



ЗАОЧНЫЙ
ИНСТИТУТ
ПОВЫШЕНИЯ
КАЛИФИКАЦИИ
ИТР

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЩЕСТВО
ПРИБОРОСТРОИТЕЛЕЙ
ИМ. С. И. ВАВИЛОВА

В. Д. ВВЕДЕНСКИЙ, В. П. РЯЗАНКИН

**ВАКУУМНАЯ ТЕХНОЛОГИЯ
ОПТИЧЕСКОГО
ПРИБОРОСТРОЕНИЯ**

МОСКВА 1988

Редакционно-методический совет:

В. П. Борисов, А. А. Глазков, В. В. Голоскоков, А. Г. Евтюгин, В. С. Коган, В. В. Леонов, А. К. Ребров, Л. Н. Розанов, Л. Г. Садиков (ответственный за выпуск), Г. Л. Саксаганский (председатель), В. Я. Плисковский, А. Б. Цейтлин

Рецензент докт. техн. наук *Л. К. Ковалев*

Научный редактор канд. техн. наук *В. В. Слепцов*

Введенский В. Д., Рязанкин В. П. Вакуумная технология оптического приборостроения. — М.: Заочный институт ЦП ВНТО приборостроителей им. С. И. Вавилова, 1988, 68 с.

В брошюре рассмотрены особенности методов нанесения многослойных оптических покрытий в зависимости от конструкций и характеристик материалов покрытий, а также выбор оборудования для этих целей. Изложены принципы конструирования различного типа оптических покрытий, показана взаимосвязь основных характеристик оптического слоя с параметрами технологического процесса, приведены алгоритмы этих взаимосвязей, что позволяет освоить методы моделирования процессов вакуумного осаждения и оптимизации их по максимуму значений показателя преломления осаждаемого слоя.

Табл. 12, ил. 18, библи. 18 назв.

ВВЕДЕНИЕ

Оптические покрытия, представляющие собой одно- или многослойные интерференционные системы, создаются на основе тонких слоев диэлектриков, металлов или полупроводников. Формирование слоев заданной толщины (геометрической или оптической) производится на поверхностях подложек, изготавливаемых из различных оптических сред: стекла, керамики, кристаллов и т. д. Научное и техническое применение оптических покрытий в настоящее время чрезвычайно велико и разнообразно. В частности, с их помощью решаются следующие задачи:

1. повышается светосила оптических трактов приборов и систем;
2. производится выделение заданных спектральных интервалов;
3. обеспечивается требуемая селективность оптических трактов;
4. повышаются механические и эксплуатационные свойства оптических деталей;
5. изменяются электропроводящие и сорбционные свойства поверхностей;
6. изменяются поляризационные параметры излучения;
7. создаются устройства, управляющие световыми потоками.

Работают оптические покрытия в различных областях спектрального диапазона (от 120 нм до 50 мкм) и наносятся на детали различной конфигурации с размерами от 3 мм до 6 м.

Методы нанесения оптических покрытий весьма разнообразны, однако, их можно разделить на две группы:

1. модификация поверхности обрабатываемой детали;
2. наслаивание покрытий на поверхность обрабатываемой детали.

Первая группа методов основана на использовании химических реакций различных реагентов: кислот, щелочей и др. с поверхностью оптических деталей, а также на использовании явлений диффузии и имплантации ионов (или атомов) в поверхностный слой обрабатываемой детали. Данные методы не могут быть, по крайней мере в ближайшем будущем, применены для создания многослойных интерференционных оптических покрытий, однако

создание однослойных покрытий для решения ряда задач ими может быть обеспечено. Весьма интересным является тот факт, что этими методами можно создавать в поверхностном слое детали градиент по показателю преломления, обеспечивая тем самым низкий уровень отражения света в широком спектральном диапазоне. Широкого промышленного применения эта группа методов пока не имеет.

Вторая группа методов значительно более разнообразна и состоит, в свою очередь, из двух больших подгрупп, объединяющих методы химического и физического нанесения оптических покрытий. С их помощью возможно нанесение практически любых интерференционных структур, и ряд из этих методов широко применяется на практике. В первую очередь, это относится к химическому методу нанесения оптических покрытий из растворов с последующей их термообработкой.

В последние 10—12 лет интенсивное развитие вакуумной техники привело к созданию специального оборудования, позволяющего наносить оптические покрытия любой сложности, в том числе многослойные покрытия на детали размером более 0,5 м. Именно с помощью физических методов и были реализованы наиболее сложные конструкции оптических покрытий например, диэлектрические узкополосные интерференционные фильтры (ДУПИФ).

Высокая производительность процесса, точность получения заданных спектральных характеристик, возможность роботизации вакуумных методов с дальнейшим переходом на так называемую «безлюдную технологию» — все это делает данные методы перспективным направлением развития технологии нанесения оптических покрытий.

Хотя в ряде случаев и наблюдается взаимное проникновение физических и химических методов и создание комбинированных — физико-химических технологий нанесения оптических покрытий, но ввиду ограниченности объема представленного материала в настоящей брошюре рассматриваются только физические методы нанесения покрытий, а также вакуумное оборудование, необходимое для их реализации.

1. МЕТОДЫ НАНЕСЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ В ВАКУУМЕ

Реализация оптических покрытий различного функционального назначения осуществляется двумя основными вакуумными методами:

1. методом вакуумного испарения,
2. методом распыления.

Метод вакуумного испарения. Суть метода состоит в том, что исходный пленкообразующий материал нагревается в вакууме до температуры, при которой давление упругих паров материала достигает величины примерно равной 1,33 Па (10^{-2} торр). Выбор

данного давления обусловлен тем, что при этой упругости пара нанесение слоев из большинства пленкообразующих материалов (ПОМ) осуществляется за времена 100—600 с (что зависит от индивидуальных свойств используемых ПОМ), приемлемые для реальных технологических процессов нанесения оптических покрытий. Меньшие времена нанесения слоев приводят к ухудшению равномерности покрытий по толщине. Кроме того, во многих случаях структура диэлектрических покрытий значительно ухудшается (в то же самое время слои алюминия, используемые в ультрафиолетовой области спектра, должна наноситься за время 10—15 с). Слишком длительное время нанесения слоев приводит к недопустимому растягиванию процесса, структура покрытий становится пористой, увеличивается нежелательное взаимодействие паров осаждаемого вещества с остаточными газами, существующими в вакуумной камере во время нанесения слоев. Далее молекулярный или атомарный поток, выходящий из испарителя, за счет кинетической энергии, имеющейся у него, переносится к поверхности конденсации, где и формирует слой с заданными оптическими свойствами и эксплуатационными характеристиками (рис. 1, а).

Конденсирующийся поток ПОМ создает на поверхности слой, имеющий определенное распределение по толщине. Для точечного или плоского испарителя с малой поверхностью испарения толщина слоя d определяется соответственно, из соотношений

$$d = \frac{M_0}{4\pi r h^2} \cdot \frac{1}{[1 + (l/h)^2]^{3/2}}; \quad (1)$$

$$d = \frac{M_0}{\pi r h^2} \cdot \frac{1}{[1 + (l/h)^2]^2}, \quad (2)$$

где M_0 — масса испаренного материала; M_0 может быть, в свою очередь, определена из скорости испарения v , даваемой следующим выражением:

$$v = 1,76 \cdot \left(\frac{M}{T}\right)^{1/2} \cdot p \text{ [г} \cdot \text{см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}\text{]}, \quad (3)$$

где M — молекулярная масса, гр;

p — давление, Па.

В этом случае

$$M_0 = \int_A v dA dt, \quad (4)$$

где dA — элемент площади поверхности испарения,

A — общая площадь ее;

t — время нанесения слоя.

Расчетные значения нормированного распределения (по отношению к толщине слоя в центре детали — d_0) представлены на рис. 1, б и 1, в; для деталей сферической формы зависимость $d = f(h, l, s)$ носит более сложный характер и рассчитывается на ЭВМ.

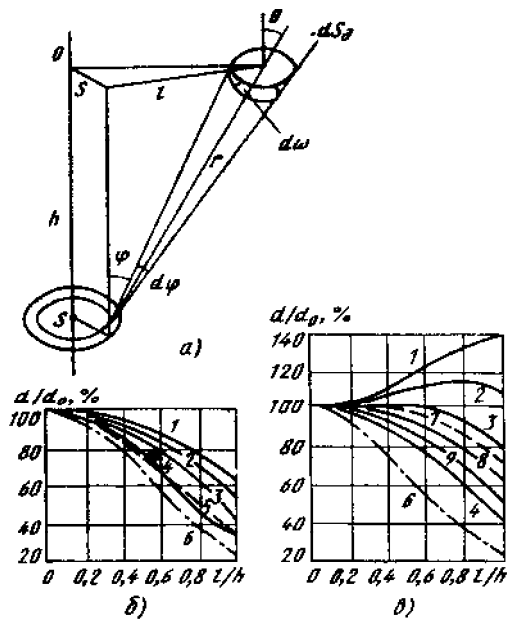


Рис. 1. Распределение конденсата паров вещества на поверхности подложки:

a — схема рассматриваемой системы «испаритель-подложка»; *б* — распределение конденсата для случая точечного или плоского испарителя (с малой площадью испарения); *в* — распределение конденсата для случая, аналогичного 2а, но с вращающейся подложкой (*S* — расстояние по горизонтали от испарителя до оси вращения; *h* — расстояние от плоскости, в которой расположен испаритель, до плоскости расположения подложки; *l* — расстояние по радиусу от точки на плоскости подложки до центра вращения; θ — угол между нормалью к поверхности элементарного участка подложки и ее радиус-вектором; dS_d — площадь элементарного участка, выделенного на поверхности покрываемой детали; $d\omega$ — элемент пространственного угла; φ — телесный угол; $d\varphi$ — элемент телесного угла; r — радиус-вектор; $O-O'$ — ось вращения; d_0 — толщина

покрытия в центре подложки при $l=0$; $\frac{d_r}{d_0}$ — распределение конденсата паров материала)

Кривые	1	2	3	4	5	6	7
$\frac{S}{h}$	1,2	1,0	0,8	0,5	0,7	0,6	точечный испаритель = 0,7 ± 0,8

Расчет такой же зависимости в случае вращающейся детали (вокруг одной или двух осей) также выполняется на ЭВМ.

Существует ряд способов коррекции распределения конденсата по поверхности детали:

1. изменяется высота расположения деталей над испарителем;
2. меняются угол наклона их к оси вращения;
3. между испарителем и деталью устанавливаются неподвижные или вращающиеся маски, меняющие распределение выходящего из испарителя молекулярного (атомарного) потока;
4. изменяют распределение температурного поля на поверхности детали;
5. устанавливают несколько одновременно работающих испарителей (резистивных);
6. осуществляют сканирование электронного луча по поверхности испаряемого материала (программирование места нагрева, создание сплошного раstra).

Метод распыления. В данном методе получения покрытий наносимый материал помещается в вакуумную камеру, как правило, в виде дисков (металлических или диэлектрических) диаметром в 1,5 раза большим, чем диаметр покрываемой детали. Диски служат мишенью, на которую направляются ионы рабочего газа или смеси газов. Направленное движение ионов возможно благодаря тому, что между катодом (мишенью) и анодом (деталью) прикладывается электрическое поле — постоянное или высокочастотное. Электрическое поле и рабочее давление обуславливают в вакуумной камере возникновение разряда, характеризующегося большой плотностью ионов и электронов — возникает плазма, равновесие в которой поддерживается за счет подводимой энергии электрического поля. В ряде случаев на разряд накладывается магнитное поле. Кроме того, для снижения рабочего давления газа ниже 1 Па вместо диодных систем используют триодные ионно-плазменные системы, в которых поджиг разряда осуществляется с помощью специального накаливаемого катода.

Особое место в данном методе нанесения оптических покрытий занимает ионно-лучевой способ, характеризующийся тем, что ионный пучок или пучок нейтральных атомов, бомбардирующий распыляемую мишень, формируется в отдельном ионном источнике (однолучевая система). В ряде случаев поверхность детали и конденсирующийся слой подвергается облучению ионами (или нейтральными атомами) от дополнительного источника (двухлучевая система). Введение второго ионного источника с энергией ионов 10—1000 эВ позволяет управлять структурой формирующего слоя. В стадии промышленной эксплуатации подобные системы еще не вышли, однако возможность нанесения оптических слоев с заданными кристаллографическими параметрами несомненна.

2. ОСНОВЫ РАСЧЕТА ОПТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОКРЫТИЙ

2.1. Отражение на границе раздела двух однородных изотропных сред

Пусть на границу раздела двух сред (1) и (3) (см. рис. 2) падает плоская волна

$$\begin{cases} \vec{E}_1^+(\vec{k}, \vec{r}, t) = \vec{E}_1^+ e^{-i\vec{k}_1^+ \vec{r}} \cdot e^{i\omega t} \\ \vec{H}_1^+(\vec{k}, \vec{r}, t) = \vec{H}_1^+ e^{-i\vec{k}_1^+ \vec{r}} e^{i\omega t} \end{cases} \quad (5)$$

в направлении \vec{l}_1^+ . Аналогично запишется отраженная в направлении \vec{l}_1^- волна

$$\begin{cases} \vec{E}_1^-(\vec{k}, \vec{r}, t) = \vec{E}_1^- e^{-i\vec{k}_1^- \vec{r}} e^{i\omega t} \\ \vec{H}_1^-(\vec{k}, \vec{r}, t) = \vec{H}_1^- e^{-i\vec{k}_1^- \vec{r}} e^{i\omega t} \end{cases} \quad (6)$$

и преломленная в направлении \vec{l}_3^+ волна

$$\begin{cases} \vec{E}_3^+(\vec{k}, \vec{r}, t) = \vec{E}_3^+ e^{-i\vec{k}_3^+ \vec{r}} e^{i\omega t} \\ \vec{H}_3^+(\vec{k}, \vec{r}, t) = \vec{H}_3^+ e^{-i\vec{k}_3^+ \vec{r}} e^{i\omega t} \end{cases} \quad (7)$$

Здесь \vec{k}_1^+ , \vec{k}_1^- , \vec{k}_3^+ — волновые векторы падающей, отраженной и преломленной волн; \vec{E} и \vec{H} — электрический и магнитный векторы волны (соответственно, средам (1) и (3)).

Как показывается в теоретической оптике, при переходе электромагнитной волны из одной среды в другую должны выполняться следующие граничные условия (для немагнитных сред, т. е. при $\mu=1$):

$$\begin{aligned} E_{1x} = E_{3x}, \quad E_{1y} = E_{3y}, \quad (\epsilon_1 E_1)_z = (\epsilon_3 E_3)_z, \\ H_{1x} = H_{3x}, \quad H_{1y} = H_{3y}, \quad H_{1z} = H_{3z}. \end{aligned} \quad (8)$$

Исходя из этих условий, можно показать, что для изотропных и однородных сред справедливы соотношения

$$Q_1 = Q_1^-; \quad n_1^* \sin Q_1 = n_3^* \sin Q_3;$$

и векторы \vec{l}_1^+ , \vec{l}_1^- , \vec{l}_3^+ лежат в одной плоскости, называемой плоскостью падения (здесь и далее $n^* = n - ik$ — комплексный показате-

тель преломления среды, n — его действительная часть, k — показатель поглощения среды.

Разложим вектор напряженности электрического поля на две компоненты, одна из которых будет лежать в плоскости падения (p — компонента), а другая (s — компонента) будет ориентирована

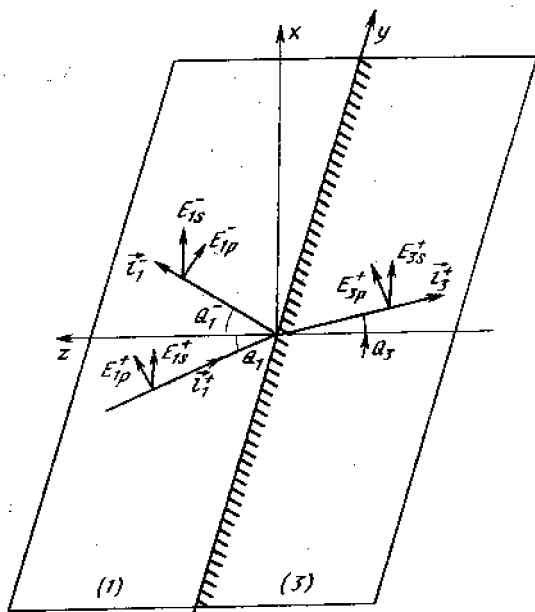


Рис. 2. Зависимость амплитудных коэффициентов отражения и пропускания для компоненты напряженности электрического поля

перпендикулярно этой плоскости (см. рис. 2). Тогда амплитудные значения коэффициента отражения

$$r_{13}^p = E_{1p}^- / E_{1p}^+; \quad r_{13}^s = E_{1s}^- / E_{1s}^+$$

и пропускания

$$\tau_{13}^p = E_{3p}^+ / E_{1p}^+; \quad \tau_{13}^s = E_{3s}^+ / E_{1s}^+$$

для каждой компоненты можно записать:

$$r_{13}^p = -\frac{\operatorname{tg}(Q_1 - Q_3)}{\operatorname{tg}(Q_1 + Q_3)} = \frac{n_1^* \cos Q_3 - n_3^* \cos Q_1}{n_1^* \cos Q_3 + n_3^* \cos Q_1};$$

$$r_{13}^s = -\frac{\sin(Q_1 - Q_3)}{\sin(Q_1 + Q_3)} = \frac{n_1^* \cos Q_1 - n_3^* \cos Q_3}{n_1^* \cos Q_1 + n_3^* \cos Q_3};$$
(9)

$$\tau_{13}^p = \frac{2 \sin Q_3 \cos Q_1}{\sin(Q_1 + Q_3) \cos(Q_1 - Q_3)} = \frac{2n_1^* \cos Q_1}{n_1^* \cos Q_3 + n_3^* \cos Q_1}; \quad (10)$$

$$r_{13}^s = \frac{2 \sin Q_3 \cos Q_1}{\sin(Q_1 + Q_3)} = \frac{2n_1^* \cos Q_1}{n_1^* \cos Q_1 + n_3^* \cos Q_3}.$$

Для нормального падения световой волны ($Q_1 = Q_2 = 0$) амплитудные коэффициенты отражения и пропускания будут

$$r_{13} = r_{13}^s = r_{13}^p = \frac{n_1^* - n_3^*}{n_1^* + n_3^*}. \quad (11)$$

$$\tau_{13} = \tau_{13}^s = \tau_{13}^p = \frac{2n_1^*}{n_1^* + n_3^*}. \quad (12)$$

Так как плотность энергии в волне пропорциональна квадрату амплитуды, то энергетический коэффициент отражения будет равен квадрату соответствующего амплитудного коэффициента

$$R_{13}^s = r_{13}^s \cdot r_{13}^{s*} \quad \text{и} \quad R_{13}^p = r_{13}^p \cdot r_{13}^{p*}, \quad (13)$$

где r_{13}^{s*} и r_{13}^{p*} — комплексносопряженные величины. Так для непоглощающих сред ($n^* = n$) при нормальном падении

$$R_{13} = R_{13}^s = R_{13}^p = \left(\frac{n_1 - n_3}{n_1 + n_3} \right)^2. \quad (14)$$

При определении энергетического коэффициента пропускания различают прозрачность по интенсивности ($T^{(J)}$) и прозрачность по потоку ($T^{(\Phi)}$). Первая определяется как отношение модуля действительной части вектора Пойтинга $\vec{S} = [\vec{E} \cdot \vec{H}]$ для проходящей волны к его значению для падающей волны, т. е. отношение интенсивностей этих волн. Можно показать, что для непоглощающих сред

$$T_{13}^{(J)} = \frac{n_3}{n_1} \tau_{13}^2. \quad (15)$$

Прозрачность по потоку определяется как отношение светового потока, проникающего в среду (3) через единицу поверхности граничного слоя, к величине светового потока, падающего на единицу поверхности раздела из 1-й среды. Для прозрачных сред при наклонном падении

$$T_{13}^{(\Phi)} = \begin{cases} \left(\frac{n_3 \cos Q_3}{n_1 \cos Q_1} \left| \tau_{13}^s \right|^2 \right) & \text{для } s \text{ — компоненты} \\ \left(\frac{n_3 \cos Q_3}{n_1 \cos Q_1} \left| \tau_{13}^p \right|^2 \right) & \text{для } p \text{ — компоненты.} \end{cases} \quad (16)$$

При нормальном падении согласно (12) и (16)

$$T_{13}^{(\Phi)} = \frac{4n_1 n_3}{(n_1 + n_3)^2} \quad (17)$$

Общая зависимость энергетических коэффициентов отражения для s - и p -компонент электрического вектора от угла падения Q_1 показана на рис. 3.

