

اثر شار اکسیژن بر روی ضریب شکست لایه اکسید آلومینیوم، لایه نشانی شده با روش تبخیر باریکه الکترونی

رضا شکوری^۱ و حسن حیدری^۲

۱. دانشگاه بین المللی امام خمینی (ره)، قزوین

۲. مرکز ملی علوم و فنون لیزر ایران، تهران

پست الکترونیکی: r.shakouri@sci.ikiu.ac.ir

(دریافت مقاله: ۱۳۹۳/۲/۳؛ دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۴/۵/۱۹)

چکیده

در این مقاله اثر میزان شار اکسیژن هنگام لایه نشانی بر روی ضریب شکست لایه اکسید آلومینیوم بررسی شده است. لایه های Al_2O_3 توسط تفنگ الکترونی بر روی زیرلایه شیشه ای در شارهای متفاوت اکسیژن انباشته شده اند. درجه حرارت زیرلایه در زمان لایه نشانی 250° درجه سلسیوس ثابت نگه داشته می شود. طیف عبوری نمونه ها با استفاده از اسپکتروفوتومتر در محدوده طول موجی $400-800\text{nm}$ اندازه گیری شده اند. سپس با استفاده از نقاط بهینه (بیشینه یا کمینه) منحنی عبور، ضریب شکست و ضریب خاموشی نمونه ها محاسبه می شوند. نتایج نشان می دهد که با کاهش شار اکسیژن، در حالی که نرخ تبخیر ثابت نگه داشته شده است، ضریب شکست لایه های Al_2O_3 کاهش می یابد. از طرف دیگر، کاهش شار اکسیژن باعث ایجاد مقدار کمی جذب در لایه می شود.

واژه های کلیدی: رسانش الکترونی، تنگابست، شار مغناطیسی، نانوحلقه کربنی

۱. مقدمه

می رود [۱]. همچنین به خاطر پایداری در برابر تغییرات درجه حرارت در ابزار فلز-اکسید-نیمه رسانا^۱ نیز کاربرد دارد [۲-۴]. لایه نازک این ماده همراه با دو لایه (TiO_2) و (MgF_2) ، یعنی $Al_2O_3 / (TiO_2) / (MgF_2)$ ، معروف ترین طرح سه لایه ای پادبازتابنده^۲ در ناحیه مرئی و فروسرخ می باشند. لایه اکسید آلومینیوم با روش های مختلف می تواند لایه نشانی شود،

ماده اکسید آلومینیوم با ضریب شکست حدود $1.7-1.6$ nm در مقایسه با اکسید تیتانیوم (TiO_2) که ضریب شکست آن در حدود $n = 2.4$ و اکسید سیلیسیم (SiO_2) با ضریب شکست تقریبی $n = 1.4$ پر استفاده ترین ماده در لایه نشانی اپتیکی با ضریب شکست متوسط می باشد. لایه نازک این ماده به علت مقاوم بودن در برابر خوردگی به عنوان لایه محافظ به کار

۱. Metal-Oxide-Semiconductor (MOS)

۲. Antireflection

نگه داشته می‌شود. ضریب شکست و ضریب خاموشی لایه‌ها بعد از اندازه‌گیری طیف عبوری آنها در محدوده طول موجی $400-800 \text{ nm}$ به وسیله نرم افزار Essential Macleod [۱۸] محاسبه می‌شوند. سپس مقدار تغییر ضریب شکست در اثر تغییر شار اکسیژن بررسی می‌شود. انگیزه انجام این تحقیق به دست آوردن میزان شار اکسیژن و نرخ انباشت^۷ بهینه برای بدست آوردن لایه‌ای با ضریب شکست بالا و حداکثر استحکام می‌باشد.

