий вакуумного осаждения. Измерены петли гистерезиса оптических констант n и k на длинах волн 632.8 и 1152.3 нм. Показано, что дифракционная эффективность окиснованадиевой пленки η , рассчитанная с использованием полученных значений n , k и толщины пленки, хорошо совпадает с результатами независимых измерений η .

Среди материалов, обладающих фазовым переходом металл—полупроводник, наибольший интерес с точки зрения физических свойств и технических применений представляет двуокись ванадия (VO_2). Оптические свойства тонких окиснованадиевых пленок (ОВП) на основе VO_2 могут быть изменены технологическими методами. Такие пленки находят применение для модуляции оптических сигналов [1], в устройствах типа «глаз робота» [2], в системах когерентной обработки информации [3] и голографии [4]. Однако расширение области их применения наталкивается на трудности, связанные с большим разбросом значений оптических констант пленок VO_2 и ОВП, полученных различными способами и для различных образцов, и, как следствие, невозможностью использовать эти значения для расчетов реальных тонкопленочных систем, включающих окиснованадиевые слои.

В данной работе изложена методика определения оптических параметров (комплексного показателя преломления и толщины) тонких окиснованадиевых пленок, нанесенных на «полубесконечный» металлический подслои, из угловых зависимостей коэффициента отражения и приведены результаты, полученные по этой методике.

Для пленок двуокиси ванадия толщиной $\approx 1000 \text{ \AA}$ существует большое количество данных по оптическим постоянным n и k в различных спектральных диапазонах (см., например, [5-7]). Во всех этих работах для определения оптических констант образцы пленок готовились специально. Однако реально применяемые пленки имеют ряд особенностей, которые предъявляют к задаче определения их оптических параметров специфические требования. Во-первых, окисная пленка наносится на металлический подслои, что исключает все методы, основанные на измерениях пропускания и использовании различных подложек. Во-вторых, интерференционный характер отражения, усиленный подслоем, приводит к сильной зависимости измеряемой величины (отражательной способности) от толщины пленки, которая вследствие особенностей способа изготовления [8] не может быть измерена с необходимой точностью прямыми методами. Это приводит к необходимости расчета толщины пленки одновременно с ее оптическими константами, что увеличивает число определяемых параметров и требует проведения не менее трех независимых¹ измерений. В-третьих, используемые в настоящее время для изготовления ОВП техноло-

гические методы не позволяют получать пленки с одинаковыми (с необходимой точностью) оптическими константами, но имеющие разные толщины. Поэтому для определения оптических констант и толщины окиснованадиевых пленок требуется метод, основанный на измерениях и анализе отраженного света, т. е. измерениях либо коэффициентов отражения, либо фазовых и амплитудных соотношений в отраженном свете (эллипсометрия). В последнем случае точность определения оптических параметров может быть выше, чем при измерениях коэффициентов отражения, однако это достигается за счет более сложной техники измерений, что особенно существенно в инфракрасной области спектра. Оба подхода требуют проведения громоздких вычислений. В связи с этим для определения оптических параметров окиснованадиевых пленок был применен метод, основанный на измерениях коэффициентов отражения (отражательной способности), как более простой с точки зрения техники измерений и вместе с тем обеспечивающий точность, достаточную для практических применений.

Расчетная часть задачи основывается на простейшей модели окисного слоя как тонкой однородной пленки толщиной d , характеризующейся комплексным показателем преломления $\hat{n}_j = n_j + ik_j$, нанесенной на полубескопечный металлический подслоя. Угол падения света на рассматриваемую систему обозначим θ . Формулы, описывающие отражательную способность такой системы для параллельной R_p и перпендикулярной R_s поляризаций к плоскости падения, приводятся во многих работах [9-11].

Проведение измерений отражательной способности включает в себя измерение двух интенсивностей — отраженного света и падающего для каждого угла падения, что приводит к необходимости перенастройки оптической схемы при переходе от одного угла падения к другому. Если же в качестве аппроксимирующей взять функцию $F = R_s/R_p$, то появляется возможность проведения относительных измерений отражательной способности, когда интенсивность падающего света измерять не требуется. При этом задача нахождения оптических параметров тонкой пленки сводится к минимизации функционала вида

$$\Phi = \sum [F(n_j, k_j, d, \theta_j) - (R_{s \text{ эксп } j} / R_{p \text{ эксп } j})]^2, \quad (1)$$

который удобно привести к виду

$$\Phi = \left\{ \sum [F(n_j, k_j, d, \theta_j) - (R_{s \text{ эксп } j} / R_{p \text{ эксп } j})]^2 / j \right\}^{1/2}. \quad (2)$$

Из (2) видно, что величина Φ представляет собой среднеквадратичную ошибку аппроксимации. Значения n_j , k_j и d , минимизирующие функционал Φ , являются искомыми оптическими параметрами тонкой пленки при условии выполнения неравенства

$$\Phi(n_j, k_j, d) < \varepsilon, \quad (3)$$

где ε — среднеквадратичная погрешность измерений.