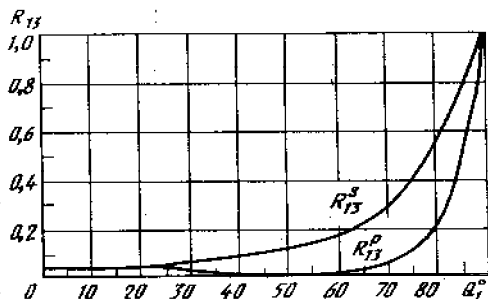


Рис. 3. Зависимость коэффициента отражения от угла падения для компонент $\vec{E} \cdot n_1/n_3 = 1,5$

Из графиков или непосредственно из соотношения (9) следует, что если $Q_1 + Q_3 = \frac{\pi}{2}$, компонента электрического вектора отраженной волны, лежащая в плоскости падения, равна нулю, т. е. наблюдается явление полной поляризации света. Угол Q_1 , удовлетворяющий этим условиям, называют углом Брюстера.

При переходе угла падения Q_1 через угол Брюстера, т. е. при $Q_1 + Q_3 > \frac{\pi}{2}$, происходит скачкообразное изменение фазы отраженной p -компоненты электрического вектора на π . Это видно из (9): так как амплитуда электрического вектора $E_{1p}^- = r_{13}^p E_{1p}^+$, то при $Q_1 + Q_3 > \frac{\pi}{2}$ E_{1p}^- меняет знак на противоположный. Фаза отраженной s -компоненты при этом не изменяется. Кроме этого, фаза отраженной волны зависит от соотношения показателей преломления сред. Если отражение происходит от оптически более плотной среды ($n_3 > n_1$; $Q_1 > Q_3$), то в соответствии с (9) фаза отраженной волны отличается на π от фазы падающей волны. При отражении от оптически менее плотной среды ($n_3 < n_1$; $Q_1 < Q_3$) изменения фазы не происходит. Фаза преломленной волны, как видно из (10), в этих случаях совпадает с фазой падающей волны. Сказанное можно продемонстрировать следующей таблицей изменения фазы отраженной и преломленной волны по отношению к падающей волне, для которой $\varphi_1^- = 0$.

	$Q_1 + Q_3 < \frac{\pi}{2}$		$Q_1 + Q_3 > \frac{\pi}{2}$	
	$n_3 > n_1$	$n_3 < n_1$	$n_3 > n_1$	$n_3 < n_1$
E_{1p}^-	π	0	0	π
E_{1s}^-	π	0	π	0
E_{3p}^+, E_{3s}^+	0	0	0	0

2.2. Интерференционные явления в тонких слоях

Если на границу раздела двух сред (1) и (3) нанести тонкий слой (2) из вещества с отличным от обрамляющих сред показателем преломления n_2^* (рис. 4), и имеющим толщину, сравнимую с длиной волны падающего света, то условия отражения на границе раздела могут существенно измениться.

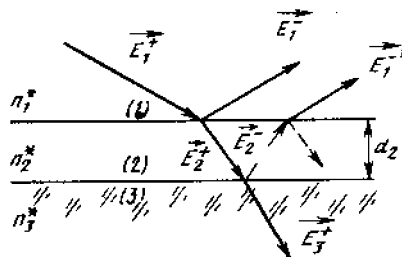


Рис. 4. Фазовые сдвиги при отражениях от наружной и внутренних границ слоя

В общем случае показатель преломления слоя может быть комплексным $n_2^* = n_2 - ik_2$, и слой может обладать анизотропией оптических свойств. Однако это вносит существенные осложнения при расчетах оптических свойств тонких пленок, особенно многослойных систем. Вместе с тем, в большинстве случаев применяющиеся на практике тонкие слои изотропны и прозрачны в широкой области спектра, поэтому и рассмотрим лишь однородные, изотропные и непоглощающие слои, заключенные между двумя полубесконечными изотропными прозрачными средами.

Падающий на слой световой поток частично отражается на границе $n_1 - n_2$ (\vec{E}_1^-) и частично проходит в слой (\vec{E}_2^+). Поток \vec{E}_1^- , достигая границы $n_2 - n_3$, разделяется еще на два: прошедший в среду (3) — \vec{E}_3^+ и отраженный \vec{E}_2^- . Второй поток, достигая границы

$n_2 - n_1$, выходит частично в первую среду) и взаимодействует с потоком \vec{E}_1^- , происходит их интерференция. Интенсивность результирующего потока будет зависеть от величины сдвига фаз между волной \vec{E}_1^- и волной \vec{E}_1^+ , которая определяется оптической толщиной $n_2 d_2$ (d_2 — геометрическая толщина пленки (слоя)).

Согласно общей теории, амплитудные коэффициенты отражения и пропускания в этом случае можно найти из следующих выражений:

$$r_{13} = \frac{f_{12} + f_{23} e^{-2i\varphi_2}}{1 + f_{12} f_{23} e^{-2i\varphi_2}}; \quad (18)$$

$$\tau_{13} = \frac{g_{12} g_{23} e^{-i\varphi_2}}{1 + f_{12} f_{23} e^{-2i\varphi_2}}, \quad (19)$$

где
$$f_{ik} = \frac{N_i - N_k}{N_i + N_k}; \quad (20)$$

$$g_{ik} = \frac{2N_i}{N_i + N_k} \quad (21)$$

коэффициенты Френеля для границы раздела i -ой и k -ой сред.

$$N_j = \begin{cases} \frac{n_j}{\cos Q_j} & \text{— для } p\text{-компоненты} \\ n_j \cos Q_j & \text{— для } s\text{-компоненты.} \end{cases} \quad (22)$$

N_j — «эффективный» показатель преломления при наклонном падении светового потока.

$$\varphi_2 = \frac{2\pi}{\lambda} n_2 d_2 \cos Q_2 \text{ — для } s\text{- и } p\text{-компоненты.} \quad (23)$$

При нормальном падении светового луча, согласно (1) и (16), с учетом (14) и (15), при $\cos Q_1 = 1$, энергетический коэффициент отражения и коэффициент пропускания по потоку будут иметь вид:

$$R_{13} = \frac{n_2^2 (n_1 - n_3)^2 - (n_1^2 - n_2^2) (n_2^2 - n_3^2) \sin^2 \pi p}{n_2^2 (n_1 + n_3)^2 - (n_1^2 - n_2^2) (n_2^2 - n_3^2) \sin^2 \pi p}; \quad (24)$$

$$T_{13}^{(\Phi)} = \frac{4n_1 n_2^2 n_3^2}{n_2^2 (n_1 + n_3)^2 - (n_1^2 - n_2^2) (n_2^2 - n_3^2) \sin^2 \pi p}. \quad (25)$$

Величина сдвига фазы при отражении света от слоя — α_{13} и прохождении света сквозь слой — β_{13} может быть вычислена, исходя из выражений:

$$\alpha_{13} = \operatorname{arctg} \frac{2n_1 n_2 (n_2^2 - n_3^2) \sin \pi p \cos \pi p}{n_3^2 (n_1^2 - n_2^2) \cos^2 \pi p + (n_1^2 n_3^2 - n_2^4) \sin^2 \pi p}; \quad (26)$$

$$\beta_{13} = \operatorname{arctg} \frac{(n_1 + n_2)(n_2 + n_3) \sin \pi p \cos \pi p}{n_3^2 (n_1 + n_3) \cos^2 \pi p - (n_1 n_3 + n_2^2) \sin^2 \pi p}. \quad (27)$$

Здесь положительный знак числителя в аргументе arctg соответствует углам, лежащим в интервале $(0; \pi)$, а положительный знак знаменателя — углом в интервале $\left(-\frac{\pi}{2}; +\frac{\pi}{2}\right)$.

В выражениях (24—27) $p = \frac{2n_2 d_2}{\lambda}$ — порядок интерференции.

Из анализа формул (24) и (25) можно сделать вывод, что коэффициенты R_{13} и $T_{13}^{(\Phi)}$ — осциллирующие функции порядка интерференции. Экстремумы этих функций соответствуют целым и полуцелым значениям p и равны:

$$R_{13}^{\text{экстр}} \begin{cases} \frac{(n_1 - n_3)^2}{(n_1 + n_3)^2} & \text{при } p = m \end{cases} \quad (28a)$$

$$\begin{cases} \frac{(n_1 n_3 - n_2^2)^2}{(n_1 n_3 + n_2^2)^2} & \text{при } p = \frac{2m+1}{2}; \end{cases} \quad (28b)$$

$$T_{13}^{\text{экстр}} \begin{cases} \frac{4n_1 n_3}{(n_1 + n_3)^2} & \text{при } p = m \end{cases} \quad (29a)$$

$$\begin{cases} \frac{4n_1 n_2^2 n_3}{(n_1 n_3 + n_2^2)^2} & \text{при } p = \frac{2m+1}{2}. \end{cases} \quad (29b)$$

где m — произвольное число.

Таким образом, при $p = m$ (28a) и (29b) совпадают со значениями (14) и (17) для R_{13} , $T_{13}^{(\Phi)}$, т. е. присутствие слоя никак не сказывается на оптических свойствах покрытой им поверхности (α_{13} и β_{13} в этом случае равны нулю). Наибольшее влияние слой оказывает при условии полнотелности порядка интерференции. Здесь следует различать два случая: покрытия, уменьшающие отражение от поверхности (просветляющие покрытия), и покрытия, увеличивающие коэффициент отражения (отражающие покрытия).

Просветляющее действие поверхностного слоя возникает, если его показатель преломления имеет промежуточное значение между значениями показателей преломления обрамляющих сред, т. е.

$$n_1 < n_2 < n_3 \quad \text{или} \quad n_1 > n_2 > n_3. \quad (30)$$

Наибольший эффект достигается, как видно из (286), при условии

$$n_2^2 = n_1 n_3 \quad \text{или} \quad n_2 = \sqrt{n_1 n_3}. \quad (31)$$

Покрyтия, удовлетворяющие этому условию и имеющие толщину

$$d_2 = \frac{2m+1}{2} \cdot \frac{\lambda}{2n_2}$$

или оптическую толщину

$$n_2 d_2 = \frac{2m+1}{4} \lambda, \quad (32)$$

полностью подавляют отражение от поверхностей деталей.

Если показатель преломления вещества слоя больше или меньше показателей преломления обрамляющих сред, т. е. $n_1 < n_2 > n_3$ или $n_1 > n_2 < n_3$, то при $p = \frac{2m+1}{2}$ отражательная способность границы раздела увеличивается. Это обусловлено тем, что в отличие от случая $n_1 < n_2 < n_3$ здесь фазовые сдвиги при отражениях от паружной и внутренних границ слоя не компенсируются и возвращаемая слоем волна оказывается синфазной с волной, отраженной от передней границы слоя (см. рис. 3). Чем больше $[n_1 - n_2]$ и $[n_2 - n_3]$, тем больше амплитуды интерферирующих волн и, следовательно, тем больше коэффициент отражения от слоя.

Теория оптических свойств многослойных систем может быть более или менее последовательно развита с нескольких независимых точек зрения. Исторически первым методом рассмотрения интерференционных эффектов в тонких слоях является метод суммирования многократных отражений. В настоящее время наиболее удовлетворительным образом оптика тонкослойных покрытий может быть построена только на основе электромагнитной теории, обеспечивающей относительно полный и последовательный учет интерференционных и поляризационных эффектов в многослойных системах всех типов.

Определение отражения, пропускания и поглощения многослойной системы, с точки зрения электромагнитной теории, сводится к определению стационарных амплитуд векторов напряженностей электрического и магнитного полей на всех границах системы при падении световой волны с определенными характеристиками.

Определение амплитуд векторов напряженностей электрического и магнитного полей осуществляется, исходя из уравнений Максвелла при определенных граничных и начальных условиях с помощью последовательного вычисления необходимых величин по рекуррентным соотношениям, которые могут быть заменены матричным методом расчета. Введение понятия импеданса и адмиттанса в эти методы позволило использовать для расчета различные программы и теорию графов.

Огромный прогресс в конструировании и расчетах многослойных систем был вызван появлением электронных вычислительных машин, сопряжение которых с графическими построителями дает возможность непосредственно на экране наблюдать спектральные характеристики рассчитываемой системы, что значительно сокращает время анализа и синтеза оптических интерференционных систем.

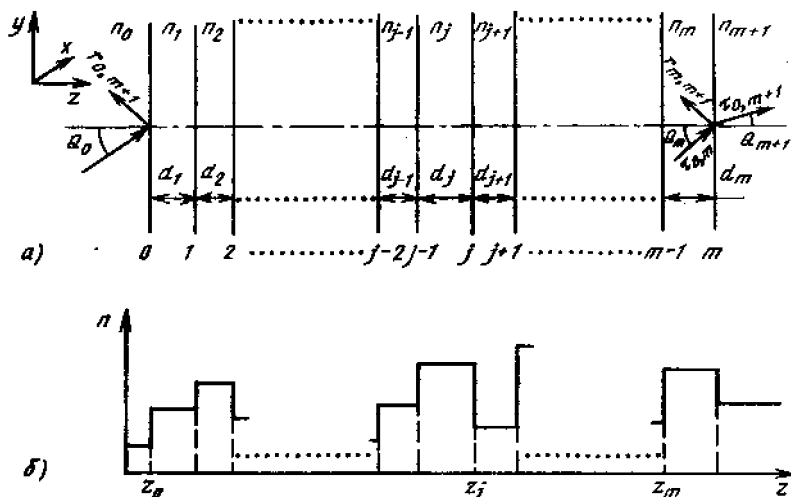


Рис. 5:

а — схема многослойной системы; б — изменение показателя преломления в однородной многослойной системе

Пусть на поверхность полубесконечной среды, имеющей показатель преломления n_{m+1} , нанесено покрытие, состоящее из m слоев и граничащее с наружной стороны с полубесконечной средой, имеющей показатель преломления n_0 (Рис. 5, а). Поглощение в средах и слоях отсутствует.

Считается, что протяженность всей системы вдоль плоскостей, перпендикулярных оси oz , очень велика по сравнению с толщиной системы вдоль оси oz . Показатель преломления n в системе меняется в зависимости от z , но остается постоянным в плоскостях, перпендикулярных oz . Многослойная система считается однородной, если зависимость $n(z) = \text{const}$, за исключением нескольких точек разрыва первого рода (Рис. 5, б).

Рекуррентный расчет оптических свойств такой системы производится следующим образом (Рис. 6). На первом шаге все слои, кроме прилегающего к полубесконечной среде слоя m , заменяются полубесконечной средой с показателем преломления n_{m-1} , т. е. показателем преломления соседнего слоя $m-1$. В этом предположении вычисляются амплитудные коэффициенты отражения $r_{m-1, m+1}$ и пропускания $\tau_{m-1, m+1}$ так же, как для однослойного покрытия (18, 19).

$$r_{m-1, m+1} = \frac{f_{m-1, m} + f_{m, m+1} e^{-2i\varphi_m}}{1 + f_{m-1, m} f_{m, m+1} e^{-2i\varphi_m}}; \quad (33)$$

$$\tau_{m-1, m+1} = \frac{g_{m-1, m} g_{m, m+1} e^{-i\varphi_m}}{1 + f_{m-1, m} f_{m, m+1} e^{-2i\varphi_m}}.$$

На следующем шаге к слою m добавляется слой $m-1$. Теперь показатель преломления полубесконечной среды, лежащей слева, будет n_{m-2} , а справа — n_m . Амплитудные коэффициенты отражения $r_{m-2, m+1}$ и пропускания $\tau_{m-2, m+1}$ будут определяться уже через $r_{m-1, m+1}$ и $\tau_{m-1, m+1}$:

$$r_{m-2, m+1} = \frac{f_{m-2, m-1} + r_{m-1, m+1} e^{-2i\varphi_{m-1}}}{1 + f_{m-2, m-1} r_{m-1, m+1} e^{-2i\varphi_{m-1}}}; \quad (34)$$

$$\tau_{m-2, m+1} = \frac{g_{m-2, m-1} \tau_{m-1, m+1} e^{-i\varphi_{m-1}}}{1 + f_{m-2, m-1} r_{m-1, m+1} e^{-2i\varphi_{m-1}}}.$$

Аналогично производится расчет для всех последующих слоев системы, и в заключение получается амплитудный коэффициент отражения от всей системы в целом $r_{0, m+1}$ и амплитудный коэффи-

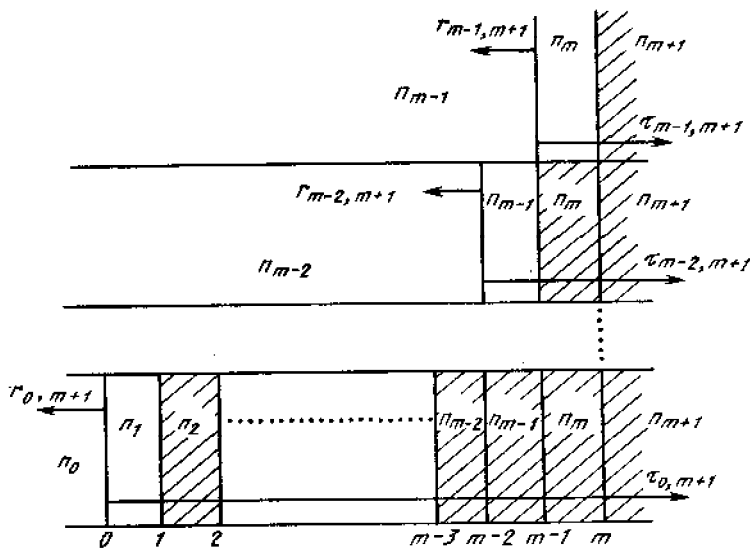


Рис. 6. Схема, поясняющая рекуррентный метод расчета оптических свойств многослойной системы

циент пропускания системы $\tau_{0, m+1}$. В общем виде для j -го слоя рекуррентные формулы запишутся как:

$$r_{j-1, m+1} = \frac{f_{j-1, j} + r_{j, m+1} e^{-2i\varphi_j}}{1 + f_{j-1, j} r_{j, m+1} e^{-2i\varphi_j}}; \quad (35)$$

$$\tau_{j-1, m+1} = \frac{g_{j-1, j} r_{j, m+1} e^{-i\varphi_j}}{1 + f_{j-1, j} r_{j, m+1} e^{-2i\varphi_j}},$$

где аналогично (20, 21):

$$f_{j-1, j} = \frac{N_{j+1} - N_j}{N_{j-1} - N_j}, \quad g_{j-1, j} = \frac{2N_{j-1}}{N_{j-1} + N_j} \quad (36)$$

коэффициенты Френеля, связанные с $(j-1)$ -ой границей раздела.

Зная амплитудные коэффициенты отражения и пропускания r и τ , можно вычислить и энергетические коэффициенты R и T (13, 15, 16).

На базе полученных выражений можно сконструировать большое количество оптических покрытий, однако найти оптимальную систему трудно, для этого необходимы специально разработанные программы синтеза покрытий. Ряд программ в настоящее время разработан и позволяет успешно решать многие задачи оптики тонких сред. Ввиду специфики вопроса здесь они не рассматриваются.

3. ТИПЫ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ И ИХ ХАРАКТЕРИСТИКИ

В соответствии с задачами, решаемыми в оптике тонких слоев, и исходя из их назначения, покрытия оптических деталей подразделяются на ряд типов.

Зеркальные покрытия

1. Металлические слои и металл-диэлектрические системы. Составляют из непрозрачных слоев металла или слоев металла с несколькими слоями диэлектрика, обеспечивающего повышение оптических и эксплуатационных характеристик металлических слоев. В качестве высокоотражающих металлических слоев используется алюминий, серебро, медь, хром, родий и др.; высокоотражающим металл-диэлектрическим зеркалом является, в частности, система тонких слоев: алюминий + оксид кремния + оксид циркония, наносимая на любую полированную подложку: стекло, металл, керамика. Оптические характеристики некоторых металлов представлены в табл. 1.

