

用于激光器上的某些氧化物 薄膜折射率的研究

金林法 章宏芬 杨本祺

(中国科学院上海光机所)

提要: 本文报导了 TiO_2 、 ZrO_2 、 Ta_2O_5 、 SiO_2 薄膜的折射率在不同蒸发条件下的研究结果。

Research on refractive index of some oxide films used in lasers

Jin Linfa, Zhang Hongfen, Yang Benqi

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Academia Sinica)

Abstract: This paper reports the results on a detailed investigation of the refractive index of TiO_2 , ZrO_2 , Ta_2O_5 , SiO_2 films at different evaporation conditions.

一、引言

用于激光的薄膜必须是低损耗高强度,所以往往采用氧化物薄膜,目前经常使用的有 TiO_2 、 ZrO_2 、 Ta_2O_5 和 SiO_2 等四种材料。这四种氧化物薄膜的折射率受沉积条件(气压、基板温度、蒸发速率)和膜层的烘烤的影响^[1],因此,各种资料上发表的数据相差较大,也不够完整^[2]。

为了研究沉积工艺对薄膜折射率的影响,我们研究了基板温度和真空室内气压对上述四种材料薄膜折射率的影响,并测定了在真空室内放气前后和经 400°C 烘烤后三种情况下薄膜折射率的变化。

二、折射率的测量

1. 真空室内薄膜折射率的测量

采用“光度法”来测定真空室内的薄膜折射率,即测量薄膜反射率极值,然后经计算得到折射率。对于一层 $\lambda/4$ 光学厚度的薄膜,其折射率 n_f 与薄膜反射率极值 R_f 有如下关系

$$n_f = \sqrt{n_s \cdot \frac{1 + \sqrt{R_f}}{1 - \sqrt{R_f}}}$$

式中 n_s 为基板折射率。 R_f 是用反射控制法测量控制波长的最大反射率 R 计算而得,由于这个 R 值包括基板另一个面的反射率 R_s ,

收稿日期: 1983年5月31日。

所以须考虑多次反射,即

$$R_f = \frac{R - R_s}{1 - 2R_s + RR_s}$$

若基板为 K_9 玻璃, $R_s \approx 0.0421$ 。在涂膜时只要测量得到 R 值,则可算出在真空室内薄膜的折射率 n_f 。

为了消除膜厚控制时测定 R_f 的误差,一定要测出控制波长处的最大反射率。因为薄膜涂厚以后,即其光学厚度超过 $\lambda/4$,反射率又要变小,所以不用涂膜停止时的实际反射,而采用最大反射率来计算折射率。

为了了解薄膜吸收,对测定折射率的影响作如下计算。首先假定没有吸收时,薄膜的折射率为 2.20,再分别给一定的吸收,计算其透过率和反射率,再求出折射率。结果见表 1。

表 1 各种消光系数下的薄膜折射率

消光系数	n_R	n_T
0	2.20	2.20
1×10^{-5}	2.20	2.20
1×10^{-4}	2.20	2.20
1×10^{-3}	2.199	2.203
5×10^{-3}	2.197	2.213
1×10^{-2}	2.194	2.226
5×10^{-2}	2.173	2.330
1×10^{-1}	2.152	2.459

表 1 中的 n_R 是直接用反射率计算到的折射率, n_T 是先得到透过率值,再求得反射率,最后计算得到折射率。从表 1 数据可以看到:薄膜存在吸收时,直接用反射率计算得到的折射率偏小,而用透射率间接计算得到的折射率则偏大,但前者比后者误差小些。在消光系数小于 5×10^{-3} 时,用反射控制计算得到的折射率误差很小,可忽略不计。 TiO_2 、 Ta_2O_5 和 ZrO_2 这三种材料,在一般情况下消光系数远小于 5×10^{-3} ,故用光度法测量折射率时不必考虑薄膜的吸收影响。

2. 在真空室外的薄膜折射率测量

在真空室外(即大气中)虽然仍可用光度

法来测量薄膜折射率,但考虑到薄膜厚度控制的误差以及薄膜色散的影响,我们不用这种方法,而是用布儒斯特角测量法^[3]。这种方法除了比激光椭圆偏光仪方便外,还可以测量薄膜的色散曲线。

我们用光度法和布儒斯特角法进行了对照测量,把厚度基本相等的三块样品,利用反射率测量仪求得其反射率极值处的波长和反射率,又在镀膜机上利用反射控制测量系统求得该波长处的反射率,然后各自计算折射率,最后用布儒斯特角法求得该波长处的折射率。发现这三组数据偏差很小。说明这两种方法测量到的折射率是可信赖的。结果见表 2。

表 2 两种方法测到的折射率(n)

样 品	方 法		
	光 度 法		布儒斯特角法
	反射率仪	镀膜机上	
9-13	1.473	1.476	1.475
9-14 上	1.464	1.462	1.465
9-14 下	1.464	1.462	1.463

