

ВПЛИВ УМОВ ОТРИМАННЯ НА СТАБІЛЬНІСТЬ ІНТЕРФЕРЕНЦІЙНИХ ФІЛЬТРІВ НА КРИСТАЛАХ In_4Se_3 ТА In_4Te_3

Напиленням плівкового багатошарового покриття з матеріалів Ge-SiO на підкладки In_4Se_3 та плівкового покриття з Te-SrF₂ на підкладки In_4Te_3 , одержані ІЧ-фільтри з різним положенням короткохвильової межі відрізання $\lambda_{\text{тр}}=2,7; 4,0; 6,5$ мкм. Оптимізовані температурні режими напилення та методи покращення чистоти і мікрогеометрії підкладок. Проведені структурні дослідження плівок – складових фільтрів Ge та Te. Досягнута спектральна та механічна стабільність фільтрів при кімнатних температурах та за умов охолодження до 84 К.

Ключові слова: напівпровідник, тонкі плівки, In_4Se_3 , Ge, SiO, інтерференційний фільтр.

Напылением пленочного многослойного покрытия из материалов Ge-SiO на подложки In_4Se_3 и пленочного покрытия из Te-SrF₂ на подложки In_4Te_3 получены ИК-фильтры с различным положением коротковолновой границы отрезания $\lambda_{\text{тр}}=2,7; 4,0; 6,5$ мкм. Оптимизированы температурные режимы напиления и методы улучшения чистоты и микрогеометрии подложек. Проведены структурные исследования пленок – составляющих фильтров Ge и Te. Достигнута спектральная и механическая стабильность фильтров при комнатных температурах и в условиях охлаждения до 84 К.

Ключевые слова: полупроводник, тонкие пленки, In_4Se_3 , Ge, SiO, интерференционный фильтр.

IR filters with different positions of short-cut wave $\lambda_{\text{lim}}=2,7; 4,0; 6,5$ microns by deposition of multilayer coating of Ge-SiO materials on In_4Se_3 substrates and film coating of Te-SrF₂ on In_4Te_3 substrates are obtained. Temperature regimes and methods to improve the purity and micro-geometry of substrates are optimized. Structural studies of Ge and Te films constituting the filters are carried out. Spectral and mechanical stability of the filters at ambient temperatures and under cooling to 84 K is achieved.

Keywords: semiconductor, thin films, In_4Se_3 , Ge, SiO, interference filter.

Вступ

Шаруваті кристали групи A^3B^6 - In_4Se_3 та In_4Te_3 використовуються для створення нових оптичних елементів, функціонуючих в близькій та середній ІЧ-областях [1-3]. Вони володіють інертністю поверхні до дії оточуючого середовища, високою прозорістю, легко сколюються по площині спайності (100), що дає змогу виготовляти з них тонкі пластини для підкладок [4].

Нанесенням на поверхню кристалів In_4Se_3 та In_4Te_3 тонкоплівкових просвітлюючих і багатошарових фільтруючих покриттів можуть бути створені ефективні відрізаючі та смугові фільтри для застосувань в оптичних приладах [1, 5]. При цьому велика увага приділяється досягненню високих експлуатаційних характеристик таких фільтрів, особливо у випадку призначення їх для роботи в умо-

вах охолодження. Значні труднощі, які виникають при проектуванні і виготовленні охолоджуваних фільтрів пов'язані з підбором матеріалів плівок, забезпеченням їх високої адгезії до підкладки і між собою, з помилками контролю товщини, впливом термічних напружень та зі зміною оптичних характеристик при криогенних температурах [6]. Вирішення задачі збільшення пропускання фільтра в робочій області зазвичай досягається оптимізацією багатошарової конструкції для зменшення втрат на межах окремих елементів та удосконалення технологічних процесів. Згладжування кривої пропускання здійснюється також введенням на межах інтерференційної системи з підкладкою та з повітрям корегуючих шарів різної товщини з інших матеріалів [7]. На сьогодні загальноприйнятих методик опти-

мізації оптичних властивостей інтерференційно-абсорбційних фільтрів на підкладках з різних напівпровідників не розроблено. Мало інформації про дослідження умов формування на кристалах In_4Se_3 та In_4Te_3 кріостійких інтерференційних фільтрів зі стабільними механічними та спектральними властивостями.

Отже, метою даної праці було одержання таких фільтрів з використанням різних плівкоутворюючих матеріалів, оптимізація їх конструкції, механічної міцності та спектральних характеристик.

