

РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК
СИБИРСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ
А В Т О М Е Т Р И Я

№ 1

1997

УДК 535.51 : 541.1

М. И. Абаев, С. Р. Пустотина
(Санкт-Петербург)

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ОКИСЛЕНИЯ
АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ МЕТОДОМ ЭЛЛИПСОМЕТРИИ**

На примере исследования процесса высокотемпературного окисления алюминиевых сплавов показана высокая эффективность предложенного ранее метода получения аналитических решений для всех параметров однослойной системы.

В исследованных сплавах АК-4, АЛ-9, АЛ-26 и АЛ-27 основной примесью является магний. В процессе окисления при повышенных температурах примесь, как правило, мигрирует к поверхности, что приводит применительно к методу эллипсометрии к изменению оптических свойств подложки. По этой причине в данной работе использовалась методика измерения эллипсометрических параметров Δ и Ψ в двух диэлектрических жидкостях на «согласованных» по закону Снеллиуса углах падения. Полученные таким способом результаты позволяют пользоваться аналитическими решениями для всех параметров однослойной системы [1, с. 20—26].

Образцы представляли собой диски диаметром 10 мм и толщиной 4 мм. Торцевая поверхность тщательно полировалась масляной суспензией абразива АСМ 0,5/0 на текстолитовом полировальнике.

Для измерений использовался бензол ($n = 1,4949$) и гексан ($n = 1,3721$) при трех парах углов падения: $55^\circ 00'$ и $63^\circ 11'$; $60^\circ 00'$ и $70^\circ 39'$; $65^\circ 00'$ и $80^\circ 54'$. Первые измерения проводились при исходном состоянии поверхности, отнесенном к температуре 20°C . Затем образцы отжигались в течение 1 ч при температурах 100, 200, 300 и 400°C . После каждого отжига измерялись эллипсометрические параметры Δ и Ψ на эллипсометре ЛЭФ-2М в кювете с гибкими стенками [1, с. 12]. При этом прилагались все возможные усилия для того, чтобы рабочий световой пучок эллипсометра попадал в одно и то же место поверхности образца.

При обработке экспериментальных результатов предполагалось, что окисный слой является однородным и диэлектрическим.

$t, ^\circ\text{C}$	АК-4			АЛ-9		
	N_0	n_1	$d, \text{нм}$	N_0	n_1	$d, \text{нм}$
20	1,59—i6,50	1,49	6,0	1,91—i6,30	1,52	5,0
100	1,59—i6,50	1,49	450	1,96—i6,23	1,51	410
200	1,48—i6,10	1,38	1210	2,07—i6,10	1,53	790
300	1,47—i6,05	1,37	2270	2,25—i5,93	1,52	1200
400	1,47—i6,01	1,49	4040 (4730)	2,46—i5,70	1,41	2150 (2680)
$U, \text{эВ}$	0,16			0,12		
$d_0, \text{нм}$	$6,11 \cdot 10^4$			$1,64 \cdot 10^4$		

Продолжение таблицы

$t, ^\circ\text{C}$	АЛ-26			АЛ-27		
	N_0	n_1	$d, \text{нм}$	N_0	n_1	$d, \text{нм}$
20	2,41—i5,02	1,32	1,3	2,63—i5,56	1,45	5,3
100	2,31—i4,97	1,43	460	2,57—i5,44	1,41	560
200	2,20—i4,90	1,50	770	2,48—i5,24	1,44	830
300	2,10—i4,78	1,41	1070	2,36—i5,00	1,43	1080
400	1,98—i4,60	1,38	1520 (2100)	2,15—i4,75	1,41	1460 (1940)
$U, \text{эВ}$	0,085			0,080		
$d_0, \text{нм}$	$6,4 \cdot 10^3$			$4,7 \cdot 10^3$		

Результаты измерений обрабатывались с помощью программы, составленной по формулам (1-34)—(1-39) из работы [1, с. 22, 23], что позволило определить значения оптических констант подложки $N_0 = n_0 - ik_0$, окисного слоя n_1 и его толщины d . Для каждой температуры отжига можно получить три набора таких параметров, что дает возможность оценить относительную точность их значений примерно 0,2—0,3 %.

Далее в предположении, что n_0 и k_0 плавно зависят от температуры отжига, вычисленные значения этих величин обрабатывались методом наименьших квадратов, что привело к уточненным значениям N_0 . Последние использовались для нового, уточненного вычисления параметров слоя n_1 и d по программе № 8510 [1, с. 141]. За истинные значения толщины с учетом числа периодов выбирались те, которые имели меньшее значение мнимой части [1, с. 23].

Полученные таким образом данные сведены в таблицу.

При больших толщинах окисного слоя, соответствующих температуре отжига 400 °С, выбор значения толщины не удавалось сделать однозначно, по-видимому, из-за влияния экспериментальных ошибок. Поэтому в таблице для этой температуры отжига приведены два примерно равнообоснованных значения d .

Оказалось далее, что температурная зависимость толщины окисного слоя для температур отжига от 100 до 400 °С удовлетворительно описывается уравнением $d = d_0 \exp(-U/kT)$. Определенные из экспериментальных данных значения d_0 и U также приведены в таблице. Отмеченные скобками значения толщины для температуры отжига 400 °С не укладываются в эту зависимость.

Сам факт реализации указанного вида температурной зависимости толщины показывает, что за выбранное время отжига (1 ч) рост окисного слоя при температурах 100—400 °С заканчивается.

Общие результаты работы свидетельствуют о том, что полученные в [1, с. 20—26] аналитические решения обратной задачи эллипсометрии для всех параметров однослойной системы позволяют эффективно анализировать подобные системы даже в тех случаях, когда под воздействием внешних факторов меняются все параметры изучаемой отражающей системы.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Пшеницын В. И., Абаев М. И., Лызлов Н. Ю. Эллипсометрия в физико-химических исследованиях. Л.: Химия, 1986.

Поступила в редакцию 15 ноября 1996 г.