

光学薄膜的气相混合蒸镀

段致平

周九林

(平原光学仪器厂, 河南焦作) (西南技术物理研究所)

提 要

本文论述气相混合蒸镀的实验方法, 介绍了三种控制程序, 给出了两种宽带增透膜的实验镀制结果。实验表明, 气相混合蒸镀技术具有极大的应用潜力。

一、引 言

早在五十年代, 人们对混合薄膜的独特性能就有了一些认识^[1]。

混合薄膜, 是指薄膜由两种或两种以上膜料混合而成。混合膜最明显的优越性是, 在一定范围内可以获得任意折射率值, 从而大大扩展了薄膜材料的可供利用的范围, 使最优化设计得以实现。适当混合的薄膜, 可以改善薄膜的微结构^[2], 减小光散射损耗, 提高抗激光损伤阈值。混合膜还可以改善薄膜的应力状态, 提高薄膜的机械性能和其他性能^[3]。

混合膜的制备有两种方式。一种是将两种固体膜料均匀混合, 置于同一蒸发源中, 蒸镀成膜。另一种是在高真空中的两种膜料从各自的蒸发源同时蒸发, 它们的蒸气混合而形成薄膜。比较起来, 前者虽然简单, 但要受到很多限制。而气相混合法可以混合的膜料范围极广, 可以获得的折射率数值范围很宽, 特别是可以制备折射率沿厚度按预定函数变化的非均匀薄膜^[4], 这给膜系设计引入新的变量, 将演化出多姿多彩的新膜系, 展示出广阔的应用前景和丰富的研究课题。

过去由于数学处理的繁难和镀膜设备的限制, 气相混合蒸镀并没有得到系统的研究和广泛的应用。目前电子计算机已普遍使用, 配备多个蒸发源、多个石英晶体探头的镀膜机已成为商品, 这使气相混合蒸镀有了坚实的技术基础。

二、实 验

利用半自动化的 BAK 760 型箱式真空镀膜机进行气相混合膜的蒸镀实验。该机备有两套电子枪蒸发系统和两组阻热式蒸发器, 带有两个石英晶体探测头, 可监测蒸发速率和薄膜的几何厚度。在某些实验中, 同时还可利用该机的光学监控系统。本实验采用反射光路, 光束入射角大约为 30° 。

气相混合可以有两种方式。一种是恒比例混合, 即两种膜料蒸气的淀积速率自始至终保持某一固定比例, 可制得折射率为某一预定值的均匀混合薄膜; 另一种是变比例混合, 即两种膜料蒸气的淀积速率之比值随蒸镀时间而变化, 可制得折射率沿厚度按预定函数变化

的非均匀薄膜。

气相混合蒸镀的核心,是精确控制两种膜料的蒸发速率,以及它们之间的预定关系。为了实现这种控制,可以有多种多样的实验方案。在实验中采用了以下几种方案,或者称之为几种程序。

程序 1: 两把电子枪同时蒸发,用两个石英探头分别监测各枪的蒸发速率,同时用光学膜厚监控系统测量混合膜的光学厚度。实验布置如图 1 所示。

将石英探头安置在真空室的后部,以免遮挡膜料蒸气对镀件的淀积。每个探头加置深度屏蔽,以防止另一蒸气源蒸气混入本源探头。探头石英片距电子束蒸发源平面的高度为 52cm(可调)。玻璃监控片位于真空室顶部中心距电子束蒸发源平面的高度为 72cm。

在执行程序 1 的过程中,ABK 760 镀膜机的两台微处理机分别处理来自石英探头的速率信息,分别控制每把电子枪的蒸发功率。气相混合蒸镀的技巧在于,通过基础实验,调整各个镀制参数,使蒸发源挡板一经打开,膜料蒸发速率就达到预定值。

用程序 1 完成了大量的基础实验,对膜料 MgF_2/TiO_2 、 SiO_2/TiO_2 、 Al_2O_3/TiO_2 等在各种条件下(气压、基础温度、混合比)的气相混合蒸镀,进行了比较系统的实验研究。图 2 给出了气相混合薄膜 Al_2O_3/TiO_2 的折射率(633nm)与混合比的关系。实验镀制的条件是:基片温度 $250^\circ C$,氧压 2.25×10^{-4} Torr,基片转速 14 rpm。