۲. روش و جزئیات آزمایش

سیستم خلاء از یک پمپ توربومولکولار و یک پمپ روتاری تشکیل شده است. مخزن با این پمپ‌ها تا فشار $2 \times 10^{-6} \text{ Torr}$ تخلیه می‌شود. قرص‌های اکسید آلومینیوم روی بوتنه مسی قرار داده می‌شوند. فاصله بین زیرلایه تا بوتنه تبخیر 50 cm است. زیرلایه توسط گرم‌کن تابشی تا دمای 250°C گرم می‌شود و در بازه زمانی که لایه‌نشانی انجام می‌شود دمای زیرلایه توسط یک دستگاه کنترل برقی، که می‌تواند توان گرم‌کن را تغییر دهد، ثابت نگه داشته می‌شود. اصولاً هر چه دمای زیرلایه بیشتر باشد استحکام لایه تولید شده بیشتر است. بنابراین ما دمای زیرلایه را در حداکثر مقدار 250°C که دستگاه می‌تواند ایجاد کند، قرار داده‌ایم. تفنگ الکترونی با زاویه انحراف باریکه، به اندازه 270° درجه و حداکثر توان آن 5 کیلووات می‌باشد ($I = 0.5 \text{ A}$ و $V = 10 \text{ KV}$). تفنگ الکترونی الگوهای جارو^۸ متنوعی دارد، بدین معنی که باریکه الکترونی می‌تواند شکل‌های متفاوتی بر روی سطح ماده تبخیر شونده جارو کند. تغییر الگوی جارو ممکن است منجر به توزیع‌های متفاوتی از بخار اکسید آلومینیوم شود، این به نوبه خود ممکن است منجر به تغییر ضریب شکست لایه شود. برای این که توزیع بخار در همه آزمایش‌ها یکسان باشد برای همه نمونه‌ها الگوی جارو یکسان به کار رفته است. برای جبران اثر تجزیه اکسید آلومینیوم در هنگام تبخیر، گاز اکسیژن با استفاده از یک شیر سوزنی به درون محیط تزریق می‌شود. ضخامت لایه‌ها

از جمله کندوپاش همراه با مگنترون^۱ [۵-۸] تبخیر باریکه الکترونی^۲ [۹ و ۱۰]، انباشت بخار شیمیایی با پلاسما^۳ افزوده شده^۴ [۱۱]، قوس کاندی در خلا^۴ [۱۲] و ...

لایه‌های تولید شده با روش‌های مختلف می‌توانند ضریب شکست متفاوتی داشته باشند. علت وجود ضرایب شکست متفاوت این است که روش‌های مختلف انباشت لایه منجر به تشکیل ساختارهای متفاوتی از لایه‌ها می‌شوند. در لایه‌نشانی‌های چند لایه‌ای، آگاهی از ضریب شکست هر لایه و تغییرات آن با طول موج (پاشندگی) بسیار مهم می‌باشد. زیرا وجود خطا در اندازه ضریب شکست باعث ایجاد خطا در ضخامت لایه می‌شود. در حالت کلی ضریب شکست، یک کمیت مختلط است $N = n + ik$. در اینجا n ضریب شکست ماده و k که ضریب خاموشی ماده نامیده می‌شود، که جذب ماده را توصیف می‌کند. ضریب جذب با رابطه $\tau = \frac{4fk}{\lambda}$ تعریف می‌شود، که τ ضریب جذب با رابطه $I/I_0 = e^{-\tau t}$ به شدت نور فرودی به وسیله رابطه $I/I_0 = e^{-\tau t}$ به شدت نور عبور کرده از یک نمونه با ضخامت t مشخص می‌شود. به علاوه، هر ماده باید دارای لایه‌ای با ضریب شکست تکرارپذیر در آزمایش‌های یکسان باشد. مقاله‌های بسیار زیادی در مجلات در ارتباط با تعیین ضریب شکست لایه نازک مواد، وجود دارد [۱۳-۱۷]. اگر چه افزایش دمای زیرلایه منجر به افزایش چگالی لایه می‌شود، در مرجع [۱۸] در دمای آزمایشگاه با کمک بمباران یونی لایه‌ای از Al_2O_3 با چگالی تراکم^۵ صد درصد به دست آورده‌اند.