Таблица 1

Оптические постоянные и вычисленные значения коэффициента отражения пленок Al, Ag, Au, Cu при нормальном падении света

Металл	λ , нм	n	k	R , %
Алюминий	220	0,14	2,35	91,8
	260	0,19	2,85	92,0
	300	0,25	3,33	92,1
	340	0,31	3,80	92,3
	280	0,37	4,26	92,6
	436	0,47	4,84	92,7
	492	0,64	5,50	92,2
	546	0,82	5,99	91,6
	650	1,30	7,11	90,7
	700	1,55	7,00	88,8
	800	1,99	7,05	86,4
	950	1,75	8,50	91,2
	2000	2,30	16,5	96,6
	4000	5,97	30,3	97,5
	6000	11,0	42,4	97,7
8000	17,0	55,0	98,0	
10000	25,4	67,3	98,0	
Серебро	400	0,075	1,93	93,9
	500	0,050	2,87	97,9
	600	0,060	3,75	98,4
	700	0,075	4,62	98,7
	800	0,090	5,45	98,8
	950	0,110	6,56	98,9
	2000	0,480	14,4	99,1
	4000	1,89	28,7	99,1
	6000	4,15	42,6	99,1
	8000	7,14	56,1	99,1
	10000	10,69	69,0	99,1
	12000	14,50	81,4	99,2
Золото	450	1,40	1,88	39,7
	500	0,84	1,84	50,5
	550	0,33	2,32	81,5
	600	0,20	2,90	91,9
	700	0,13	3,84	96,7
	800	0,15	4,65	97,4
	900	0,17	5,34	97,8
	1000	0,18	6,04	98,1
	2000	0,54	11,2	98,3
	4000	1,49	22,2	98,8
	6000	3,01	33,0	98,9
	8000	5,05	43,5	99,0
	10000	7,41	53,4	99,0
11000	8,71	58,2	99,0	
Медь	450	0,87	2,20	58,2
	500	0,88	2,42	62,4
	550	0,76	2,46	66,9
	600	0,19	2,98	92,8
	800	0,17	4,84	97,3

Металл	λ , нм	n	k	R, %
Медь	1000	0,20	6,27	98,4
	3000	1,22	17,1	98,4
	7000	5,25	40,7	98,8
	10250	11,00	60,6	98,8

2. Диэлектрические системы. Состоят из чередующихся непоглощающих слоев с низким и высоким показателями преломления и оптическими толщинами, равными, как правило, $\lambda/4$. В последнее время широкое распространение получают неравнотолщинные системы, оптические толщины слоев в которых не связаны с какой-либо определенной длиной волны.

Оптические характеристики зеркальных покрытий представлены в табл. 2.

Таблица 2

Число слоев	Материал слоев	Метод получения	Спектральная область применения, мкм	Максимальный коэффициент отражения ρ_{max} , %	Относительная ширина области спектра, $\Delta\lambda/\lambda$
13 15 11	Сульфиды, фториды	РИ	0,5—1,5	99	0,25
			0,5—1,5	99,5	0,27
			1,2—5	99,5	0,32
21 15 17 19 13 21 17	Оксиды	ИП	0,22—0,30	99	0,1
			0,24—0,30	99	0,14
			0,30—0,45	99	0,14
			0,40—0,80	99—99,5	0,15
			0,45—0,80	99	0,18
			0,8—1,5	99	0,15
			1,1—1,5	99	0,17
14 23		ИЭ	0,4—1,5	99 99,6	0,2 0,15

Примечание: РИ — резистивный метод испарения; ИП — ионно-плазменный метод; ИЭ — электронно-лучевой метод.

Просветляющие (антиотражающие) покрытия

Основная цель нанесения покрытий данного типа состоит в том, чтобы уменьшить отражение света от поверхностей раздела оптическая дсталя — внешняя среда, в частности, стекло—воздух. При-

меняются одно-, двух-, трех- и более -слойные интерференционные системы, снижающие отражение на заданных длинах волн или в заданных спектральных интервалах. Спектральные характеристики просветляющих покрытий представлены на рис. 7. Создаются покрытия данного типа практически только на основе непоглощающих диэлектрических материалов (оксиды, фториды и сульфиды металлов). Реализация конструкций может осуществляться как на

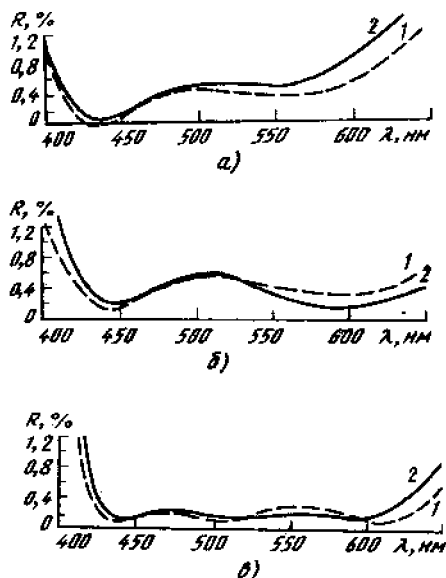


Рис. 7. Спектральные кривые просветляющих покрытий (в обозначении типов покрытий)

специально нагреваемые до 300° С детали, так и на холодные: эта возможность определяется используемыми в покрытии материалами, а иногда и методом их нанесения.

Фильтрующие покрытия представляют собой многослойные интерференционные системы, создаваемые либо из чисто диэлектрических слоев, либо из слоев металла и диэлектрика (МДМ-фильтры). Широкое применение в практике находят диэлектрические узкополосные пропускающие интерференционные фильтры (ДУПИФ), состоящие из двух одинаковых многослойных зеркал, разделенных слоем диэлектрика. Оптические толщины h и h' разделительного слоя и слоев зеркал связаны соотношением:

$$h - nd = 2ph', \quad p = 1, 2, 3, \dots,$$

где p — порядок фильтра,
 n и d — показатель преломления и геометрическая толщина разделительного слоя.

Спектральные кривые пропускания основных типов интерференционных фильтров представлены на рис. 8.

Светоделительные покрытия. Представляют собой либо многослойную систему чередующихся диэлектрических слоев с высоким и низким показателем преломления, либо металл-диэлектрическую систему, либо чисто металлический полупрозрачный слой. Покрытие обеспечивает требуемые R и T на заданной длине волны или в спектральном интервале.

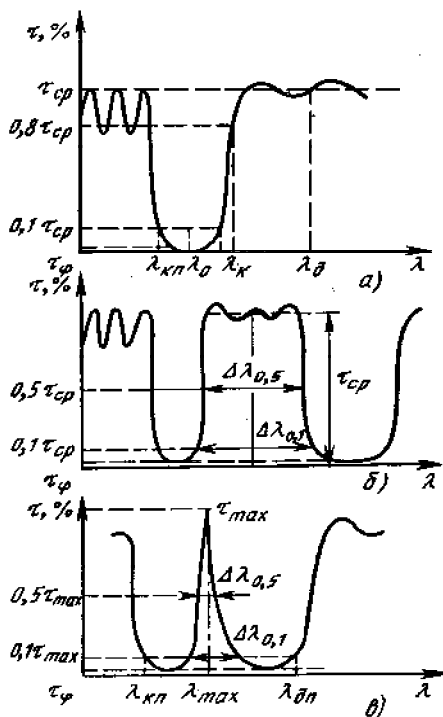


Рис. 8. Спектральные кривые пропускания интерференционных фильтров: а — отрезающего, б — полосового, в — узкополосного ($\lambda_{кп}$ и $\lambda_{дп}$ — длины волн, соответствующие пропусканию $\tau=0,1 \tau_{ср}$ на вторичных коротковолновой и длинноволновой полосах пропускания; λ_{max} — длина волны, соответствующая максимальному пропусканию; $\tau_{ср}$ — средний коэффициент пропускания; τ_{max} — максимальный коэффициент пропускания; $\Delta\lambda_{0,5}$ — ширина полосы пропускания на уровне $\tau=0,5 \tau_{ср}$ (или $\tau=0,5 \tau_{max}$); $\Delta\lambda_{0,1}$ — ширина полосы пропускания на уровне $\tau=0,1 \tau_{ср}$ (или $\tau=0,1 \tau_{max}$); $\tau_{ф}$ — коэффициент пропускания в нерабочем диапазоне волн; $K_p = \lambda_{тр}/\lambda_k$ — крутизна коротковолнового фронта пропускания фильтра, где λ_k — длина волны, на которой коэффициент пропускания $\tau=0,6 \tau_{ср}$; $\lambda_{тр}$ — коротковолновая граница пропускания, на которой коэффициент пропускания $\tau=0,1 \tau_{ср}$).

Поляризирующие покрытия. Интерференционные поляризаторы предназначены для получения линейно-поляризованного света. Наносятся на гипотенузную грань призмы, склеиваемой с аналогичной призмой без покрытия, или на поверхность стеклянной пластины. Представляют собой многослойные диэлектрические покрытия на базе оксидов, сульфидов и фторидов.

Светопоглощающие покрытия. Состоят из поглощающего слоя и антиотражающего покрытия.

Защитные покрытия.

Электропроводящие покрытия. Как правило, создаются на базе слоев из оксидов индия и олова. Для повышения прозрачности сверху наносят слой кварца.

Электрохромные покрытия при прохождении электрического поля меняют R и T . Создаются, в основном, на базе оксида вольфрама.

Термохромные покрытия меняют R и T при воздействии на них тепла. Основной материал покрытий данного типа — оксид ванадия VO_2 , имеющий при температуре 67°C фазовый переход полупроводник—металл, сопровождающийся резким изменением по величине комплексного показателя преломления слоя.

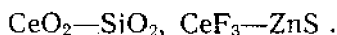
4. ОСНОВНЫЕ СВОЙСТВА СЛОЕВ И НОМЕНКЛАТУРА ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ПЛЕНКООБРАЗУЮЩИХ МАТЕРИАЛОВ

Оптические интерференционные системы различного функционального назначения создаются на базе конкретных пленкообразующих материалов путем варьирования показателями преломления слоев, их оптической толщиной и количеством. Промышленная реализация подобных систем требует наличия разнообразных высококачественных материалов, используемых для испарения, причем таких материалов, которые обеспечивают как воспроизводимый технологический процесс нанесения покрытий, так и все необходимые свойства детали с покрытием.

Оптические свойства основных диэлектрических материалов (в форме тонких слоев) представлены в табл. 3—5. Основные требования к слоям, а следовательно и к пленкообразующим материалам, следующие:

1) световые потери в слоях должны быть минимальными, т. е. минимальной должна быть сумма $A+S$, где A — поглощение света, а S — рассеяние света слоем. Поглощение света количественно характеризуется коэффициентом поглощения k , определяемым из выражения для комплексного показателя преломления $N=n-ik$. Кроме того, иногда используется постоянная поглощения $\alpha = 4\pi k \cdot \lambda^{-1}$. Обычно суммарные потери света (L) определяются из выражения $L=1-(R+T)$, где R — коэффициент отражения света, а T — коэффициент пропускания света слоем. Приемлемой величиной поглощения является $k \approx 10^{-4}$. Например, для получения потерь в многослойных ахроматических просветляющих покрытиях (слой толщиной порядка 100 нм) на уровне менее 0,01%, величина $k \approx 0,44 \cdot 10^{-4}$, а $\alpha = 10 \text{ см}^{-1}$ ($\lambda = 550 \text{ нм}$).

2) показатель преломления слоя должен иметь требуемую величину в заданном спектральном диапазоне. Обычно показатель преломления слоя ниже, чем показатель преломления исходного материала и, как правило, неоднороден по его толщине. Исключения составляют некоторые смеси, испаряющиеся совместно, например,



Оптические свойства оксидов

Испаряемый материал	Способ испарения и температура испарения	Структура пленки, плотность ее упаковки (z), температура де-таля (T_D)	Область прозрачности, нм	Показатель преломления		Основные свойства пленки
				5	6	
SiO_2	ЭЛ*, 1600°С	аморфная $z=0,9$ ($T_D=30^\circ\text{C}$) $z=0,98$ ($T_D=150^\circ\text{C}$)	200—9000	1,45—1,46 ($\lambda=550$ нм)	прочные; сжимающиеся напряжения прочные	
Al_2O_3	ЭЛ*, 2050°С	аморфная $z=1$ ($T=30^\circ\text{C}$) $z=1$ ($T=300^\circ\text{C}$)	200—7000	1,54 ($T=30^\circ\text{C}$) ($\lambda=550$ нм) 1,63 ($T=300^\circ\text{C}$; $\lambda=550$ нм) 1,7 ($T_D=50^\circ\text{C}$), $\lambda=550$ нм) 1,74 ($T_D=300^\circ\text{C}$) $\lambda=550$ нм) 1,79 2,15 ($T_D=260^\circ\text{C}$, $\lambda=550$ нм) 1,8 ($\lambda=550$ нм)		
MgO	ЭЛ*, 2800°С	кристаллическая	200—8000	1,95 ($\lambda=300$ нм) 1,86 ($T_D=250^\circ\text{C}$, $\lambda=550$ нм) 1,87—1,89	—→—	
Nd_2O_3	P**, в среде O_2 , 1900°С	—	400—10000	1,9—1,86	—→—	
Gd_2O_3	P, в среде O_2 , 2200°С	—	320—15000	1,98—1,9 $\lambda=550$ нм) 1,92—2,05 $\lambda=550$ нм)	—→—	
ThO_2	ЭЛ, 3050°С	—	300—	400—	—→—	
Y_2O_3	ЭЛ, в среде O_2 , 2400°С	аморфная	300—12000	—	—→—	
Sc_2O_3	ЭЛ, в среде O_2 , 2400°С	—→—	350—13000	—	—→—	
La_2O_3	P, ЭЛ, в среде O_2 , 1500°С	—→—	300—	—	—→—	
Pr_6O_{11}	P	—→—	400—	—	—→—	

Продолжение табл. 3

Испаряе- мый ма- териал	Способ испарения и температура испарения	Структура пленки, плотность ее упаковки (z), температура де- тали ($T_{\text{д}}$)	Область прозрачности, нм	Показатель преломления	Основные свойства пленки
1	2	3	4	5	6
ZrO_2	ЭЛ, в среде O_2 , 2700°С	$z=0,67$ ($T_{\text{д}}=30^\circ\text{C}$)	250—12000	1,97 ($T_{\text{д}}=30^\circ\text{C}$) $\lambda=550$ нм)	прочные
HfO_2	ЭЛ, в среде O_2	аморфная	220—12000	2,15 ($T_{\text{д}}=250^\circ\text{C}$, $\lambda=550$ нм)	прочные, имеют напряжения
SiO	Р, 1300°С	—→—	700—9000	2,0 ($T_{\text{д}}=30^\circ\text{C}$ $\lambda=700$ нм)	прочные
Ta_2O_5	ЭЛ, в среде O_2 , 2100°С	кристаллическая	350—10000	2,25 ($T_{\text{д}}=250^\circ\text{C}$, $\lambda=400$ нм)	прочные
ZnO	Р, 1100°С	кристаллическая	400—	2,1 ($T_{\text{д}}=30^\circ\text{C}$, $\lambda=550$ нм)	непрочные
CeO_2	Р и ЭЛ, 1600°С	кристаллическая	400—12000	2,2 ($\lambda=550$ нм)	прочные
TiO	Р, в среде O_2	в пленке аморфная при $T=30^\circ\text{C}$ и кристаллическая при $T_a > 100^\circ\text{C}$	400—3000	1,9 ($T_{\text{д}}=30^\circ\text{C}$, $\lambda=550$ нм)	прочные, с напряже- ниями
TiO_2	ЭЛ, в среде O_2			2,3 ($T_{\text{д}}=220^\circ\text{C}$, $\lambda=550$ нм)	
PbO	Р, 900°С	кристаллическая	530	2,55 ($T_{\text{д}}=260^\circ\text{C}$, $\lambda=550$ нм) 2,6 ($\lambda=550$ нм)	непрочные

ЭЛ* — электроно-лучевой нагрев
Р** — резистивный нагрев

Оптические свойства фторидов

1	2	3	4	5	6
Испарительный материал	Способ нагрева и температура испарения	Структура пленки, плотность ее упаковки (z), температура деформации (T_n)	Область прозрачности, нм	Показатель преломления ($n=550$ нм)	Основные свойства пленок
NaF	P*, 988° C	кристаллическая	200	1,29—1,3	непрочные, гигроскопичны →
LiF	P, 870° C	→	110—7000	1,3	
CaF ₂	P, 1280° C	кристаллическая, $z=0,57-1$	150—12000	1,23—1,46	пленки прочные, с малыми напряжениями
Na ₂ AlF ₆	P, 1000° C	кристаллическая $z=0,88$ ($T_n=30° C$), $z=0,92$ ($T_n=190° C$)	200—14000	1,32—1,35	непрочные, имеют тенденцию к рекристаллизации; напряжения незначительные
AlF ₃	P	аморфная $z=0,64$ ($T=35° C$)	200—	1,23—1,38	начальные
MgF ₂	P, 1270° C	кристаллическая $z=0,72$ ($T_n=30° C$) $z=0,98$ ($T_n=300° C$)	110—4000	1,32—1,39 (в вакууме) 1,38—1,4	прочные при $T=300° C$; высокие напряжения
ThF ₄	P, 1100° C	аморфная	200—150000	1,5—1,52	радиоактивны
LaF ₃	P, 1490° C	кристаллическая $z=0,8$ ($T=30° C$)	250—2000	1,55 ($T_n=30° C$) 1,65 ($T_n=300° C$)	
NdF ₃	P, 1410° C	кристаллическая $z=0,8$ ($T=30° C$)	250—	1,65	прочные
CaF ₂	P, 1360° C	кристаллическая $z=0,8$ ($T=30° C$)	300—5000	1,63	→
PbF ₂	P, 850° C	кристаллическая $z=0,8$ ($T=30° C$) $\beta - PbF_2$ $z=0,9$ ($T=30° C$)	250—17000	1,98—1,75	непрочные; имеют напряжения

P* — резистивный способ нагрева

Таблица 5

Оптические свойства сульфидов

Исследуемый материал	Способ нагрева и температура испарения	Структура пленки, плотность ее упаковки (z) и температура детали ($T_{\text{д}}$)	Область прозрачности, нм	Показатель преломления	Основные свойства пленок
I	2	3	3	5	6
ZnS	P*, 1100° C	кристаллическая $z=0,94$ $T_{\text{д}} = 35^{\circ} \text{C}$	400—14000	2,3 ($\lambda = 550 \text{ нм}$)	непрочные; небольшие напряжения
CdS	P, 800° C	кристаллическая	550—7000	2,5 ($\lambda = 600 \text{ нм}$)	непрочные
ZnSe	P, 950° C	кристаллическая	550—15000	2,57 ($\lambda = 600 \text{ нм}$) $T_{\text{д}} = 30^{\circ} \text{C}$	—>—
ZnTe	P, 1000° C	кристаллическая	500—10000	2,8 ($\lambda = 550 \text{ нм}$)	—>—
Sb ₂ S ₃	P, 370° C	—		3,0 ($\lambda = 550 \text{ нм}$)	—>—

P* — реальный способ нагрева

3) плотность слоев должна быть максимальной (для минимизации процессов старения оптических покрытий за счет сорбции паров воды, а также получения максимального значения показателя преломления);

4) получаемые слои должны иметь хорошую адгезию к подложке, быть прочными (выдерживать протирку и очистку растворителями), иметь минимальные напряжения и должны быть химически стабильными по отношению к химическим агентам окружающей среды. Необходимо также принимать во внимание возможность химических реакций между слоем и подложкой и между соседними пленками из различных материалов в многослойных системах;

5) повреждения слоев от лазерного излучения, радиации или частиц высоких энергий должны быть минимальными;

6) влияние изменений температуры на свойства слоев также должно быть минимальным.

К дополнительным критериям применимости материалов в качестве пленкообразующих следует отнести:

7) химическую чистоту используемых веществ, особенно в случае применения индивидуальных соединений;

8) минимальное газоотделение таблеток (гранул) вещества, загружаемых в испаритель;

9) хорошую прессуемость порошков исходных веществ при формировании из них таблеток.