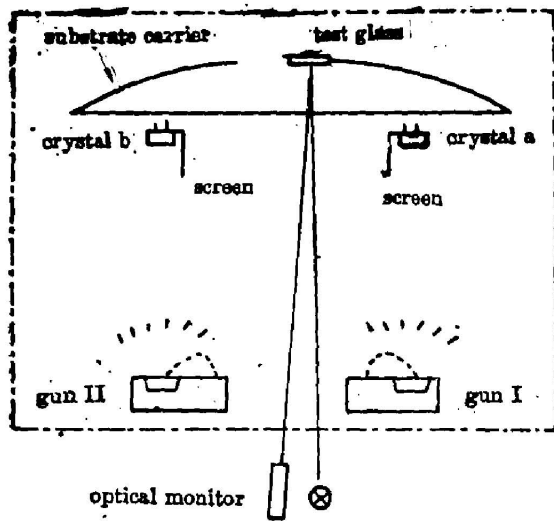


Fig. 1 Schematic experiment arrangement of program 1

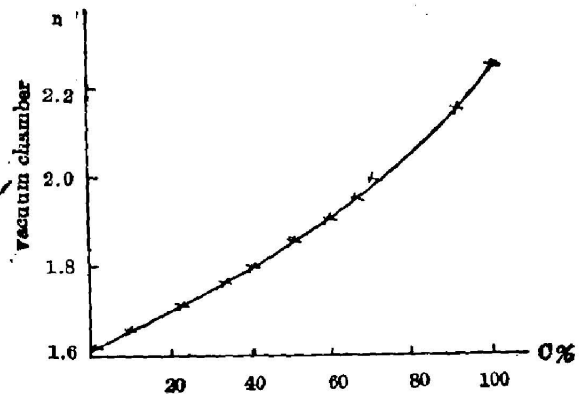


Fig. 2 Refractive index of a vapor-phase mixed Al_2O_3/TiO_2 film as a function of the ratio of TiO_2 deposition rate to summary rate

程序 2: 双枪同时蒸发,实验布置如图 3 所示。

在执行程序 2 的过程中,接收石英探头 a 信号的微处理机控制 I 枪的蒸发速率,而与探头 b 相联的微处理机则控制混合膜的总的淀积速率,以实现预定的气相混合比。实际上,后一台微处理机也是通过对 II 枪蒸发功率的控制来获得上述的效果。探头 b 承担了控制速率和测量膜厚的双重功能,因此采用可以自动换片的石英探头。实现程序 2 的一点技巧是,在两种混合膜料中,I 枪坩埚应放入蒸发性能比较稳定的膜料,这样控制起来比较容易。

用程序 2 测量了 TiO_2 蒸气在真空室不同位置的淀积速率,借以规定自动气相混合工艺

的键盘输入数据, 诸如沉积速率 R , 膜料密度 M , 膜层几何厚度 TH 等等。其他膜料也都可以

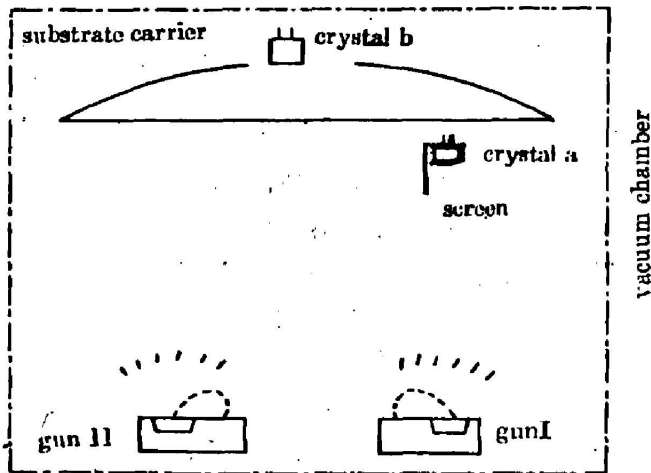


Fig. 3 Schematic experiment arrangement of program 2

其优点在于, 同时显示混合薄膜的几何厚度和光学厚度, 即在薄膜蒸镀过程中, 键盘显示器显示出几何厚度, 而 X-Y 记录仪 (W-W 312 型) 描绘出关联着光学厚度的反射率曲线。