در این مقاله اثر میزان شار اکسیژن^۶ هنگام لایه‌نشانی بر روی ضریب شکست لایه اکسید آلومینیوم، Al_2O_3 بررسی می‌شود. لایه‌های Al_2O_3 توسط تفنگ الکترونی بر روی زیر لایه‌های شیشه‌ای BK۷ در شارهای متفاوت اکسیژن انباشته شده‌اند. درجه حرارت زیر لایه در زمان لایه‌نشانی 250°C ثابت

۱. Magnetron sputtering

۲. Electron beam evaporation

۳. Plasma enhanced chemical vapor deposition

۴. Filtered Cathodic Vacuum Arc (FCVA)

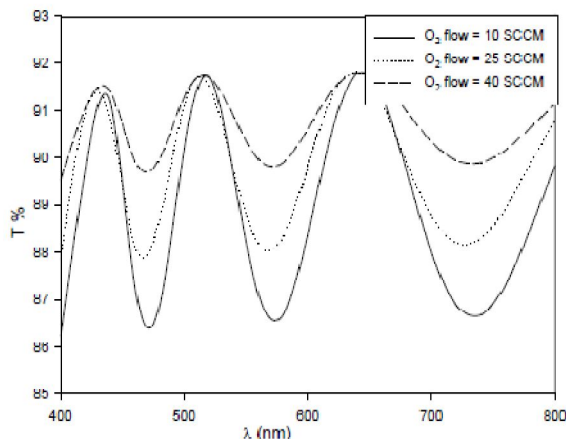
۵. Packing density

۶. Oxygen flow

۷. Deposition rate

۸. Sweep pattern

جدول ۱ مقادیر شار اکسیژن و نرخ انباشت.



شکل ۱. طیف عبور در بازه طول موجی ۴۰۰-۸۰۰ نانومتر برای نرخ انباشت ۸ Å/S.

شماره نمونه	شار اکسیژن (SCCM)	نرخ انباشت لایه (Å/S)
۱	۱۰	۲
۲	۱۰	۵
۳	۱۰	۸
۴	۲۵	۲
۵	۲۵	۵
۶	۲۵	۸
۷	۴۰	۲
۸	۴۰	۵
۹	۴۰	۸

می‌دهد که ضریب شکست با افزایش میزان شار اکسیژن، کاهش یافته است. توجه کنید که در محدوده طول موجی مرئی مقدار عبور یک زیرلایه، از جنس شیشه که هر دو طرف آن صیقل شده است ۹۲٪ است، و ما تنها یک طرف نمونه‌ها را لایه‌نشانی کرده‌ایم.

در شکل ۱ تعداد نقاط بیشینه و کمینه هر سه منحنی برابر است. علت این مطلب این است که ضخامت لایه در هر سه نمونه مربوط به منحنی‌های شکل ۱ با هم برابرند. نقاط کمینه هر منحنی به معنای وجود تداخل سازنده در آن طول موج و نقاط بیشینه به معنای تداخل ویرانگر در آن طول موج است. به عبارت دیگر، در نقاط کمینه ضخامت اپتیکی^۲ مضرب فردی از ربع طول موج^۳ (λ/۴) و در نقاط بیشینه ضخامت اپتیکی مضرب زوجی از ربع طول موج می‌باشد.

شکل ۲ ضریب شکست لایه اکسید آلومینیوم را بر حسب طول موج برای مقادیر متفاوت شار اکسیژن نشان می‌دهد. همچنان که ملاحظه می‌شود با افزایش شار اکسیژن به محیط ضریب شکست کم می‌شود. در مرجع [۱۲] هم، که لایه اکسید آلومینیوم را با روش قوس الکتریکی در خلا تولید کرده‌اند، با افزایش فشار اکسیژن ضریب شکست کاهش می‌یابد.

با یک ضخامت سنج بلوری^۱ اندازه‌گیری می‌شود. ضخامت لایه‌ها باید آنقدر زیاد باشد که در منحنی طیف عبوری آنها حداقل چند نقطه از نقاط بهینه وجود داشته باشد. نرم افزار Essential Macleod می‌تواند با استفاده از مقادیر درصد عبور در نقاط بهینه، ضریب شکست و ضریب خاموشی لایه را محاسبه کند. اساس کار روش نرم افزار مذکور در مراجع [۱۶-۱۷] و مراجع قدیمی‌تر ذکر شده در این مراجع توضیح داده شده است. در جدول ۱ مقادیر شار اکسیژن و نرخ انباشت لایه نشان داده شده است. سه مقدار ۱۰، ۲۵ و ۴۰ سانتی‌متر مکعب بر دقیقه (SCCM) برای مقدار شار اکسیژن و سه مقدار ۲، ۵ و ۸ انگستریم بر ثانیه برای نرخ انباشت آزمایش شده‌اند. دمای زیرلایه برای تمام نمونه‌ها مقدار ثابت ۲۵۰°C است.