Експериментальні дослідження і результати

Для теоретичних розрахунків конструкцій фільтруючих інтерференційних покриттів було використано стандартний матричний метод еквівалентних шарів, в якому спектральна характеристика пропускання варіюється залежно від обраних показників заломлення плівок, їх кількості та послідовності розташування в мультишарі [6]. Відомо, що контрастність фільтрів та крутизна межі відрізання значною мірою визначаються різницею показників заломлення шарів з високим n_B і низьким n_H показниками заломлення [7]. Як плівкоутворюючі речовини було обрано широко відому комбінацію матеріалів Ge-SiO (відповідно $n_B=4,0$ та $n_H=1,85$; $\Delta n=n_B-n_H=2,15$), а також матеріали Te-SrF₂ ($n_B=4,5$ та $n_H=1,35$; $\Delta n=n_B-n_H=3,15$), що значно менше використовуються. Для фільтру, який можна виготовити з шарів Te-SrF₂, забезпечується бажана велика різниця показників заломлення плівок, в той же час в літературі мало інформації про використання цих матеріалів для формування відрізаючих фільтрів, особливо на кристалах In_4Se_3 та In_4Te_3 . При розрахунках інтерференційних покриттів нами враховувалося, що показник заломлення підкладки (для In_4Se_3 $n_{\text{П}}=3,2$; для In_4Te_3 $n_{\text{П}}=3,8$ [5]) має бути проміжним між значеннями n_B та n_H мультишару, перший від підкладки шар вибирається з низьким показником заломлення, якщо $(n_{\text{П}}/n_H) > (n_B/n_{\text{П}})$, а ширина основної смуги пригнічення фонового випромінювання визначається вира-

зом: $\Delta\tau=400/\pi \cdot \{\arcsin(n_B-n_H)/(n_B+n_H)\}$ [6].

Напилення розрахованих для підкладок з In_4Se_3 та In_4Te_3 плівкових систем відрізаючих фільтрів проводилося у вакуумній установці ВУП-5 з використанням лазерного контролю товщини. Вакуум в робочому об'ємі складав значення $P=1,10^{-5}-5,10^{-6}$ Торр. Для отримання фільтру з оптичними характеристиками, близькими до розрахованих, важливу роль відіграє обраний метод контролю товщини плівок під час технологічного процесу. Як джерело світла в лазерному контролі було застосовано гелій-неоновий лазер ЛГ-126, оптичний резонатор якого може перебудовуватись на три довжини хвилі випромінювання $\lambda_1=0,63$ мкм, $\lambda_2=1,15$ мкм, $\lambda_3=3,39$ мкм. Контроль товщини плівок здійснювався фіксуванням екстремумів відбиття за показами цифрового вольтметра В7-16А і за записами протоколу напилення на самописці КСП-4. Кількість екстремумів, яка відповідає розрахованій товщині плівок, визначалась за формулою: $nd=k\lambda/4$, де nd – розрахована оптична товщина плівки; k – кількість екстремумів; λ – довжина хвилі зондуючого лазерного випромінювання.

Як підкладки для фільтрів були використані монокристали In_4Se_3 та In_4Te_3 , вирощені методом Чохральського із застосуванням ефекту Пельтьє, з яких були сколоті по площині спайності пластини товщиною 0,6–0,8 мм.

Напилення плівок-складових фільтрів проводилося методом термічного випаровування у вакуумі. Для випаровування германію використовувався випарник з графітової тканини ТМП-4, для випаровування монооксиду кремнію SiO застосовувався випарник ефузійного типу з Та, який запобігає розлітання частинок внаслідок високого тиску парів при сублимації. Телур випаровували з кінцевого фарфорового тигля, нагрітого спіраллю з вольфраму, фторид стронцію (SrF₂) випаровувався з вольфрамових човників. Випарники були закриті один від одного захисними екранами і відкидними кришками, щоб виключити взаємне підпилення матеріалів.

