

固相混合薄膜的微结构和散射特性

胡晓东

(西南技术物理研究所, 成都)

摘要: 按适当比例制备的固相混合薄膜具有较低的散射损耗, 其微结构有所改善。得到透射电子显微镜 (TEM)、X衍射分析和角散射测量的证实。

Microstructure and the scattering properties of solid-phase mixed thin films

Hu Xiaodong

(Southwest Institute of Technical Physics)

Abstract: The solid-phase mixed (SPM) thin films with proper composition show the properties of reduction of optical scattering and improvement of microstructure. The effect is examined with transmission electron microscope (TME), X-ray diffraction analysis and angular scattering measurements.

一、引 言

随着近代光学的发展, 薄膜技术得到日益广泛的应用, 但同时也遇到许多困难。薄膜的性质不同于同种固体块材, 往往较之更差, 如散射损耗较大, 抗激光损伤阈值较低等等。薄膜性质是由结构所决定的。薄膜的微结构是具有很大内表面和空隙体积的柱状结构^[1]。为改善薄膜的性质最根本的办法是改善其结构。就此, 本文采用固相混合的方法获得几种固相混合膜, 运用透射电子显微镜 (TEM) 观察了这些薄膜表面和剖面的微结构; 做了X衍射分析; 通过角散射仪测试了薄膜的微分散射; 比较了烘烤对薄膜微结构和散射的影响。

二、实 验

1. 样品制备

将两种以上的固相材料按一定比例混合压制后在空气中烧结成块, 成为固相混合膜料, 用此蒸镀成的薄膜即为固相混合薄膜。用国产DMD-450型镀膜机, 直枪制备了十几种二元

and America, Shanghai, China, 1989), International Academic Pub, 1989; 237~240.

*

*

*

作者简介: 钟 钦, 男, 1962年9月出生。讲师, 博士。现从事光学薄膜研究工作。

收稿日期: 1992年1月13日。

或三元固相混合单层膜, 并进行了多项分析。本文仅重点报道其中的两种二元混合膜(分别编号为1, 2号)及一种三元混合膜(记为3号), 基片为K9光学玻璃。制备条件如表1。

将以上三种样品各取一片在空气中经过8h, 250℃烘烤, 分别编号为1A, 2A, 3A。

2. 混合膜剖面及表面Pt/C一级复型

将镀有混合薄膜的玻璃片从非膜面断裂, 取得混合膜的剖面。在断裂过程中, 材料沿内聚力最弱的线破裂, 即沿晶粒间界破裂。非晶材料沿弱聚合点破裂。用此方法获得的膜剖面人为影响很小。为尽可能排除其它因素的干扰, 保证样品清洁, 一旦取得剖面, 立即进行Pt/C复型。为了观察和测量从衬底和膜的剖面到膜表面的微结构, 在制备Pt/C一级复型膜时, 方法上较K.H.Guenther等^[2]的方法有改进, 多喷镀了一次Pt, 即C和Pt各喷镀两次, 其喷镀角度也有新的考虑。

3. 微分散射测量

本文研究固相混合薄膜微结构的目的在于选取光学性能优良, 特别是光学散射损耗小的高折射率材料, 用以镀制激光陀螺用低损耗高反射镜片, 为此利用清华大学精仪系研制的角散射测量装置^[3]测量了多种固相混合单层膜的背向微分散射。基片仍为K9玻璃, 一半光洁, 一半镀膜, 便于比较基片和薄膜各自的散射特性, 探测器收集的背向散射光立体角为 1.4×10^{-4} rad, 入射角为 30° , 散射角 $\alpha = 8^\circ$ 。

4. 电子衍射分析和X衍射晶相分析

喷有碳膜的TEM专用铜网是与光学基片同时蒸镀上待研究的固相混合膜, 用作电子衍射分析。

X衍射晶相分析采用的是日本理学D/MAX-1-A12kW转靶衍射仪。工作电压为30kV, 电流50mA, $\lambda = 0.154056$ nm, 接收狭缝RS为0.15mm, 扫描范围 $3^\circ \sim 140^\circ$ 。