Из анализа характеристик слоев, приведенных в табл. 3—5, видно, что применение нагрева подложек приводит к значительному увеличению показателя преломления слоя, что связано, как правило, с уплотнением его кристаллической структуры (см. например, слои SiO_2 ; TiO_2), аналогичные выводы можно сделать и по данным таблицы 6 (слои CaF_2 , Na_3AlF_6 , MgF_2 , LaF_3). Следует также отметить, что слои фторидов наносимые резистивным методом, как правило, непрочные с неплотной структурой. Однако, повышением температуры подложки до $150\text{--}300^\circ\text{C}$ прочность слоев может быть повышена (см. например слои MgF_2). Конкретные температуры зависят от природы подложек (стекло, кристаллы и др), наличия других осаждаемых слоев, экономическими соображениями и определяются на стадии разработки технологического процесса изготовления слоев. В частности, в основном из-за экономической нецелесообразности, нанесение слоев фторидов и сульфидов электронно-лучевым методом или методом распыления не применяются. В некоторых случаях, при нанесении оксидных слоев более экономичным оказывается наоборот — резистивный метод испарения (см. слои Nd_2O_3 , Gd_2O_3 , TiO и др.).

5. КИНЕТИКА РОСТА ОПТИЧЕСКИХ СЛОЕВ В ВАКУУМЕ

Результаты многочисленных исследований и анализ имеющихся экспериментальных результатов свидетельствует о том, что технологический процесс нанесения оптических покрытий в вакууме характеризуется:

- а) значительным числом и многообразием параметров, оказывающих влияние на процесс;
- б) большим количеством внутренних связей между параметрами и их сложными взаимным влиянием;
- в) воздействием на процесс возмущающих, неконтролируемых и неуправляемых факторов.

К числу таких факторов, в той или иной степени определяющих технологический процесс нанесения оптических слоев, следует отнести:

давление остаточных газов в камере при осаждении слоя;
скорость нанесения слоя;
температуру или мощность испарителя пленкообразующего вещества;

температуру подложки в процессе осаждения слоев;
расстояние испаритель—подложка;
давление газа при ионной очистке подложки тлеющим разрядом;

ток и напряжение тлеющего разряда при ионной очистке подложки;

длительность ионной очистки подложки;
температуру подложки при напуске воздуха в камеру;
длительность хранения подложки перед нанесением покрытий;
длительность прогрева испаряемого материала;
длительность прогрева подложки;
количество предыдущих циклов нанесения покрытий в данной камере до ее чистки;

площадь испарения;
длительность откачки камеры до рабочего давления;
скорость вращения и тип вращения подложки.

Как было сказано выше, процесс нанесения оптических слоев в вакууме можно представить в виде трех взаимосвязанных стадий:

- 1) испарение пленкообразующего вещества;
- 2) перенос продуктов испарения через вакуумное пространство камеры к поверхности конденсации;
- 3) конденсация и образование слоя с определенной структурой.

Именно на стадии образования слоя из газовой фазы путем конденсации формируются не только его структурные особенности, но и все механические и оптические свойства. Формирование слоя на данной стадии происходит не в абсолютном вакууме, а в среде, имеющей вполне определенный спектр остаточных газов, характеризующийся, как правило, наличием весьма активных газов таких как Н, Н₂, О, О₂, СО₂ и Н₂О. В общем случае, под понятием

«газ» следует понимать не только газовую среду в вакуумной камере и характеризующуюся наличием различных молекул, но и газ атомных вакансий, образующихся в анионной и катионной подрешетках растущего слоя и обусловленных, в частности, диссоциативным характером испарения пленкообразующих материалов. Кроме того, необходимо иметь ввиду еще одну разновидность дефектов — конденсированную «фазу пустоты» (пору).

Таким образом, рост слоя происходит в условиях постоянного внедрения (и естественно — диффузионного перераспределения) различного рода примесей в его формирующуюся структуру.

Уравнение диффузии (в одномерном пространстве) в этом случае можно записать в виде:

$$\frac{\partial C(X,t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C(X,t)}{\partial X^2}, \quad (37)$$

где D — коэффициент диффузии примеси в основном материале пленки;

$C(X_1, t)$ — ее концентрация.

Рассматривая случай роста слоя из газовой фазы с постоянной скоростью v_p в условиях постоянного поступления на его поверхность некоторого количества примеси с концентрацией C_n , можно получить решение уравнения (37) в виде:

$$C(X) = C_n \left[C_n - \frac{v_{\text{исп}}}{v_p} (C_n - C_s) + \frac{D}{Hv_p} (C_s - C_v) \right] \times \\ \times \left[1 - \exp\left(\frac{v_p X}{D}\right) \right], \quad (38)$$

где $v_{\text{исп}}$ — скорость испарения примеси с поверхности растущего слоя;

C_s — динамическая равновесная поверхностная концентрация;

C_v — равновесная объемная концентрация примеси в слое;

H — толщина слоя роста.

Анализ выражения (38) показывает, что основными факторами, определяющими концентрацию примесей в слое, являются: концентрация газов в вакуумной камере (парциальные давления составляющих), температура поверхности конденсации $T_{\text{подл}}$ и скорость нанесения слоя v_p .

Кроме того, из (38) видно, что концентрация примесей в глубине слоя может быть больше или меньше концентрации на поверхности, что зависит от выражения:

$$C_n - \frac{v_{\text{исп}}}{v_p} (C_n - C_s) + \frac{D}{Hv_p} (C_s - C_v), \quad (39)$$

которое определяется величинами скоростей нанесения слоя, испарения примеси и коэффициентом диффузии.

При $v_{\text{исп}} > v_p$ концентрации примесей на поверхности больше, чем в ее глубине, так что значительное число примесей успевает испариться, пока будет сформирован новый слой. При $v_{\text{исп}} < v_p$ должно быть обратное распределение. Для быстро диффундирующей примеси может установиться концентрация, соответствующая $C_{\text{н}}$.

Отметим, что в случае нанесения оптических слоев термическим методом испарения в вакууме их дефектность носит принципиальный характер и трудно устранимы по двум причинам:

1) из-за флуктуационного механизма зародышеобразования на дефектной подложке;

2) из-за неполных фазовых превращений, происходящих в растущем слое.

Проведенное рассмотрение вопросов, связанных с диффузией примесей в растущем слое, не отвечает на вопрос, каким образом и в какой степени они влияют на его оптические свойства, в частности — на показатель преломления. Остановимся на этом вопросе подробнее.

6. АНАЛИТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ ПРОЦЕССА НАНЕСЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ СЛОЕВ

Используя результаты, полученные в предыдущем разделе, попробуем найти в явном виде зависимость показателя преломления растущего слоя от условий его роста, то есть построим аналитическую модель процесса нанесения оптического слоя. С этой целью рассмотрим выражение для показателя преломления слоя « n », содержащего некоторое количество примесей:

$$n^2 = \frac{\frac{n_1^2}{\rho_1} \left(\frac{1}{C^2} - 1 \right) + \frac{n_2^2 \cdot a^2}{\rho_2 \cdot a_1}}{\frac{1}{\rho_1} \left(\frac{1}{C_2} - 1 \right) + \frac{1}{\rho_2} \cdot \frac{a_2}{a_1}}, \quad (40)$$

где

$$a_1 = (n_1^2 + 2)^{-1};$$

$$a_2 = (n_2^2 + 2)^{-1};$$

ρ_1 и ρ_2 — плотность основного вещества слоя и примеси, соответственно;

C_2 — концентрация примеси в весовых частях;

n_1 — показатель преломления основного вещества слоя;

n_2 — показатель преломления примеси.

Преобразуя (40), получим

$$n^2 = \frac{(n_2^2 \cdot a_2 \cdot \rho_1 - n_1^2 \cdot a_1 \rho_2) C + n_1^2 \cdot a_1 \cdot \rho_2}{(a_2 \rho_1 - a_1 \rho_2) C_2 + a_1 \rho_2} \quad (41)$$

Обозначим

$$n_2^2 a_2 \rho_1 - n_1^2 a_1 \rho_2 = A, \quad (42)$$

$$a_2 \rho_1 - \rho_2 a_1 = B. \quad (43)$$

Тогда (41) запишется в виде

$$n_2 = \frac{AC_2 + n_1^2 a_1 \rho_2}{BC_2 + a_1 \rho_2}. \quad (44)$$

Разлагая (44) в ряд и ограничиваясь членами первого порядка малости, получим

$$n^2 = n_1^2 + \left(\frac{A - n_1^2 B}{a_1 \rho_2} \right) C_2 \quad (45)$$

или, используя (42) и (43),

$$n^2 \cong n_1^2 + (n_2^2 - n_1^2) \frac{a_2 \rho_1}{a_1 \rho_2} C_2 \quad (46)$$

и

$$n^2 \cong n_1^2 + (n_2^2 - n_1^2) \frac{(n_1^2 + 2) \rho_1}{(n_2^2 + 2) \rho_2} C_2.$$

Используя выражения $\sqrt{1+x} \cong 1 + \frac{1}{2}x$ и $e^{-ax} \cong 1 - ax + \dots$ получим:

$$n \cong n_1 + \frac{(n_2^2 - n_1^2) (n_1^2 + 2) \rho_1}{2n_1 (n_2^2 + 2) \rho_2} \times \\ \times \left[\left(1 - \frac{v_p}{D} X \right) C_n + \frac{v_{\text{исп}}}{D} (C_n - C_s) X - \frac{1}{H} (C_s - C_v) X \right]. \quad (47)$$

Выражение (47) представляет собой многофакторную аналитическую модель процесса нанесения оптического слоя.

Рассмотрим рост слоя в том случае, если в качестве примесей присутствуют только молекулы остаточных газов, существующие в вакуумной камере во время испарения пленкообразующего материала. В этом случае можно принять, что $n_2 = 1$, и переписать (47) в виде:

$$n \cong n_1 - \frac{(n_1^2 - 1) (n_1^2 + 2) \rho_1}{6\pi_1 \rho_2} \times \\ \times \left[\left(1 - \frac{v_p}{D} X \right) C_n + \frac{v_{\text{исп}}}{D} (C_n - C_s) X - \frac{1}{H} (C_s - C_v) X \right]. \quad (48)$$

Из (48) видно, например, что при увеличении v_p и сохранении остальных параметров процесса постоянными, n должно увеличиваться, что находится в соответствии с данными для слоев дву-

оксида циркония. В то же самое время увеличение газосодержания в растущем слое приводит к его снижению. Изменение же температуры подложки (т. е. — $v_{\text{исп}}$) может привести к ситуации, при которой $C_{\text{п}} < C_s$, (т. е. с поверхности газы испаряются быстрее) и n будет увеличиваться, что в ряде случаев также подтверждается экспериментально.

Полученная модель (48) несовершенна в силу того, что:

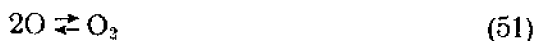
- 1) не учитывалось наличие поглощения в примеси;
- 2) влияние примесей на динамику полиморфных превращений в конденсирующихся слоях также не учтено;
- 3) практически, в растущем слое имеются примеси различной природы (поры, дефекты в подрешетках и т. д.) парциальные концентрации которых установить достаточно сложно, особенно, учитывая диссоциативный характер испарения оксидов в вакууме, происходящей в условиях постоянной откачки молекулярного кислорода;
- 4) определение реальных значений D для примесей различной природы весьма проблематично.

7. ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ И КИНЕТИКА ПРОЦЕССА ДИССОЦИАЦИИ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ ПЛЕНКООБРАЗУЮЩИХ МАТЕРИАЛОВ (ОКСИДОВ)

Изложенные выше представления свидетельствуют о том, что проблема создания совершенных оптических слоев требует учета соотношения парциальных давлений компонентов, влияния примесей и их взаимодействия с атомами основного материала, а также целого ряда других факторов. Полное решение проблемы требует сочетания методов химической кинетики, физической кинетики и физики твердого тела.

В связи с этим, исключительно важное значение приобретают исследования, связанные с диссоциативным характером испарения ПОМ в вакууме. В основном, это касается процесса испарения оксидов.

Для простоты анализа примем, что диссоциация оксида соответствует схеме:



Константы реакции запишутся в виде:

$$\text{для реакции} \quad K' = p_{\text{MeO}_2}, \quad (52)$$

$$\text{для реакции} \quad K'' = p_{\text{MeO}} p_{\text{O}}, \quad (53)$$

для реакции
$$K''' = \frac{p_{O_2}}{p_{O_2}^2} \quad (54)$$

Суммарное давление над расплавом окисла в этом случае будет равно (закон Дальтона):

$$\sum p_{MeO_2} + p_{MeO} + p_O + p_{O_2} \quad (55)$$

Из (53)

$$p_{MeO} = \frac{K''}{p_O} \quad (56)$$

Из (54)

$$p_{MeO} = \sqrt{\frac{p_{O_2}}{K'''}} \quad (57)$$

Подставим (57) в (56):

$$p_{MeO} = \frac{K''}{\sqrt{p_{O_2}}} \sqrt{K'''} \quad (58)$$

После этого (55) запишется в виде

$$\sum p = p_{MeO_2} + \frac{K''}{\sqrt{p_{O_2}}} \sqrt{K'''} + \frac{\sqrt{p_{O_2}}}{\sqrt{K'''}} + p_{O_2} \quad (59)$$

Найдем из (59) производную $\frac{\partial \Sigma p}{\partial p_{O_2}}$

$$\frac{\partial \Sigma p}{\partial p_{O_2}} = -\frac{1}{2} \cdot \frac{K'' \sqrt{K'''}}{p_{O_2}^{\frac{3}{2}}} + \frac{1}{2} \cdot \frac{1}{\sqrt{K''' \cdot p_{O_2}^{\frac{1}{2}}}} + 1 \quad (60)$$

Учитывая наличие в (60) членов с разными знаками, $\frac{\partial \Sigma p}{\partial p_{O_2}}$ по-видимому, может равняться нулю, т. е. Σp может иметь экстремумы.

Найдем $\frac{\partial^2 \Sigma p}{\partial p_{O_2}^2}$:

$$\frac{\partial^2 \Sigma p}{\partial p_{O_2}^2} = \frac{3}{4} \cdot \frac{K'' \sqrt{K'''}}{p_{O_2}^{\frac{5}{2}}} - \frac{1}{4} \cdot \frac{1}{\sqrt{K''' \cdot p_{O_2}^{\frac{3}{2}}}} \quad (61)$$

или

$$\frac{\partial^2 \Sigma p}{\partial p_{O_2}^2} = \frac{\sqrt{K'''}}{4 p_{O_2}^{\frac{2}{3}}} \left[\frac{3K''}{p_{O_2}} - \frac{1}{K'''} \right] \quad (62)$$

Из (62) видно, что знак второй производной, в зависимости от значений K'' , K''' и p_{O_2} , — изменяется, т. е. Σp , определяемая выражением (62), может иметь как максимальные, так и минимальные значения.

Возвратимся к выражению для первой производной (60), приравняем ее к нулю и преобразуя, получим:

$$-K''K''' + p_{O_2} + \sqrt{K'''} p_{O_2}^{\frac{3}{2}} = 0 \quad (63)$$

или

$$\sqrt{K'''} p_{O_2}^{\frac{3}{2}} + p_{O_2} = K''K''' \quad (64)$$

Уравнение (64) может быть решено методом подбора. Предположим, что p_{O_2} — решение (64), в этом случае его можно записать в виде (предположив, что $\sqrt{K'''} p_{O_2}^{\frac{3}{2}} \ll p_{O_2}$):

$$p_{O_2} = aK''K''' \quad (65)$$

где a — постоянная.

Подставляя (62) в (61), получим:

$$\frac{\partial^2 \Sigma p}{\partial p_{O_2}^2} = \frac{3}{4} \frac{1}{(K'')^2 (K''')^2 a^3} - \frac{1}{4} \frac{1}{a^2 (K'')^2 (K''')^2} \quad (66)$$

При $a < 1$ вторая производная положительна. Поскольку p_{O_2} в этом случае является решением (64), то возможны две ситуации: Σp должна иметь минимум либо быть постоянной (т. е. не зависеть от режимов испарения). При $a = 3$ уравнение (64) решения не имеет, однако вторая производная (66) равна нулю. Это означает, что первая производная либо имеет экстремумы, либо постоянна. Из физических представлений считаем, что первая производная постоянна, т. е. Σp линейно зависит от температуры.

При $a > 3$ уравнение (64) также не имеет решений, и в этом случае возможна любая зависимость Σp от температуры (скорости нанесения слоя).

Таким образом, исследуя диссоциативный характер испарения различных оксидов (при $v = \text{const}$), с помощью газоанализатора можно ожидать, что существуют четыре группы материалов, у которых:

- 1) p_{O_2} имеет экстремумы;
- 2) p_{O_2} линейно зависит от режима испарения;
- 3) p_{O_2} не зависит от режимов испарения;
- 4) p_{O_2} имеет сильную зависимость от режимов испарения.

В качестве примеров рассмотрим процесс испарения ZrO_2 . При $T = 3000^\circ \text{K}$ для ZrO_2 имеем следующие исходные данные: $p_{ZrO} = 13,2 \text{ Па}$; $p_{O_2} = 12,9 \text{ Па}$; $p_{O_2} = 13,2 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$.

Из выражений (53) и (54) находим

$$K''' = 13,2 \cdot 12,9 = 170,2 \quad (67)$$

$$K'' = \frac{13,2 \cdot 10^{-2}}{(12,9)^2} = 7,9 \cdot 10^{-4} \quad (68)$$

Далее, подставляя значения K'' и K''' в (59), получаем уравнение

$$2,81 \cdot 10^{-2} \cdot p_{O_2}^{\frac{3}{2}} + p_{O_2} = 1,34 \cdot 10^{-1}. \quad (69)$$

решение которого $p_{O_2} = 13,2 \cdot 10^{-2}$ Па равно p_{O_2} , взятому для расчета константы равновесия K''' , т. е. получили самогласованное решение задачи, что является хорошей предпосылкой для реального существования экстремумов в Σp .

Подставляя значения K'' , K''' и $p_{O_2} = 13,2 \cdot 10^{-2}$ Па, найденные для ZrO_2 , в (62) получим

$$\frac{\partial^2 \Sigma p}{\partial p_{O_2}^2} \simeq 7315 > 0, \quad (70)$$

т. е. суммарное значение давления газообразных компонентов над расплавом должно, в этом случае, иметь минимум.

Таким образом, если поддерживать $p_{MeO_2} = \text{const}$, то при проведении эксперимента на вакуумной установке следует ожидать улучшения вакуума в камере.

Спектр остаточных газов, измеренный во время испарения ряда оксидов, представлен в табл. 6. Для оксида алюминия парциальное давление кислорода практически не меняет своего значения при изменении скорости испарения от 6 нм/мин до 42 нм/мин.

Суммарное давление газов в вакуумной камере — на уровне 10^{-3} Па. Характерной особенностью испарения оксида алюминия является быстрое установление нового заданного режима (по скорости) — порядка 30 с.

Значительные, в сравнении с молекулярным кислородом, парциальные давления молекулярного водорода и углекислого газа связаны, по-видимому, с выгоранием связующего вещества, используемого при производстве таблеток.

Парциальное давление атомарного кислорода примерно в 7 раз ниже, чем у молекулярного. Полученные результаты свидетельствуют о не критичности показателя преломления получаемых слоев к скорости их осаждения: раз диссоциативный характер испарения от изменения скорости испарения (т. е. температуры расплава) количественно не меняется, то должна сохраняться стехиометрия слоев, а следовательно, и их показатель преломления. Эксперимент подтверждает этот вывод — при увеличении скорости нанесения слоя в 4 раза, его показатель преломления увеличивается всего на 0,04 (от 1,61—1,62 до 1,65—1,66). Таким образом, оксид алюминия может использоваться для создания устойчивых и воспроизводимых технологических процессов нанесения оптических покрытий.