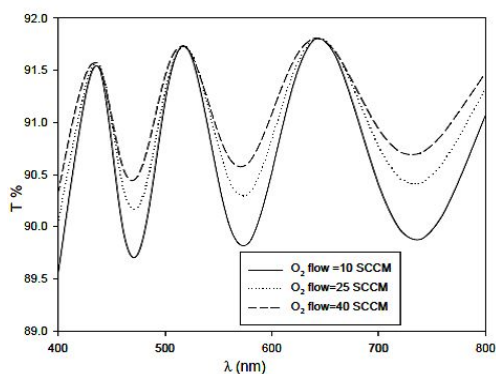
۳. نتایج و بحث

شکل ۱ میزان درصد عبور اندازه‌گیری شده توسط اسپکتروفتومتر در ناحیه طول موجی ۴۰۰-۸۰۰ nm، برای مقادیر مختلف شار اکسیژن در حالی که نرخ انباشت لایه مقدار ثابت ۸ Å/S است، را نشان می‌دهد. ضخامت لایه در همه نمونه‌ها تقریباً ۷۵ nm می‌باشد. از مقایسه منحنی‌ها با یکدیگر به وضوح مشخص است که میزان درصد عبور با کاهش میزان شار اکسیژن، کاهش یافته است. این نشان

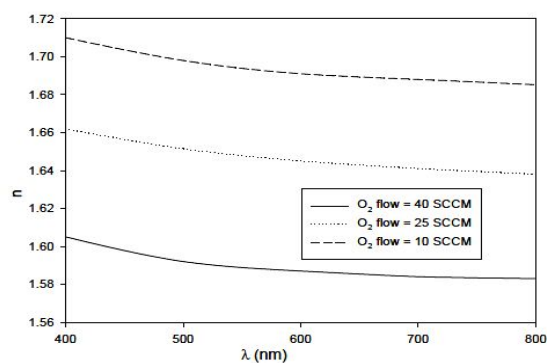
۲. Optical thickness

۳. Quarter wave

۱. Crystal monitoring



شکل ۳. طیف عبور در بازه طول موجی ۴۰۰-۸۰۰ نانومتر برای نرخ انباشت ۲ \AA/S .



شکل ۲. ضریب شکست بر حسب طول موج برای نرخ انباشت ۸ \AA/S .

به علاوه در آزمایش آنها ضریب شکست در شار اکسیژن 5 SCCM نسبت به 4 SCCM کاهش چشم‌گیری کرده است که همان طور که آنها بیان کرده‌اند اتفاقی عجیب است. افزون بر این، آنها ضریب شکست $n = 1.76$ را در ناحیه طول موج مرئی گزارش کرده‌اند، که در مقایسه با مقالات دیگر برای Al_2O_3 ضریب شکست بزرگی است.

برای مشاهده نحوه کاهش ضریب شکست با افزایش شار اکسیژن، در شکل ۵، ضریب شکست در طول موج 432 nm (طول موج مربوط به اولین قله منحنی‌های شکل ۱ رسم شده است.

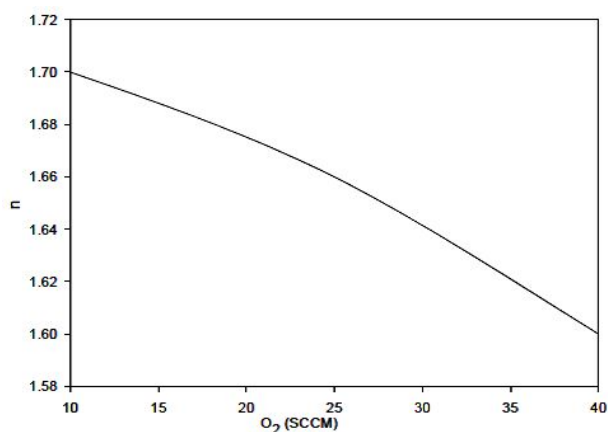
در مرجع [۲۰]، بعد از لایه‌نشانی اکسید آلومینیوم نمونه‌ها در کوره تا دمای 300 و 400 درجه گرم شده‌اند اما ضریب شکست لایه‌ها هیچ تغییری نکرده است و تنها میزان جذب لایه‌ها در اثر گرم کردن، مقداری کاهش یافته است که این کاهش جذب را به اکسید شدن آلومینیوم نسبت داده‌اند. در مرجع [۲۱]، لایه Al_2O_3

