

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЗАИМОСВЯЗИ ИЗМЕНЕНИЙ КОЭФФИЦИЕНТОВ ПРОПУСКАНИЯ И ОТРАЖЕНИЯ ПЛЕНОК ЦИРКОНИЯ ПРИ ПРЯМОЙ ЛАЗЕРНОЙ ЗАПИСИ

Роман Игоревич Куц

Новосибирский национальный исследовательский государственный университет, 630090, Россия, г. Новосибирск, ул. Пирогова, 2; Институт автоматики и электрометрии СО РАН, 630090, Россия, г. Новосибирск, пр. Академика Коптюга, 1, техник-программист, тел. (953)890-39-36, e-mail: r.i.kuts@mail.ru

Виктор Павлович Корольков

Институт автоматики и электрометрии СО РАН, 630090, Россия, г. Новосибирск, пр. Академика Коптюга, 1, доктор технических наук, зав. лабораторией дифракционной оптики, тел. (383)333-30-91, e-mail: victork@iae.nsk.ru

Руслан Владимирович Шиманский

Институт автоматики и электрометрии СО РАН, 630090, Россия, г. Новосибирск, пр. Академика Коптюга, 1, научный сотрудник, тел. (383)333-30-91, e-mail: shimansky@iae.nsk.su

Владимир Николаевич Хомутов

Институт автоматики и электрометрии СО РАН, 630090, Россия, г. Новосибирск, пр. Академика Коптюга, 1, научный сотрудник, тел. (383)333-30-91, e-mail: v.n.homutov@gmail.com

Анатолий Иванович Малышев

Институт автоматики и электрометрии СО РАН, 630090, Россия, г. Новосибирск, пр. Академика Коптюга, 1, научный сотрудник, тел. (383)333-30-91, e-mail: v.n.homutov@gmail.com

Работа посвящена исследованию характеристик тонких металлических пленок циркония при лазерно-индуцированном окислении с целью создания технологии прямой лазерной записи высокоапертурных дифракционных оптических элементов. Для изучения оптических характеристик записанных структур использовался метод прямого детектирования пропускания микроструктур с помощью оптического микроскопа с видеокамерой. Были получены количественные характеристики зависимостей пропускания облученной пленки от плотности мощности на образцах с толщиной пленки 80 нм. Обнаружен и качественно изучен режим записи нанорешеток.

Ключевые слова: лазерная запись, тонкие пленки, дифракционные оптические элементы, окисление, микроструктуры.

EXPERIMENTAL RESEARCH OF THE RELATIONSHIP BETWEEN CHANGES OF COEFFICIENTS OF TRANSMITTANCE AND REFLECTION OF ZIRCONIUM FILMS AT DIRECT LASER WRITING

Roman I. Kuts

Novosibirsk National Research State University, 2, Pirogova St., Novosibirsk, 630073, Russia; Institute of Automation and Electrometry SB RAS, 1, Prospect Akademik Koptyug St., Novosibirsk, 630090, Russia, Technician-Programmer, phone: (953)890-39-36, e-mail: r.i.kuts@mail.ru

Victor P. Korolkov

Institute of Automation and Electrometry SB RAS, 1, Prospect Akademik Koptyug St., Novosibirsk, 630090, Russia, Head of Laboratory of Diffraction Optics, phone: (383)333-30-91, e-mail: victork@iae.nsk.ru

Ruslan V. Shimansky

Institute of Automation and Electrometry SB RAS, 1, Prospect Akademik Koptyug St., Novosibirsk, 630090, Russia, Researcher, phone: (383)333-30-91, e-mail: shimansky@iae.nsk.su

Vladimir N. Khomutov

Institute of Automation and Electrometry SB RAS, 1, Prospect Akademik Koptyug St., Novosibirsk, 630090, Russia, Researcher, phone: (383)333-30-91, e-mail: v.n.homutov@gmail.com