Y_2O_3 (оксид иттрия). Парциальное давление молекулярного кислорода при скорости испарения, равной 12 нм/мин, держится достаточно стабильно; при скорости 2,4 нм/мин несколько возрастает, но также стабильно. Однако, при скорости испарения 48 нм/мин парциальное давление молекулярного кислорода начи-

Кинетическая характеристика процесса испарения ряда оксидных материалов в вакууме

Оксид	Массовое число, М							Парциальное давление O_2 при различных скоростях напесения слоя, мм/мин				
	1 H	2 H ₂	16 O+CH ₄	18 H ₂ O	28 2+CO	32 O ₂	44 CO ₂	12	24	36	48	
Al ₂ O ₃	2.10 ⁻⁴	3.5.10 ⁻⁴	1.7.10 ⁻⁴	5.5.10 ⁻⁴	2.10 ⁻⁴	5.5.10 ⁻⁴	1.8.10 ⁻⁴	3.10 ⁻⁴	3.05.10 ⁻⁴	3.1.10 ⁻⁴		
Y ₂ O ₃	1.2.10 ⁻⁴	7.0.10 ⁻⁴	3.10 ⁻⁴	3.5.10 ⁻³	2.0.10 ⁻³	2.10 ⁻³	3.10 ⁻⁴		9.10 ⁻⁴	9.10 ⁻⁴	9.10 ⁻⁴	
In ₂ O ₃				3.10 ⁻⁴		5.10 ⁻⁴			5.10 ⁻⁴	8.10 ⁻⁴	9.5.10 ⁻⁴	
SiO ₂			2.10 ⁻⁴		1.5.10 ⁻⁴	2.10 ⁻³	1.5.10 ⁻⁴		2.10 ⁻²	2.10 ⁻²		
TiO ₂			2.5.10 ⁻³		1.5.10 ⁻³	2.5.10 ⁻³	4.5.10 ⁻⁴					
ZrO ₂		3.10 ⁻⁴	2.5.10 ⁻³	5.10 ⁻⁴	2.10 ⁻⁴	1.5.10 ⁻³	3.10 ⁻⁴					
HfO ₂		4.10 ⁻⁴	2.10 ⁻⁴	3.10 ⁻⁴	3.10 ⁻⁴	8.10 ⁻⁴	3.10 ⁻⁴					
Ta ₂ O ₅			8.10 ⁻⁴	2.10 ⁻³		7.5.10 ⁻⁴	6.10 ⁻⁴			1.10 ⁻²		

Примечание. Спектр остаточных газов снимался квадрупольным масс-спектрометром. Объем вакуумной камеры 460 л; скорость ее откачки — 2000 л/с.

нает изменяться от максимального значения до минимального (перепад давлений в 10—12 раз) с периодом примерно 30—50 с.

При скорости 60 нм/мин периодичность (45—90 с) носит исключительно четкий характер. Перепад давлений составляет более чем два порядка. Одновременно с уменьшением парциального давления в камере уменьшается и общее давление в камере до уровня 10^{-3} — $2 \cdot 10^{-4}$ Па.

Значения тока луча, равные 0,4 А, свидетельствуют о наличии большой проводимости образующихся оксидов нестехиометричного состава. Таким образом, можно отметить, что использование окиси иттрия в качестве пленкообразующего материала проблематично, так как она весьма критична к режимам нанесения.

In_2O_3 (оксид индия). Основные составляющие спектра: H_2O ($M=18$) и O_2 ($M=32$). Зависимость парциального давления молекулярного кислорода от скорости нанесения пленки свидетельствует о стабильном характере испарения оксида индия. Характерной чертой процесса его испарения является повышенное газоотделение таблеток — суммарное давление лежит примерно на уровне $4 \cdot 10^{-2}$ Па.

Использование оксида индия обычно носит специфический характер — на основе ее создаются токопроводящие покрытия. Использование In_2O_3 в многослойных оптических покрытиях мало изучено.

SiO_2 (оксид кремния). Основной составляющей спектра остаточных газов в данном случае является молекулярный кислород. При высоких скоростях (60 нм/мин) колебания давления кислорода невелики — 20%, однако из-за дефектов, существующих на поверхности испаряемого кварцевого диска, эти колебания при малых скоростях испарения усиливаются, так как инерционность системы регулирования мощностью испарителя не всегда позволяет вовремя осуществить так называемый «поджиг» испарения, что приводит вначале к нулевой скорости испарения кварца, а затем — к резкому ее возрастанию. В этом случае парциальное давление молекулярного кислорода также резко возрастает. Поэтому качество кварцевого диска имеет в данном случае первостепенное значение. При испарении кварца на автоматизированных установках с управлением от ЭВМ необходимо тщательно подбирать мощность испарения.

TiO_2 (оксид титана). Испарение оксида титана сопровождается интенсивным выделением молекулярного кислорода, давление которого значительно увеличивается с увеличением скорости испарения. Одновременно возрастает и ток электронного луча (с 0,05 до 0,2 А). Характерной особенностью процесса испарения оксида титана является сильное разбрызгивание вещества при скоростях нанесения пленок выше, чем 12—18 нм/мин. Для его ликвидации требуется весьма длительное оплавление таблеток под экранную заслонку (15—20 мин) до восстановления давления в камере примерно до величины $5 \cdot 10^{-3}$ Па. Данное явление делает работу с TiO_2 весьма трудной. Кроме того, для получения макси-

мального показателя преломления необходим нагрев деталей до 300—400° С, что также не всегда приемлемо.

ZrO₂ (оксид циркония). В настоящее время оксид циркония — один из основных пленкообразующих материалов, используемый в производстве оптических покрытий различного функционального назначения. При скорости нанесения слоя 12 нм/мин наблюдались колебания величины парциального давления молекулярного кислорода: перепад давления составлял 10—50%. Интервал между экстремумами изменялся от 1 до 4-х минут. При скорости нанесения слоя, равной 24 нм/мин интервал между экстремумами составлял 2—3 минуты, при двадцатикратном перепаде давлений молекулярного кислорода.

При скорости 60 нм/мин перепад давлений в экстремальных точках составлял примерно 50 раз, а временной интервал между ними — 1—2 мин. При скорости 90 нм/мин перепад давлений — 100—200 раз, а временной интервал — 45—60 с.

Таким образом, имеем практически полное повторение кинетики испарения, характерной для оксида иттрия. Следует отметить, что экстремумы давления у двуокиси циркония выражены несколько слабее и улучшение вакуума в минимуме в 2—3 раза меньше, чем у оксида иттрия. Исходя из этого, при испарении оксида циркония необходимо:

- 1) вести испарение при скоростях 12—24 нм/мин;
- 2) автоматически поддерживать заданную скорость нанесения слоя.

При ручном управлении процессом испарения различные операторы ведут испарение в разных темпах, причем перед окончанием нанесения слоя, кратного $\lambda/4$ (в экстремальной точке), они иногда увеличивают скорость нанесения слоя — сказывается чисто психологический фактор: поскольку в этих точках крутизна изменения сигнала на отсчетном устройстве мала, то кажется, что испарение прекратилось и возникает желание несколько увеличить мощность испарения. А это как раз и приведет к сбою всего процесса, так как при разных скоростях нанесения меняется стехиометрия пара, а это приводит к формированию слоя, неоднородного по показателю преломления.

NiO₂ (оксид гафния). Спектр остаточных газов, снятый во время испарения оксида гафния, почти совпадает с таким же спектром для оксида циркония.

Периодические изменения в парциальном давлении молекулярного кислорода этих двух оксидов также идентичны.

Таким образом, при выборе какого-либо оксида (ZrO₂ или NiO₂) необходимо учитывать конкретные требования к покрытиям. Например, в области длин волн порядка 220 нм предпочтительнее слой оксида гафния — из-за меньшего поглощения им света в данном диапазоне. Для массовой продукции — оксид циркония, как более дешевая.

8. СТАТИСТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА НАНЕСЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

Как уже отмечалось, разработать адекватную математическую модель технологического процесса нанесения оптических слоев с помощью аналитического метода в настоящее время не представляется возможным — имеется слишком много неисследованных вопросов, особенно при рассмотрении механизмов структурообразования конденсатов. В данном случае вполне уместно привести вывод, сделанный Флейшманом Б. С. о том, что аналитические модели, обладая объяснительной способностью, не могут служить для количественного прогнозирования, так как при их построении исследователь сознательно идет на ряд существенных упрощений исходной системы, выделяя лишь наиболее важные с его точки зрения или для целей моделирования, свойства этой системы. В ряде случаев, структуры моделей удается вывести на основании некоторых гипотез о механизме явлений в изучаемом объекте. Модели представляются при этом в виде дифференциальных и интегральных уравнений или их решений в явном виде. Однако значения ряда параметров могут быть определены лишь на основании экспериментальных данных.

Для решения подобных задач широкое применение нашли экспериментально-статистические методы, исходными предпосылками применения которых служат следующие предположения:

- 1) вид математической модели объекта предполагается заданным;
- 2) параметры модели объекта находятся по результатам экспериментального исследования;
- 3) выходная переменная объекта является случайной.

При обработке результатов экспериментального исследования для оценивания параметров математических моделей применяются, в основном, следующие методы:

- 1) метод наименьших квадратов;
- 2) метод максимального правдоподобия;
- 3) метод байесовского оценивания.

Наиболее широкое распространение получил метод наименьших квадратов, предложенный К. Гауссом еще в 1974 г. в теории статистического оценивания. Экспериментальные данные при этом получают при пассивном наблюдении исследуемого объекта или путем реализации планируемых экспериментов. Следует подчеркнуть, что в соответствии с принципом множественности наблюдений поведения сложной системы в пределах ошибок наблюдений возможно построение нескольких моделей и получаемая модель в виде полинома — одна из возможных.

В данном случае используем модель, записанную в виде аппроксимирующего полинома (71) и в ходе эксперимента (пассивного

или активного) определяем коэффициенты регрессии b_0 ; b_i ; b_j ; b_{ij} ...

$$y = b_0 + \sum b_i x_i + \sum_{\substack{i \neq j \\ i < j}} b_{ij} x_i x_j, \quad (71)$$

где y — выборочная оценка искомой функции;
 x_i и x_j — факторы, определяющие технологический процесс.

В качестве примера используем метод пассивного эксперимента и найдем математическую модель процесса формирования четверть-волнового слоя двуокиси титана, наносимого в среде кислорода на нагретую подложку. Основными факторами процесса будут температура детали T °С, скорость нанесения слоя v (нм/мин) и давление кислорода p (Па) в вакуумной камере. Выходным параметром процесса в данном случае является показатель преломления слоя n на определенной длине волны. Каждый из трех факторов варьируется на двух уровнях в окрестности точки с параметрами: $n=2,35$ при $T_n=300$ °С; $p=2,66 \cdot 10^{-2}$ Па и $v=18$ нм/мин. В этом случае мы должны поставить $N=2^3=8$ опытов ($N=K^m$, где K — число уровней варьирования, m — число факторов процесса). После выбора уровней вариации рассматриваемых факторов ($\Delta T_n = \pm 50$ °С, $\Delta p = \pm 1,33 \cdot 10^{-2}$ Па, $\Delta v = \pm 9$ нм/мин), были получены данные (табл. 7), позволившие записать матрицу полного факторного эксперимента.

Матрица полного факторного эксперимента

Таблица 7

Номер опыта	T °С	p , Па	v , нм/мин	n
1	350	$4 \cdot 10^{-2}$	27	2,34
2	250	$4 \cdot 10^{-2}$	27	2,24
3	350	$1,33 \cdot 10^{-2}$	27	2,59
4	250	$1,33 \cdot 10^{-2}$	27	2,46
5	350	$4 \cdot 10^{-2}$	9,0	2,28
6	250	$4 \cdot 10^{-2}$	9,0	2,19
7	350	$1,33 \cdot 10^{-2}$	9,0	2,53
8	250	$1,33 \cdot 10^{-2}$	9,0	2,4

Построив модель вида:

$$y = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3 + b_{12} x_1 x_2 + b_{13} x_1 x_3 + b_{23} x_2 x_3 + \dots \quad (72)$$

и используя для вычисления коэффициентов регрессии метод наименьших квадратов, получаем:

$$n(p, T, v) \approx 2,378 + 0,056 \left(\frac{T-300}{50} \right) - \\ - 0,116 \left(\frac{p-2,66 \cdot 10^{-2}}{1,33 \cdot 10^{-2}} \right) + 0,029 \left(\frac{v-18}{9} \right) -$$

$$- 0,009 \left(\frac{T-300}{50} \right) \left(\frac{p-2,66 \cdot 10^{-2}}{1,33 \cdot 10^{-2}} \right) + 0,001 \left(\frac{T-300}{50} \right) \left(\frac{v-18}{9} \right) - \\ - 0,01 \left(\frac{p-2,66 \cdot 10^{-2}}{1,33 \cdot 10^{-2}} \right) \left(\frac{v-18}{9} \right) \quad (73)$$

для T_{ϵ} [200, 400]°C; p_{ϵ} [$1 \cdot 10^{-2}$, $5 \cdot 10^{-2}$] Па; v_{ϵ} [6; 40] нм/мин.

Подобным же образом получена модель для процесса нанесения слоя Al_2O_3 :

$$n(T, v) \simeq 1,66 + 0,0225 \left(\frac{T-142}{118} \right) + 0,225 \left(\frac{v-105}{60} \right) + \\ + 0,025 \left(\frac{T-142}{118} \right) \left(\frac{v-105}{60} \right) \quad (74)$$

для T_{ϵ} [20; 300]°C; v_{ϵ} [6; 170] нм/мин.

В качестве третьего примера построим модель поверхностного сопротивления ρ_s , выбранного в качестве выходной функции технологического процесса нанесения токопроводящего покрытия. Исходный пленкообразующий материал: $In_2O_3 + 10$ вес. % SnO_2 . Процесс велся при давлении кислорода ($4 \div 6,7 \cdot 10^{-2}$) Па. Нанесение пленки контролировалось по времени и фотометрировалось на $\lambda_{\phi} = 560$ нм. Испарение велось из кварцевого или алундового тигля; температура детали поддерживалась с точностью $\pm 10-15^\circ$ C.

На основе экспериментальных данных удалось записать матрицу (табл. 8) полного факторного эксперимента.

Таблица 8

Матрица полного факторного эксперимента

Температура детали, °C	Время нанесения слоя с, $nt = \lambda_{\phi} / 4$	ρ_s , Ом/кв
400	900	1100
400	600	1500
300	600	700
300	900	150

В этом случае модель процесса представляется полиномом:

$$\rho_s \simeq 862,5 + 437,5 \left(\frac{T-350}{50} \right) - 237,5 \left(\frac{t-750}{150} \right) + \\ + 37,5 \left(\frac{T-350}{50} \right) \left(\frac{t-750}{150} \right) \quad (75)$$

при

$$T_{\epsilon} [300, 400]^\circ\text{C}; \quad t_{\epsilon} [500, 950]^\circ\text{C}.$$

Экспериментальная проверка математической модели (построенной по данным эксперимента, выполненного на установке с управлени-

ем от микропроцессора) на результатах, полученных на установке с ручным управлением, является хорошим подтверждением ее адекватности.

Оксид циркония. Моделирование процесса осуществлялось по двум факторам (T, v) при поддержании давления в камере (напуск воздуха) на уровне $(2-3) \cdot 10^{-3}$ Па с помощью автоматической системы патекания. В результате проведения эксперимента получена модель вида ($\lambda = 700$ нм):

$$n(T, v) = 2,08 + 0,02 \left(\frac{T-140}{40} \right) - 0,01 \left(\frac{v-48}{24} \right) - 0,01 \left(\frac{T-140}{40} \right) \left(\frac{v-48}{24} \right) \quad (76)$$

при T_{ϵ} [80; 200] °С; v_{ϵ} [12; 84] нм/мин.

Проверка модели при $T=30^{\circ}$ С и $v=12$ нм/мин дала расчетное значение $n=2,0$ при экспериментально полученной величине $n=1,9$. Расхождение в 5% вполне приемлемо.

Используя тот же метод планирования эксперимента, были получены следующие модели:

$$\text{для } \text{HfO}_2 \quad n(T, v) = 1,98 + 0,005 \left(\frac{T-145}{20} \right) + 0,02 \left(\frac{v-18}{6} \right) + 0,005 \left(\frac{T-145}{20} \right) \left(\frac{v-18}{6} \right) \quad (77)$$

при T_{ϵ} [80; 200] °С; v_{ϵ} [6; 30] нм/мин;
для Ta_2O_5

$$n(T, v) = 2,08 + 0,015 \left(\frac{T-150}{25} \right) + 0,01 \left(\frac{v-18}{6} \right) \quad (78)$$

при T_{ϵ} [80; 200] °С; v_{ϵ} [6; 30] нм/мин.

Сравнение полученных моделей по величине коэффициентов регрессии говорит о том, что плёнкообразующим материалом, наиболее чувствительным к условиям формирования слоя, является оксид титана. Наибольшее влияние на свойства слоев из оксида титана оказывают температура подложки и величина парциального давления кислорода в вакуумной камере.

В то же самое время, HfO_2 и Ta_2O_5 имеют меньшие коэффициенты регрессии и являются, таким образом, перспективными материалами для создания оптических покрытий. К достоинствам оксида тантала следует также отнести более низкую (по отношению к оксидам циркония и гафния) температуру плавления, равную 1785—1872° С, что также способствует разработке воспроизводимых процессов, так как излучение расплава будет меньше изменять спектр остаточных газов за счет десорбции паров и других газов со стенок вакуумной камеры.

Принимая допустимое отклонение $\Delta n = \pm 0,05$, из выражения (73) получаем следующие допуски на значения основных факторов процесса:

- 1) стабилизация температуры деталей — $\pm 15\%$;
- 2) стабилизация давления в камере — $\pm 20\%$;
- 3) стабилизация скорости нанесения слоя — $\pm 80\%$.

Полученные значения необходимой стабильности процесса по его основным факторам являются вполне приемлемыми и могут обеспечиваться современными техническими средствами. Сделанный вывод возможно распространить только на те технологические процессы, для которых точность поддержания оптической толщины покрытия имеет меньшее значение, чем точность поддержания заданного показателя преломления, как например, при изготовлении ахроматических покрытий. В то же самое время существуют процессы, требующие большей стабилизации оптической толщины наносимых покрытий, а иногда — обоих выходных функций процесса одновременно (изготовление поляризационных покрытий, фазовых зеркал и др.).

Активное моделирование процесса нанесения оптических слоев по выходной функции — оптическая толщина $h = nd$ в ангстремах (d — геометрическая толщина слоя), позволило получить следующие модели:

для TiO_2

$$\begin{aligned}
 h(v, T, p) = & 2094 + 123,7 \left(\frac{v-12}{6} \right) - 1,2 \left(\frac{T-225}{75} \right) + \\
 & + 281,2 \left(\frac{p-3,5 \cdot 10^{-2}}{1,5 \cdot 10^{-2}} \right) + 93,7 \left(\frac{v-12}{6} \right) \left(\frac{T-225}{75} \right) + \\
 & + 61,2 \left(\frac{v-12}{6} \right) \left(\frac{p-3,5 \cdot 10^{-2}}{1,5 \cdot 10^{-2}} \right) + 61,2 \left(\frac{T-225}{75} \right) \left(\frac{p-3,5 \cdot 10^{-2}}{1,5 \cdot 10^{-2}} \right) \quad (79)
 \end{aligned}$$

при T_{ϵ} [100; 350]°C; v_{ϵ} [6; 18] нм/мин; p_{ϵ} [$1 \cdot 10^{-2}$; $5 \cdot 10^{-2}$] Па;
для ZrO_2

$$\begin{aligned}
 h(T, v) = & 2795 - 36,8 \left(\frac{T-140}{40} \right) - 2,3 \left(\frac{v-18}{6} \right) - \\
 & - 43,8 \left(\frac{T-140}{40} \right) \left(\frac{v-18}{6} \right) \quad (80)
 \end{aligned}$$

при T_{ϵ} [80; 200]°C; v_{ϵ} [12; 84] нм/мин;
для HfO_2

$$\begin{aligned}
 h(T, v) = & 1909 - 17,3 \left(\frac{T-145}{20} \right) - 42,8 \left(\frac{v-18}{6} \right) + \\
 & + 13,8 \left(\frac{T-145}{20} \right) \left(\frac{v-18}{6} \right) \quad (81)
 \end{aligned}$$

при T_{ϵ} [80; 200]°C; v_{ϵ} [6; 30] нм/мин;

для Ta₂O₅

$$h(T, v) = 2986 - 26,8 \left(\frac{T-150}{25} \right) - 9,3 \left(\frac{v-18}{6} \right) + \\ + 13,8 \left(\frac{T-150}{25} \right) \left(\frac{v-18}{6} \right) \quad (82)$$

при $T \in [80; 200]$ °C; $v \in [6; 30]$ нм/мин.

