

任意折射率的均匀混合膜的获得

——实用气相混合蒸镀技术之一

段致平

周九林

(平原光学仪器厂)

(西南技术物理所)

引 言

自然界拥有数不清的物质，然而能提供给薄膜工作者使用的材料却很寥寥。目前常用的膜料只不过二、三十种，折射率值的匮乏常使膜系设计人员感到困惑。为了弥补这个缺陷，人们做过不少尝试。正在兴起的气相混合蒸镀，则是众多方法中最有成效的一种。

简而言之，气相混合蒸镀即是使两种膜料在真空中按一定比例同时蒸镀，以获得具有任意折射率值（这些值当然应在被蒸镀膜料折射率值之间）的混合膜。在蒸镀条件一定的情况下，只要能使淀积速率稳定地维持某一值，就一定会得到结构均匀的、具有良好重复性和预定折射率值的实用镀层。目前，随着真空镀膜设备的改进，特别是电子计算机在镀膜工艺中的应用，实现气相混合蒸镀并非难事。

在气相混合蒸镀技术尚未被应用之前，就有不少学者对混合膜的折射率进行了计算，得到了许多理论公式^[1]。然而，正如同用“晶振法”控制膜层厚度时，预定的膜厚是靠实践经验获得的而不是靠计算公式算出来的一样，理论上混合膜折射率的计算公式对于薄膜生产者来说并不那么重要，他们所关心的是怎样通过自己的实验装置和自己设计的工艺获得预期的蒸镀效果（得到具有预定折射率的膜层）。

本文仅介绍我们采用气相混合蒸镀技术，获得具有任意折射率的均匀混合膜的实验体会。

一、实验设备

为了实现气相混合蒸镀，我们选用了由微处理机控制的半自动型镀膜设备BAK-760机。具体实验装置见图1。

图中所示I、II为两个270°磁偏转型电子枪，它们分别在两套石英晶体振荡控制系统的控制下工作。a、b为石英探测头，探测头上屏蔽片的作用是为了防止另一电子枪蒸发的膜料淀积到本系统的石英晶片上。当具有一定质量的膜料淀积在探测头的石英晶片上时，会引起晶振频率的下降，而两台微处理机则可以根据各自系统晶片振动频率的变化判断实际淀积

收稿日期：1987年6月3日。

速率是否达到预定值，然后发出反馈信号，再通过数模转换系统使电子枪的功率加大或减小，以达到稳定淀积速率的目的。

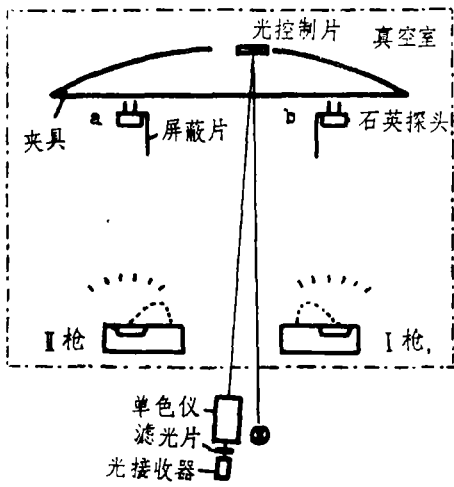


图1 气相混合蒸镀装置示意图

在实际镀制时，工艺参数分别通过两个键盘输入两个微处理机内。键盘上的显示器可以显示蒸镀过程中的实时淀积速率、实时膜层厚度以及晶片的频率、过程时间等参数。具体操作过程是，当程序启动后，两个电子枪开始分别按各自规定的功率对膜料预熔与除气，时间一到，电子枪上的挡板将同时打开，于是每台电子枪就都在各自的石英晶振系统的控制下工作，BAK-760机的石英晶振系统对淀积速率的控制精度为 $1 \text{ \AA}/\text{s}$ ，对膜厚的控制精度为 1 \AA ，因此它能有效地控制淀积速率及膜层厚度。如果把蒸镀参数调节到最佳，则在整个蒸镀过程中淀积速率可以自始至终保持一个稳定的数值。