Anatoly I. Malyshev

Institute of Automation and Electrometry SB RAS, 1, Prospect Akademik Koptyug St., Novosibirsk, 630090, Russia, Researcher, phone: (383)333-30-91, e-mail: v.n.homutov@gmail.com

The paper is devoted to study of the characteristics of thin metal films of zirconium in laser-induced oxidation in order to create a technology for direct laser writing of high-resolution diffractive optical elements. To study the optical characteristics of the recorded structures, we used the method of direct detection of the transmission of microstructures using an optical microscope with video camera. Quantitative characteristics of the dependences of the transmission of the irradiated film on the laser beam power on samples with a film thickness of 80 nm were obtained. The regime of nano-grating formation has been found and studied qualitatively.

Key words: laser recording, thin metal films, zirconium films, diffractive optical elements, oxidation, microstructures.

Для создания дифракционных оптических элементов (ДОЭ) хорошо зарекомендовала себя технология прямой лазерной записи на тонких металлических пленках [1]. Эта технология, в отличие от изготовления ДОЭ при помощи фотошаблонов с последующим травлением, занимает меньшее количество этапов технологического производства ДОЭ.

Перед осуществлением этапа лазерной записи ДОЭ, тонкая пленка должна быть нанесена таким образом, чтобы ее толщина оставалась контролируемым параметром. Зачастую, во многих доступных методиках напыления это сделать невозможно с хорошей точностью, так как речь идет о толщинах порядка 100 нм. Каждый новый напыленный образец имеет, зачастую, случайную толщину, а малейшее изменение толщины от образца к образцу влечет совершенно разный характер процесса окисления при одинаковой падающей мощности излучения. Предлагается найти определенные критерии, по которым можно выбирать необходимые для конкретных задач условия для записи микроструктур в нужном режиме и исключить тем самым зависимость от толщины пленки.

В производстве ДОЭ методом лазерно-индуцированного окисления тонких металлических пленок хорошо зарекомендовали себя пленки переходных металлов. В частности, широко используются металлы группы хрома [2]. Однако для достижения большего пространственного разрешения необходимо, чтобы

металл обладал меньшей температуропроводностью. Тогда будет уменьшено растекание тепла от лазерного луча и записанные треки будут более узкими. Исходя из этого, наше внимание привлекли металлы группы титана, температуропроводность которых в 2–3 раза ниже, чем у металлов группы хрома.

В табл. 1 представлены основные параметры металлов групп титана и хрома.

Таблица 1

Характеристики металлов из группы Ti и хрома

Металл	$\tau \cdot 10^6, \text{m}^2/\text{c}$ (300 °C)	k (at 405 nm)	$T_{\text{плав}}, \text{°C}$	Оксиды	$T_{\text{окисл}}, \text{°C}$
Zr	12.5	2.61	1 855	ZrO ₂	2 715
Hf	12	2.65 [3]	2 233	HfO ₂	2 780
Ti	9.3	2.28	1 668	TiO ₂	1 843
Cr	29.1	2.88	1 907	Cr ₂ O ₃ CrO ₂	2 435 410–700

Во многих установках для лазерной записи технически проблематично измерять пропускание структуры без изъятия образца из установки. Контроль отражения осуществляется гораздо проще.

Цель данной работы – получить и исследовать режим равномерного сквозного окисления на пленке циркония на подложке из плавленого кварца, при котором возникают наноструктуры с периодом, равным радиальному шагу записи [3]. Составить критерий, позволяющий в процессе записи по измеренному отражению тестовой структуры, как функции от мощности, выбрать оптимальную рабочую мощность для дальнейшей записи в этом режиме на данном образце.

