

变折射率膜层的获得

——实用气相混合蒸镀技术之二

段致平

周九林

(平原光学仪器厂)

(西南技术物理所)

引 言

在使用两个蒸发源对膜料进行气相混合蒸镀的过程中,如果使两种膜料的沉积速率之比随时间的增加而不断地变化,则可以得到折射率随膜层厚度变化的非均匀混合膜层,具有变折射率的非均匀混合膜层,为薄膜光学开辟了一个新的领域,它在一定程度上使传统的膜系设计得到翻新,它的独特性能对薄膜的发展有着重要意义。比如,具有变折射率层的三层增透膜要比传统的三层增透膜($\frac{\lambda}{4}-\frac{\lambda}{2}-\frac{\lambda}{4}$ 型)的光学性能优良得多。图1给出了具有变折射率

层的三层增透膜的实测曲线。又如,变折射率膜层可以用作某些基底材料的单层增透膜,以代替原来镀在这些基底上的多达几十层的多层增透膜。当然,非均匀气相混合蒸镀和均匀气相混合蒸镀一样,还具有改善薄膜的微结构,增加膜层强度的优点。正因为如此,掌握了均匀气相混合蒸镀技术的人,一定会迫不及待地开始“用气相混合蒸镀技术镀制变折射率膜层”这一课题的研究。

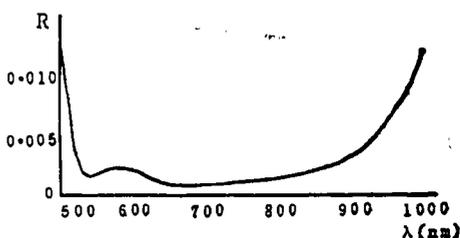


图1 具有变折射率层的三层增透膜测试曲线

一、实验设备

气相混合蒸镀变折射率膜层是在进口设备BAK-760镀膜机上完成的,其实验装置见“任意折射率均匀混合膜的获得”一文图1。特别应当强调的是,由于折射率是随着膜层厚度而不断变化的,用普通的石英晶体振荡法不能测出或推算出膜层的光学厚度,因此光学膜厚控制系统在研制变折射率膜层时是必不可少的。在我们的实验中,膜层厚度采用了光学极值法控制,反射光测量。光线的入射角约为 3° 。控制片距电子束蒸发平面的高度为72cm(即在夹具球面上)。为了提高控制精度,在可遥控的单色仪前附加了一块窄带滤光片。为了更直观

收稿日期:1987年6月3日。

地监控膜厚,在光学膜厚控制仪上连接了一台可以描绘反射率随时间变化曲线的X-Y记录仪。

二、获得变折射率的方法

获得变折射率一般有两种方法:

1.只改变一种被蒸镀材料的淀积速率,而令另外一种材料的淀积速率在蒸镀过程中始终保持固定值。这种方法适用于混合膜折射率变化幅度较小的情况。我们在用 TiO_2 和 Al_2O_3 气相混合法镀制具有变折射率层的三层增透膜的过程中,即采用了这种方法。该膜系为G/M2HL/A,其中: $n_M=1.75$, $n_H=2.3 \downarrow 2.0$, $n_L=1.38$ 。由于对 $\lambda/2$ 层要求折射率从2.3降至2.0,我们采用在蒸镀过程中使 TiO_2 的淀积速率固定不变,仅使 Al_2O_3 的淀积速率不断增加的方法,最终达到了膜系的要求。

2.在镀制过程中,使两种膜料的淀积速率均处于不断变化状态。这种方法适用于折射率变化幅度较大的情况。在镀制超宽带红外增透膜的过程中,由于可以使膜层的折射率值从基底Ge的4.0逐渐降到1.5(甚至更低),所以能在一个极宽的范围内达到高增透的效果。

下面通过我们研制中的一个实例来说明获得变折射率的方法。这个实例要求折射率为 $2.0 \downarrow 1.63$,采用的膜料为 TiO_2 和 Al_2O_3 (混合蒸镀)。试验条件为基片温度 $240^\circ C$,充氧压力 $3 \times 10^{-4} mPa$ 。

(1) 确定混合膜折射率分别达到2.0和1.63时两种膜料的淀积速率比。

在我们这个试验中,由于 Al_2O_3 的折射率在条件下正好为1.63,所以首先可以确定混合膜折射率达到1.63时 TiO_2 与 Al_2O_3 的淀积速率比,我们取为 $0 \text{ \AA}/s : 20 \text{ \AA}/s$ 。至于确定混合膜折射率为2.0的具体过程请见“任意折射率均匀混合膜的获得”一文。其结果是, TiO_2 与 Al_2O_3 的淀积速率比为 $20 \text{ \AA}/s : 9 \text{ \AA}/s$ 。

(2) 通过试验得出对应每种膜料的每个淀积速率值的电子枪功率参数。

由步骤1知, TiO_2 的淀积速率应在 $20 \text{ \AA}/s \sim 0 \text{ \AA}/s$ 之间变化, Al_2O_3 的淀积速率应在 $9 \text{ \AA}/s \sim 20 \text{ \AA}/s$ 之间变化。通过试验得出对应于 TiO_2 和 Al_2O_3 每个淀积速率值的电子枪功率参数 P_2 (蒸发功率)、 P_3 (最大限制功率)。详见表1。