二、获得任意预定折射率的方法

为了获得预定折射率，需要做大量的基础试验，以便积累必要的工艺数据。由于混合膜的折射率不仅仅由淀积速率比决定，它还与基片温度、充氧压强等其它条件有关，因此只有预先调定好各种基本的蒸镀参数后，确定淀积速率比的试验才有意义。还应强调，本文提到的淀积速率比皆指在一定的淀积速率条件下，因为尽管淀积速率比的数值相同，但速率值可以很不一样。如同样是 $1:1$ ，但实际的淀积速率可能是 $1 \text{ \AA}/\text{s}$ 对 $1 \text{ \AA}/\text{s}$ ，也可能是 $25 \text{ \AA}/\text{s}$ 对 $25 \text{ \AA}/\text{s}$ ，在这种情况下，虽然淀积速率比相同，但得到的折射率值绝不会相等。

表1给出了我们在混合蒸镀 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ 时所获得的结果。图2给出了根据此结果绘制的 $C-n$ 曲线 (C 为两种被蒸镀膜料的淀积速率比，为了更直观，我们选定 C 为 TiO_2 淀积速率与总淀积速率之比； n 为混合膜的折射率)。上述结果的实验条件为：起始真空度 $2 \times 10^{-5} \text{ mbar}$ ，基片温度 250°C ，充氧压强 $3 \times 10^{-4} \text{ mbar}$ ，夹具转速 14 转/分 。与此类似，我们还做过 $\text{MgF}_2/\text{TiO}_2$ 、 $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ 等气相混合试验，并得到了它们的 $C-n$ 曲线。

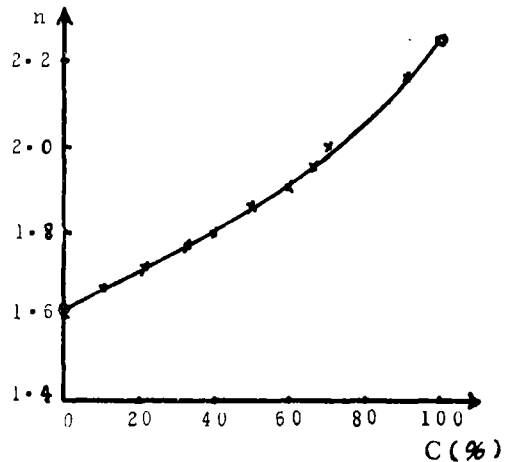


图2 混合膜折射率同 TiO_2 淀积速率的关系

实际上在混合蒸镀两种膜料时，若想获得某一预定折射率值（它总是有一定容限）并不

表1 不同淀积速率比对混合膜n的影响

$R_1 : R_2$	0 : 20	3 : 20	6 : 20	10 : 20	10 : 15	15 : 15	15 : 10	20 : 10	20 : 8	20 : 2	20 : 0
n	1.617	1.661	1.701	1.762	1.784	1.842	1.884	1.950	1.971	2.130	2.247

其中： $R_1 : R_2$ 为 TiO_2 与 Al_2O_3 淀积速率之比

需要做想象中那么多次数的试验。优选法能帮助我们迅速地得到满意的结果。其具体过程如下：

(1) 确定基本蒸镀参数（基温、氧压等）。

(2) 建立C—n坐标系。其中，横轴C为某一种膜料（任选）的淀积速率与总淀积速率之比，纵轴n为混合膜的折射率。

设两种被混合膜料的折射率为 N_I 与 N_{II} ，待求的混合膜的折射率为 n' 。在C—n坐标上找出它们的对应点。

(3) 按照 $C_1 = 0.618$ 所对应的膜料淀积速率比 $0.618 : (1 - 0.618)$ 即62 : 38进行第一次试镀。求得混合膜的折射率，设为 n_a 。