运行程序 3 可以得到更多的蒸镀信息, 快速简捷地找出镀制参数。

可以进行这样的基础实验。具体做法是, 将 TiO_2 放入 I 枪坩埚, 启动程序 2, 令 II 枪蒸发速率为零, 逐步加大 I 枪功率, 于是两个键盘显示器便分别显示出石英探头 a、b 的沉积速率, 由此得到它们之间的关系。这个实验对气相混合蒸镀很有实际意义, 它告诉我们, 为了提高气相混合蒸镀的控制精度, 某些参数必须做适当的修正。程序 2 是气相混合蒸镀的基本控制方案。

程序 3: 在程序 2 的布置中加入光学膜厚监控系统, 如图 4 所示。

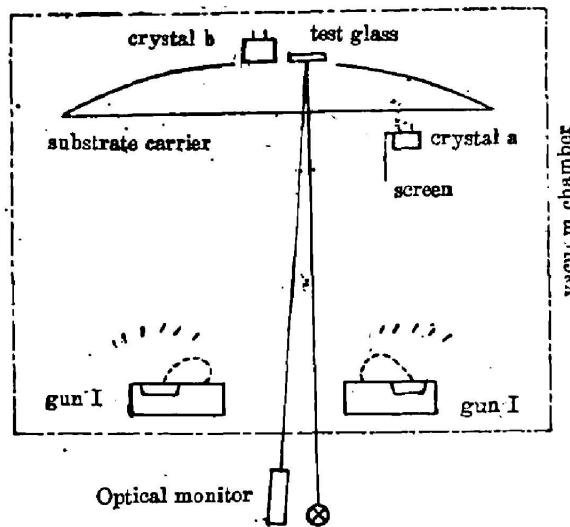


Fig. 4 Schematic experiment arrangement of program 3

三、实 例

下面给出两个宽带增透膜系的实例, 它们都是用气相混合蒸镀技术完成的。膜系的光学性能用分光光度计 UV-365 测得。

实例 1 450~900 nm 宽带增透膜。

基底玻璃折射率为 1.51~1.55。技术指标要求在整个波段内的平均残余反射率 $\bar{R} <$

1%, 并且在 490~880 nm 最大反射率 $R_{\max} \leq 1.5\%$ 。最优化设计的膜系由三种膜料组成, 其中间折射率值为 1.66。应用气相混合蒸镀技术, 只需 MgF_2 和 TiO_2 两种膜料, 并使两者均匀混合, 制得折射率相当精确的 (1.66) 混合膜层, 取代了第三种膜料, 成功地完成了整个膜系的镀制。其实测结果如图 5 所示。

实例 2 中间层折射率渐变的三层宽带增透膜。

基底为 K_2O 玻璃, 膜系为 $\lambda_0/4-\lambda_0/2-\lambda_0/4$ 型。邻接玻璃的膜层的折射率 $n_M=1.75$, 顶层膜折射率 $n_L=1.38$, 而中间层膜的折射率从里向外由 $n_H=2.3$ 逐渐降为 2.0。

应用气相混合蒸镀技术, 由 Al_2O_3 和 TiO_2 恒比例混合, 制得 $n_M=1.75$ 的 $\lambda_0/4$ 镀层; 然后又由 Al_2O_3 和 TiO_2 进行变比例气相混合, 即改变两者沉积速率之比, 得到了 $n_H=2.3 \rightarrow 2.0$ 的 $\lambda_0/2$ 渐变层; 最后通过阻热式蒸发 MgF_2 , 镀制 $\lambda_0/4$ 顶层膜。完成这个三层增透膜, 既有均匀混合, 又有非均匀混合, 几乎演证了气相混合蒸镀的全部内容, 是非常有趣的。