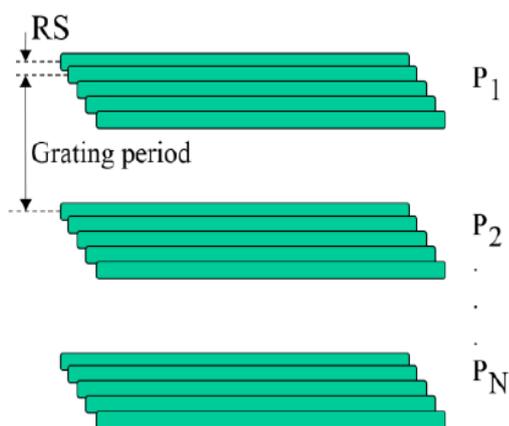


Рис. 1. Схема лазерной записи тестов:

RS – шаг записи, P_i – падающая мощность

Напыление тонкой пленки циркония осуществлялось с помощью магнетронно-распылительной системы. При этом, чтобы исключить коаксиальное распределение толщины напыленной пленки, подложка не вращалась. Таким образом, был получен равномерный клин по одной координате, что дало возможность выбрать радиальное направление без изменения толщины пленки. После нанесения тонкой металлической пленки Zr на кварцевую подложку и ее стерилизации образец помещался в круговую записывающую систему CLWS-300IAE [4] для тестовой записи структур (рис. 1) с различной мощностью лазера (от максимальной P₁ до минимальной P_N) и с разным шагом сканирования образца RS. Параметры записи представлены в табл. 2.

Параметры записи тестов на цирконии

Номер теста	1	2	3	4	5
Угловая скорость записи (оборотов в сек.)	8	8	8	8	8
Внешний радиус теста (мкм)	6 500	6 000	5 500	5 000	4 500
Линейная скорость записи (мм в сек.)	326,7	301,5	276,4	251,3	226,1
Шаг по мощности внутри теста (%)	2	2	2	2	3
Количество шагов по мощности в тесте	30	30	30	30	30
Начальная мощность (мВт)	25,9	25,9	25,9	25,9	25,9
Шаг по радиусу при заливке полосы (мкм)	0,5	0,4	0,3	0,25	0,2

Отражение сфокусированного пучка от структуры контролируется фотодиодом, находящимся в установке записи. Пропускание структуры регистрируется с помощью CCD-камеры микроскопа Zeiss Axio Imager D1M с дальнейшей обработкой изображений. Анализ полученных данных дает зависимости пропускания и отражения, как функций от мощности. Для первичного анализа структуры были сделаны микрофотографии тестов (пример на рис. 2, а, б) на оптическом микроскопе фирмы Zeiss в режимах пропускания и отражения. Видно, что существует, по меньшей мере, три режима термохимического процесса в пленке при записи. При записи с высокой мощностью (самые левые полосы) регистрируется крупнозернистая структура (рис. 2, в). Причем, чем меньше шаг сканирования, тем больше полос (шагов по мощности) соответствуют этому режиму. Возможно, это обусловлено тем, что при больших шагах, влияние каждого предыдущего прохода лазера гораздо меньше, и тогда большая часть мощности, сосредоточенной в пятне, поглощается материалом.

Режим равномерного сквозного окисления соответствует среднему диапазону мощности, увеличивающемуся с уменьшением шага сканирования. При малых мощностях пропускание и отражение структуры по сравнению с металлом почти незаметно (~1 %) Поэтому данный режим не интересен с точки зрения использования в производстве ДОЭ, работающих на пропускание.

На графиках зависимостей отражения тестов (рис. 3, а) отчетливо видны все три режима: нижняя седловина каждой зависимости соответствует режиму равномерной записи. Полосы при этом режиме записи на фотографиях отражения выглядят более темными, нежели остальные. Для тестов с шагом 0,2 и 0,5 мкм на рис. 2 и 3, а отмечены две точки – границы режима сквозного окисления. Первая точка отвечает пропаданию режима при низкой мощности записи, вторая – появлению режима со стороны высоких мощностей. Контроль именно этих точек дает на практике грубую оценку значения мощности лазера, при которой процесс окисления будет протекать в необходимом режиме равномерного сквозного окисления. Если перед записью ДОЭ предварительно нанести на пленку тестовые структуры и оценить по графику отражения значения мощности, при которой появляется и исчезает искомый режим, то, взяв середину этого диапазона, можно вести дальнейшую запись в нужном режиме. При этом, необходимо также учитывать поправки из-за радиальной зависимости линейной скорости. В данной работе это не учитывалось.