با نرخ انباشت 4 \AA/S و در درجه حرارت 65 درجه سلسیوس تولید شده است و ضریب شکست $n = 1.6$ در طول موج 550 nm حاصل شده است. در حالی که ضریب شکستی که

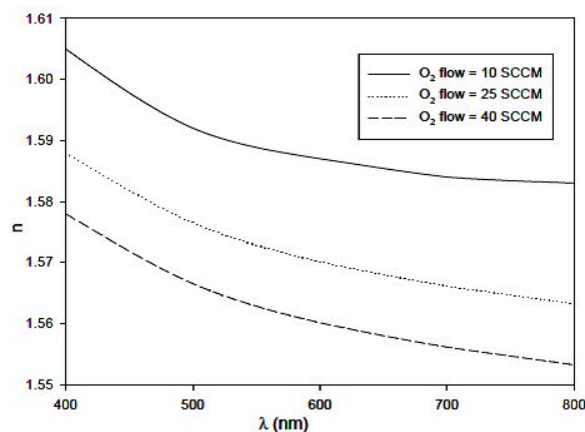
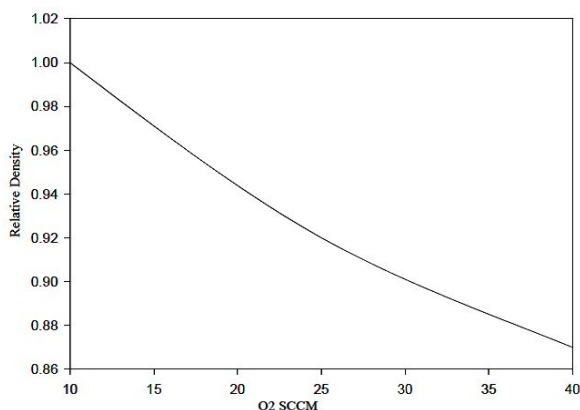
ما با نرخ انباشت 8 \AA/S و شار اکسیژن 10 SCCM به دست آورده‌ایم $n = 1.7$ می‌باشد. تفاوت ضریب شکست ما و مرجع [۲۱] را می‌توان این گونه توضیح داد که فشار اولیه آنها (فشار قبل از عمل تبخیر ماده) $2 \times 10^{-5} \text{ Torr}$ و فشار کاری $2 \times 10^{-4} \text{ Torr}$ (فشار هنگام لایه‌نشانی) است که نسبت به فشار کاری ما (در شار اکسیژن مذکور) یک مرتبه بالاتر است. بالا بودن

در شکل ۳، طیف عبور نمونه‌های که در آنها نرخ انباشت لایه 2 \AA/S و شار اکسیژن 10 SCCM ، 25 SCCM و 40 SCCM است رسم شده‌اند. باز هم از روی این شکل می‌توان دریافت که مقدار درصد عبور با کاهش شار اکسیژن، کاهش یافته است.