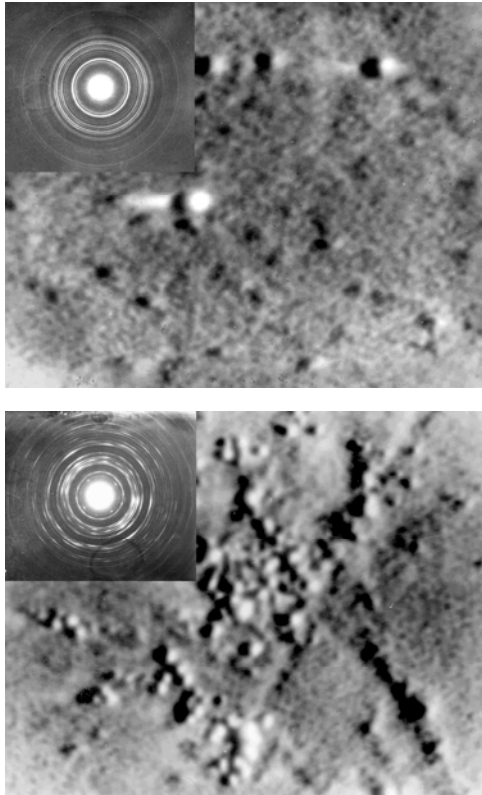


Рис. 1. Структура тонких плівок Te при різних температурах підкладки: $T_p=403$ К (а); 473 К (б).

Для забезпечення механічної міцності та оптичних параметрів плівкового багатшарового покриття важливим є знання структури плівок, особливо матеріалів з високим показником заломлення n_B . Тому були проведені електронномікроскопічні та електронографічні дослідження структури плівок Te в залежності від температури підкладки T_p . Ця технологічна температура визначає структуру і густину плівок, яка буває меншою порівняно з масивним кристалом і впливає на такі їх властивості, як термічна стійкість, оптична товщина, показник заломлення, міцність, механічні напруги. За результатами досліджень у растровому електронному мікроскопі РЕМ-100У та в електронографі ЕГ-100М було встановлено, що при температурах підкладки $T_p=393$ - 433 К одержуються аморфні та полікристалічні плівки Te (рис. 1а), а при $T_p=473$ - 493 К текстуровані зі збільшеними розмірами зерен (рис. 1б). Такі плівки краще забезпечують оптичні властивості інтерференційної системи. Саме цей режим напилення був використаний для одержання механічно стабільних при пере-

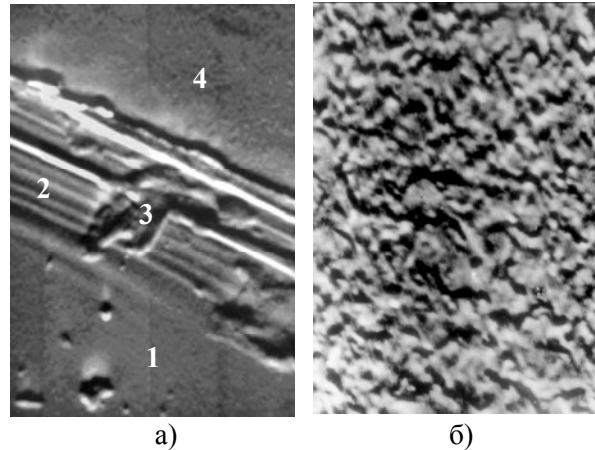


Рис. 2. Електронномікроскопічні зображення плівок – складових фільтрів на підкладці In_4Se_3 : поперечний зріз фільтра (1 – підкладка, 2 – багатшарове плівкове покриття, 3 – дефекти-мікророзриви у плівковій системі, 4 – повітря (а), морфологія поверхні плівки Ge (б).

падах температури, щільних, з малою густиною пор плівок Te , які входили до складу фільтрів на кристалах In_4Te_3 .

Були досліджені у РЕМ поперечні зрізи фільтрів на підкладках з In_4Se_3 , при цьому встановлена відповідність товщини шарів розрахованим, їхня планарність, міжшарова адгезія в системі. Водночас такі дефекти, як оптичні проколи і мікророзриви в плівках з матеріалів Ge-SiO спостерігалися на поперечних зрізах фільтрів при малих температурах підкладки ($T_p < 363$ К) і за відсутності процесу іонного травлення її поверхні (рис. 2а). Технологічний процес коректувався так, щоб зменшити основні причини деградації плівкових покриттів – внутрішні напруги, пористість плівок, абсорбцію вологи в порах. Для покращення чистоти і мікрогеометрії підкладок за допомогою іонізатору з кільцевим анодом проводили іонне травлення підкладок на протязі 5 хв при напрузі 1,2 кВ і струмі тліючого розряду $30 \div 35$ мА в атмосфері аргону.