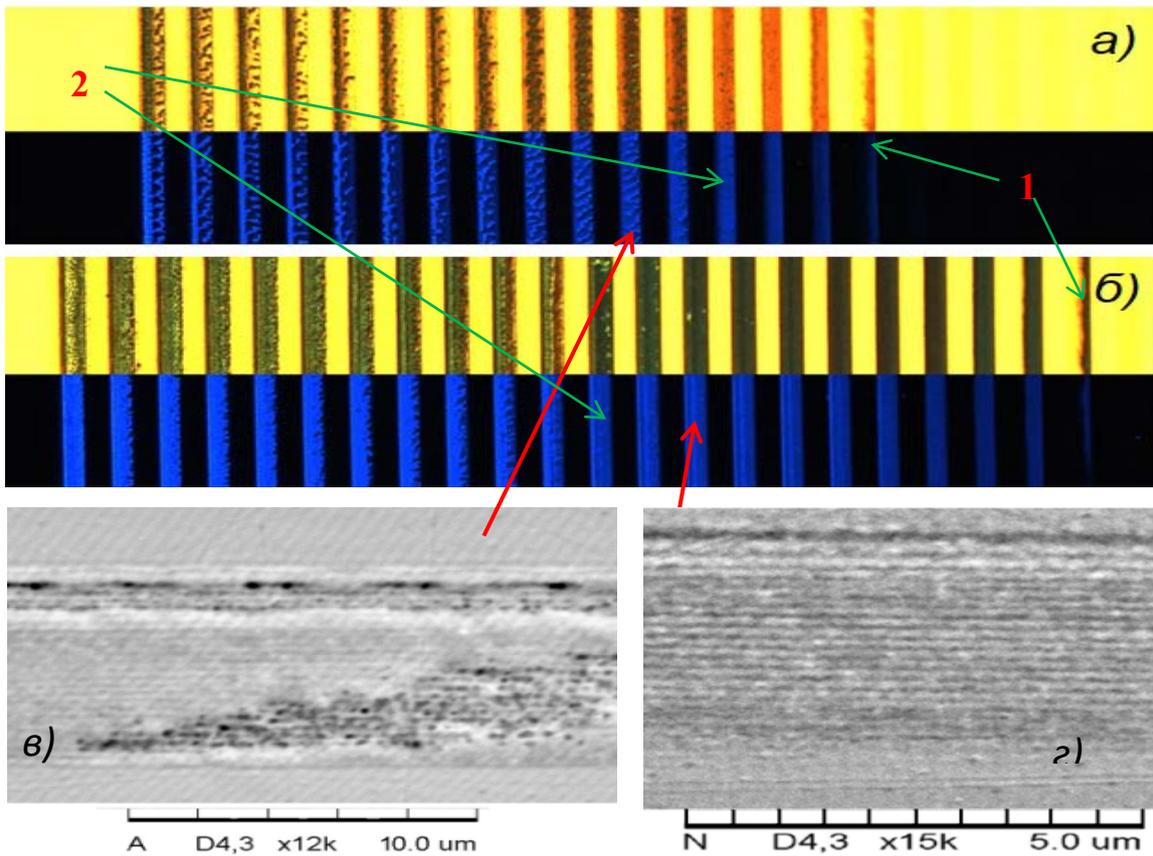


Рис. 2. Микрофотографии, сделанные на оптическом микроскопе в режиме на отражение и пропускание для тестов с шагом записи 0,5 мкм (а) и 0,2 мкм (б), микрофотографии с электронного микроскопа – дефектной области, записанной с избыточной мощностью (в) и области (г), записанной с мощностью пучка, оптимальной для режима сверхразрешения (период решетки – 200 нм)