Расчеты выполнялись на персональном компьютере типа IBM PC/AT. Время поиска минимума для $j=6$ не превышало 5 мин. Погрешность полученных параметров определялась как диапазон их значений, в котором выполняется неравенство (3). Эта погрешность определяется величинами частных производных минимизируемого функционала по параметрам. Поскольку функция $F(n_j, k_j, d, \theta)$ весьма сложна и немонотонна, то эта погрешность не является постоянной, а зависит от значений параметров и определялась численно. В большинстве случаев обеспечивались следующие относительные погрешности определения параметров пленки из угловых зависимостей коэффициентов отражения: $< 1\%$ для n_j , $< 5\%$ для k_j , $< 2\%$ для d .

Такая точность вполне достаточна для применений, но требует измерений отношения R_s/R_p с относительной погрешностью не более 1% для всех углов падения, что предъявляет достаточно высокие требования к эксперименту.

В эксперименте была использована двухлучевая схема с модуляцией как опорного, так и измерительного пучков. При такой схеме существенным оказывается то, что для расчета выбрана относительная величина отражения, по-

Оптические параметры некоторых образцов
на длине волны $\lambda = 632.8$ нм

Материал (система)	n	k	d
Стекло	1.51 ± 0.01	—	—
Кремний	3.66 ± 0.03	0.55 ± 0.01	—
ZrO ₂ на стекле	2.02 ± 0.01	—	$(0.225 \pm 0.005)\lambda$
ZrO ₂ на Al	2.11	—	0.28λ
VO ₂ на стекле	2.91	0.59	0.10λ

сколькx при этом становится возможным проводить относительные измерения R_s и R_p в отдельности. Преимуществом этого метода измерений является также и то, что получаемая в результате величина R_s/R_p не зависит от изменений интенсивности падающего света.

Блок-схема экспериментальной установки для измерения угловой зависимости отношения отражательных способностей в s - и p -поляризациях приведена

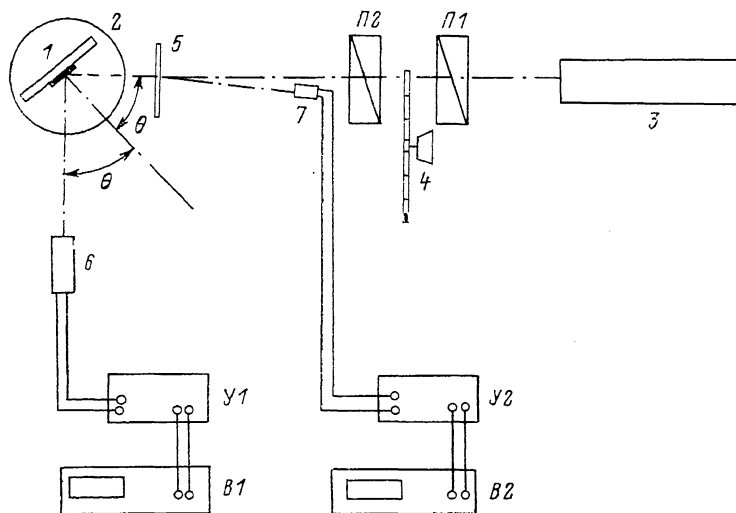


Рис. 1. Блок-схема экспериментальной установки.

1 — нагреватель с образцом, 2 — поворотный столик, 3 — источник света (лазер ЛЛ-126), 4 — модулятор (904 Гц), 5 — светоделительная пластинка, 6 — фотоприемник отраженного сигнала (ФЭУ-62), 7 — фотоприемник опорного сигнала (ФД-256), У1 — усилитель измерительного канала, У2 — усилитель опорного сигнала, В1 и В2 — цифровые вольтметры, П1 и П2 — поляризаторы (призмы Глана).

на рис. 1. Требования к элементам схемы и их выбор определялись расчетной моделью и необходимостью измерений с заданной этой моделью погрешностью. Приемники излучения позволяли проводить измерения на длинах волн источника $\lambda = 632.8$ и 1152.3 нм. Выбор динамического диапазона измерений производился с помощью комплекта нейтральных светофильтров.