三、结果和分析

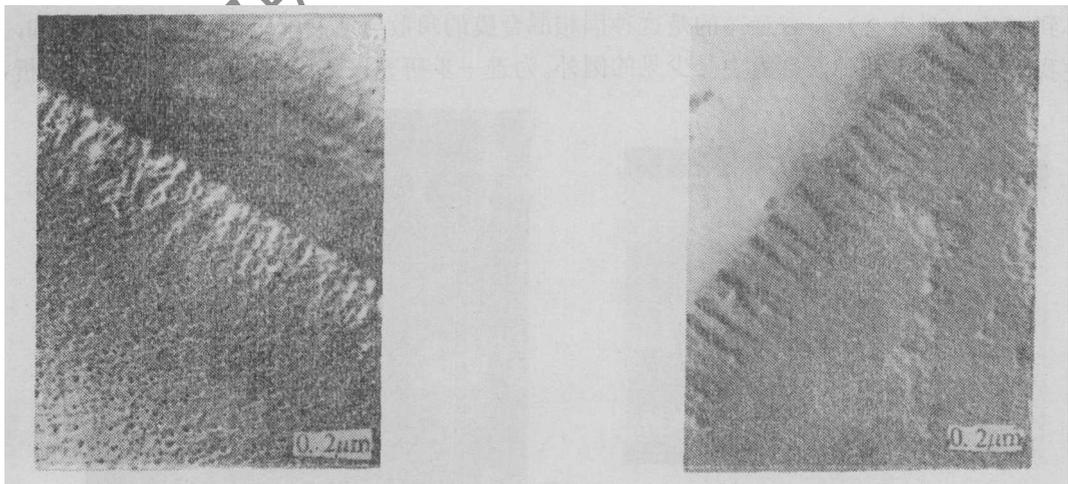


图1 单元单层ZnS膜的柱状结构及表面形貌(右上角)

图2 1#混合膜的剖面及表面(左上角)Pt/C一级复型TEM照片

表1 混合膜制备条件

编号	氧压 ($\times 10^{-2}$ Pa)	基片加温 ($^\circ\text{C}$)	蒸发速率 nm/s
1	2.7~4.0	220	0.433
2	2.7~4.0	220	0.955
3	4.0	230	0.477

为了便于与单元薄膜相比较特拍摄了ZnS单层膜的微结构TEM照片。如图1所示,单元膜中的柱状结构从基底一直长到膜表面,其体积由小变大;膜表面较粗糙。

图2是1号混合膜的Pt/C复型显微照片,清楚地显示出混合膜的微结构较之单元膜有显著改善。虽然仍存在柱状结构,但是其密度明显减少,膜与基片结合非常紧密,两者之间的界面不甚明显,柱体以外的膜层很致密,与基片的无定型结构十分相似;膜表面(见图2左上角)非常细匀。

2号混合膜的显微结构见图3中的两张照片。样品2A是经过烘烤处理的(图3b),与图3a相比较,可以直观地看出烘烤对薄膜微结构的影响。烘烤处理后分立的柱状体消失,膜层堆积更加不规则,利于消除应力 and 减小吸收。另外,这两张照片也提供了一些薄膜生长过程的信息。在衬底附近可以看到许多直径约 10^{-8} m (10nm)量级的球状结构,可以推测这些球状结构是该混合膜的结构基元,在膜淀积的初始阶段形成于基底附近,并成为后来膜生长的基础。这可以解释为什么该膜没有其它薄膜的那种方向性排列的柱状结构(见图1和图2)。因为球形的结构基元,在薄膜的生长过程中难于形成某一固定的最佳生长方向,而是零乱的不规则堆积,正如TEM照片所显示出的一样。

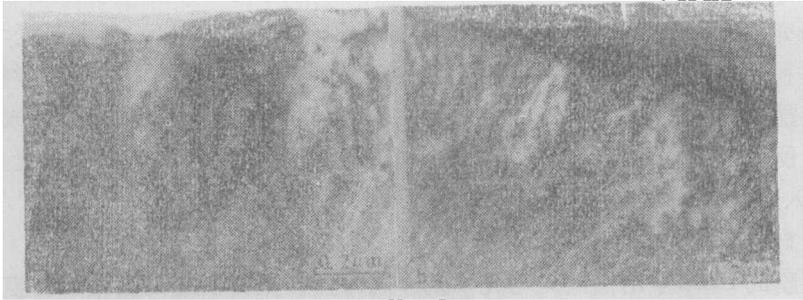


图3 2#混合膜剖面显微结构(Pt/C复型TEM照片)

a—未烘烤 b—经8h, 250℃烘烤

3号样品是三元混合膜。图4a, 4b分别是烘烤前后的Pt/C一级复型显微照片。这种膜仍具有柱状结构,烘烤前后微结构区别不大,这可以从烘烤前后的宏观物理性质没有显著变化得到证实(见表2)。有意义的是这种固相混合膜的角散射率没有因为烘烤处理而增加,这在我们研究的十几种混合膜中是少见的例外。为进一步研究该膜的结构作了电子衍射分析,烘