三、实验和结果

实验是在 BA-510 镀膜机上进行的。利用自制的磁偏转电子枪蒸发四种材料,所有样品都以 K_9 玻璃为基板。

在研究真空室内气压对折射率的影响时,我们保持基板温度在 250°C 和一定的蒸发速率,测定在各种气压下的折射率;在研究基板温度对折射率的影响时,保持 3×10^{-4} 托的真空度和一定的蒸发速率,测定在各种基板温度下的折射率。当真空度达到 2×10^{-5} 托时对材料进行预熔,在正式涂制时利用针阀通入适量的空气来保持所需要的气压。为了保证实验的一致性,严格保证操作条件的稳定是非常重要的。

四种氧化物薄膜的折射率测量结果示于

图1~8。测量波长为630微米,图中的(a)表示真空室内测量到的折射率,(b)表示放气后利用布儒斯特角法测量到的折射率,(c)则表示经过8小时400°C烘烤后的折射率。

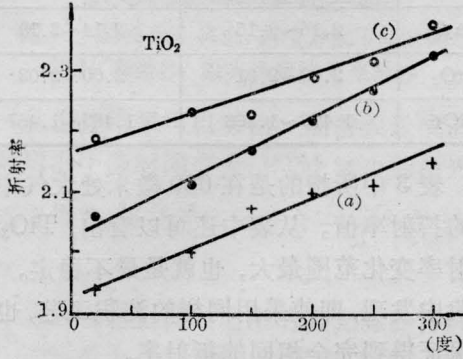


图1 TiO_2 膜层折射率随基板温度的变化曲线
(真空: 3×10^{-4} 托, 蒸速: 2分钟)

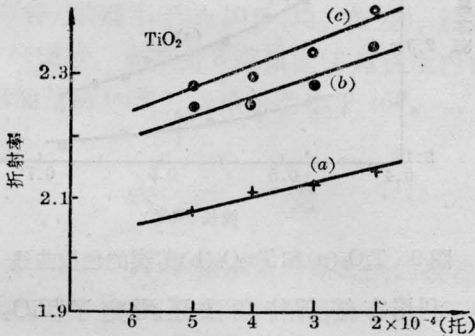


图2 TiO_2 膜层折射率随真空度的变化曲线
(基温: 250°C, 蒸速: 2分钟)

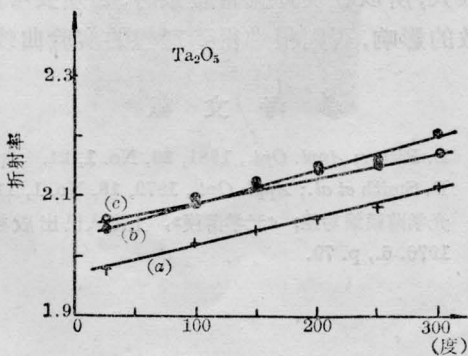


图3 Ta_2O_5 膜层折射率随基板温度的变化曲线
(真空: 3×10^{-4} 托; 蒸速: 1分40秒)

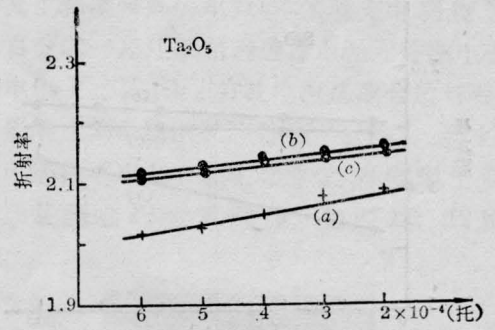


图4 Ta_2O_5 膜层折射率随真空度的变化曲线
(基温: 250°C; 蒸速: 1分40秒)

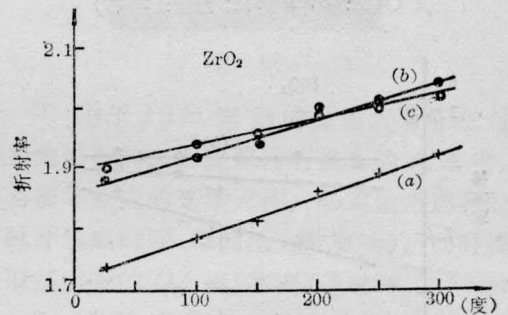


图5 ZrO_2 膜层折射率随基板温度的变化曲线
(真空: 3×10^{-4} 托; 蒸速: 1分钟)