图 6 示出该膜系的实测结果。显而易见, 从增透膜的宽度、平滑度、带内残余反射率值来看, 传统的三层增透膜是望尘莫及的。

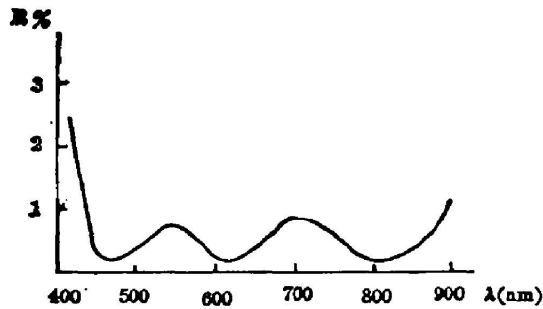


Fig. 5 Spectral reflectance of a broadband (450~900nm) antireflection coating in which the layers with index 1.66 consisted of vapor-phase mixed $\text{MgF}_2/\text{TiO}_2$ films

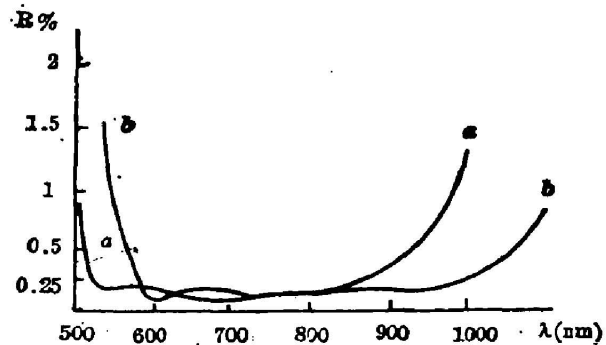


Fig. 6 Spectral reflectance of a three-layer antireflection coating MHHI where $N_M=1.75$, $N_H=2.3 \rightarrow 2.0$, $N_L=1.38$. The layer with index 1.75 consisted of a vapor-phase mixed $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ film, and the gradient index layer consisted of a vapor-phase inhomogeneously mixed $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ film

a— $\lambda_0=584$ nm, b— $\lambda_0=677$ nm

四、结 论

综上所述, 可以得到以下结论:

1. 气相混合蒸镀技术有极大的应用潜力。只要我们透彻地研究几种高、低折射率的优质膜料的性能, 以及它们混合的相容性(应力、结晶等), 那么原则上讲, 应用气相混合蒸镀技术, 仅用这几种优质膜料就可以制成所有现存膜料能够实现的膜系, 还能制成现存膜料所不能实现的膜系。

2. 目前气相混合蒸镀已不是可行性的演证实验, 多次实验表明, 气相混合蒸镀可以有

很高的重复性,完全能够作为薄膜生产的一种有效镀制方法。

8. 气相混合蒸镀扩充了薄膜制备技术的内容,提出了丰富的新课题,特别是非均匀气相混合蒸镀,展示了宽阔的前景。

对气相混合膜的应力,微结构,光散射,以及应用混合膜实现超宽带增透膜这些迫切的课题,我们即将专文论述。

李建和、陈现河等同志协助完成了本文所述实验,特致深切的谢意。

参 考 文 献

- [1] R. Jacobson; «in *Physics of Thin Films*», (G. Hass et al, eds, Academic Press, New York, 1975), 8, 51.
- [2] E. N. Farabaugh, D. M. Sanders; *J. Vac. Sci. Technol. A*, 1983, 1, No. 2 (Apr-Jun), 356.
- [3] Т. П. Яковлева, Н. И. Курьянцева, Г. С. Ходаков; *СМЛ*, 1985, вып 8 (Август), 31.
- [4] H. Sankur, W. H. Southwell; *Appl. Opt.* 1984, 23, No. 16 (Aug), 2770.

Vapor-phase mixed deposition of optical coatings

DUAN ZHIPING

(Pingyuan Optical Instrument Plant, Jiaozuo, Henan)

ZHOU JIULIN

(South-West Technical Physics Institute, Chengdu)

(Received 5 June 1987)

Abstract

Two thin-film materials are evaporated simultaneously from respective sources in vacuum where vapor-phase mixed thin films will be formed. Experimental methods are described for the vapor-phase mixed deposition, and three programs for controlling deposition are presented. The experimental results of two broad-band antireflection coatings are given as practical examples. Experiments show that vapor-phase mixed deposition is a promising technique for application.