Если исходить из требования к процессу изготовления дихроических зеркал по воспроизводимости $\lambda_{50\%} = (500 \pm 5)$ нм, то из выражения $h = nd = \lambda/4$ получим, что относительный допуск на величину h составит 0,25%. Рассматривая центр плана в выражении (79) с параметрами $T = 140^\circ\text{C}$ и $v = 18$ нм/мин, и варьируя только температуру, приходим к выводу, что для обеспечения заданной воспроизводимости процесса по $\lambda_{50\%} \pm 5$ нм, необходима стабилизация температуры детали с точностью $\pm 5-6\%$ ($\pm 8^\circ\text{C}$). Обеспечить подобное требование в реальном процессе достаточно трудно — идет разогрев детали за счет излучения нагретого испаряемого пленкообразующего вещества, находящегося в тигле электронно-лучевого испарителя ($T_p = 2000-3000^\circ\text{C}$). Допуск на скорость нанесения слоя значительно больше — $\sim 100\%$ и может обеспечиваться системой автоматики. Приведенный пример свидетельствует:

1) о необходимости изменения состава современной вакуумной установки и особенно — в части контроля толщины наносимых слоев;

2) о необходимости расширения поисковых работ в области синтеза новых композиционных материалов для покрытий.

Последнее обстоятельство основано на сравнительном анализе модели для ZrO₂ и модели, полученной методом активного эксперимента, для пленки ZrO₂ + 24 вес. % Nd₂O₃:

$$n(T, v) = 2 - 0,045 \left(\frac{T-137}{37} \right) + 0,02 \left(\frac{v-36}{12} \right) + \\ + 0,065 \left(\frac{T-137}{37} \right) \left(\frac{v-36}{12} \right) \quad (83)$$

для $T \in [80; 200]$ °C (на $\lambda = 700$ нм); $v \in [12; 54]$ нм/мин.

Изменение знаков у коэффициентов регрессии в моделях (76) и (83) свидетельствует о том, что варьируя состав исходного испаряемого материала можно, в принципе, минимизировать зависимость « n » от основных факторов процесса. Эти работы многослойные, требуют значительного объема исследований, и полное решение задачи — дело будущего.

9. МЕТОДИКА РАСЧЕТА ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА НАНЕСЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ СЛОЕВ

Обычный алгоритм разработки оптических многослойных покрытий различного функционального назначения содержит следующие основные этапы:

1) теоретический расчет структуры покрытия на основе имеющегося технического задания, в ходе которого определяются используемые пленкообразующие материалы, оптические (геометрические) толщины слоев и их количество;

2) реализация рассчитанного покрытия на вакуумных установках;

3) измерение экспериментальных оптических характеристик покрытия и коррекция структуры покрытия.

Далее процедура повторяется до получения удовлетворительного соответствия экспериментальных результатов с расчетными. Невершенство данного алгоритма состоит в том, что при расчете по п. 1 совершенно не учитываются как особенности используемого вакуумного оборудования, так и влияние конкретных значений основных факторов процесса на экспериментально получаемые характеристики покрытий. Это приводит к неоправданному увеличению объемов работ по отработке расчетной структуры покрытия, так как в ряде случаев может оказаться, что получить удовлетворительное совпадение расчетных и экспериментальных характеристик на используемом типе оборудования просто невозможно.

Покажем, что имеется возможность совершенствования алгоритма разработки покрытий. Заключается эта возможность в следующем. Так как рассматриваем конкретный тип вакуумной установки, то можно считать, что эффективная скорость откачки — $S_{эф}$ и максимальное рабочее давление — p_k , известны. В этом случае можно рассчитать полный газовый поток, откачиваемый насосом во время работы вакуумной установки:

$$Q = S_{эф} \cdot p_k \quad (84)$$

В свою очередь, газовый поток представляется суммой:

$$Q = Q_c + Q_T, \quad (85)$$

где Q_c — суммарное газовыделение и натекание в данной установке (если оно не известно, то его можно измерить экспериментально); Q_T — технологического газовыделение за счет диссоциативного характера испарения пленкообразующего материала.

Из (84) и (85):

$$Q_T = p_k S_{эф} - Q_c \quad (86)$$

Для дальнейших расчетов вернемся к полученным в предыдущем разделе зависимостям $p_{O_2} = f(v)$, учитывая, что все спектры остаточных газов получены на установке с $S_{эф} = 2000$ л/с. Делая допущение, что p_{O_2} — основная составляющая спектра (давление

паров воды и других газов в значительной степени можно уменьшить правильным выбором технологических режимов процесса и использованием исходных пленкообразующих материалов с минимальным газоотделением), можно найти технологический поток для O_2 :

$$p_{O_2} = \frac{p_k S_{эф} - Q_c}{S_{эф}} = p_k - \frac{Q_c}{S_{эф}} \quad (87)$$

(для более точных расчетов в (87) необходимо учесть зависимость $S_{эф}$ от массы откачиваемого газа).

По найденному значению p_{O_2} из графиков $p_{O_2} = f(v)$ определяем соответствующие ему значения максимальной (для данной установки) скорости нанесения пленки. Подставляя далее найденное значение v и температуру нагрева деталей в математические модели вида (75) — (78) получаем искомые значения n для каждого используемого пленкообразующего материала. После этого осуществляем новый расчет спектральной характеристики оптического покрытия с ожидаемыми значениями показателей преломления слоев. Если выбором режимов (p_k, T, v) получить полное соответствие характеристик не удастся, то надо либо пересмотреть техническое задание, либо реализовать покрытие на вакуумной установке другого типа.

Остановимся несколько подробнее на выборе величины v . Найденное выше значение v является максимальной для данной установки. Превышение его приведет к резкому ухудшению давления в вакуумной камере, и при величине $p_v > 6,6 \cdot 10^{-2}$ Па — к сбоям в системе электронно-лучевого испарителя. С другой стороны — снижение v также нежелательно, так как значительно удлинится процесс нанесения многослойного покрытия.

Следует учитывать и еще одно обстоятельство, связанное с выбором v , особенно в крупногабаритных установках, так как условие $v = \text{const}$ для разных высот расположения деталей означает разную скорость испарения материала из тигля. Например, для установки ВАК-600 получено следующее экспериментальное выражение для скорости испарения материала из тигля v_T :

$$v_T' = 7,2 \cdot 10^{-4} \rho v, \text{ г/с} \cdot \text{см}^2, \quad (88)$$

где ρ — удельный вес материала, г/см³;

v — скорость нанесения слоя, мм/сек.

Кварцевый датчик в данном случае расположен на расстоянии $H = 540$ мм от плоскости тигля. Зона расплава материала имеет площадь примерно 1 см². В то же время для установки ВАК-760 при $H = 740$ мм и большей площади расплава оно имеет вид:

$$v'' \approx 1,0 \cdot 10^{-3} \rho v, \text{ г/с}. \quad (89)$$

Таким образом, $v''/v' = 2,5$, т. е. расход вещества увеличился не в $(740:540)^2 = 1,88$ раза, как это было при одинаковых зонах расплава, а значительно больше. Для ряда материалов, например,

ZrO₂; HfO₂; Y₂O₃, это может оказаться недопустимым из-за имеющейся у них нестационарности в давлении p_0 .

Суммируя изложенное, можно сделать вывод, что разработка математических моделей процессов нанесения оптических слоев и исследования спектров остаточных газов во время их испарения в вакууме объединяются данной методикой в одно целое, что и позволяет создать обратную связь в звене: расчет — эксперимент, применительно к конкретным условиям реализации покрытий.

В заключение проведем расчет ожидаемой величины показателя преломления слоя Ta₂O₅, наносимой при давлении $8 \cdot 10^{-3}$ Па в вакуумных установках со скоростями откачки ~ 600 л/с (установка типа УРМЗ.279.011) и 2000 л/с.

В первом случае максимальный газовый поток:

$$Q_1 = 8 \cdot 10^{-3} \cdot 600 = 4,8 \text{ л} \cdot \text{Па} / \text{с}.$$

В соответствии с экспериментальными данными такой газовый поток возникает уже при скорости нанесения пленки $v = 6,0$ нм/мин.

Во втором случае:

$$Q_2 = 8 \cdot 10^{-3} \cdot 2000 = 16 \text{ л} \cdot \text{Па} / \text{с}.$$

Из того же эксперимента было определено, что он возникает уже при $v > 84$ нм/мин, т. е. в данном случае скорость нанесения слоя не ограничивается откачной системой вакуумной установки и может выбираться из условия минимальной длительности всего процесса нанесения многослойного покрытия и максимально высокого значения.

Выбирая $v = 18$ нм/мин, обеспечиваем приемлемое значение времени нанесения слоя $nd = \lambda/4$ ($\lambda = 560$ нм) — 4 мин. Подставляя $v = 18$ нм/мин в выражение (78), получаем $n = 2,01$ (при $T = 30^\circ \text{C}$). Для 1-го случая из той же модели получаем $n = 1,99$ (при $T = 30^\circ \text{C}$), т. е. отличие в значениях n для данных двух случаев невелико. Однако длительность процесса в первом случае в 3 раза больше, чем во втором.

Для наглядности возьмем 21-слойное зеркало ($\lambda = 560$ нм) на основе материалов Ta₂O₅—SiO₂. Если принять, что кварц наносится примерно за 4 минуты, то в первом случае потребуется порядка 3-х часов на изготовление всего покрытия (т. е. практически одна партия деталей в смену); во втором случае — 1,5 часа, т. е. две партии деталей за смену.

Таким образом, в данном примере оказалось возможным не только оценить возможность получения расчетной характеристики (она должна совпадать с экспериментальной, если для расчетов взять $n = 2,0$ на $\lambda = 560$ нм), но и выявить преимущество использования в установке более мощных откачных средств, исходя из характеристик процесса испарения исходных пленкообразующих материалов.

10. ИОННАЯ ОБРАБОТКА ОПТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ И ПОКРЫТИЙ

Интенсивное изучение процессов ионной обработки оптических материалов (стекло и кристаллы) началось с 1965 года. Главным образом изучалась возможность формообразования поверхностей оптических деталей путем распыления поверхностей ионными пучками в вакууме. К настоящему времени поставленная задача успешно решена с помощью ионных источников большого диаметра. Экспериментальные исследования в этом направлении позволили создать соответствующее оборудование и в конечном счете сформировать новое направление в технологии оптического приборостроения — ионную обработку оптических материалов и покрытий в вакууме.

Разработаны следующие разделы этого направления:

1. Ионная полировка.
2. Высокоточная ионная размерная обработка.
3. Ионная ретушь.
4. Ионное и ионно-химическое формообразование (асферизация).
5. Ионная обработка подложек и оптических покрытий.
6. Нанесение покрытий путем распыления мишеней ионным пучком.
7. Создание элементов микрооптики (т. е. элементов оптоэлектроники, интегральной, дифракционной, в т. ч. киноформной оптики).
8. Физические явления при ионной обработке.

Не затрагивая всего комплекса вопросов, связанных с распылением диэлектриков ионной бомбардировкой в вакууме, коснемся лишь тех физических факторов, на которых основано применение ионной обработки для создания оптических элементов. Отметим, что основные исследования проводились с ионами, имеющими энергию 0,5...10 кэВ при плотностях ионного тока порядка нескольких миллиампер на один квадратный сантиметр.

Основным требованием при обработке оптических элементов является сохранение, по крайней мере, качества исходной полированной поверхности. Для большинства оптических материалов (стекла, кристаллы) удалось осуществить ионную обработку, не ухудшая качества поверхности при съемах до нескольких десятков микрометров. Для ионной обработки ряда легкоплавких стекол и оптических покрытий пришлось подбирать специальные режимы, варьируя энергию ионов, плотность ионного тока и состав ионного пучка.

Как правило, ионная обработка (при соответствующем подборе режима) не вносит дополнительных дефектов, влияющих на качество исходной поверхности. Более того, ионная обработка может сгладить микрорельеф поверхности. При ионной бомбардировке твердых тел скорость распыления существенно увеличивается с углом падения иона на поверхность. Следовательно, при нормаль-

ном падении ионного пучка на поверхность грани любых микронеровностей будут распыляться быстрее, что и приводит к существенному сглаживанию микрорельефа поверхности. К сожалению, этот эффект недостаточен для ионной полировки шлифованных поверхностей.

Ионная бомбардировка поверхности твердого тела сопровождается значительным выделением тепла, т. е. разогрев детали в процессе обработки неизбежен. Установлено, что при бомбардировке ионами инертных газов, повышение температуры в диапазоне 50...400°С не влияет на скорость обработки тугоплавких оптических материалов (кварц, сапфир), в то время как скорость распыления оптических стекол существенно снижается (например, для стекла К8—в два раза при изменении температуры от 100 до 300°С). Это объясняется отжигом при повышенной температуре дефектов, при взаимодействии с которыми бомбардирующие ионы более эффективно распыляли поверхность.

С целью ускорения процесса ионной обработки были проведены исследования возможности использования химически активных ионов. При ионно-химической обработке оптических материалов одновременно происходит физическое распыление материала и химическое взаимодействие компонентов обрабатываемого материала с активными частицами ионного пучка. Между обоими процессами существует сложная функциональная связь. Для каждого конкретного материала выбираются соответствующий состав ионного пучка и энергетический режим обработки. При этом ее скорость возрастает в несколько раз по сравнению с обработкой инертными газами, и она с успехом используется для создания оптических элементов, обеспечивая съем слоя в несколько десятков микрометров.

Ионная полировка поверхности оптических материалов используется для удаления дефектного слоя, который всегда присутствует на поверхности после механической полировки, и получения поверхности, близкой по составу, структуре и свойствам к материалу в объеме. Изменяя необходимым образом режим ионной полировки, можно практически полностью исключить образование поверхностных дефектов от воздействия ионной бомбардировки.

С помощью высокостабильных ионных источников можно осуществлять ионную размерную обработку оптических деталей с высокой точностью (до $\pm 1\%$ при съемах от 100 до 10000 нм и до $\pm 5\%$ при съемах от 10 до 50 нм) без контроля глубины съема в процессе обработки. Таким образом могут быть изготовлены, например, четвертьволновые пластины. С помощью метода маскирования на поверхности оптической детали ионной обработкой можно получать фазовые структуры заданной топографии, например, фазовые фильтры для восстановления изображения и другие фазосдвигающие устройства. Возможно создание принципиально новых оптических устройств.

Другим высокоэффективным средством повышения качества оптических систем является ионная ретушь поверхности, позволя-

ющая исправлять нерегулярные зональные ошибки волнового фронта, вызванные неточной обработкой поверхности и неоднородностью стекла. Метод ионной ретуши позволяет изготавливать коррекционный профиль заданной микротопографии за два-четыре часа практически со 100-процентным выходом и обеспечивает компенсацию ошибок волнового фронта оптических систем с точностью до сотых долей λ .

Путем ионно-химического формообразования (асферизации) поверхности оптических элементов решается одна из важнейших проблем технологии приборостроения — получение деталей с асферической поверхностью. Ионно-химическая асферизация позволяет образовывать поверхности любой заданной формы с градиентом асферичности до 2 мкм/мм, глубиной до 30 мкм и с точностью до 1%; при этом удается получать поверхности сложной формы с несколькими точками перегиба. В дальнейшем предполагается увеличить как скорости процесса, так и максимальную глубину.

Ионная обработка подложек перед нанесением покрытий непосредственно в вакуумных камерах установок для нанесения оптических покрытий играет определяющую роль для зародышеобразования, т. е. на первых стадиях роста пленки. Ионная обработка не только снимает верхние наиболее дефектные слои подложки, но и значительно активизирует поверхность за счет создания радиационных дефектов, обрыва химических связей и т. п., вследствие чего при напылении происходит укрупнение кристаллитов и слияние их в сплошной слой. При всех методах нанесения оптических покрытий (термическое испарение в вакууме, катодное и плазменное распыление и т. д.) слои, нанесенные на подложки, подвергнутые ионной обработке, отличаются лучшим качеством и адгезией; при этом резко снижаются требования к чистке подложек. Особое значение имеет ионная обработка поверхностей из нестойких материалов.

Послойная ионная полировка интерференционных покрытий позволяет существенно улучшить характеристики многослойной системы (например, ионная полировка десятислойного зеркала уменьшила его рассеяние в 4 раза). Ионная полировка поверхности тонкопленочных волноводов позволила получить волноводы с затуханием $1 \dots 5 \text{ см}^{-1}$.

Ионная обработка является одним из наиболее важных и общих методов в создании элементов микрооптики, т. е. элементов с заданной микротопографией рельефа оптической поверхности (растры, модуляторы, элементы ввода и вывода излучения в волноводы, диффракционные элементы и т. д.).

Таким образом ионная обработка оптических материалов и покрытий в вакууме представляет собой новое самостоятельное направление оптической технологии, которое особенно перспективно в новых областях оптики: оптоэлектронике, интегральной и диффракционной оптике.

11. КОНСТРУКТИВНЫЕ ОСОБЕННОСТИ И ЭЛЕМЕНТНАЯ БАЗА УСТАНОВОК ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ В ВАКУУМЕ

Серийный выпуск вакуумных установок для нанесения оптических покрытий начался в европейских странах в конце 30-х годов. В настоящее время изготовлением такого оборудования заняты многие фирмы развитых капиталистических стран и ряд предприятий в СССР. Вследствие многообразия вышеперечисленных типов и характеристик оптических покрытий, применяемых в технике и в научных исследованиях, а также различий в технологии их получения диапазон требований, предъявляемых к соответствующим вакуумным установкам, также оказался очень широким.

Типичная конструкция вакуумной установки для нанесения оптических покрытий схематически представлена на рис. 9. Ниже рассматриваются характеристики основных узлов и систем этих установок.

Вакуумная камера. Основное распространение получили установки с передней дверью, размеры которой делают равными или близкими к размерам осевого сечения камеры, с целью обеспечения максимальной загрузки, которая выполняется через дверь. Типичная форма камеры — цилиндр или куб правильной или несколько «бочкообразной» формы. Этот тип камеры используется также и в вакуумных установках микроэлектронной промышленности, часть которых до настоящего времени выпускается в универсальном исполнении, обеспечивающем возможность их использования для той и другой области, при этом основным отличием установок для оптики является наличие технологического спектрофотометра. Однако быстрый рост потребностей в оптических покрытиях для изделий фотокинооптики, лазерной и инфракрасной техники, очков, биноклей и т. д. создали предпосылки для организации производств по выпуску установок специально для оптической технологии, как универсальных, так и узкоспециализированных.

Важным условием правильного выбора конструкции вакуумной камеры является определение оптимальной геометрии относительно расположения источника и подложки, обеспечивающей максимальную равномерность осаждения пленкообразующего материала, с высокими требованиями к однородности слоев по толщине при нанесении покрытий одновременно на большое количество деталей или на детали максимальных размеров. Как правило, для этого расстояние от источника испарения до подложки должно оставаться больше, чем диаметр камеры.

