

بررسی اثر دمای بازپخت روی خواص اپتیکی، زبری و آستانه تخریب لیزری لایه های TiO_2

مشایخی اصل، علی^۱؛ ملکی، محمد هادی^۲؛ مرعشی، سید پیروز^۳

^۱دانشکده علوم پایه، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران مرکزی

^۲پژوهشکده لیزر و اپتیک، پژوهشگاه علوم و فنون هسته ای، انتهای خیابان کارگر شمالی

^۳دانشکده مهندسی معدن و متالوژی، دانشگاه امیرکبیر (پلی تکنیک تهران)

چکیده

در این تحقیق، بهبود آستانه تخریب لیزری برای لایه های نازک TiO_2 با استفاده از فرآیند بازپخت حرارتی در کوره بازپخت، مورد مطالعه قرار گرفته است. لایه نشانی نمونه ها به روش تبخیر باریکه الکترونی انجام گرفت. سپس نمونه هادر دماهای ۳۰۰، ۴۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۲ ساعت در شرایط خلأ بازپخت شده و تست آستانه تخریب روی نمونه انجام گرفت. همچنین طیف اپتیکی نمونه ها با استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر و زبری سطح با استفاده از دستگاه SPM بدست آمد. مشخص گردید که آستانه تخریب لیزری نمونه ها پس از بازپخت افزایش محسوسی یافته است که علت اصلی آن ناشی از چگال تر شدن لایه بعد از فرایند بازپخت می باشد. همچنین دامنه شدت طیف عبوری نیز به دلیل تغییر ضریب شکست به مقدار بسیار کمی بالاتر رفته است.

Investigation of annealing effect on the optical properties, roughness and laser damage threshold of TiO_2 layers

Mashayekhi Asl, Ali¹; Maleki, Mohammad Hadi²; Marashi, Seyed Pirooz³

¹ Faculty of Sciences, Islamic Azad University Central Tehran Branch

² Laser and Optics Research School, Nuclear Science and Technology Research Institute, P.O.Box.11365-8486, Tehran

³ Department Mining & Metallurgical Engineering, Amirkabir University of Technology (Tehran Polytechnic)

Abstract

In this paper, optimize of laser damage threshold for TiO_2 thin films by annealing process in annealing oven is investigated. Coating was done by electron gun evaporation. Then, Samples were annealed in 300, 400 and 600 °C, in vacuum for 2 hour. Then, laser damage threshold of the samples was measured. We, also, measured of optical spectra and roughness by Spectrophotometer and SPM. We find that damage threshold and roughness of the samples are increased by increase annealing temperature. Transmittance of the samples are increased by increase annealing temperature, too. It caused by difference in coefficient of refraction.

PACS No (81.15.Ef)

داده است، این روش هنگامی به کار برده می شود که عرض پالس، ولتاژ و دیگر ویژگی ها در تمام موارد یکسان باشد. در اینجا کافی است شدت لیزر ورودی را در هر مورد اندازه گیری و مقایسه نمود، شدت بالاتر معادل آستانه تخریب بالاتر است، همچنین برای بررسی تغییرات احتمالی اثر بازپخت روی طیف اپتیکی و زبری سطح لایه ها، نمونه ها با استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر و میکروسکوپ پروبی روبشی مورد ارزیابی قرار گرفتند.

روش انجام آزمایش

زیر لایه ها از جنس شیشه BK7 بوده و برای تمیز کاری، در ابتدا زیر لایه ها به مدت ۱۵ دقیقه در محلول اسید کلریدریک ۰/۰۲ مولار در دستگاه فراصوتی جرم گیری نموده و سپس به مدت ۱۵ دقیقه، در محلول استون در دستگاه فراصوتی قرار داده و سپس با آب مقطر شستشو شدند. در پایان زیر لایه ها توسط گاز نیتروژن خالص خشک شدند.