Також підбором температури підкладки та швидкості напилення була досягнута досить досконала структура плівок з Ge , як другого, окрім Te , використаного в фільтрах матеріалу з високим показником заломлення n_B . Плівки Ge , отримані при температурі підкладки $T_p=443$ К і швидкості напилення $30 \text{ \AA}/\text{с}$, утворювали щільну полікрис-

талічну текстуру зі збільшеними зернами (рис.2б). Додатково відпалом готових фільтрів зразу після наплення при температурі 473 К протягом 1,5 год та процесом повільного охолодження до кімнатної температури вдалося позбутися згаданих вище і розривів у плівках внаслідок зниження та взаємної компенсації напруг в багат шаровому покритті.

Корекція спектральних характеристик для функціонування фільтрів при охолодженні враховувалася ще на стадії розрахунків інтерференційних покриттів. Проведено розрахунки плівкових систем, які б забезпечували задані спектральні характеристики фільтру при мінімально можливій кількості шарів. На рис.3 наведено спектральні характеристики пропускання 14-шарового фільтра на основі плівок Ge-SiO, нанесених на пластину з In_4Se_3 (ширина забороненої зони 0,65 eV) [2]. З оберненого боку підкладка просвітлювалася тришаровим просвітлюючим покриттям SiO-Ge-SiO. Така конструкція інтерференційно-абсорбційного фільтру забезпечує пригнічення випромінювання в області фону в порівняно неширокому діапазоні, відповідно до значення різниці $n_B - n_H$ для цих матеріалів. Як видно з рис.3 (крива 1), фільтри, одержані при низьких температурах підкладки та за відсутності іонного травлення, які містили дефекти (рис.2а), мали глибокі провали в спектральній характеристиці до 50–60% пропускання.

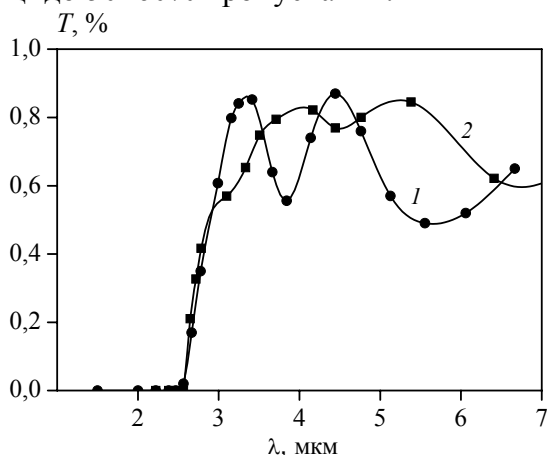


Рис. 3. Спектральні характеристики коефіцієнта пропускання фільтрів на підкладках з In_4Se_3 : крива 1 при $T_n=363$ К; крива 2 при $T_n=423$ К.

Водночас для фільтрів, одержаних за вищевказаною вдосконаленою технологією, спектральні характеристики мали середнє пропускання у робочій області на рівні >80% рис.3 (крива 2). Такі значення коефіцієнта пропускання відповідають вимогам до промисловопридатних інтерференційно-абсорбційних фільтрів.

Для отримання фільтрів з більш довгохвильовою межею відрізання було використано підкладки з In_4Te_3 . Цей матеріал має ширину забороненої зони 0,48 eV, що відповідає положенню краю власного поглинання на 2,5 мкм. Оскільки діапазон пригнічення фону в неробочій області фільтра визначається поглинанням в підкладці і в шарах, а також діапазоном високовідбиваючих дзеркал інтерференційної системи, який суттєво зростає для плівок з великим значенням $\Delta n = n_B - n_H$, були створені фільтри на основі плівок Te-SrF₂. Це дозволило отримати відрізаючі фільтри з межею відрізання $\lambda_{гр}=4,0$ мкм та $\lambda_{гр}=6,5$ мкм в більш довгохвильовій області (рис.4, крива 1), порівняно з фільтрами на плівках Ge-SiO. Дослідження температурних залежностей спектральних характеристик фільтрів показало, що при охолодженні до 84 К має місце зміщення $\lambda_{гр}$ на 3–4% у довгохвильову область, а також деяке зниження середнього пропускання у робочій області (рис.4 крива 1, 2). Це явище можна пояснити зростанням показника поглинання плівок Te при охолодженні, а також терміч-