Конструкция камеры с передней дверью, в отличие от подъемного колпака, представляет целый ряд преимуществ. Во-первых, появляется возможность перенести откачной патрубок на боковую стенку и тем самым освободить место на днище камеры и под ним

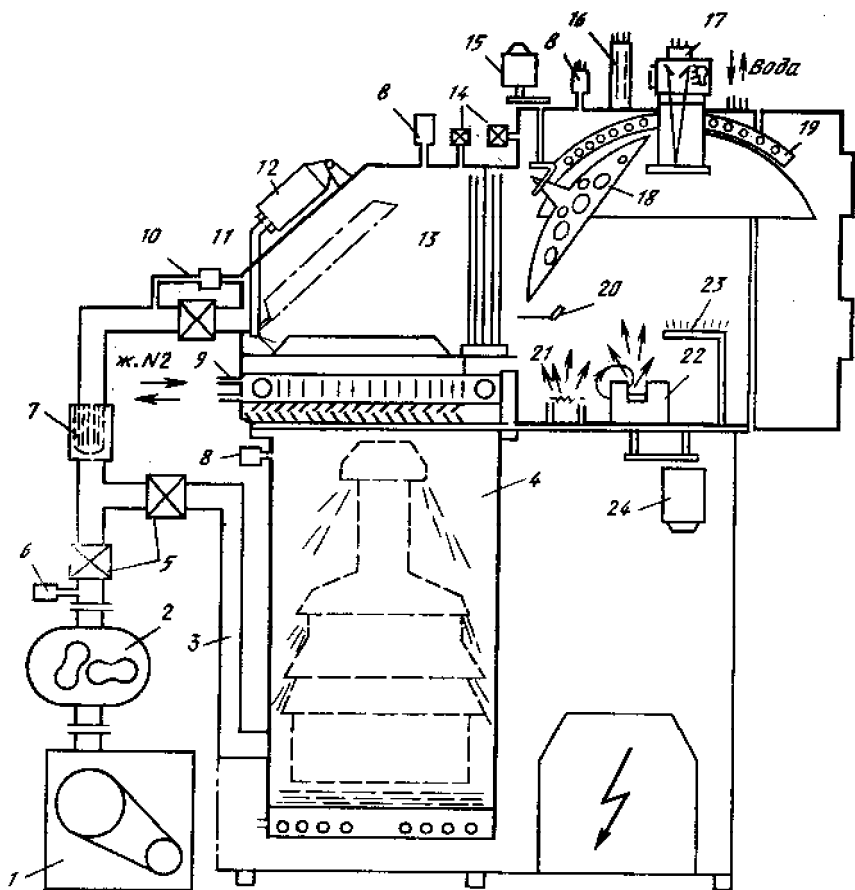


Рис. 9. Схема вакуумной установки для нанесения оптических покрытий термическими способами

1 — форвакуумный насос (агрегат); 2 — двухторный насос; 3 — линия форвакуумной откачки; 4 — диффузионный насос; 5 — форвакуумные клапаны; 6 — термопневматический датчик; 7 — сорбционная ловушка; 8 — высоковакуумный датчик; 9 — криоловушка; 10 — антитурбулентное устройство; 11 — высоковакуумный затвор; 12 — криоловушка; 13 — защитная решетка; 14 — клапаны выпуска атмосферы и технологических газов; 15 — привод вращения подложек; 16 — датчик масс-спектрометра; 17 — спектрофотометр; 18 — купол планетарного устройства; 19 — нагреватель подложек; 20 — кварцевый датчик; 21 — РИ; 22 — ЭЛИ; 23 — электрод тлеющего разряда; 24 — привод тигля

для размещения разнообразной внутри- и внекамерной арматуры и обеспечить к ней свободный доступ. Во-вторых, обеспечивается стабильность юстировки оптической схемы фотометрии, которая не нарушается за счет подъема колпака. В-третьих, неподвижная верхняя крышка позволяет размещение на ней, кроме фотометрических устройств, некоторой части вакуумных вводов; вращения арматуры с электроприводом, вакуумметрических и масс-спектрометрических датчиков и т. д. В-четвертых, появляется возможность

разделения перегородкой технологического пространства от помещения обслуживания установки, т. е. устройства гермозоны («чистой комнаты» или «обеспыленного модуля»), где ведутся работы с оптическими деталями и подколпачной арматурой.

Наличие передней двери облегчает чистку стенок камеры или замену экранов, которыми закрывают от запыления стенки и днище камеры. При необходимости, может быть предусмотрена дополнительная дверь в камеру для чистки со стороны вспомогательного помещения. Размеры двери обычно делают максимальными по высоте и ширине для установки через нее арматуры наибольшего диаметра, с целью достижения максимальной производительности установки.

Система вакуумной откачки. Как уже говорилось выше, в современных установках вакуумный агрегат вынесен из каркаса камеры и соединяется с ней вакуумпроводами, что облегчает обслуживание насосов и других элементов вакуумной системы.

Выбор системы откачки определяется объемом камеры (обычные пределы от 0,2 до 1 м³), заданным предельным вакуумом (не хуже $1 \cdot 10^{-4}$ Па) и рабочим вакуумом (порядка $1 \cdot 10^{-3}$ Па для установок термического испарения и порядка $1,0-10^{-2}$ Па для ионно-плазменного распыления), а также величиной технологических потоков газоотделения и регулируемого газонапуска, которые могут в несколько раз превышать потоки газоотделения при обычном вакуумировании камеры. Вплоть до последних лет наибольшее распространение в качестве средства высоковакуумной откачки напылительных установок для оптики, как и для электроники, имели диффузионные паромасляные насосы с ловушками, охлаждаемыми водой, жидким азотом или фреоновым холодильным агрегатом. Диффузионные насосы дешевы и способны откачивать все газы и газовые смеси с одинаковой скоростью. Незначительные количества углеводородов не оказывают существенного влияния на оптические характеристики несложных покрытий для изделий массового применения. В ближайшей перспективе системы откачки на основе диффузионных насосов еще будут широко применяться для оснащения производственных напылительных установок, а их совершенствование направлено, в первую очередь, на применение новых рабочих жидкостей с низким давлением паров и не слишком дорогих, оптимизацию конструкций ловушек и уменьшение габаритов. Схема вакуумной откачки на основе диффузионного насоса представлена на рис. 10.

Турбомолекулярные насосы заняли прочное место в арсенале конструкторов вакуумных систем напылительных установок для оптики после того как в последние годы, благодаря повышению скорости вращения турбины, были резко снижены их габариты и вес, и они стали хорошо вписываться в конструкции установок, обеспечивая в то же время высокие вакуумные и эксплуатационные характеристики. В то же время они не гарантируют полностью безмасляного вакуума, относительно дороги и обладают низкой степенью ремонтопригодности. Совершенствование ТМН за счет

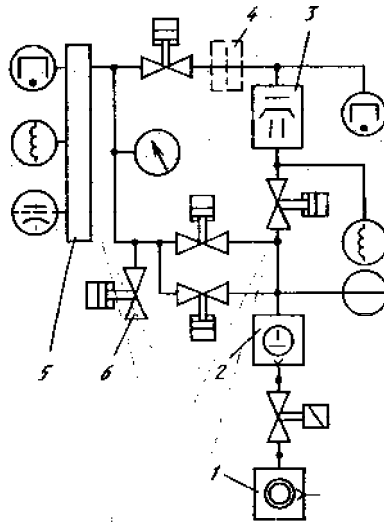


Рис. 10. Принципиальная схема высоковакуумной системы откачки:

1 — пластинчато-роторный вакуумный насос; 2 — насос Рутса; 3 — масляный диффузионный насос; 4 — криогенная ловушка; 5 — вакуумная камера; 6 — вентили пуска воздуха

применения подшипниковых опор с малым трением (газовых, магнитных) вызовет их дальнейшее удорожание и не устранит их важного недостатка — избирательности откачки по массовым числам газовых молекул.

Наиболее перспективными для вакуумных установок оптической технологии представляются вакуумные системы на основе криoadсорбционных насосов с рефрижераторным циклом охлаждения (Гиффорда — Мак-Магона) на базе микрокриогенных охладителей, которые широко применяются уже в настоящее время. Такие насосы не требуют расхода жидкого азота для получения вакуума порядка 10^{-5} Па, просты в обслуживании, обеспечивают стабильный и чистый вакуум. Высокая первоначальная стоимость довольно быстро компенсируется за счет повышения производительности установки вследствие сокращения цикла откачки (не считая времени захлаживания в первом цикле), а также повышения выхода годных покрытий и экономии на жидком азоте, затратах электроэнергии и воды. Криогенная система откачки может быть встроена в действующую установку в порядке ее модернизации, при этом повышаются технические возможности установки и достигается возможность изготовления более сложных покрытий за счет повышения стабильности вакуумно-технологических параметров.

Использование в системах откачки вакуумных установок оптических производств ионно-сорбционных насосов крайне ограничено вследствие их чувствительности к динамическим режимам газовой нагрузки, которые имеют место при нанесении покрытия.

Весьма перспективным может оказаться применение в качестве высоковакуумного средства откачки в оптических напылительных установках электродуговых сорбционных насосов.

В качестве средства форвакуумной откачки используются форвакуумные насосы и агрегаты широкого применения производительностью 20...100 л/с. Наибольшее распространение получила схема откачного агрегата с использованием двухроторного насоса, которая дает двойной выигрыш по весу и потреблению электроэнергии для одинаковой скорости откачки.

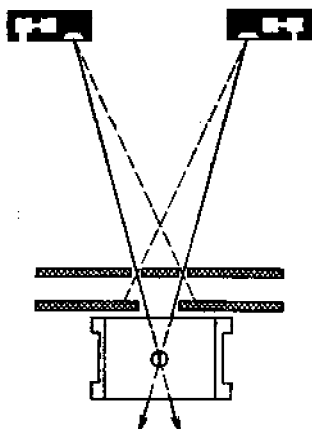


Рис. 11. Управление процессом по парциальному давлению характеристической газообразной компоненты

Для измерения вакуума используются все три обычных типа вакуумметрических датчиков: термопарный, магниторазрядный и ионизационный, которые располагаются в различных точках вакуумной системы, обеспечивая контроль давления и автоматическое управление процессом откачки. Автоматизированные системы управления (АСУ) современных вакуумных установок позволяют отказаться от размещения вакуумметрических табло и индикаторов на панели управления установкой и направлять сигналы от датчиков непосредственно в управляющую ЭВМ, не отвлекая таким образом внимания оператора на контроль промежуточных параметров процесса.

Необходимым компонентом вакуумметрической системы становится квадрупольный масс-спектрометр, показания которого могут быть использованы не только для контроля остаточной и технологической среды, но и для управления процессом по парциальному давлению характеристической газообразной (парообразной) компоненты (рис. 11). Спектрограммы остаточных газов позволяют диагностировать степень натекания вакуумной камеры, загрязнения ее продуктами испарения ПОМ и парами рабочей жидкости насоса и т. д.

Основными направлениями совершенствования вакуумных систем установок для нанесения оптических покрытий являются улучшение степени вакуума и снижение загрязнений остаточной среды, сокращение цикла вакуумно-термической обработки и откачки, снижение шума, повышение надежности и упрощение обслуживания.

Источники испарения и распыления ПОМ. Подавляющее большинство технологических процессов нанесения оптических покрытий в настоящее время основано на использовании источников термического испарения пленкообразующих материалов: резистивных и электронно-лучевых (рис. 12 и 13).

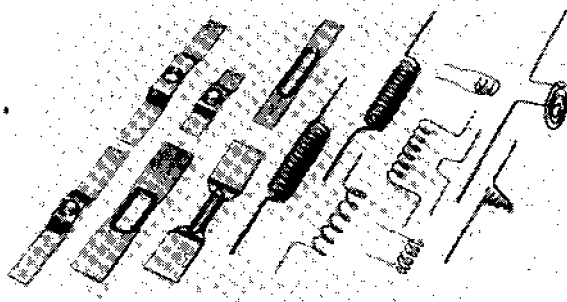
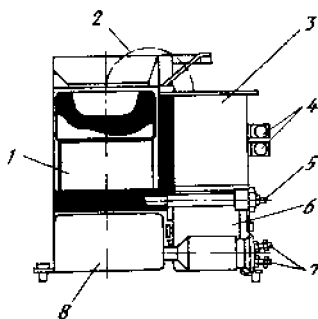


Рис. 12. Различные типы резистивных испарителей

Рис. 13. Схема однотигельного электронно-лучевого испарителя:

1 — одночашечный медный тигель; 2 — электронный пучок (схематически); 3 — генератор пучка; 4 — присоединения высокого напряжения; 5 — охлаждающая вода; 6 — катушка X — отклонения; 7 — присоединения электротока — X — Y — отклонения; 8 — катушка Y — отклонения



К преимуществам электронно-лучевого нагрева ПОМ относятся наибольшая температура поверхности испарения (до 3500°C), возможность получения большой поверхности испарения сканированием электронного пучка, малое загрязнение расплава материалами арматуры и сравнительно простое и безынерционное управление лучом с возможностью поддержания высокой стабильности процесса испарения. Максимальная мощность ЭЛИ в промышленных универсальных напылительных установках составляет обычно $3 \dots 18$ кВт при напряжении $6 \dots 12$ кВ и токах луча до $1,5$ А. Регулирование мощности производится изменением тока эмиссии. Для получения многослойных интерференционных покрытий используются ЭЛИ с многоместным поворотным тиглем или два и даже три ЭЛИ, работающих попеременно. Оптимальной комбинацией источников испарения в универсальной напылительной установке является размещение в камере двух ЭЛИ и одного-двух резистивных испарителей. Схема управления работой ЭЛИ представлена на рис. 14.

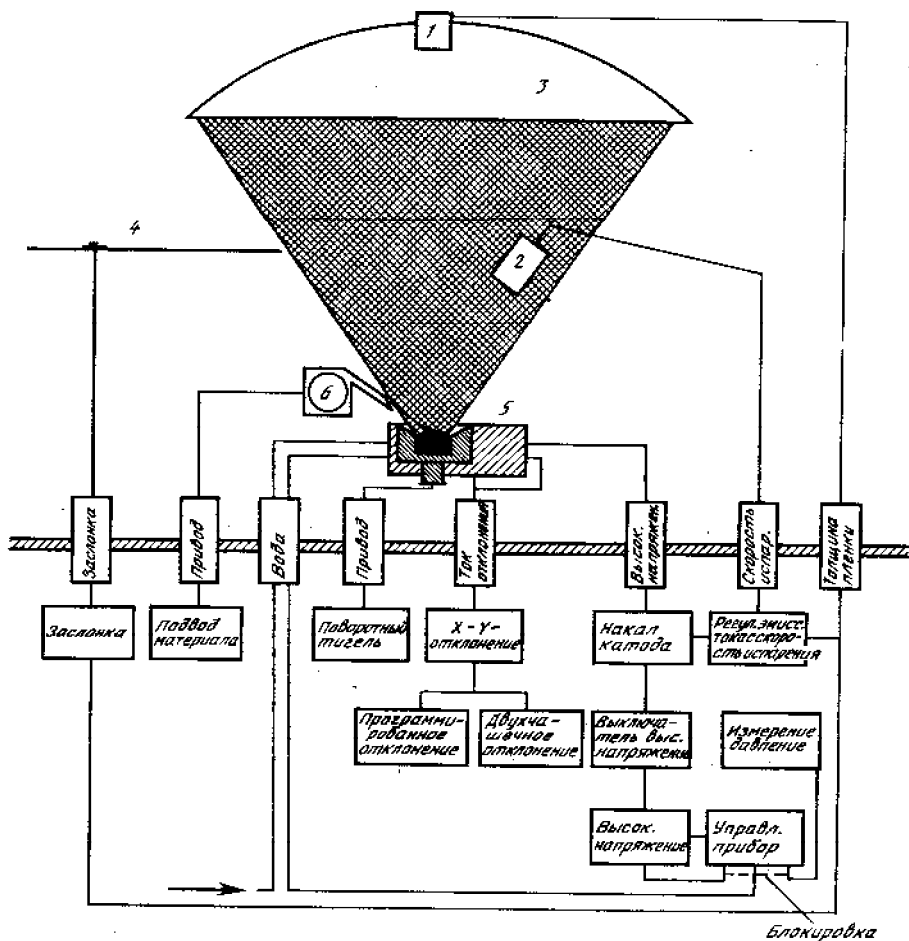


Рис. 14. Схема управления работой электронно-лучевого источника

При нанесении большого числа слоев трудно обеспечить достаточный запас ПОМ в каждом источнике, поэтому в ряде случаев необходима дозагрузка испарителя в процессе нанесения с помощью специальных устройств подсыпки тигля или подачи проволоки в резистивный испаритель.

Прочие способы термического нагрева ПОМ в источнике испарения (электромагнитный, лазерный и др.) не нашли применения в оптических напылительных установках из-за трудностей в стабилизации нагрева.

Основными типами источников в установках для нанесения покрытий ионно-плазменным способом являются катодные и магнетронные системы на постоянном или ВЧ-напряжении. Магнетронные распылители (см. схему на рис. 15) позволяют вести процесс

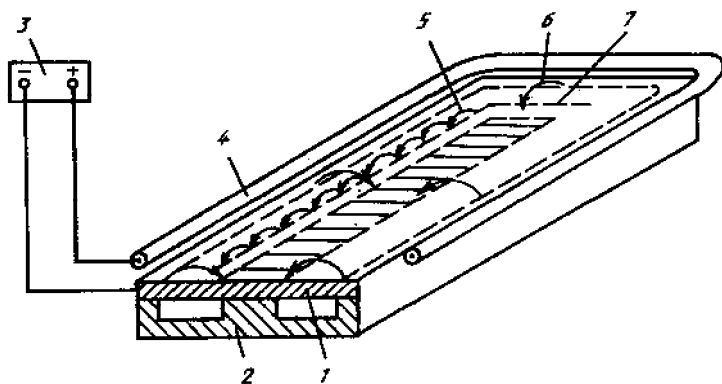


Рис. 15. Принципиальная схема продольного магнетронного источника распыления:

1 — катод-вишень; 2 — магнитная система; 3 — источник питания; 4 — анод; 5 — траектория движения электронов; 6 — силовые линии магнитного поля; 7 — зона распыления

при скоростях в 10...100 раз выше, чем при обычном катодном распылении, и при более низком давлении. При этом энергия осаждаемых частиц больше, чем при электронно-лучевом нагреве, следовательно выше плотность упаковки слоя и лучше адгезия его к подложке.

В последнее время, как указывалось в предыдущем разделе, ведутся интенсивные разработки ионно-лучевых источников распыления, которые имеют большие перспективы в оптической технологии, однако они используются преимущественно в установках специального применения. Последние типы универсальных установок для нанесения оптических покрытий уже комплектуются по заказу потребителя ионными источниками для травления подложек ионно-химическим способом; обеспечивают комбинированное нанесение оптических покрытий и реализацию так называемого ионно-термического способа.

Подколпачная арматура. Конструкция и тип подколпачной арматуры вакуумной установки для нанесения покрытий также являются важными факторами, определяющими производительность установки, выход годных изделий, в частности по отклонениям от заданной толщины и т. д. Эта арматура служит для крепления партии подложек или одиночных крупных деталей в камере, приведения их во вращение относительно одной или нескольких осей. Обеспечивает максимальную загрузку камеры и определяет геометрию относительного расположения подложек и испарителей, распределения температуры нагрева, а также скорость осаждения покрытия.

Простейшими и широко используемыми типами подложкодержателей служат плоский диск и вогнутый купол, которые устанавливаются перпендикулярно оси камеры концентрично ей или с

некоторым смещением относительно центра камеры (рис. 16). В центре диска или купола предусматривается отверстие для размещения под ним контрольного образца системы фотометрического контроля или кассеты с такими образцами (при нанесении многослойных систем). Более высокая равномерность получаемых покрытий по толщине (лучше 1%) достигается использованием двой-

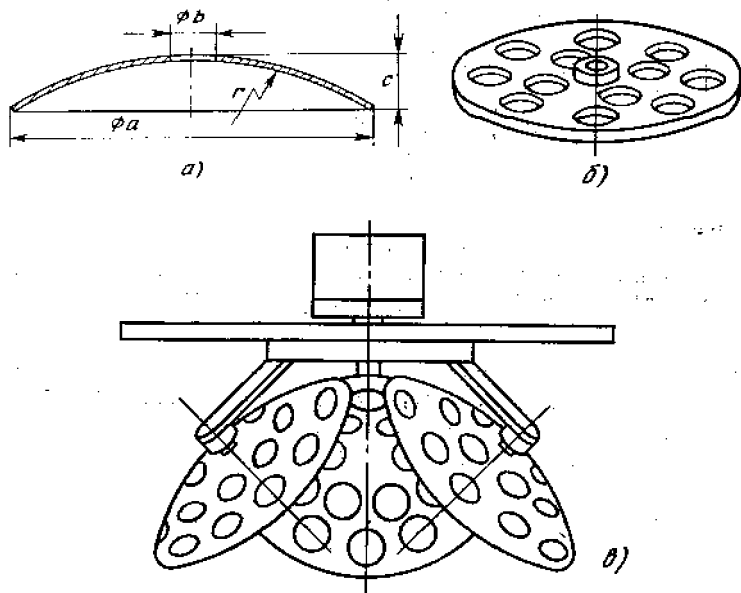


Рис. 16. Типы подложкодержателей:
 а — сфера; б — плоский диск; в — планетарная система

ного вращения нескольких дисков или куполов (планет) вокруг своей оси и оси камеры, с наклоном осей относительно друг друга на $30-50^\circ$, а также с использованием специально сконструированных масок.