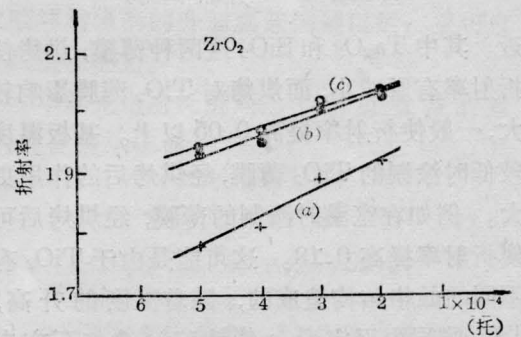


图6 ZrO_2 膜层折射率随真空度的变化曲线
(基温: 250°C; 蒸速: 1分钟)

由上面图中资料可看到,不管在什么淀积工艺下,真空室内薄膜折射率都比放气后的小。

从以上图中还可以看到,400°C烘烤对 Ta_2O_5 、 ZrO_2 和 SiO_2 三种薄膜的折射率影响较小,所以图中的(b)曲线和(c)曲线比较接近。

表 3 四种薄膜在通常条件下的折射率(n)

材 料	条 件	
	2~3×10 ⁻⁴ 托 250°C	3×10 ⁻⁴ 托 200°C~300°C
TiO ₂	2.34~2.28	2.22~2.33
Ta ₂ O ₅	2.16~2.15	2.14~2.19
ZrO ₂	2.03~2.01	2.00~2.02
SiO ₂	1.472~1.466	1.463~1.467

表 3 中所指的是在 630 微米处大气中测定的折射率值。从表中还可以看出, TiO₂ 的折射率变化范围最大, 也就是最不稳定。在实验中发现, 即使采用同样的淀积工艺, 也很难保证得到完全相同的折射率。

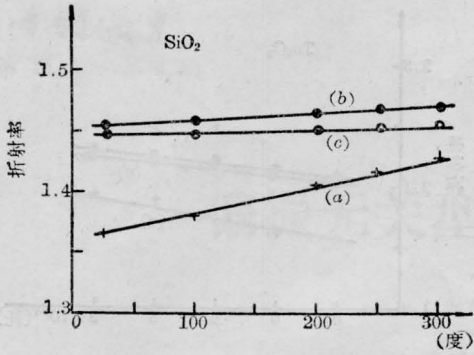


图 7 SiO₂ 膜层折射率随基板温度的变化曲线
(真空: 3×10⁻⁴托; 蒸速: 25秒)

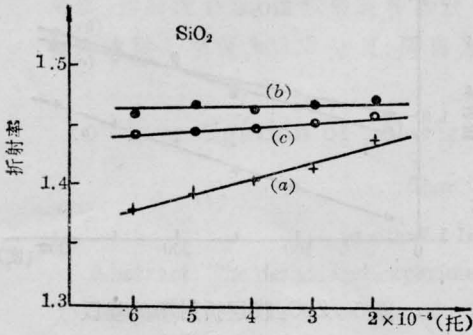


图 8 SiO₂ 膜层折射率随真空度的变化曲线
(基温: 250°C; 蒸速: 25秒)

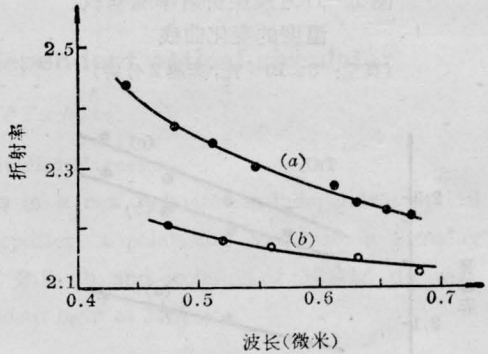


图 9 TiO₂(a)和 Ta₂O₅(b)薄膜的色散曲线

利用布儒斯特角法还测定了 TiO₂ 和 Ta₂O₅ 的色散曲线, 见图 9。从图中可以看到, Ta₂O₅ 的色散较小, 而 TiO₂ 在短波时色散很大, 所以在设计宽带膜系时, 必须要考虑色散的影响, 否则很难得到理想的实验曲线。

参 考 文 献

- [1] E. Ritter; *Appl. Opt.*, 1981, **20**, No. 1, 21.
- [2] D. Smith *et al.*; *Appl. Opt.*, 1979, **18**, No. 1, 111.
- [3] 光学薄膜编写组; 《光学薄膜》, 上海人民出版社, 1976. 6., p. 79.

近。其中 Ta₂O₅ 和 SiO₂ 这两种薄膜, 烘烤使折射率有所减小, 而烘烤对 TiO₂ 薄膜影响较大, 一般使折射率提高 0.05 以上。基板温度较低时涂制的 TiO₂ 薄膜, 经烘烤后的作用更大。例如在室温时涂制的薄膜, 经烘烤后可使折射率提高 0.13。这可能是由于 TiO₂ 有不同的晶格结构造成的, 随着温度的升高, TiO₂ 膜层由无定形→锐钛矿→金红石方向过渡, 从而使折射率有所升高。

表 3 列出了在通常工艺条件下的折射率值的变化。