پس از تمیز کاری زیر لایه ها، داخل محفظه لایه نشانی شده و لایه نشانی با استفاده از دستگاه لایه نشانی سیلا ۹۰ طبق شرایط جدول شماره یک انجام گردید. در این لایه نشانی از چشمه TiO_2 با خلوص ۹۹/۹۹٪ استفاده گردید. برای دستیابی به استوکیومتری مناسب در حین لایه نشانی گاز اکسیژن با فشار ۱۵ Sccm وارد محفظه لایه نشانی گردید. پس از انجام لایه نشانی، نمونه ها به مدت دو ساعت در کوره خلأ در دماهای ۳۰۰، ۴۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی گراد بازپخت گردیدند. آهنگ افزایش دما برای تمامی نمونه ها ثابت و برابر $30^{\circ}C.min^{-1}$ بود.

در ادامه آستانه تخریب نمونه ها با استفاده از لیزر ۱۰۶۴ نانومتر اندازه گیری گردید. همچنین برای بررسی طیف عبوری نمونه ها نیز با استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر واریان مدل Carry6000i، بدست آمد. در پایان نیز، با استفاده از دستگاه آنالیز SPM ساخت شرکت DME مورفولوژی سطح لایه، جهت بررسی تاثیر دمای بازپخت روی زبری سطح لایه، مورد بررسی قرار گرفت

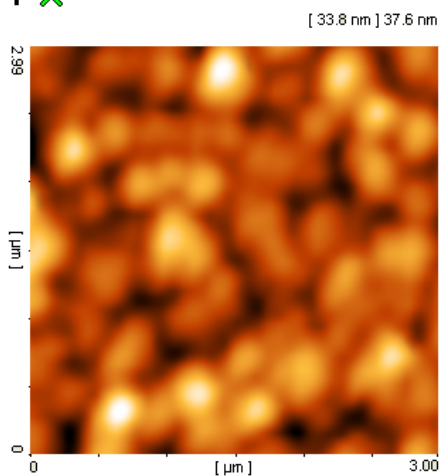
در دهه های اخیر تحقیقات گسترده ای برای خواص اپتیکی، خواص الکترونیکی، ظرفیت نواری پهن و پایداری شیمیایی دی اکسید تیتانیم (TiO_2) صورت گرفته است. فیلم های بلوری شده TiO_2 کاربرد های گوناگونی در صنایع اپتیک [۱]، سلول های خورشیدی [۲]، کاربردهای دی الکترونیک [۳]، خود پاک کننده ها [۴]، لایه های فوتوکاتالیتیک [۵]، لایه نشانی های محافظ و در وسائل میکروالکترونیک [۶] دارند و هر روز نقش پررنگ تری را در صنایع مختلف ایفا کرده و تحقیقات بیشتری پیرامون این دی الکترونیک با ارزش صورت می گیرد. TiO_2 می تواند به صورت لایه آمورف و همچنین سه فاز کریستالی وجود داشته باشد: آاناتاز (چهار وجهی)، بروکیت (راست گوشه) و روتایل (چهار وجهی). تنها فاز روتایل در دماهای بالا، پایدار است. ضرایب شکست آاناتاز و روتایل در طول موج ۵۰۰ nm به ترتیب ۲/۵ و ۲/۷ است. ساختار آاناتاز در دماهای حدود $350^{\circ}C$ بدست می آید و دماهای بین $400^{\circ}C$ و $800^{\circ}C$ فاز روتایل هم وجود دارد و در دماهای بالاتر تنها ساختار روتایل حضور دارد. روش های مختلفی برای انباشت TiO_2 وجود دارد، تبخیر توسط باریکه الکترونی [۷]، انباشت به کمک باریکه یونی [۸]، کندوپاش مگنترون واکنشی DC [۹]، کندوپاش مگنترون واکنشی RF [۱۰ و ۱۱]، از آن جمله اند. خواص فیلم های دی اکسید تیتانیم تنها به روش های تهیه آن ها وابسته نیست، بلکه به شرایط انباشت نیز وابسته است.