Для нанесения покрытий с двух сторон подложки в одном технологическом цикле может быть использована арматура с переверотом, например, в виде секторного купола.

Система нагрева подложек должна обеспечивать подъем температуры по заданному графику и ее выдержку при определенных значениях. Нагреватели в виде ТЭНов или кварцевых ламп размещаются обычно над подложкодержателем, и нагрев деталей происходит с обратной стороны от испарителей. В ряде случаев это неприемлемо (для толстых линз, призм и т. п.), и дополнительные источники ИК-нагрева размещают снизу от подложек — на днище или на стенках камеры. Для обеспечения равномерности нагрева и повышения к. п. д. верхние секции нагревателя выполняют по форме сферы подложкодержателя, а дополнительное регулирование

теплораспределения обеспечивается отдельным питанием секций нагревателя. Мощность нагрева достигает нескольких киловатт.

Кроме нагрева, предварительная вакуумно-термическая обработка поверхностей подложек включает в себя операции воздействия тлеющим разрядом, а также травления и подполировки слоев с помощью ионных источников, обеспечивающих образование более плотной плазмы, чем плазма тлеющего разряда.

Контроль толщины и скорости нанесения покрытия. Как уже говорилось, основным отличием установок для нанесения оптических тонкослойных покрытий служит оснащение последних системой прецизионного фотометрического контроля оптической толщины наносимых слоев по интерференционному сигналу, пропорциональному коэффициенту пропускания или коэффициенту отражения слоя (системы слоев). Зависимость коэффициента отражения от оптических характеристик осаждаемого слоя определяется выражением:

$$R = 1 - \frac{4n^2n_g}{n^2(1+n_g)^2 + (1-n^2)(n_g^2-n^2)\sin^2\delta} \quad (90)$$

где $\delta = 2\pi nd/\lambda$, оптическая толщина осаждаемого слоя;

a — геометрическая толщина осаждаемого слоя;

n — показатель преломления материала слоя;

n_d — показатель преломления материала подложки;

λ — длина волны измерения.

Следовательно, каждый раз, когда $n \cdot d$ принимает значения, кратные $\lambda/4$, величина коэффициента отражения оказывается экстремальной. Таким образом, отсчет толщины слоя можно производить по числу экстремумов, а с помощью дополнительной схемы пересчета можно закрывать заслонку над испарителем в заданный момент после прохождения нужного экстремума.

Современные спектрофотометры, сконструированные специально для встраивания их в вакуумные установки для нанесения оптических покрытий, включают в себя прецизионный монохроматор с плавной перестройкой длины волны и набор сменных решеток и фотоприемников, что позволяет проводить измерения в широком диапазоне от УФ до дальней ИК-области, контролируя оптическую толщину покрытия в его рабочей точке в процессе нанесения слоев. При этом важно еще раз отметить, что контролируется именно оптическая толщина, определяющая оптические характеристики покрытия, поскольку входящий в нее показатель преломления может быть различным в зависимости от технологических факторов процесса. Схема спектрофотометра представлена на рис. 17.

Поряду с фотометрическим методом, преимущества которого перечислены выше, в вакуумных установках продолжают широко использовать метод измерения толщины и скорости нанесения покрытия с помощью кварцевого резонатора. Современные приборы кварцевого контроля, основанные на компенсационном методе измерения, отличаются высокой чувствительностью и стабильностью, оставаясь в то же время более простым и универсальным, чем

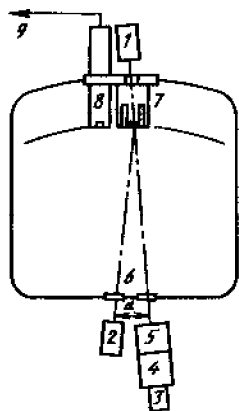


Рис. 17. Схема устройства для контроля толщины и скорости нанесения покрытия:

1 — источник света для измерений на пропускание; 2 — источник для измерений на отражение; 3 — приемник; 4 — монохроматор; 5 — устройство смены фильтра; 6 — окно $\varnothing 70$ мм; 7 — устройство смены контрольных стекол; 8 — головка кварцевого измерителя; 9 — к измерителю скорости

спектрофотометры с автоматическим управлением. Кварцевые датчики могут быть установлены в любом месте вакуумной камеры, в частности, при использовании нескольких испарителей для каждого из них может быть установлен отдельный датчик.

Зависимость между резонансной частотой кварцевого кристалла и толщиной осажденного ПОМ определяется соотношением:

$$\Delta d = \gamma_0 d_0 \gamma \Delta f, \quad (91)$$

где Δf — изменение резонансной частоты кварцевого кристалла, Гц;

γ и γ_0 — плотности материала слоя и кристалла кварца, г/см^3 ;
 Δd и d_0 — толщины осажденного слоя и кварца, см.

Максимальная толщина слоя, напыляемого на один кристалл до его замены, может достигать нескольких десятков микрон.

Комбинация вышеописанных методов контроля толщины и скорости, в сочетании с автоматической обработкой результатов измерений, позволяют полностью автоматизировать технологический процесс и обеспечить высокую стабильность и воспроизводимость характеристик слоев.

Прочие методы контроля толщины и скорости нанесения покрытий, в частности, контроль скорости испарения по составу пара ПОМ с помощью масс-спектрометра или спектрометра атомного поглощения, эллипсометрический контроль показателя преломления слоя, измерение удельного сопротивления слоя при нанесении электропроводящих покрытий и др., хотя и реализованы в виде отдельных экспериментальных устройств или даже серийно выпускаемых приборов, пока не нашли широкого применения в промышленных установках для нанесения оптических покрытий.

Система автоматизированного управления установкой и технологическим процессом. Приведенный выше перечень основных систем установки для нанесения оптических покрытий, разнообразие режимов их работы и параметров технологических процессов опре-

Сравнение числа манипуляций, производимых оператором при нанесении оптических покрытий различной сложности

Наименование операции	Тип покрытия		
	Однослойное просветление:	Широкополосное просветление:	Светоделитель
Контроль вакуума	2	2	2
Контроль давления технологического газа	3	7	111
Контроль протока воды	2	2	2
Контроль нагрева подложек	4	4	4
Контроль тлеющего разряда	4	4	—
Контроль вращения подложек	5	5	5
Фотометрические измерения	3	14	305
Управление резистивными испарителями	5	5	5
Управление электронно-лучевыми испарителями	—	29	560
Управление заслонками	3	10	129
ИТОГО:	31	76	1118

деляют сложность работы оператора при управлении установкой в ручном режиме и высокие требования к его квалификации. В табл. 9 приведены данные о количестве переключений и операций, выполняемых оператором при нанесении однослойного просветляющего покрытия и 43-слойного светоделителя. При этом управление откачкой считается автоматизированным и не требующим участия оператора. Проведенный анализ не оставляет сомнений в необходимости автоматизации с целью сокращения брака, повышения выхода годных изделий, обеспечения стабильности и воспроизводимости характеристик покрытий, поскольку даже при самой высокой квалификации оператора невозможно поддерживать все технологические параметры в узких пределах, обеспечивающих высокую воспроизводимость (рис. 18), а также своевременно вводить их корректировку для повышения качества всей системы слов.

На этапе перехода к полной автоматизации процессов нанесения покрытий выпускаются установки с различной степенью автоматизации отдельных его стадий, однако в ближайшем будущем основным типом вакуумной установки для нанесения покрытий станет гибкий автоматизированный модуль, встраиваемый в линию изготовления и обработки оптических деталей с покрытиями.

Таким образом, в создании вакуумных установок для нанесения оптических покрытий появился новый важный этап — разработка технологических программ, требующий привлечения квалифицированных специалистов, владеющих современными научными мето-

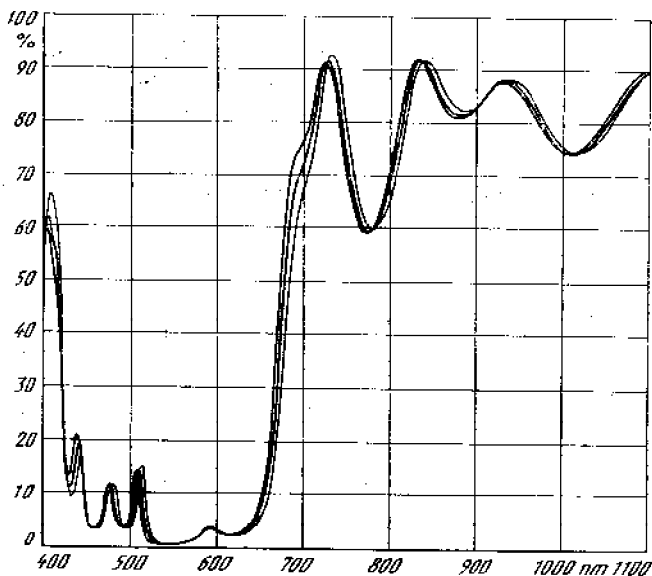


Рис. 18. Воспроизводимость трех последовательных циклов нанесения 23-х слойной системы слоев покрытия типа «холодное зеркало» с помощью АСУ ТП «Лейком» фирмы «Лейбольд-Геркус» (ФРГ)

дами рационального программирования и методами алгоритмизации оптической технологии.

Стоимость современной автоматизированной установки уже сейчас достигла на мировом рынке уровня 300 тыс. долларов и продолжает возрастать, с учетом вышеуказанных факторов. Поэтому было бы очевидно справедливым отнести сюда оценки из других отраслей машиностроения, согласно которым автоматические линии и модули становятся рентабельными в эксплуатации только при их непрерывном использовании с полной нагрузкой в течение 2,5—3 смен в сутки.

В табл. 10 приведены технические характеристики ряда вакуумных установок для нанесения оптических покрытий, выпускаемых ведущими европейскими и японскими фирмами, а также некоторых из советских установок.

В приложениях 1 и 2 приведены дополнительные сведения по технологии изготовления тонкослойных покрытий на оптических деталях в соответствии с отраслевыми стандартами.

Таблица 10

Технические характеристики установок для нанесения оптических покрытий методом термического испарения в вакууме

№ п/п	Тип, модель	Фирма, страна	Размеры камер, мм (внутр.)	Максимальный диаметр подложки, мм	Кол-во и мощность РИ шт., кВт (общая)	Кол-во и мощность ЭДН шт., кВт (общая)	Быстрога откачки, л/с		Контроль толщины и скорости напыления	Масса ванадия и олова	Макс. нагрузка (объем деталей и diam.)	Возможность эксплуатации
							Форм. вак.	Высоковак. насос				
1.	ВАК-640	«Бальцерс» Лихтеншт.	740×900 ×825	640	2 шт. 5 кВт	2 шт. 15 кВт	50	диф. 8000 крио 4300	1600	45 шт. по 75 мм	да	
2.	A700Q/OE	«Лейболд-Герерс» ФРГ	Ø710× ×710	685	2 шт. 4,4 кВт	2 шт. 15 кВт	до 12	диф. 12000 крио 10000 турб. 3500	1700	50 шт. по 70 мм	да	
3.	PLM 700	«Эвардс», Англия	Ø700× ×750	600	4 шт. 5 кВт	1 шт. 14 кВт	22	диф. 6500	—	—	нет	
4.	SL 10/24	ETA, Англия	Ø910	800	3 шт. 5 кВт	2 шт. 15 кВт	17	диф. 5300 турб. 6000	—	81 шт. по 75 мм	да	
5.	BMC 700	«Синку Кн-кан», Япония	Ø700× ×900	600	2 шт. 4 кВт	1 шт.	20	диф. 9000	2000	50 шт. по 65 мм	нет	
6.	EVA-600B	«Алкатель» Франция	600×600 ×800	500	2 шт. 10 кВт	2 шт. 10 кВт	32	диф. 8000 крио 1500	—	—	да	
7.	EBX-10	«Ульвак», Япония	Ø650× ×800	440	—	2 шт. 16 кВт	60	крио 10000 диф. 15000	—	45 шт. по 75 мм	нет	
8.	B-63 DM	«Ховваку-ум», ГДР	700×700 ×650	660	2 шт. 14 кВт	2 шт. 14 кВт	16	диф. 15000	2200	50 шт. по 75 мм	да	
9.	УРМ3.279.060	СССР	Ø650× ×650	660	3 шт. 2 кВт	1 шт. 10 кВт	16	диф. 10000	2000	72 шт. по 30 мм	нет	
10.	BV-800V	СССР	Ø800× ×1000	690	3 шт. 4 кВт	2 шт. 18 кВт	120	диф. 15000 крио 5000	2700	55 шт. по 75 мм	да	

Способы нанесения отдельных слоев покрытий

Способ нанесения слоя	Условное обозначение
Резистивным испарением	И
Электронно-лучевым испарением	ИЭ
Реактивным электронно-лучевым испарением в атмосфере кислорода	ИЭ _о
Ионно-плазменным распылением	ИП
Реактивным ионно-плазменным распылением в атмосфере кислорода *	ИП _о
Ионно-плазменным высокочастотным распылением	ИПВ
Реактивным ионно-плазменным высокочастотным распылением *	ИПВ _о
Химическим из раствора	Р
Травлением	Т
Электролизом	Е
Обработкой с нагревом в расплаве	Н
Кистью, пульверизатором или центрифугированием	П
Обработкой в парах или газах	Г

* В случае использования другого газа (азота и др.) в условном обозначении в качестве индекса указывается знак соответствующего химического элемента (N и др.)

Пленкообразующие материалы, применяемые для нанесения слоев покрытий

Материал	Условное обозначение	Материал	Условное обозначение
Алюминий	1	Платина	6
Алюминия оксид	85	Родий	7
Бария фторид	56	Свинца фторид	37
Гафний	19	Сера	42
Гафния оксид	90	Серебро	8
Германий	16	Серебро с медью (сплав)	10
Золото	2	Скандий	20
Инвар (сплав)	115	Скандия оксид	117
Индий	59	Стронция фторид	18
Индия оксид	69	Сурьмы сульфид	27
Иттрия оксид	121	Сурьмы оксид	40
Иттрия фторид	97	Тантал	14
Кадмий	11	Тантала оксид	98
Кремний	12	Теллур	17
Кремния оксид	41	Титан	15
Кремния монооксид	31	Титана оксид	88
Криолит	23	Титана монооксид	89
Лантана фторид	116	Хром	9
Лантана оксид	50	Церий	99
Магния фторид	24	Церия фторид	96
Медь	3	Церия оксид	94
Натрия фторид	91	Цинка оксид	32
Неодима оксид	105	Цинка селенид	39
Никель	4	Цинка сульфид	29
Ниобий	13	Цирконий	36
Олова оксид	58	Циркония оксид	57
Палладий	5		

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПРОВЕРКИ

1. Какой из способов нанесения оптических покрытий является в настоящее время основным?
2. Какими факторами определяется равномерность нанесения пленкообразующего материала на поверхность оптической детали при термическом испарении?
3. Чем характеризуется способ ионно-плазменного распыления?
4. В чем состоят требования к оптическим свойствам покрытий и пленкообразующих материалов.
5. На какие составляющие разлагается плоская световая волна после прохождения границы раздела двух сред?
6. Чем характеризуется угол Брюстера для отраженной волны?
7. При каких условиях наличие нанесенного слоя не сказывается на оптических свойствах покрываемой им поверхности?
8. Какие покрытия называются просветляющими и чем они характеризуются?
9. Какие покрытия называются отражающими?
10. Перечислите основные типы оптических покрытий по их назначению.
11. Чем отличаются понятия оптической и геометрической толщины покрытия?
12. Назовите основные факторы, определяющие технологический процесс нанесения оптических покрытий.
13. Назовите основные стадии процесса нанесения.
14. Какие факторы определяют концентрацию примесей в слое?
15. Пики каких основных газов входят в спектр остаточной среды при испарении?
16. Какие типы оксидов применяют для нанесения оптических слоев?
17. Каковы основные этапы традиционных методов разработки новых оптических покрытий?
18. В чем сущность возможного усовершенствования традиционного алгоритма?
19. Перечислите основные системы и агрегаты, составляющие вакуумную установку для нанесения оптических покрытий.
20. Какие типы вакуумных насосов предпочтительны к применению в установках для нанесения оптических покрытий?
21. В чем состоят основные принципы измерения толщины и скорости нанесения оптических покрытий?

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Александров Л. Н. Кинетика образования и структуры тонких слоев.— Новосибирск: Наука, Сиб. отд., 1972, 138 с.
 2. Бояринов А. И., Кафаров В. В. Методы оптимизации в химической технологии.— М.: Химия, 1975, 310 с.
 3. Введенский В. Д., Фурман Ш. А. Автоматизированное нанесение тонкопленочных интерференционных покрытий в вакууме.— Л.: Знание, 1983, 28 с.
 4. Ивановский Г. Ф., Петров В. И. Ионно-плазменная обработка материалов.— М.: Радио и связь, 1986, 120 с.
 5. Ковалев Л. К. Вакуумное оборудование для производства тонкопленочных структур квантовой электроники / Обзоры по электронной технике, сер. 11, вып. 2 (886).— М.: ЦНИИ «Электроника», 1982, 83 с.
 6. Крылова Т. Н. Интерференционные покрытия.— Л.: Машиностроение, 1973, 224 с.
 7. Налимов В. В., Чернова Н. Л. Статистические методы планирования экстремальных экспериментов.— М.: Наука, 1965, 250 с.
 8. Палатник Л. С., Косевич В. М., Фукс М. Я. Механизм образования и субструктура конденсированных пленок.— М.: 1972, 220 с.
 9. Первеев А. Ф. Ионно-лучевая обработка оптических материалов в вакууме / Труды ГОИ им. С. И. Вавилова.— 1985, т. , с.
 10. Розанов Л. Н. Вакуумная техника.— М.: Высшая школа, 1982, 151 с.
 11. Справочник технолога-оптика / Под ред. С. М. Кузнецова, М. А. Окатова.— Л.: Машиностроение, 1983, 414 с.
 12. Суйковская Н. В. Химические методы получения тонких прозрачных пленок.— Л.: Химия, 1971, 200 с.
 13. Технология тонких пленок / Справочник, тт. 1—2 / Под ред. Л. Майсселя, Р. Глэнга.— М.: Сов. радио, 1977, 664 с.
 14. Физика тонких пленок / Сборник статей, т. 8 / Под ред. Г. Хасса и др.— М.: Мир, 1978, 360 с.
 15. Фурман Ш. А. Тонкослойные оптические покрытия.— Л.: Машиностроение, 1977, 264 с.
 16. Холланд П. Нанесение тонких пленок в вакууме.— М.: Энергия, 1963, 608 с.
 17. Sommerkamp P. Industrielle Beschichtungsverfahren in der Optik. Vakuum-Technik, 1983, Bd 39, № 4, p. 99—108.
 18. Pulker H. K. Coatings on glass. Elsevier, Amsterdam—Oxford—New-York—Tokyo, 1984. — 485 p.
-

ОГЛАВЛЕНИЕ

	Стр.
Введение	3
1. Методы нанесения оптических покрытий в вакууме	4
2. Основы расчета оптических характеристик покрытий	8
2.1. Отражение на границе раздела двух однородных изотропных сред	8
2.2. Интерференционные явления в тонких слоях	12
3. Типы оптических покрытий и их характеристики	18
4. Основные свойства слоев и номенклатура используемых пленкообразующих материалов	23
5. Кинетика роста оптических слоев в вакууме	29
6. Аналитическая модель процесса нанесения оптических слоев	31
7. Термодинамический анализ и кинетика процесса диссоциации индивидуальных пленкообразующих материалов (оксидов)	33
8. Статистическое моделирование технологического процесса нанесения оптических покрытий	40
9. Методика расчета технологического процесса нанесения оптических слоев	46
10. Ионная обработка оптических материалов и покрытий	49
11. Конструктивные особенности и элементная база установок для нанесения оптических покрытий в вакууме	52
Приложение 1	65
Приложение 2	66
Вопросы для самопроверки	68
Список литературы	68