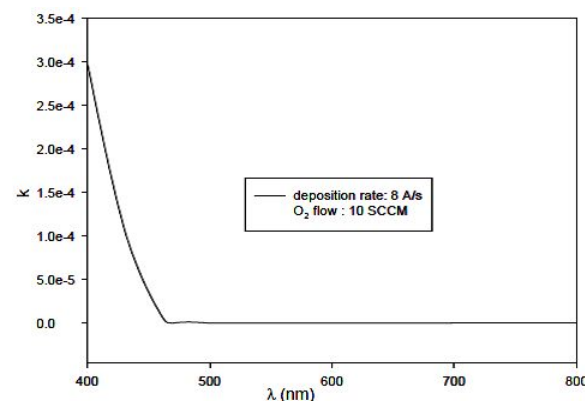
در شکل ۴ ضریب شکست لایه بر حسب طول موج در حالی که نرخ انباشت لایه در مقدار ثابت 2 \AA/S حفظ می‌شود رسم شده است. از روی این شکل آشکارا می‌توان ملاحظه کرد که بیشترین مقدار ضریب شکست مربوط کمترین مقدار شار اکسیژن، یعنی 10 SCCM است. از طرف دیگر، اگر شکل ۲ و شکل ۴ را با یکدیگر مقایسه کنیم، می‌توانیم ببینیم که ضریب شکست لایه اکسید آلومینیوم برای نمونه‌ای که با نرخ انباشت 8 \AA/S و شار اکسیژن 40 SCCM تولید شده است با ضریب شکست نمونه‌ای که با نرخ انباشت 2 \AA/S و شار اکسیژن 10 SCCM تولید شده است برابر است. برابری ضریب شکست این دو نمونه را می‌توان این چنین توجیح کرد که آن چه که روی ضریب شکست لایه اکسید آلومینیوم تأثیر می‌گذارد، نسبت مقدار O_2 به مقدار Al_2O_3 موجود در محیط است و در دو نمونه اخیر مقدار این نسبت یکی است. در مرجع [۱۹] نیز تأثیر مقدار شار اکسیژن بر ضریب شکست اکسید آلومینیوم بررسی شده است ولی آنها هیچ اشاره‌ای به مقدار نرخ انباشت نکرده‌اند.



شکل ۵. تغییرات ضریب شکست بر حسب شار اکسیژن.

شکل ۴. ضریب شکست بر حسب طول موج برای نرخ انباشت 2 \AA/S .

شکل ۷. تغییرات چگالی نسبی به صورت تابعی شار اکسیژن.

شکل ۶. ضریب خاموشی بر حسب طول موج در نرخ اکسیژن 10 SCCM و نرخ انباشت 8 \AA/S .

در لایه است. این نتیجه با آن چه در شکل ۶ نشان داده شده هم‌خوانی دارد.

هر چند از شکل‌های ۲ و ۴ می‌توان نتیجه گرفت که در یک نرخ انباشت ثابت با کاهش شار اکسیژن، ضریب شکست افزایش می‌یابد. اما شکل ۶ نشان می‌دهد که در شار اکسیژن 10 SCCM لایه اکسید آلومینیوم مقدار کمی جذب دارد، که به کمبود اکسیژن در محیط مربوط می‌شود.

برای تعیین چگالی لایه‌ها می‌توان جرم زیرلایه را قبل و بعد از لایه‌نشانی اندازه‌گیری کرد که با توجه به کم بودن جرم لایه امکان خطا زیاد است. بهتر است جرم هر نمونه را به جرم نمونه‌ای که بزرگ‌ترین جرم را دارد تقسیم کنیم و چگالی نسبی را به دست آوریم. در شکل ۷ چگالی نسبی نمونه‌ها به صورت تابعی از شار اکسیژن رسم شده است. از این شکل به وضوح

فشار باعث کاهش مسافت آزاد میانگین مولکول‌ها و در نتیجه افزایش برخورد مولکول‌ها با ذرات بخار می‌شوند. این برخوردها باعث کاهش پخش سطحی^۱ و افزایش حفره میکروسکوپی در لایه می‌شوند. در مرجع [۲۲] ضریب شکست لایه Al_2O_3 با افزایش دما از دمای محیط تا 300°C درجه از $n=1.52$ تا $n=1.65$ افزایش یافته است، که معقول به نظر می‌رسد. روش ساخت لایه در این مرجع، ALD^2 می‌باشد. در مرجع [۲۳] لایه Al_2O_3 را به دو روش کندوپاش مستقیم^۳ و واکنشی^۴ بر روی زیرلایه شیشه تولید کرده‌اند که در روش مستقیم میزان عبور در محدوده طول موج 400 nm کاهش یافته است، که به معنای وجود جذب

۱. Surface diffusion

۲. Atomic layer deposition

۳. Direct

۴. Reactive

ضریب شکست لایه‌ها توسط نرم افزار Essential Macleod از روی طیف عبوری نمونه‌ها، محاسبه شد. نتایج نشان می‌دهد که ضریب شکست با کاهش شار اکسیژن در صورتی که نرخ انباشت لایه ثابت نگه داشته شود، کاهش می‌یابد. از طرف دیگر، این لایه در شار اکسیژن پایین و نرخ انباشت بالا، مقدار کمی جذب دارد.