(4) 按照 $C_2 = 0.382$ 所对应的膜料淀积速率比 $0.382 : (1 - 0.382)$ 即38 : 62进行第二次试镀。求得混合膜的折射率，设为 n_b 。

(5) 在C—n坐标上找出 n_a 、 n_b 。分别过 N_I 、 n_b 、 n_a 和 n_b 、 n_a 、 N_{II} 画圆弧。

比较 n' 与 N_I 、 n_b 、 n_a 、 N_{II} 的大小。如 n' 在 N_I — n_a 区域内，则在 $N_I n_b n_a$ 弧上寻找对应点，并得出 C'_1 。如 n' 在 n_b — N_{II} 区域内，则在 $n_b n_a N_{II}$ 弧上寻找对应点，并得出 C'_1 。见图3。

(6) 按照 C'_1 所对应的膜料淀积速率比进行第三次试镀。

(7) 比较(6)得出的混合膜折射率与 n' 的大小。如有差别，则适当修正 C'_1 ，并试镀第四次，直至得到所需的结果。或者按照0.618优选法继续试镀下去，直至得到所需的结果。

我们曾用此法寻求 TiO_2/Al_2O_3 气相混合膜的折射率， $n = 1.75 \pm 0.02$ ，仅仅试镀了三次即获成功。

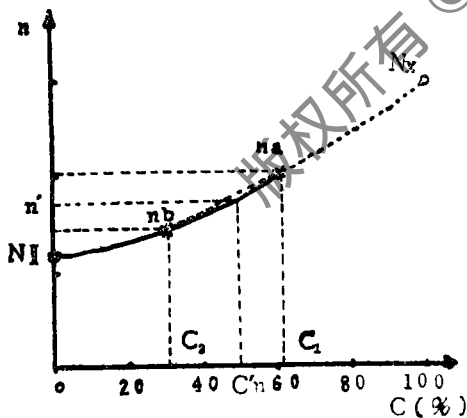


图3 寻找预定折射率n的过程图

三、几个需要注意的问题

1. 石英探测头的位置

石英晶体振荡控制系统的探测头在真空室里的不同位置对测量的精度有相当大的影响。探测头距被镀试片越近，则晶片上测得的淀积速率值同试片上的实际淀积速率越接近。而在探测头远离试片的情况下（这时探测头更接近蒸发源），虽然测得的淀积速率与试片上的实际淀积速率差别很大，但由于得到的淀积速率变化的信号加强了，所以对于提高控制灵敏度

还是大有好处的。我们曾在蒸镀 TiO_2 时使探测头距蒸发平面的高度分别为52cm和72cm（具体装置见图4），其结果是，52cm处的探测头测得的淀积速率值为72cm处的4~5倍。

应该特别申明的是：本文所涉及到的所有淀积速率值（包括淀积速率比）皆为图1装置中探测头（距蒸发平面的高度为52cm）所测得的、并由各个键盘显示器显示的值，它们并不是淀积在基片上的实际淀积速率值。用前者代替后者可避免一系列复杂的计算，况且对于实际应用来说，需要输入微机内的也仅是前者。

2. 石英晶片的灵敏度

实验中发现，有时尽管键盘显示器显示“工作正常”（按理石英晶片上淀积的膜料

厚度超过一定值时显示器上应出现“出错”的信号），但实际上显示的淀积速率值已很不准确。经查找得知，这是由于石英晶片振荡频率不稳定所致（多由于膜料淀积得过厚）。因此，测量一定要在探测头晶振频率变化最灵敏的区域内进行。