Для исследования температурной зависимости оптических констант окисно-ванадиевых пленок образцы прикреплялись к термостатируемому нагревателю, стабилизация температуры которого в диапазоне 25—90 °С осуществлялась с погрешностью не более 0.5 °С. Температура образца измерялась термопарой медь—константан.

Для проверки работы схемы и методики расчета были проведены измерения и расчеты для образцов из различных материалов. Результаты представлены в табл. 1. Хорошее совпадение рассчитанных из угловых зависимостей отражательной способности значений оптических параметров тестируемых образцов

с известными справочными данными [12, 13] позволяет сделать вывод о достоверности получаемых по данной методике результатов.

Образцы окислованадиевых пленок были изготовлены различными способами. Образец 1 был изготовлен методом термического напыления по технологии, описанной в [8]. Сначала на подложку из ситалла напылялся алюминиевый

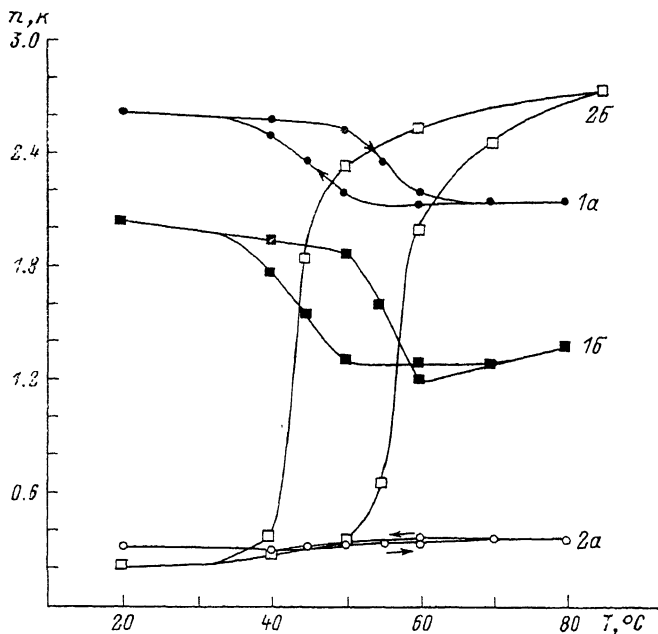


Рис. 2. Температурные зависимости показателя преломления и коэффициента экстинкции для образца 1.

1 — n , 2 — k ; длина волны 632.8 (а), 1153.2 нм (б).

подслой, а затем производилось напыление слоя ванадия. Скорость осаждения слоев составляла около 3 нм/с. Температура подложки была около 50 °С. После напыления металлического ванадия производилось окисление образца на воздухе при температуре 500 °С. Образец 2 был изготовлен методом реактивного осаждения двуокиси ванадия [14] с испарением мишени электронным лучом. Алюминиевый подслей напылялся при температуре подложки 170 °С и токе электронного луча 80 мА. Окисный слой напылялся реактивно при температуре подложки 500 °С, токе луча 130 мА и давлении окружающего кислорода $2 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст. (кислород подводился непосредственно к подложке). После напыления слоя производился отжиг образца при давлении кислорода 10^{-2} мм рт. ст.

Измерения температурной зависимости коэффициента отражения показали, что полупроводниковое sc и металлическое m состояние окисного слоя реализуются полностью при 20 и 80 °С соответственно. Перед нанесением на образцы окисной пленки были измерены оптические константы для алюминиевого подслоя, способы получения которого были различными (табл. 2).

Для образца 1 были измерены угловые зависимости отношения R_s/R_p для полупроводникового и металлического состояний окисного слоя, а также для различных температур, соответствующих проходу по прямой и обратной ветвям температурного гистерезиса отражательной способности. Температурные зависимости оптических констант образца показаны на рис. 2.

Таблица 2

Оптические константы алюминиевого подслоя

λ , нм	Образец 1		Образец 2	
	n	k	n	k
632.8	0.63	4.22	1.24	5.97
1153.2	0.53	6.21	1.26	8.53

**Оптические параметры пленок двуокиси ванадия
и окиснованадиевых слоев**

Образец	$\lambda = 0.63 \text{ мкм}$				$\lambda = 1.15 \text{ мкм}$			
	20		80		20		80	
	n	k	n	k	n	k	n	k
VO ₂ [6]	3.0	0.3	2.5	0.4	3.2	0.5	1.7	1.7
VO ₂ [7]	2.8	0.2	2.2	0.5	—	—	—	—
ОВП [15]	3.55	0.08	3.15	0.12	—	—	—	—
ОВП [15]	2.79	0.34	2.28	0.52	—	—	—	—
Образец 1	2.61	0.32	2.16	0.37	2.04	0.21	1.41	2.76
Образец 2	2.54	0.42	2.27	0.57	2.89	0.75	1.51	1.95

Для образца 2 были проведены измерения только для полупроводникового и металлического состояний пленки. Результаты измерений и расчетов оптических констант подложки и оптических параметров обоих образцов приведены в табл. 3. Толщина окиснованадиевых слоев составляла 56 нм для образца 1 и 150 нм для образца 2. В табл. 3 приведены также некоторые опубликованные данные по оптическим постоянным окиснованадиевых пленок.