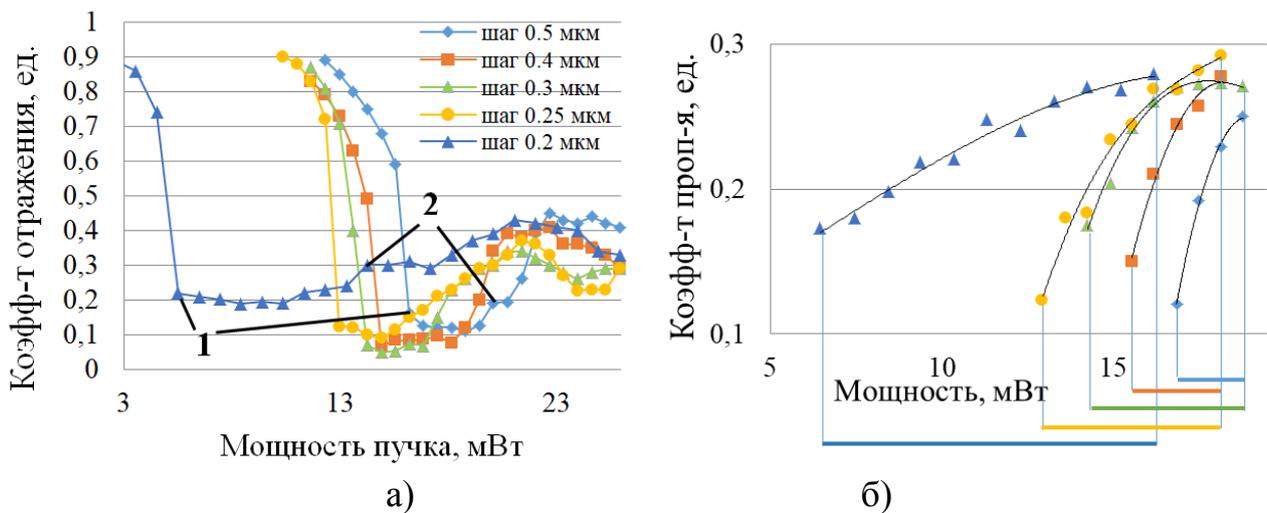


Рис. 3. Зависимость коэффициентов отражения (а) и пропускания (б) структуры от мощности записывающего излучения для разных шагов между треками при заливке полосы. Диапазоны по мощности для каждой кривой пропускания

На рис. 3, б показаны кривые пропускания структуры от мощности при различных шагах сканирования. Диапазон мощности каждой кривой выбран, соответствуя полосам в режиме сквозного окисления. Наглядно видно, что самый большой диапазон по мощности соответствует кривой с минимальным шагом сканирования (рис. 4). Это обстоятельство дает в процессе записи микроструктур свободу в выборе мощности (~ 7–15 мВт), уменьшает шанс выйти из режима при записи с мощностью, соответствующей середине диапазона в режиме сквозного окисления.

Помимо этого, более высокое увеличение этих полос (рис. 2, з) показало наличие структуры с периодом, равным шагу сканирования – так называемый режим сверхразрешения [3]. В работе [5] также получали режим равномерной записи на пленках Zr, нанесенных на стеклянную подложку, однако, таких наноструктур обнаружено не было. Структуры с периодом порядка сотен нанометров возникли [5] при использовании подложки из плавленого кварца. Это связано с тем, что температура плавления у кварца выше, чем у стекла, что позволяет производить запись при более высокой мощности и, соответственно, при более высокой температуре, не выходя из режима равномерного сквозного окисления. Предположительно, формирующиеся нанорешетки (ширина линий 70–100 нм) представляют собой параллельные трещины, формирующиеся последовательно на границе раздела металл-оксид из-за напряжений, вызванных существенно большим объемом, занимаемым оксидом по отношению к объему металла. Этот процесс требует дальнейшего количественного анализа.