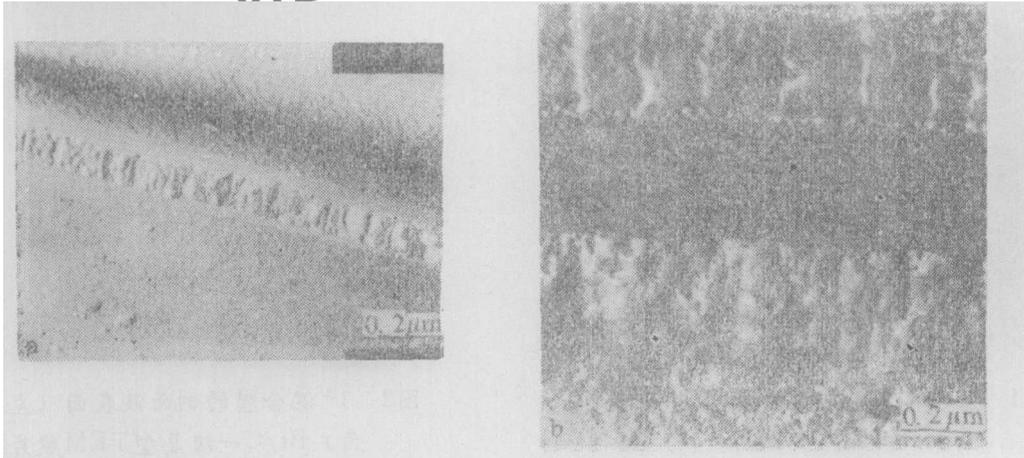




图4 3层混合膜的TEM分析

a—未烘烤 b—经8h 250℃烘烤 c、d分别是a、b的电子衍射图

表2 3*混合膜烘烤前后的光学性质比较

样品编号	n	n_1	n_2	$k(\times 10^{-3})$	$\frac{d\Omega}{d\theta}$
3*	2.122	2.101	2.135	7.731	2.0×10^{-6}
3A*	2.126	2.143	2.131	6.980	1.9×10^{-6}

注： n —折射率， k —吸收系数， $\frac{d\Omega}{d\theta}$ —角散射率， θ_0 —入射角， θ —散射角。

烤前后的衍射图均呈现粗同心圆环，表明该膜烘烤前后均是无定形多晶态，由具有许多晶格缺陷的极小微晶组成。

X衍射晶相分析结果示于图5(略)。曲线B为光洁基片，曲线A、C、D分别是1、2、3号样品，均为无定形结构。

微分散射测量结果见表3。2号样品的散射率最小，这与TEM照片显示出的较致密的微结构相吻合，正因为如此，这种混合膜被选为镀制激光陀螺用低散射损耗的高反射镜片的高折射率膜料，成功地镀制出能满足国内目前激光陀螺研制工作需要的镜片。

表3 混合膜和基片的微分散射

编号	膜片			基片		
	1	2	3	1	2	3
$S_0/\Delta\alpha \times 10^{-6}$	2.9	1.2	2.3	1.6	1.5	1.7

注： $T=2.1\%$ ，入射角 $\alpha=30^\circ$ ，散射角 $\theta=8^\circ$ ，p光入射

四、结 论

固相混合膜不失为一种改善薄膜微结构，提高薄膜性能的有效方法。它不需增加设备，方法简便易行。

本项工作得到本所第六研究室有关同志的支持和协作，谨此致谢。

参 考 文 献

- [1] Dirks A G, Leamy H J. Thin Solid Films, 1977, 47: 219
- [2] Guenther K H, Pulker H K. Appl Opt, 1976, 15: 2992
- [3] 孔祥贵, 冯铁蒜. 激光技术, 1989, 13(1): 31

*

*

*

作者简介：胡晓东，男，1958年7月出生。博士研究生。现从事薄膜物理工作。

收稿日期：1992年5月5日。