Полученные значения оптических параметров окиснованадиевых слоев и их сравнение с имеющимися данными служат дополнительным свидетельством того, что основным компонентом этих слоев, определяющим их оптические свойства, является VO₂. Вместе с тем, как видно из табл. 2, само понятие оптических констант вряд ли может быть применимо к окиснованадиевым слоям как конкретному материалу, поскольку они изменяются от образца к образцу и зависят от метода изготовления. Двуокись ванадия определяет, по-видимому, не столько значения оптических постоянных, сколько их изменение при фазовом переходе. Полученные данные позволяют также сделать вывод о том, что характер модуляции света, которую может осуществить окиснованадиевая пленка, на длине волны 632.8 нм преимущественно фазовый ($\Delta k < \Delta n$), а на длине волны 1152.3 нм вклады амплитудной и фазовой составляющих становятся сравними ($\Delta k \sim \Delta n$).

Исходя из расчетных значений оптических констант, для образца 1 были рассчитаны значения дифракционной эффективности в первом порядке дифракции для нанесенной на образец решетки, образованной чередованием областей в *sc*- и *m*-состояниях на длине волны $\lambda = 1153.2$ нм. Полученное значение эффективности $\eta = 1.52\%$ совпадает со значением, экспериментально измеренным для образцов этой серии, что служит независимым подтверждением достоверности определения оптических констант из угловых зависимостей отражательной способности. Таким образом, использование этого метода для оперативного определения параметров окиснованадиевых слоев открывает новые возможности для технологических поисков и, как следствие, новые направления для их применения.

Список литературы

- [1] Захарченя Б. П., Мешковский И. К., Теруков Е. И., Чудновский Ф. А. // Письма в ЖТФ. 1975. Т. 1. Вып. 1. С. 8—11.
- [2] Агринский П. В., Захарченя Б. П., Цукерман Е. В., Чудновский Ф. А. // Письма в ЖТФ. 1983. Т. 9. Вып. 12. С. 716—719.
- [3] Bugayev A. A., Guryanov A. A., Chudnovski F. A., Zakharchenya B. P. // Opt. Comm. 1977. Vol. 22. P. 27—31.
- [4] Бугаев А. А., Захарченя Б. П., Чудновский Ф. А. Фазовый переход металл—полупроводник и его применение. Л.: Наука, 1979.
- [5] Roach W. R. // Appl. Phys. Lett. 1971. Vol. 9. N 11. P. 453.
- [6] Verleur H. W., Barker A. S., Bergland C. N. // Phys. Rev. 1968. Vol. 172. N 3. P. 788.
- [7] Береснева Л. А., Васильева Л. Л., Девятова С. Ф. и др. // Письма в ЖТФ. 1977. Т. 3. Вып. 8. С. 420—424.

- [8] Бугаев А. А., Захарченя Б. П., Чудновский Ф. А. // Квантовая электроника. 1979. Т. 6. № 7. С. 1459—1465.
- [9] Борн М., Вольф Э. Основы оптики. М.: Наука, 1970.
- [10] Раков А. В. Спектрофотометрия тонкопленочных систем. М.: Сов. радио, 1975.
- [11] Хевенс О. С. // Физика тонких пленок. Т. 2. Пер. с англ. М.: Мир, 1967. С. 104—149.
- [12] Риттер Э. // Физика тонких пленок. Т. 8. Пер. с англ. М.: Мир, 1978. С. 7—60.
- [13] Гавриленко В. И., Грехва В. М., Корбутяк Д. В. и др. Оптические свойства полупроводников. Справочник. Киев: Наукова Думка, 1987.
- [14] Case F. C. // Appl. Opt. 1987. Vol. 26. N 8. P. 1550—1553.
- [15] Бугаев А. А., Захарченя Б. П., Теруков Е. И., Чудновский Ф. А. // Пространственные модуляторы света. Л.: Наука, 1977. С. 94—102.

Физико-технический институт
им. А. Ф. Иоффе АН СССР
Санкт-Петербург

Поступило в Редакцию
2 октября 1990 г.
В окончательной редакции
21 мая 1991 г.