تنوری فرآیند

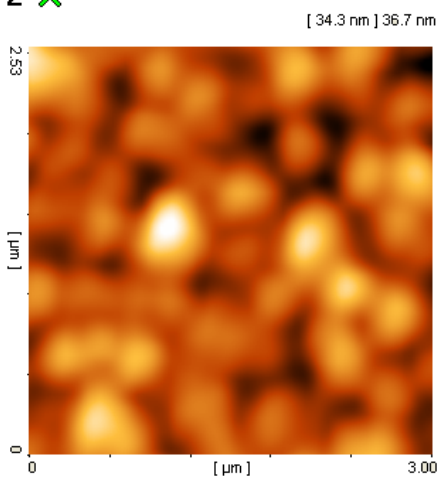
در این تحقیق فرآیند بهبود آستانه تخریب لیزری برای لایه های TiO_2 با استفاده از فرآیند بازپخت حرارتی مورد مطالعه قرار گرفته است. لایه نشانی نمونه ها به روش تبخیر باریکه الکترونی انجام گرفت. نمونه هادر دماهای ۳۰۰، ۴۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۲ ساعت در شرایط خلأ بازپخت شده و تست آستانه تخریب روی نمونه انجام گرفت.

یکی از روش های بررسی آستانه تخریب، مقایسه توان های متوسطی است که در آن عمل تخریب برای هر کدام از نمونه ها رخ

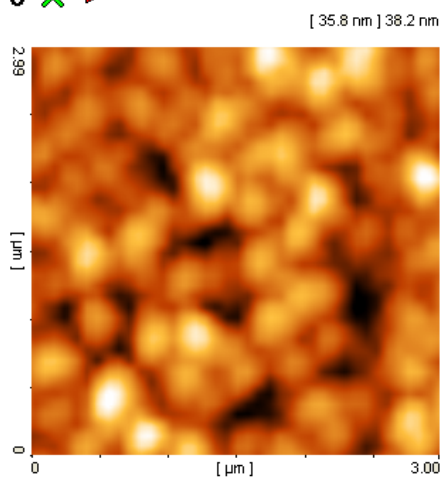
1 X



2 X



3 X →

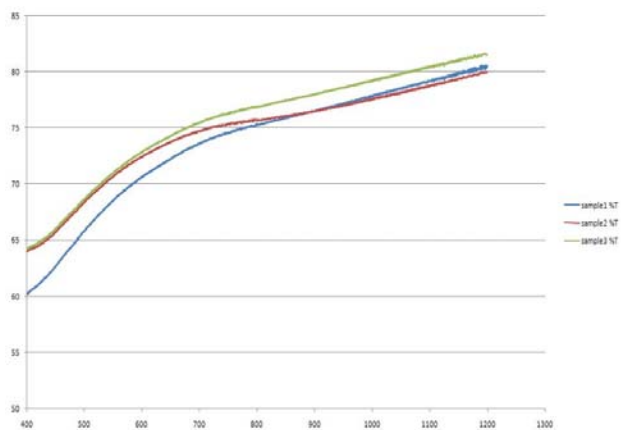


جدول ۱: شرایط لایه نشانی لایه TiO_2

مقدار	پارامتر	*
4×10^{-4}	فشار اولیه (تور)	۱
9×10^{-6}	فشار کاری (تور)	۲
۸/۵	ولتاژ (کیلو ولت)	۳
۱۲۰	جریان (میلی آمپر)	۴
۱۱۵	فلوی گاز (sccm)	۵
۲۰۰	دمای زیرلایه ($^{\circ}C$)	۶
۴۰۰	ضخامت (nm)	۷
۰/۳	آهنگ رشد ($^{\circ}A.s^{-1}$)	۸

جدول ۲: آستانه تخریب لیزری برای نمونه های بازپختی

نمونه ها	دمای بازپخت ($^{\circ}C$)	توان آستانه تخریب (j)
نمونه ۱	۳۰۰	۵.۵
نمونه ۲	۴۰۰	۶.۲
نمونه ۳	۶۰۰	۷