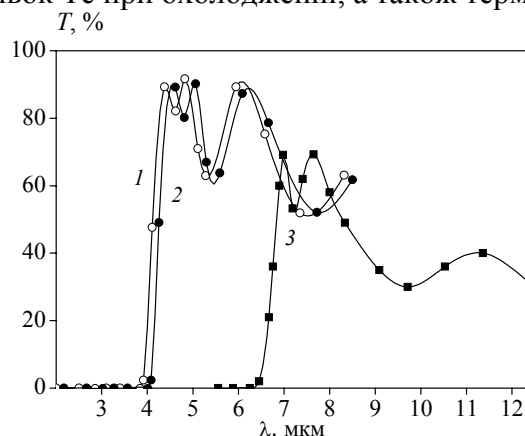


Рис. 4. Спектральні характеристики коефіцієнта пропускання фільтрів на підкладках з In_4Te_3 : криві 1, 3 при $T_n=300$ К; крива 2 при $T_n=84$ К.

ним стискуванням всіх плівок при низьких температурах, що викликає відмінність оптичних товщин та показника n_D від тих значень, які фігурували при теоретичному моделюванні спектральних кривих фільтрів. Треба зазначити, що величина зміщення спектральних кривих не перевищує значень, які висуваються відповідними стандартами до інтерференційно-абсорбційних фільтрів.

Висновки

Нанесенням інтерференційних систем плівок Ge-SiO на підкладки з In_4Se_3 та плівок Te-SrF₂ на підкладки з In_4Te_3 , одержані ІЧ-фільтри з різним положенням короткохвильової межі відрізання $\lambda_{\text{гр}}=2,7; 4,0; 6,5$ мкм. Значного просування величини $\lambda_{\text{гр}}$ в довгохвильову область вдалося досягнути конструюванням багат шарового покриття саме на основі плівок Te-SrF₂. Плівкове інтерференційне покриття з цих матеріалів здатне забезпечити широкий інтервал високовідбиваючих дзеркал в області пригнічення фонового випромінювання. Для забезпечення механічної міцності плівкового багат шарового покриття відпрацьовані температурні режими напилення та методи покращення чистоти і мікрогеометрії підкладок. Вивчені умови покращення структурної досконалості плівок Te і Ge. Оптимізацією технологічних умов нанесення плівок досягнута спектральна та механічна стабільність фільтрів при кімнатних температурах, та за умов охолодження.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Грицюк Б.Н., Мошкова Т.С., Огородник А.Д., Паренко І.М., Волянська Т.А. Твердый раствор $\text{In}_4(\text{Se}_3)_{1-x}\text{Te}_{3x}$ – материал для абсорбционных оптических фильтров // Журнал прикладной спектроскопии. – 1999. – 66 (4). – С.577-579.
2. Обедзинський Ю.К., Грицюк Б.М., Стребезев В.В., Стребезев В.М., Юрійчук І.М. Фоточутливі гетероструктури і фільтри інфрачервоного діапазону на монокристалах CdSb, In_4Se_3 // Східно-Європейський журнал передових технологій. – 2012. – 6/12(60). – С.44-46.
3. Melnychuk T.A., Strebegev V.N., Vorobets G.I. Laser synthesis of thin films and layers of In_4Se_3 , In_4Te_3 and modification of their structure // Applied Surface Science. – 2007. – 254. – P.1002-1006.
4. Гертович Т.С., Гринева С.И., Грицюк Б.Н., Огородник А.Д., Столярчук О.Т., Товстюк К.Д. Получение монокристаллов In_4Se_3 , пригодных для изготовления оптических фильтров // УФЖ. – 1982. – 27(8). – С.1191-1194.
5. Гертович Т.С., Гринева С.И., Огородник А.Д., Столярчук О.Т., Товстюк К.Д., Шарлай Е.С. Электрические и оптические свойства твердых растворов $\text{In}_4(\text{Se}_3)_{1-x}\text{Te}_{3x}$ ($0,60 < x < 1,00$) // УФЖ. – 1985. – 30 (4). – С.624-628.
6. Беляева А.И., Марушко С.Н., Храмова В.И., Яровая Р.Г. Криоустойчивые базовые многослойные покрытия для инфракрасного диапазона / Криогенное материаловедение. – Киев: Наук. думка, 1991. – С.42-48.
7. Марков Ю.Н. Широкополосные интерференционные фильтры // Оптика и спектроскопия. – 2000. – 89 (5). – С.864-865.