می‌توان دید که لایه‌ها با کاهش شار اکسیژن چگال‌تر شده‌اند که البته با توجه به شکل ۶ این افزایش چگالی به قیمت جذب لایه تمام شده است.

۴. نتیجه‌گیری

در این مقاله اثر شار اکسیژن بر روی ضریب شکست لایه اکسید آلومینیوم تولید شده توسط باریکه الکترونی بررسی شد.

مراجع

1. E Ciliberto, I Fragala, R Rizza, G Spoto, and G C Allen, *Appl. Phys. Lett.* **67** (1995) 1624.
2. K P Pande, V K R Nair, and D Gutierrez, *J. Appl. Phys.* **54** (1983) 5436.
3. P Vuoristo, T Mäntylä, P Kettunen, and R Lappalainen, *Thin Solid Films* **204** (1991) 297.
4. S Jakschik, A Avellan, U Schroeder, and J Bartha *IEEE Trans. Electron. Dev.* **51** (2004) 2252.
5. W H Ha, M H Choo, and S Lm, *Journal of Non-Crystalline Solids* **78** (2002) 303.
6. B G Segda, M Jacquet, and J P Besse, *Vacuum* **62** (2001) 27.
7. A Khanna, D G Bhat, A Harris, and B D Beake, *Surf. Coat. Technol.* **201** (2006) 1109.
8. F Fietzke, K Goedicke, and W Hempel, *Surf. Coat. Technol.* **86** (1996) 657.
9. O Zywitzki, K Goedicke, and H Morgner. *Surf. Coat. Technol.* **14** (2002) 151.
10. P V Patil, D M Bendale, R K Puri, and V Puri. *Thin Solid Films* **288** (1996) 120.
11. C H Lin, H L Wang, and M H Hon, *Thin Solid Films* **283** (1996) 171.
12. Z W Zhao, B K Tay, S P Lau, and C Y Xiao, *J. Vac. Sci. Technol. A* **21** (2003) 906.
13. M Aguilar Frutis, M Garcia, C Falcony, G Plesch, and S Jimenez Sandoval, *Thin Solid Films* **389** (2001) 200.
14. P O Nilsson, *Appl. Opt.* **7** (1968) 435.
15. R C McPhedran, L C Botten, D R McKenzie, and R P Netterfield, *Appl. Opt.* **23** (1984) 1197.
16. E A A El-Shazly, I T Zedan, and K F Abd El-Rahman, *Vacuum* **86** (2011) 318.
17. H E Atyia, and N A Hegab, *Physica B* **454** (2014) 189.
18. J S Ross, R A Mailman, D J Kester, and J D Wisnosky, *Proc. Soc. Vac. Coaters* **38** (1995) 81.
19. "Essential MacLeod", Thin Film Center Inc., Tucson, AZ, USA, <http://www.thinfilmcenter.com/>.
20. D Minkov, *J. Opt Soc. Am. A* **8** (1991) 306.
21. W C Olive and G M Pharr, *J. Mater. Res.* **7** (1992) 1564.
22. N Maiti *et al.*, *Vacuum* **85** (2010) 214.
23. S Shuzhen, C Lei, H Haihong, Y Kui, F Zhengxiu, and S Jianda, *Applied Surface Science* **242** (2005) 437.
24. K S Shamala, L C S Murthy, and K Narasimha Raob, *Materials Science and Engineering B* **106** (2004) 269.
25. S K Kim, S W Lee, C S Hwang, Y S Min, J Y Won, and J Jeong, *J. of the Electrochemical Society* **153** (2006) F 69.
26. N Reddy, V Rajagopal, N Sridhara, S Basavaraja, and A K. Shamra, *J. Matter. Sci. Technol.* **29** (2013) 929.