По результатам работы можно сделать следующие выводы. Прямая лазерная запись микроструктур на пленке циркония толщиной 80 нм, напыленной на кварцевую подложку, выявила режим сверхразрешения – формирование структур с периодом радиального шага записи (200–500 нм).

Тестовая запись с разным шагом сканирования позволяет получить уникальные для каждого образца условия возникновения этого режима. При шаге 0,2 мкм режим сверхразрешения достигается в диапазоне падающей мощности 7–15 мВт для данной толщины пленки. Ориентировочная ширина сформированных линий лежит в пределах 70–100 нм. Размер пятна при этом равен 0,7 мкм.

В этих условиях внутри оксидированного слоя появляются явные нанорешетки, предположительно, представляющие собой трещины на границе металл-оксид. Режим сверх-

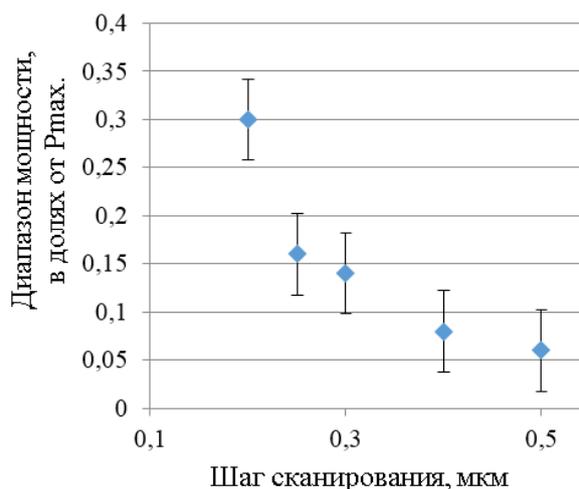


Рис. 4. Зависимость диапазона мощности режима сверхразрешения от шага сканирования

разрешения безусловно интересен в сфере производства дифракционных оптических элементов и метаматериалов и требует дальнейшего изучения.

Данная работа выполнена при финансовой поддержке РФФ (проект № 17-19-01721). В исследованиях использовано оборудование ЦКП «Спектроскопия и оптика» ИАиЭ СО РАН.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Metev S. M., Veiko V. P., Savchenko S. G. et. al. Thermochemical action of laser radiation on thin metal films // Proc. IEEE Journ. Quant. Electr. – 1981. – 17. – N 9. – P. 2004–2007.
2. Коронкевич В. П., Полещук А. Г., Чуринов Е. Г., Юрлов Ю. И. Лазерная термохимическая технология синтеза дифракционных оптических элементов в пленках хрома // Квантовая электроника. – 1985. – 12. – № 4. – С. 755–761.
3. V. P. Korolkov, A. G. Sedukhin, D. A. Belousov, R. V. Shimansky, V. N. Khomutov, S. L. Mikerin, E. V. Spesivtsev and R. I. Kuts. Increasing the spatial resolution of direct laser writing of diffractive structures on thin films of titanium group metals // Proc. SPIE 11030, 110300A.
4. Poleshchuk A. G., Churin E. G., Koronkevich V. P., Korolkov V. P., Polar coordinate laser pattern generator for fabrication of diffractive optical elements with arbitrary structure// Applied Optics. – 1999. – V. 38. – № 8. – P. 1295–1301.
5. Korolkov V. P., Mikerin S. L., Okotrub K. A., Sametov A. R., Malyshev A. I. High-resolution laser fabrication of amplitude diffractive structures on thin metal films. – Proc. SPIE, V. 10823–108230X.

© П. И. Куц, В. П. Корольков, Р. В. Шиманский, В. Н. Хомутов, А. И. Малышев, 2019