شکل ۱: طیف عبوری نمونه های بازپختی TiO_2

شکل ۲: مورفولوژی سطح لایه TiO_2

- titanium oxide thin films, *Surface Science* **507-510** (2002) 468-472
- [۷] M. H. Habibi, N. Talebian, J. H. Choi, "The effect of annealing on photocatalytic properties of nanostructured titanium dioxide thin films," *Dyes and Pigments*, vol. **73**, 2007, pp. 103-110.
- [۸] C. Yang, H. Fan, Y. Xi, J. Chen, Z. Li, "Effects depositing temperatures on structure and optical properties of TiO₂ film deposited by ion beam assisted electron beam evaporation" *Applied Surfac Science*, vol. **254**, 2008, pp. 2685-2689.
- [۹] C. J. Tavares, J. Vieira, L. Rebouta, G. Hungerf Coutinho, V. Teixeira, J.O. Carneiro, A.J. Fer "Reactive sputtering deposition of photocatalytic TiO₂ thin films on glass substrates," *Mater. Sci. Eng., B*, vol. **138**, 2007, pp. 139-143.
- [۱۰] Y. M. Sung, H. J. Kim, "Sputter deposition and surface treatment of TiO₂ films for dye-sensitized solar cells using reactive RF plasma," *Thin Solid Films*, vol. **515**, 2007, pp. 4996-4999.
- [۱۱] S. B. Amor, G. Baud, M. Jacquet, N. Pichon, «Photoprotective titania coatings on PET substrates" *Surf. Coat. Technol.*, vol. **102**, 1998, pp.63-72.
- [۱۲] M. S. Ghamsari, A. R. Bahramian, "High transparent sol-gel derive nanostructured TiO₂ thin film," *Materials Letters*, vol. **62**, 2008, pp 361-364.
- [۱۳] Z. Wang, U. Helmersson and P. O. Käll, "Optical properties of anatase TiO₂ thin films prepared by aqueous sol-gel process at low temperature," *Thin Solid Films*, vol. **405**, 2002, pp. 50-54.
- [۱۴] H. Sun, C. Wang, S. Pang, X. Li, Y. Tao, H. Tang, Liu "Photocatalytic TiO₂ films prepared by chemical vapor deposition at atmosphere pressure," *J. Non Cryst. Solids*, vol. **354** 2008, pp. 1440-144.

نتیجه گیری

در جدول شماره دو آستانه تخریب لیزری برای نمونه های بازپختی نشان داده شده است. مشاهده می شود که با افزایش دما آستانه تخریب لیزری نیز افزایش یافته است. علت اصلی آن چگال تر شدن لایه بعد از فرایند بازپخت می باشد. به عبارتی دیگر لایه از حالت تخلخل به حالت چگال تبدیل می شود. توضیح آنکه بر خلاف روش کندوپاش، ماهیت لایه های تشکیل شده به روش تبخیری، تخلخل می باشد.

شکل یک نیز شدت طیف عبوری را در بازه ۴۰۰-۱۴۰۰ نانومتر، برای سه نمونه نشان می دهد. مشاهده می شود که با افزایش دما مقدار شدت به مقدار بسیار کمی افزایش یافته است. این به دلیل تغییر ضریب شکست نمونه ها می باشد که خود به دلیل چگال تر شدن لایه می باشد.

شکل دو نیز مورفولوژی سطح نمونه ها را نشان می دهد زبری سطح نمونه ها با افزایش دما به ترتیب ۳۳/۸، ۳۴/۳، و ۳۵/۸ می باشد. مشاهده می شود که مقدار زبری، مطابق انتظار با افزایش دمای بازپخت افزایش یافته است.

مرجع ها

- [۱] H. K. Pulker, "Coatings on Glass," Elsevier , Amsterdam, 1999.
- [۲] Y. M. Sung, H. J. Kim, "Sputter deposition and surface treatment of TiO₂ films for dye-sensitized solar cells using reactive RF plasma," *Thin Solid Films*, vol. **515**, 2007, pp. 4996-4999.
- [۳] W. Yang, C. A. Wolden, "Plasma-enhanced chemical vapor deposition of TiO₂ thin films for dielectric applications," *Thin Solid Films*, vol. **515**, 2006, pp.1708-1713.
- [۴] C. Euvananont, C. Junin, K. Inpor, P. Limthongkul, C. Thanachayanont "TiO₂ optical coating layers fo cleaning applications," *Ceramics International*, vol. **34**, 2008, pp. 1067-1071.
- [۵] C. J. Tavares, J. Vieira, L. Rebouta, G. Hungerford, P. Coutinho, V. Teixeira, J.O. Carneiro, A.J. Fernandes, "Reactive sputtering deposition of photocatalytic TiO₂ thin films on glass substrates," *Mater. Sci. Eng., B*, vol. **138**, 2007, pp. 139-143.
- [۶] C. Baban , Raluca Gavrila , M. Modreanu , G.I. Rusu, On the structure, morphology and electrical conductivities of