此外，石英晶片装夹不当也可能引起晶振频率的不稳定（甚至停振），所以在安装石英晶片时应格外注意，一定要使晶片的振动处于最佳状态。

3. M值的给定

M值（膜料的密度）在气相混合蒸镀中是一个很重要的参数，因为它要被输入到微机内。适当地给定M值可以提高淀积速率或膜层厚度的测量精度。在实际淀积速率相同的情况下，M取值越小，显示的淀积速率值或膜层厚度值越大。在蒸镀 TiO_2 时，在实际淀积速率相同的情况下， $M=1.9$ 时淀积速率的显示值为 $1 \text{ \AA}/\text{s}$ 、 $2 \text{ \AA}/\text{s}$ 、 $3 \text{ \AA}/\text{s}$ ，而对应 $M=1.0$ 的淀积速率的的显示值则分别为 $12 \text{ \AA}/\text{s}$ 、 $19 \text{ \AA}/\text{s}$ 、 $25 \text{ \AA}/\text{s}$ （实验装置从略）。

4. 蒸镀参数的选定

一般来说，气相混合时的双枪共蒸发与单枪蒸发，除了选用的工艺程序有所不同外，它们的最大区别在于，双枪共蒸发对输入键盘的工艺参数的要求要比单枪蒸发严格得多。这是因为，在单枪蒸发时淀积速率的微小变化并不至于引起膜层折射率的变化，但双枪共蒸发时一种膜料淀积速率的增大或减小会使淀积速率比产生较大的变化，从而导致混合膜折射率的大波动。为保证混合膜的结构均匀、折射率在整个蒸镀过程中不产生正变或负变现象，应使共蒸发的两种膜料的淀积速率在电子枪挡板一打开后立即达到预先调定的值，并牢牢地稳定住。要做到这一点，仔细认真地选取蒸镀参数是至关重要的，而尤应注意的是电子枪的功率参数 P_2 、 P_3 以及控制功率参数 V_F 、 T_N 、 T_V （它们的作用是使淀积速率不易偏离预定值，一旦偏离也能迅速地恢复）的选取。当然，这些参数的选取和确定离不开多次反复地试验。

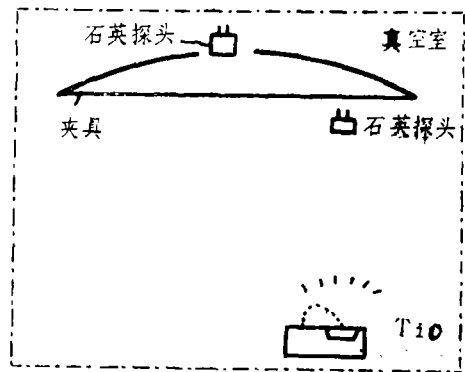


图4 测定不同位置 TiO_2 淀积速率装置

参 考 文 献

- [1] R. Jacobsson, in Physics of Thin Films (G. Hass, et al., eds., Academic Press, New York, 1975), Vol. 8, P. 51.

Homogeneously mixed films with prescribed indexes

Duan Zhiping

(Pingyuan Optical Instrument Plant)

Zhou Jiulin

(Southwest Institute of Technical Physics)

Abstract

Experimental methods for vapor-phase mixed deposition have been described by which thin films with prescribed indexes have been formed successfully.

• • •
作者简介：段致平，男，1947年1月出生。工程师。现从事真空镀膜及光学冷加工。

(上接34页)

No.2, P.216~220.

- [3] Robert T. Brown, Appl. Opt., 1984, Vol. 23, No. 15, P. 2485~2487.
[4] D. S. Stark, P. H. Gross and M. R. Harris, J. Phys. E: Sci. Instrum., 1978, Vol. 11, P. 311~315.
[5] D. S. Stark and M. R. Harris, J. Phys. E: Sci. Instrum., 1983, Vol. 16, P. 492~496.

High repetition rate TEA CO₂ laser

Jiang Dong

(Southwest Institute of Technical Physics)

Abstract

This Paper declares the design and fabrication of a sealed high repetition rate TEA CO₂ laser, which of the fundamental data and experimental Primary results are given.

• • •
作者简介：江东，男，1960年10月出生。助理工程师。现从事CO₂激光器研究。