表1 淀积速率值(R)与 P_2 、 P_3 的关系

a. TiO_2 淀积速率与 P_2 、 P_3 的关系

R	20	19	18	17	16	15	14	13	12	11	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1	0
P_2	44	43	43	43	42	42	42	41	41	40	39	38	37	36	35	34	33	33	32	31	20
P_3	49	48	48	47	46	45	45	44	44	43	42	41	40	39	38	37	36	35	34	33	25

b. Al_2O_3 淀积速率与 P_2 、 P_3 的关系

R	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
P_2	33	34	35	35	36	36	37	37	37	38	38	38
P_3	36	37	38	39	39	40	40	41	42	42	43	44

(3) 确定两种膜料的淀积速率随时间变化的关系。

根据折射率的变化速率（一般应由选用的膜系确定）通过试验和计算得出 TiO_2 和 Al_2O_3 的淀积速率随时间变化的关系（亦即 TiO_2 和 Al_2O_3 的淀积速率比随时间变化的关系）。试验选取的时间间隔为50s（见表2）。

表2 淀积速率(R)与时间的关系

时间 (s)	0-50	-100	-150	-200	-250	-300	-350	-400
$R_{\text{TiO}_2} (\text{Å/s})$	20	17	14	11	8	5	2	0
$R_{\text{Al}_2\text{O}_3} (\text{Å/s})$	9	10	12	14	16	18	19	20

(4) 启动程序。在蒸镀过程中每隔一定的时间修改一次程序的参数，以得到不同的淀积速率比。

在蒸镀开始时， TiO_2 与 Al_2O_3 的淀积速率比为 $20 \text{ Å/s} : 9 \text{ Å/s}$ （见表2），输入到各自键盘的 P_2 、 P_3 值（%）分别为44、49和33、36（见表1）。50s后， TiO_2 与 Al_2O_3 的淀积速率比应为 $17 \text{ Å/s} : 10 \text{ Å/s}$ ，所以输入各自键盘的 P_2 、 P_3 值应分别修改为43、47和34、37。以后，每隔50s将各自键盘上的 P_2 、 P_3 值分别修改一次，直至蒸镀结束。由于在蒸镀过程中时间参数、实时淀积速率等皆可由键盘显示器显示出来，因此监控、修改这些参数并不困难。

三、几个需要注意的问题

1. 淀积速率比的变化

在上一例中，我们选取的参数使膜料淀积速率随时间的变化基本为线性，也就是说，使镀出膜层的折射率随膜厚的变化基本为线性。对于研制变折射率膜层来说，下述之点是极为重要的：不能说只要膜层内外界面的折射率皆达到要求（如上例要求内界面的折射率为2.0，外表面的折射率为1.63），成膜的性能即可得到保证。折射率的变化规律（是线性的还是非线性的，或是按某种函数变化的）对成膜的光学性能影响很大。因此，寻找最佳的折射率变化规律是非常必要的，只有确定了折射率的变化规律，才可确定最佳的工艺参数（即确定最佳的淀积速率比的变化规律）。

2. 蒸镀参数的选择

气相混合法镀制变折射率膜层对输入键盘的工艺参数的要求同样是很严格的（见“任意折射率均匀混合膜的获得”一文）。众多参数的每一个给定值都应该力求准确，这是保证在整个蒸镀过程中各膜料的淀积速率不产生较大跳动的基本条件。而非均匀混合蒸镀与均匀混合蒸镀的差别还在于，它的参数要在镀制过程中不断地修改（半自动型BAK-760镀膜机要修改的参数有 R 、 M 、 P_2 、 P_3 以及 V_p 、 T_N 、 T_V 等）。既要不停地修改参数，又要随时观察蒸镀状态和监视两个键盘显示器上显示的各种数据，还要密切注意各类仪表——特别是记录仪的运行，这无疑是对薄膜生产者技术熟练程度、操作技巧的灵活性和临时应变能力的一种考验。然而，有了大量的和扎实的准备工作的基础，镀制变折射率膜层的重复性是无需置疑的。

Deposition of layers with gradient index

Duan Zhiping

(Pingyuan Optical Instrument Plant)

Zhou Jiulin

(Southwest Institute of Technical Physics)

Abstract

The experimental method to deposit variable index layers has been described in detail in which the CO-vaporation or vapor-phase mixed technique is used, and a series of precautions during CO-vaporation deposition have been presented. As an example, a three-layer antireflection coating with a gradient index layer has been given.

· 简 讯 ·

微机医用硬膏厚度自动控制系统通过技术鉴定

1987年9月19日在四川省国防科工办和四川省医药局主持下,召开了西南技术物理研究所和成都制药五厂研制的“微机医用硬膏厚度自动控制系统”的技术鉴定会。与会代表听取了课题组的研制总结报告、用户使用报告和有关的测试结果报告,并进行了现场参观。鉴定委员会的专家们经过认真讨论,一致认为该系统具有如下突出特点:

- 1.系统设计思想先进,采用了卡尔曼滤波和动态规划控制方法,调整平稳。
- 2.系统抗干扰能力强,运行稳定可靠。
- 3.该系统实现了硬膏厚度闭环控制,并能实时显示现场结果,控制精度高,使优质品率由人工控制的70%提高到90%以上。节约了原材料,提高了产品质量,取得了明显的经济效益。

该项成果技术资料齐全,各项技术指标均达到或超过了原技术指标要求。该系统在国内同行业中处于领先地位,受到使用单位的好评,可以大面积推广使用。

(周朝明 供稿)